

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 158244

Ausschließungspatent

Ertelt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(11)	158 244	(44)	05.01.83	Int. Cl. ³ 3(51) C 08 F 20/60
(21)	AP C 08 F / 228 049 1	(22)	21.12.79	
(31)	P 2856383.9 P 2911642.5	(32)	27.12.78 24.03.79	(33) DE

(71) siehe (73)

(72) Küster, Erich, Dr. Dipl.-Chem.; Goossens, Bernhard, Dr.; Dahmen, Kurt, Dr.; Barthell, Eduard, Dr., DE

(73) Chemische Fabrik Stockhausen & CIE., Krefeld, DE

(74) Internationales Patentbüro Berlin, 1020 Berlin, Wallstraße 23/24

(54) Verfahren zur Herstellung von Homo- und Copolymerisaten

(57) Die Erfindung betrifft ein Herstellungsverfahren neuer Homo- und Copolymerisate, die in der Abwasseraufbereitung, Papierindustrie und Schmiermittelindustrie eingesetzt werden können. Erfindungsaufgabe ist die Bereitstellung neuer Polymerisate aus ebenfalls neuen α,β -ungesättigten N-substituierten Carbonsäureamiden. Erfindungsgemäß hergestellt werden Polymerisate mit wiederkehrenden Einheiten der Formel, worin die Substituenten unterschiedliche Bedeutung aufweisen. — Formel —

228049 1

- 1 -

Verfahren zur Herstellung von Homo- und Co-Polymerisaten

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Herstellungsverfahren neuer Homo- und Copolymerisate, die in der Abwasseraufbereitung, Papierindustrie und Schmiermittelindustrie eingesetzt werden können.

Bekannte technische Lösungen

N-substituierte Alkylacrylamide sind schon seit längerem bekannt. Neu dagegen sind die in der Stammanmeldung beschriebenen α, β -ungesättigten N-substituierten Carbonsäureamide, die als Ausgangsstoffe für die Herstellung der Homo- und Copolymerisate eingesetzt werden können. Die Herstellung der bekannten N-substituierten Alkylacrylamide ist beispielsweise aus IACS 73, 1951, 4076; IA-PS 69 200 83; DE-OS 23 440 70; US-PS 27 730 63 und weiteren Veröffentlichungen bekannt.

Ziel der Erfindung

Es ist Ziel der Erfindung, den Stand der Technik durch neue Polymerisate zu bereichern.

Wesen der Erfindung

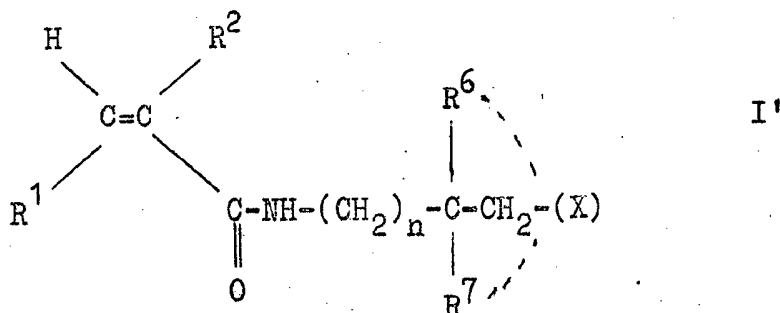
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, neue Homo- und Copolymerisate aus α, β -ungesättigten N-substituierten Carbonsäureamiden bereitzustellen.

Erfindungsgemäß hergestellt werden daher aus neuen α, β -ungesättigten N-substituierten Carbonsäureamiden der allgemeinen Formel

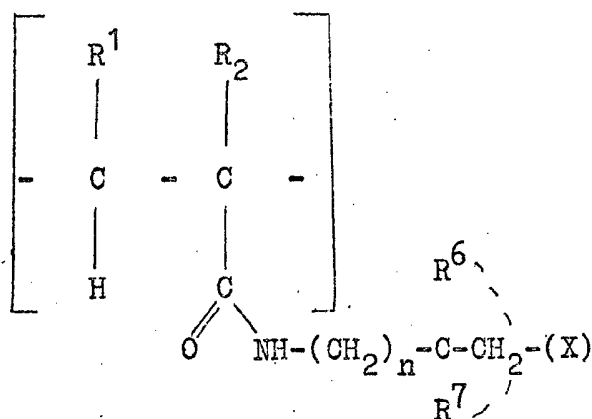
228049 1 - 2 -

26.4.1982

58 916/12/20



in der R_1 bzw. R_2 Wasserstoff oder Methyl, R_6 bzw. R_7 Alkylgruppen, vorzugsweise niedere Alkylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen, insbesondere Methyl-, oder Arylgruppen bedeuten oder R_6 und R_7 zusammen Bestandteil eines aliphatischen Rings, insbesondere des Cyclopentyl- oder Cyclohexylrings sind, n eine ganze Zahl von 0 bis 10 ist und x den Rest eines Amins der Formel $-\text{N}(\text{R}_4)(\text{R}_5)$ bedeutet, wobei R_4 und R_5 für Alkylreste mit 1 bis 4 C-Atomen stehen oder Cycloalkylreste mit 3 bis 8 C-Atomen darstellen, durch bekannte Polymerisationsverfahren Homo- und Copolymerisate, die wiederkehrende Einheiten der Formel



aufweisen, worin R^1 , R^2 , R^6 , R^7 , X und n die oben genannte Bedeutung aufweisen.

Die ungesättigte Ausgangsverbindung kann allein oder mit anderen polymerisierbaren Monomeren polymerisiert werden.

228049 1 - 3 -

26.4.1982

58 916/12/20

Die Polymerisation erfolgt nach bekannten Verfahren:
Sie kann thermisch, photochemisch, mit Strahlen oder mit den üblichen radikalischen Initiatoren ausgelöst werden. Hierzu kann die Polymerisation in Lösung, Suspension oder Emulsion durchgeführt werden. Geeignete Initiatoren sind u. a. anorganische Peroxide, wie z. B. Wasserstoffperoxid oder organische Hydroperoxide und Peroxide, wie z. B. tert.-Butyl-, Kumolhydroperoxid oder Dibenzoylperoxid, in Radikale zerfallende aliphatische Azoverbindungen, wie z. B. 2,2'-Azo-bis-isobuttersäurenitril, Redoxkatalysatorsysteme, wie die Systeme Persulfat oder Chlorat mit Disulfit oder Eisen-(II)-Salzen, ferner die als Radikalbildner bekannten Chelate von Übergangsmetallen. Die Initiatoren werden im allgemeinen in einer Menge von 0,001 bis 1 Gew.-%, bezogen auf die Monomermenge, verwendet. Die optimale Menge und der optimal wirksame Initiator lassen sich durch Versuche leicht ermitteln.

Die Polymerisation wird vorteilhaft in Gegenwart eines Lösungs- oder Verdünnungsmittels durchgeführt. Die bei anderen Monomeren üblichen Suspensions-, Lösungs- oder Emulsionspolymerisationsverfahren sind auch für die erfindungsgemäßen Polymerisate geeignet. Gegebenenfalls können Hilfsmittel, wie Puffersubstanzen, Dispergiermittel, Schutzkolloide und dergleichen verwendet werden.

Als Comonomere kommen Verbindungen in Betracht, die eine polymerisierbare Doppelbindung enthalten, insbesondere:

Vinylaromaten,	z. B. Styrol und α -Methylstyrol,
	Vinylpyridin
Acrylnitrile,	z. B. Acrylnitril und Methacrylnitril
Acrylamide,	z. B. Acrylamid, Methacrylamid sowie

228049 1 - 4 -

26.4.1982

58 916/12/20

N-mono- und N-disubstituierte Acryl-
und Methacrylamide,

Acrylester und Methacrylester,
Acrylsäure und Methacrylsäure,
Vinylester und Vinylether,
Fumarsäure und Maleinsäure sowie deren Derivate sowie Ver-
bindungen, die mehr als eine polymerisierbare Doppelbindung
enthalten, wie z. B. Divinylbenzol, Methylenbisacrylamid
und Acrylallylester. Besonders bevorzugt wird Acrylamid
verwendet.

Die Zusammensetzung der erfindungsgemäßen Copolymerisate
kann in weiten Grenzen schwanken. Erfindungsgemäße Copoly-
merisate können vergleichsweise geringe Mengen an erfin-
dungsgemäßen Monomeren, z. B. 5 Gew.-% enthalten, während
der Rest, z. B. 95 Gew.-%, aus anderen Comonomeren besteht.
Andererseits fallen unter die Erfindung aber auch Copolyme-
risate mit hohen Anteilen an erfindungsgemäßen Monomeren
von beispielsweise 50 bis 95 Gew.-% an erfindungsgemäßen
Monomeren und 50 bis 5 Gew.-% an anderen Comonomeren.
Selbstverständlich fallen auch die Homopolymeren der erfin-
dungsgemäßen Polymeren unter die Erfindung. Bevorzugte Co-
polymerisate bestehen zu 5 bis 60, insbesondere 10 bis 50
Gew.-%, aus erfindungsgemäßen Monomeren, d. h. ungesättig-
ten Carbonsäureamiden der Formel I', und 95 bis 40, insbe-
sondere 90 bis 50 Gew.-%, an anderen Comonomeren, wobei
als Comonomere Acryl- oder Methacrylsäurederivate wie
Acrylamid und Methacrylamid oder Acryl- oder Methacrylsäure-
ester bevorzugt werden.

Die Monomer-Produkte lassen sich neutralisieren und/oder
quarternieren; die aus diesen kationischen Monomeren her-
gestellten Polymerisate sind nicht nur hervorragende Flok-

228049 1 - 5 -

26.4.1982

58 916/12/20

kungs- und Entwässerungshilfsmittel für die Abwasseraufbereitung und Hilfsmittel zur Verbesserung der Trockenfestigkeit und Naßfestigkeit von Papier sowie Retentionshilfsmittel, sondern lassen sich auf Grund ihrer Temperaturstabilität auch vorteilhaft als Viskositätsregler und Dispergiermittel in Schmierstoffen einsetzen.

Bei Polymerisation in Gegenwart definierter Mengen an Vernetzer lassen sich ferner Anionenaustauscherharze gewinnen.

In den Polymerisaten würde die Eliminierung von Amin die spezifische Aktivität herabsetzen und im Grenzfall zur völligen Wirkungslosigkeit führen.

Die erfindungsgemäß hergestellten Polymerisate haben bei Anwendung als Flockungs- und Entwässerungshilfsmittel bevorzugt Molekulargewichte in der Größenordnung von 5 bis 10 Mill., bei Verwendung als Papierhilfsmittel bevorzugt von etwa 1 bis 5 Mill. und bei den anderen beschriebenen Anwendungen von bevorzugt < 1 Mill.

Die in der Stammanmeldung AP C07C/218 050 beschriebene Herstellung der Monomeren erfolgt durch Umamidierung von β -substituierten Carbonsäureamiden mit primären Aminen unter Ammoniakalisierung und Umwandlung der entstandenen N-substituierten Säureamide durch Verdampfung.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend durch Beispiele näher beschrieben.

228049 1 - 6 -

26.4.1982

58 916/12/20

Beispiel 1

Homopolymerisat TEMAPA . $1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$:

160 g N-(N', N', 2', 2'-Tetramethylaminopropyl)acrylamid wurden in 85 g Wasser gelöst und mit 199,5 g 20%iger Schwefelsäure sauer gestellt. Die Lösung wurde auf 55 °C aufgeheizt und die Polymerisation durch Zugabe von 80 mg Azobisisobutyronitril ausgelöst. Nach 2stündigem Stehen wurde das gelartige Polymerisationsprodukt zerkleinert, getrocknet und zu einem weißen Pulver zermahlen. Restmonomergehalt 0,72 %, Viskosität (1 % wäßrige Lösung)

184 m.Pa.s.

NMR und IR siehe Anhang (Fig. 21 und 22).

Beispiel 2

Copolymerisat TEMAPA . $1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$ /'Acrylamid:

80 g N-(N', N', 2', 2'-Tetramethylaminopropyl)acrylamid wurden in 386 g Wasser gelöst und mit 100 g 20%iger Schwefelsäure sauer gestellt. Nach Zusatz von 100 g Acrylamid wurde die Lösung auf 55 °C aufgeheizt und die Polymerisation mit 80 mg Azobisisobutyronitril gestartet. Nach 3stündigem Stehen wurde das gelartige Copolymerisationsprodukt zerkleinert, getrocknet und zu einem weißen Pulver zermahlen.

Restmonomergehalt: 0,7 %

Viskosität (1 % wäßrige Lösung) 1200 m.Pa.s.

228049 1 - 7 -

26.4.1982

58 916/12/20

Beispiel 3

Homopolymerisat aus TEMAPA . CH_3Cl :

200 g TEMAPA . CH_3Cl wurden in 380 g Wasser gelöst und auf pH 4 eingestellt. Nach Ausblasen mit Stickstoff wurde die Polymerisation durch Zusatz von 3 mg Kaliumperoxodisulfat, 2 mg Natriumdisulfit, 0,2 mg Eisen(II)-sulfat und 30 mg 2,2'-Azobis-(2-amidinopropan)-dihydrochlorid = AIBA ausgelöst. Das erhaltene Gel wurde bis auf einen Restwassergehalt von 10 % getrocknet und gemahlen. Grenzviskosität (10 %ige Kochsalzlösung): 387,5 ml/g.

Beispiel 4

Copolymerisat aus Acrylamid (78 Gew.-%)
und TEMPA . $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$ (22 Gew.-%):

234 g Acrylamid und 66 g TEMAPA . $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$ wurden in 700 g Wasser mit 30 mg AIBA versetzt und nach Durchleiten von Stickstoff 30 min mit einer Lampe (OSRAM H WL 250 Watt) bestrahlt. Das erhaltene Gel wurde bis auf einen Restwassergehalt von 11 % getrocknet und gemahlen. Grenzviskosität (10 %ige Kochsalzlösung): 1640 ml/g
NMR s. Anhang (Fig. 23 und 24).

Beispiel 5

Homopolymerisat aus N'(3-Dimethylamino-1,2-dimethylpropyl)-
methacrylamid . $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$:

(TEMAPMA . $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$)

228049 1 - 8 -

26.4.1982

58 916/12/20

80 g TEMAPMA wurden in 40 g Wasser dispergiert und mit 100 g 20-%iger Schwefelsäure neutralisiert, sauerstofffrei geblasen und nach Zugabe von 100 mg AIBA eine Stunde bestrahlt (OSRAM HWL 250 Watt).

Brookfield-Viskosität des getrockneten Polymerisates:
(1-%ige wäßrige Lösung): 240 mPas, NMR s. Anhang (Fig. 25).

Beispiel 6

Copolymerisat aus Acrylamid (75 Gew.-%)
und TEMAPA . $1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$ (25 Gew.-%):

150 g Acrylamid wurden in 470 g Wasser gelöst, 40 g TEMAPMA zugefügt und mit 50 g 20-%iger Schwefelsäure neutralisiert. Nach Zugabe von 25 mg AIBA wurde sauerstofffrei geblasen und 30 min belichtet (OSRAM HWL 250 Watt).

Das erhaltene Gel wurde getrocknet und gemahlen;
Brookfield-Viskosität (1-%ige wäßrige Lösung): 3800 mPas
NMR s. Anhang (Fig. 26).

Beispiel 7

Die verfahrensgemäß hergestellten Produkte wurden als Sedimentationsmittel in Flockungsversuchen getestet. Durch Bestimmung der Sedimentationsgeschwindigkeit wurde das Flockungsverhalten von Copolymerisaten nach den Beispielen 2 und 4 in wäßriger Lösung nach Zusatz zu wäßrigen Ton-suspensionen, die durch Aufschlämmen von Kaolin in Wasser in der üblichen Weise hergestellt worden waren und mit $\text{Al}_2(\text{SO}_4)$ -Lösung auf einen pH-Wert von ca. 4,8 eingestellt wurden, geprüft. Die Ergebnisse sind in Tabelle I dargestellt:

228049 1 - 9 -

26.4.1982

58 916/12/20

Tabelle I

Produkt	Zeit (Sek.)
ohne	180
nach Beispiel 2	2,5
nach Beispiel 4	4,3

Tabelle I: Flockungseffekt auf eine Tontrübe mit 20 g/l Feststoffgehalt mit $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ -Zusatz, Produkt in 0,1%iger Lösung; Konzentration 2 ppm.

Zur Versuchsausführung vgl.: H. Akyel/M. Neven:

Chemie-Ing.-technik 39 (1967) 172.

Weiterhin lassen sich die beschriebenen Produkte bei der Entwässerung von Kommunalschlämmen einsetzen.

Entwässerungsversuch mit Faulschlamm:

Feststoffgehalt: 3,7 %

Entwässerungs- mittel:	Zugabemenge g/cm ³	Feststoff im Abwurf (%)	Zentrat	
			Aussehen	Extinkt. (x100)
Produkt nach Beispiel 2	190	26,4	weiß	20
Produkt nach Beispiel 4	200	25,8	weiß	20

Beispiel 8

Die nach den Beispielen 2 und 4 hergestellten Copolymerisate wurden ferner auf ihre Einsetzbarkeit als Entwässerungshilfsmittel und Retentionshilfsmittel für die Papiererzeu-

228049 1 - 10 -

26.4.1982
58 916/12/20

gung getestet:

a) Entwässerung:

Prüfgerät und Prüfmethode:

Als Prüfgerät wird der Schopper-Riegler-Mahlgradprüfer^{x)} verwendet. Zur Messung der Entwässerungsdauer einer Stoffsuspension läßt man den Überlauf gemeinsam mit dem Düsenauslauf in den Meßzylinder des Gerätes einlaufen und bestimmt die Entwässerungsdauer t_E in Sekunden für 600 ml des Siebwassers. Der Mahlgrad des Stoffes sollte nach Möglichkeit nicht unter 55° SR liegen. Die Stoffsuspension enthält, wie unter Standardbedingungen für die SR°-Messung, 2 g atrol/l.

Faserstoffsuspension:

Im vorliegenden Fall wurden 400 g Rotopapier in 20 l Wasser aufgeschlagen und 2 Stunden im Valley-Holländer bei geringer Belastung auf 55 - 57° SR gemahlen.

Prüfergebnisse:

O-Probe (ohne Zusatz):

$t_E = 44$ sek.

Dosierung (%)	Produkt	t_E (sek.)
0,2	nach Beispiel 2	22
0,4		13
0,2	nach Beispiel 4	18
0,4		14

^{x)} (SR-Gerät)

228049 1 - 11 -

26.4.1982
58 916/12/20

b) Retention:

Prüfmethode:

Füllstoffretention: im RK-Blattbildner
im SR-Gerät

Die Prüfblätter für den Blattbildner wurden auf ein Flächengewicht von $100 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$ festgelegt und die Papierstoffmenge im SR-Gerät auf 2,0 g atro.

Der Retentionseffekt im Blattbildner wurde nach dem Ascherest, bezogen auf den Füllstoffzusatz, bewertet. Zur Prüfung der Retention im SR-Gerät ist der Trübungswert in 600 ml des abfließenden Wassers mit dem Lange-Kolorimeter gemessen worden.

3. Prüfungsergebnisse:

3.1 Retention im Blattbildner:

Dosierung: 0,02 % Retentionsmittel/Stoff

Füllstoff- Zusatz %	R e t e n t i o n (%)		
	ohne	Produkt Beispiel 2	Produkt Beispiel 4
10	30,4	87,0	85,2
20	35,2	85,1	83,2
30	33,0	83,4	73,8
40	33,3	82,3	79,8

228049 1 - 12. -

26.4.1982

58 916/12/20

3.2 Retention im SR-Gerät:

Dosierung: 0,02 % Retentionsmittel/Stoff

Füllstoff Zusatz (%)	A b s o r p t i o n (%)		
	ohne	Produkt Beispiel 2	Produkt Beispiel 4
20	27,0	0,5	2,0
40	65,5	10,0	14,0
60	80,0	25,0	30,0

Beispiel 9

Copolymerisat TEMAPA/Dodecylmethacrylat (90 : 10 Gew.-%)

23,33 g TEMAPA und 210 g Dodecylmethacrylat wurden mit 0,1167 g Dodecylmercaptan in 116,67 g Neutralöl (BP ENERTHENE 1269) auf 80 °C erhitzt und durch dosierte Zugabe von insgesamt 1,2 g AIBN über einen Zeitraum von 5 Stunden polymerisiert. 2 Teile des resultierenden hochviskosen Reaktionsprodukts wurden mit weiteren 98 Teilen BP-ENERTHENE 1269 vermischt und für die nachstehend beschriebenen Untersuchungen verwendet:

Beispiel 10

Copolymerisat TEMAPA/Dodecylmethacrylat (10 : 90 Gew.-%)

Analog zu Beispiel 7 wurde eine Mischung eines Copolymerisats von TEMAPA/Dodecylmethacrylat in Neutralöl hergestellt.

Der Einfluß obiger Copolymerisate auf die Viskosität des Neutralöls wurde durch Ermittlung des Viskositätsindex nach ASTM D 2270-77 festgestellt; ferner wurde die Dispergier-

228049 1 - 13 -

26.4.1982

58 916/12/20

eigenschaft obiger Copolymeren anhand des Sedimentations-
verhaltens von Kohlenstaub-Suspension in Neutralöl getestet:

	Viskosität 40 °C	(cSt) 100 °C	VIE	% Kohle noch dispergiert nach 4 Tg. Standzeit
BP-ENERTHENE 1269 ohne Additiv	4,29	1,48	79	50 %
BP-ENERTHENE 1269 mit Additiv (Prod.nach Bei- spiel 7)	6,763	2,353~168		100 %
BP-ENERTHENE 1269 mit Additiv (Prod. nach Bei- spiel 8)	6,985	2,403~168		100 %

Beispiel 11

Homopolymerisat aus Propylen-bis/[(3-Acrylamido-2,2-dimethyl)
propyl-dimethyl-ammonium/dibromid:

73,7 g TEMAPA und 40,4 g 1,3-Dibrompropan wurden in 50 g Wasser 6 Stunden bei 90 °C gerührt, anschließend wurde auf 40 °C abgekühlt und durch Zugabe von 0,5 g Kaliumperoxydisulfat die Polymerisation ausgelöst. Das erhaltene vernetzte Polymerisat wurde bis auf einen Restwassergehalt von 10 % getrocknet, zerkleinert und auf ionenaustauschende Eigenschaft getestet. Ionenaustauscherkapazität: 3,1 mval/g (Br⁻-Form).

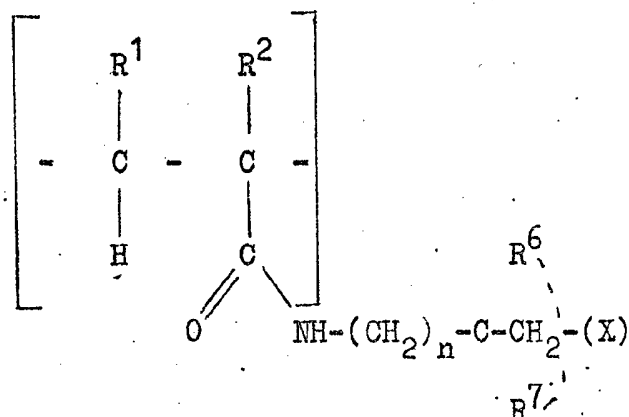
228049 1 - 14 -

26.4.1982

58 916/12/20

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Homo- und Copolymerisaten, die wiederkehrende Einheiten der Formel



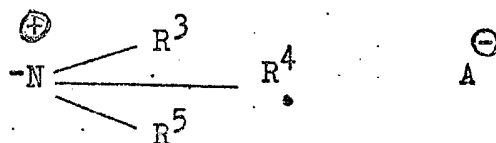
aufweisen, worin

R¹ bzw. R² Wasserstoff oder Methyl

R⁶ bzw. R⁷ Alkylgruppen, vorzugsweise niedere Alkylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen, insbesondere Methyl-, oder Arylgruppen sein können oder zusammen einen aliphatischen Ring, insbesondere den Cyclopentyl- oder Cyclohexylring bilden

n eine Zahl von 0 bis 10 ist und

X den Rest eines Amins der Formel -N(R⁴)(R⁵), wobei R⁴ und R⁵ für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen oder Cycloalkylreste mit 3 bis 8 Kohlenstoffatomen darstellen, oder eine Ammoniumgruppe der allgemeinen Formel



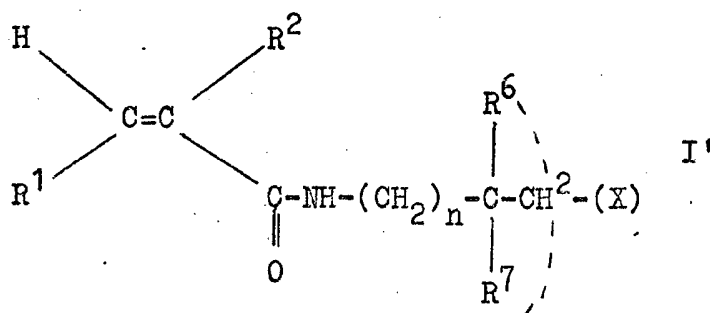
bedeutet, wobei

228049 1 - 15 -

26.4.1982

58 916/12/20

- R^3 Wasserstoff oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen darstellt,
 R^4 bzw. R^5 die oben angegebene Bedeutung haben und
 A ein salzbildendes Anion ist,
 gekennzeichnet dadurch, daß man ungesättigte Ausgangsverbindungen der Formel



in der

R^1 , R^2 , R^6 , R^7 , X und N die obige Bedeutung haben, allein oder mit anderen polymerisierbaren Monomeren nach an sich bekannten Verfahren polymerisiert.

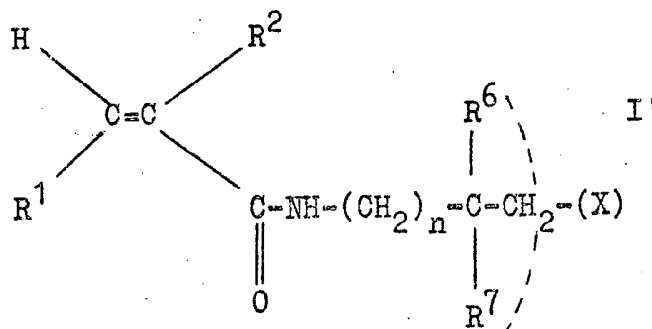
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß man als Comonomere Vinylverbindungen, insbesondere Vinylaromaten, Vinylester und Vinylether oder Derivate der Acryl- oder Methacrylsäure, insbesondere Acrylamid, Methacrylamid sowie N-Mono- und N-disubstituierter Acryl- und Methacrylamide verwendet.
3. Verfahren nach Punkt 1 bis 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Polymerisation mit radikalischen Initiatoren und/oder photochemisch durchgeführt wird.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Polymerisation in Lösung oder Suspension durchgeführt wird.

26.4.1982

58 916/12/20

5. Verfahren nach Punkt 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß man als Comonomere Styrol, Alphamethylstyrol, Vinylpyridin, Acrylnitril, Methacrylnitril, Acrylamid, Methacrylamid, N-mono-substituiertes Acryl- oder Methacrylamid, N-disubstituiertes Acryl- oder Methacrylsäureamid, Acrylester, Methacrylester, Acrylsäure, Methacrylsäure, Vinylester, Vinylether, Fumarsäure, Maleinsäure, Divinylbenzol, Methylenbisacrylamid oder Acrylallylester verwendet.
6. Verfahren nach Punkt 1 bis 5, gekennzeichnet dadurch, daß man Copolymerisate herstellt, die zu 5 bis 60, insbesondere 10 bis 50 Gew.-% aus Monomeren der allgemeinen Formel

6. Verfahren nach Punkt 1 bis 5, gekennzeichnet dadurch, daß man Copolymerisate herstellt, die zu 5 bis 60, insbesondere 10 bis 50 Gew.-% aus Monomeren der allgemeinen Formel



und zu 95 bis 40, insbesondere 90 bis 50 Gew.-% aus Co-monomeren nach Punkt 5, insbesondere Acrylamid bestehen.

Hierzu 5 Seiten Tabellen

228049 1

- 17 -

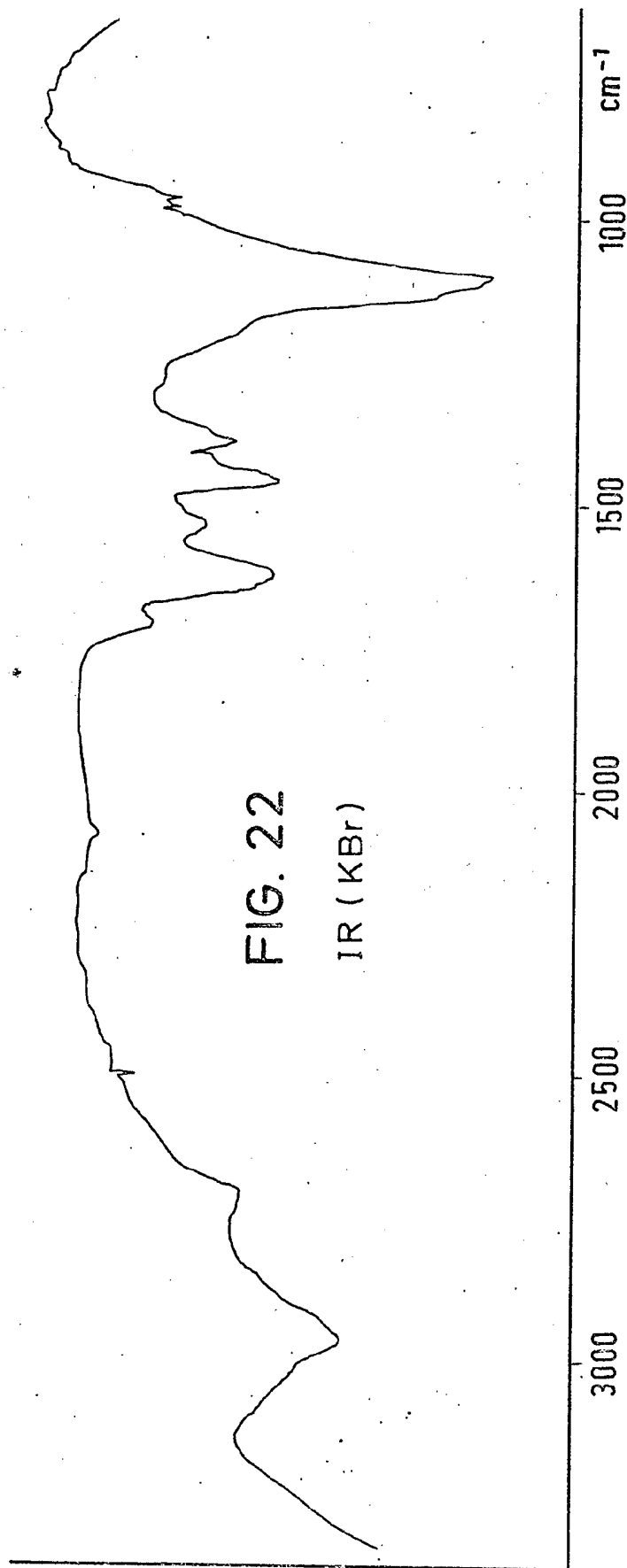


FIG. 22

IR (KBr)

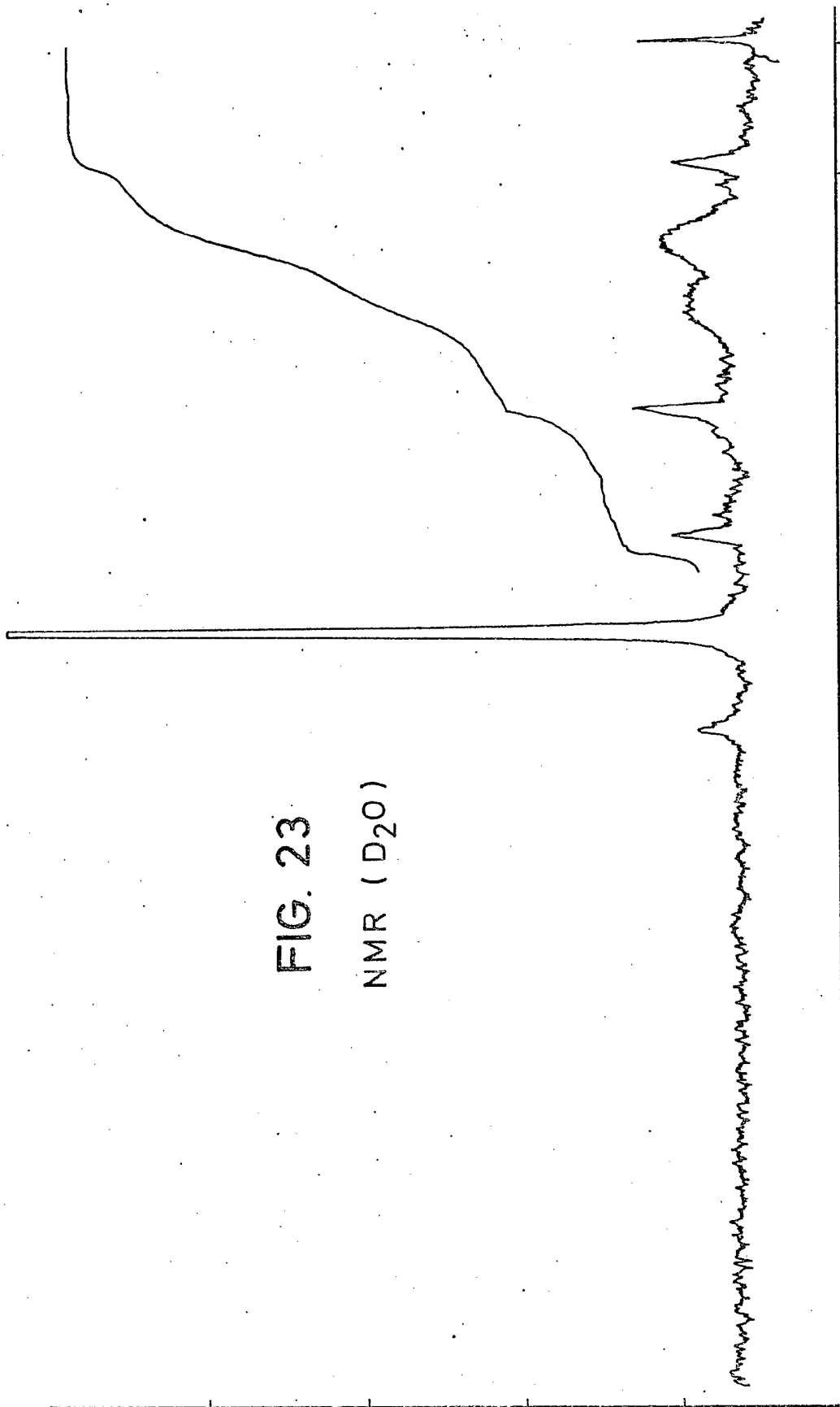
IR-Spektrum eines Homopolymerisates aus TEMAPA · 1/2 H₂SO₄
 (vor Aufnahme in H₂O gelöst und mit KBr eingetrocknet)

228049 1

-18-

FIG. 23

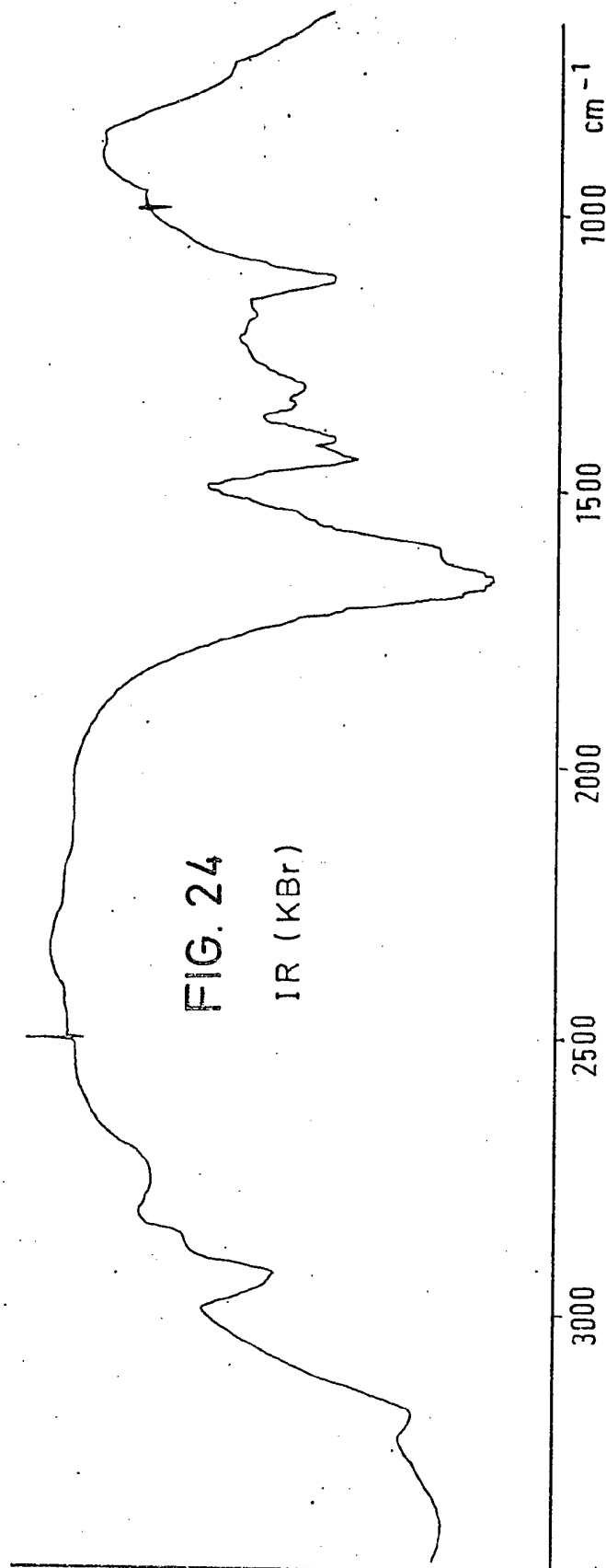
NMR (D_2O)



NMR-Spektrum eines Copolymerisates aus Acrylamid (78 Gew.%) und TEMAPA . $1/2 H_2SO_4$ (22 Gew.%)

[D_2O]

Bsp. 4



IR-Spektrum eines Copolymerisates aus Acrylamid (78 Gew.%) und

TEMAPA · 1/2 H₂SO₄ (22 Gew. %)

(Copolymerisat wurde vor Aufnahme in H₂O gelöst und mit KBr eingetrocknet)

Bsp. 4

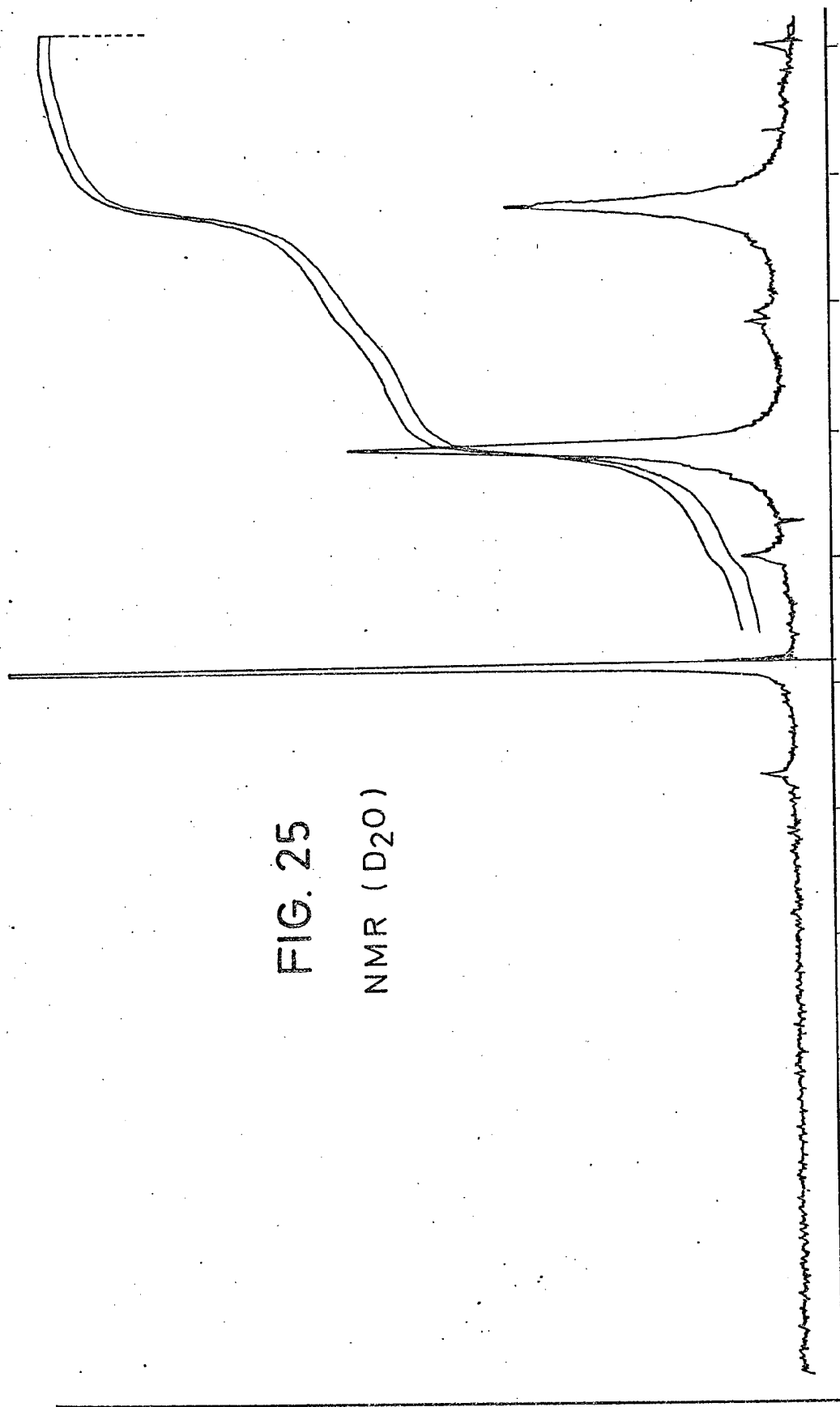


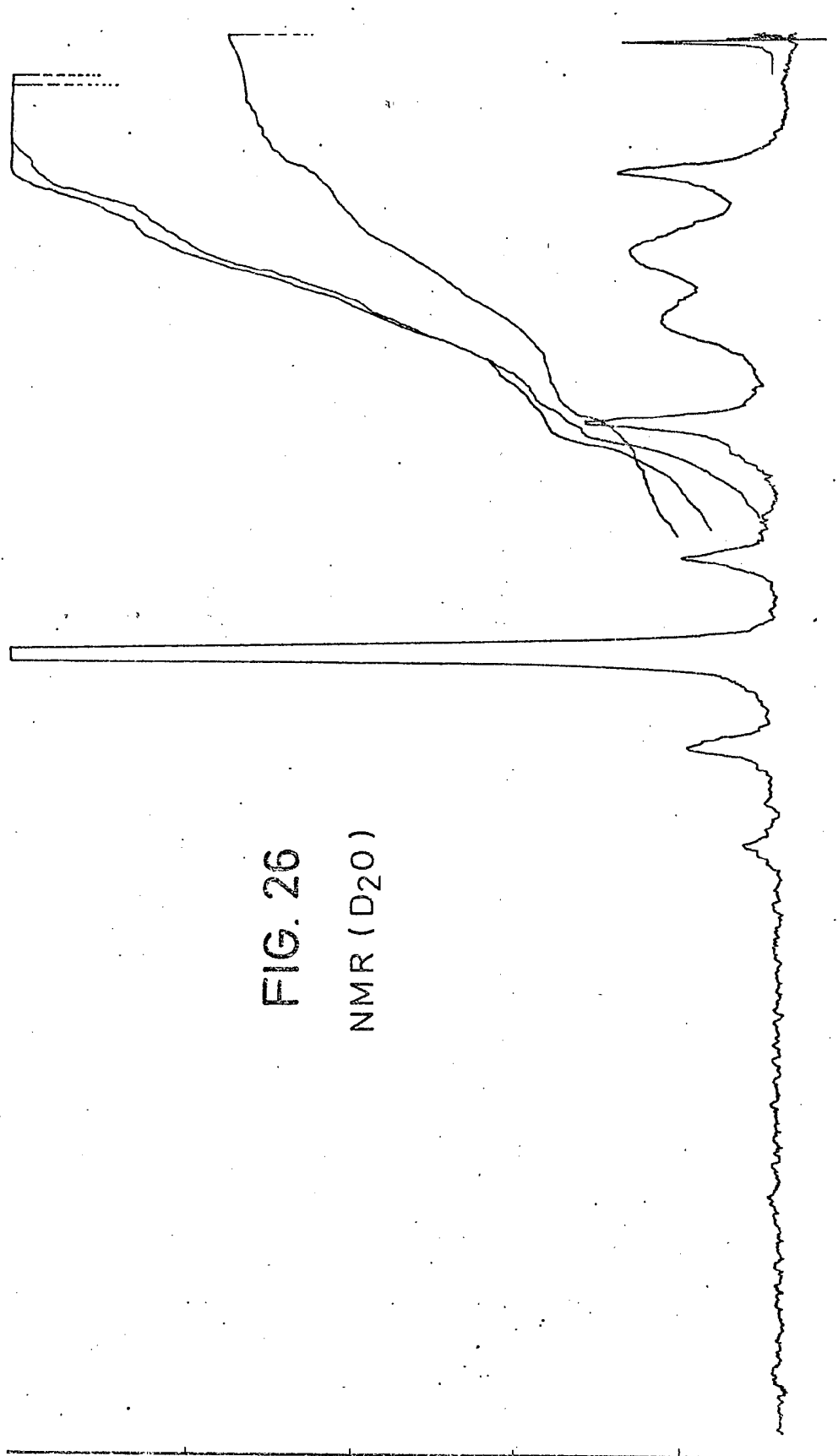
FIG. 25

NMR (D₂O)

NMR-Spektrum eines Homopolymerisates von N-(3-Dimethylamino-2,2-dimethylpropyl)-methacrylamid . 1/2 H₂SO₄ (D₂O)

Bsp. 5

FIG. 26

NMR (D₂O)

NMR - Spektrum eines Copolymerisates aus Acrylamid (75 Gew.%) und TEMAPMA . 1/2 H₂SO₄ (25 %)
(in D₂O)