



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК

C08F 2/10 (2006.01)

C08F 2/16 (2006.01)

C02F 1/56 (2006.01)

C08K 5/06 (2006.01)

D21H 21/10 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2004136595/04, 15.05.2003

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.05.2003(30) Конвенционный приоритет:
15.05.2002 DE 10221585.5
15.05.2002 DE 10221584.7

(43) Дата публикации заявки: 27.05.2005

(45) Опубликовано: 20.10.2008 Бюл. № 29

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 6075089 A, 13.06.2000. WO 01/81252
A1, 01.11.2001. US 5597859 A, 28.01.1997. US
6171505 B1, 09.01.2001. SU 1828474 A3,
15.07.1993. SU 1694756 A1, 30.11.1991. RU
2166018 C2, 27.04.2001. RU 2157382 C2,
10.10.2000. RU 2121538 C1, 10.11.1998. RU
2040528 C1, 25.07.1995.(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу:
15.12.2004(86) Заявка РСТ:
SE 03/00793 (15.05.2003)(87) Публикация РСТ:
WO 03/097703 (27.11.2003)Адрес для переписки:
129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной, рег. № 517

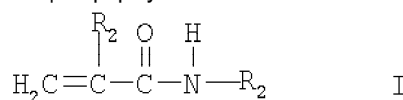
(72) Автор(ы):

ШТРУК Оливер (DE),
ПРЦИБИЛА Кристин (DE),
ЕГЕР Вернер (DE),
ХАН Матиас (DE),
РУППЕЛЬТ Дирк (DE)(73) Патентообладатель(и):
АКЦО НОБЕЛЬ Н.В. (NL)(54) ВОДОРАСТВОРИМАЯ ПОЛИМЕРНАЯ ДИСПЕРСИЯ И СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ
ВОДОРАСТВОРИМОЙ ПОЛИМЕРНОЙ ДИСПЕРСИИ

(57) Реферат:

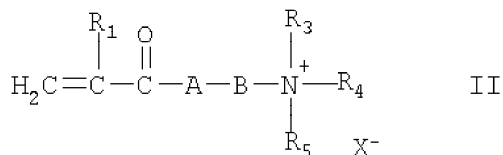
Изобретение относится к водорастворимой полимерной дисперсии и к способу ее получения, к ее применению, к способу получения бумаги из водной суспензии. Дисперсия включает следующие компоненты: диспергированный полимер, состоящий из водорастворимого мономера А и водорастворимого катионного мономера В, по меньшей мере, один полимерный стабилизатор С в количестве примерно от 0,05 до примерно 10% массовых и со-стабилизатор D катионный полиэлектролит в количестве примерно от 1 до

примерно 25% массовых относительно общей массы дисперсии. При этом в полимерной дисперсии не присутствуют существенные количества соли неорганического многовалентного аниона. Диспергированный полимер состоит из: а) примерно от 50 до примерно 99% мольных мономера А, представляющего собой соединение общей формулы I

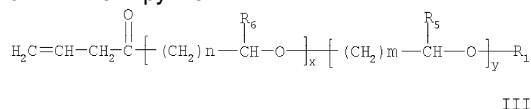


где R₁=H или метил, R₂=H, метил, этил,

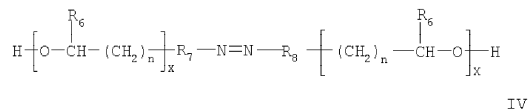
изопропил, метилоил, гидроксиэтил или 2-гидроксипропил, и б) примерно от 1 до примерно 50% мольных мономера В, представляющего собой соединение общей формулы II



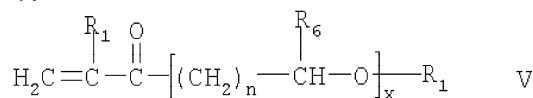
где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил, $\text{R}_3, \text{R}_4, \text{R}_5$ = независимо друг от друга H , алкил($\text{C}_1\text{-C}_8$), бензил или алкилбензил, $\text{A}=\text{NH}$, O , B = алкил($\text{C}_1\text{-C}_{10}$) или гидроксиалкил($\text{C}_1\text{-C}_{10}$), X^- = анионный противоион. Полимерный стабилизатор С представляет собой сополимер, содержащий, по меньшей мере, один мономер, выбранный из группы, включающей хлорид диаллилдиметиламмония (DADMAC), хлорид винилпиридиния, хлорид N-винилимидазолина, хлорид винилбензилтриметиламмония и их смеси, и/или соединение общей формулы II и одно из соединений общей формулы III, IV и V. При этом соединение общей формулы III представляет собой полиэфир с одной функциональной концевой аллильной группой:



где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил, R_6 = независимо друг от друга H , метил или этил, $n=1$ или 3, x = от 5 до 50 и y = от 5 до 50. Соединение общей формулы IV является макроинициатором



где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил, R_6 = независимо друг от друга H , метил или этил, R_7, R_8 = независимо друг от друга алкил, цианоалкил, карбалкоксиалкил, ($\text{C}_1\text{-C}_8$), $n=1$ или 3 и x = от 5 до 100. Соединение общей формулы V представляет собой полиэфир с одной функциональной концевой винильной группой:



где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил, $\text{R}_6=\text{H}$, метил или этил, $n=1$ или 3 и x = от 5 до 50. Массовое отношение стабилизаторов и со-стабилизаторов к диспергированному полимеру составляет $\text{C}+\text{D}/\text{A}+\text{B}<1$. Способ получения дисперсии заключается в полимеризации вышеуказанных компонентов в одну стадию. Дисперсию применяют в качестве добавки для улучшения удержания при производстве бумаги, в качестве загустителя и/или в качестве добавки для улучшения грязеотталкивающих свойств. Способ получения бумаги из водной суспензии, содержащей целлюлозные волокна и необязательные наполнители, заключается в том, что к суспензии добавляют вышеуказанную водорастворимую полимерную дисперсию. Далее проводят формование и сушат суспензию на сетке.

Изобретение позволяет получить дисперсию с низкой вязкостью и высокой молекулярной массой, повысить ее срок годности при хранении при высоком активном содержании. 5 н. и 18 з.п. ф-лы, 3 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C08F 2/10 (2006.01)*C08F 2/16* (2006.01)*C02F 1/56* (2006.01)*C08K 5/06* (2006.01)*D21H 21/10* (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2004136595/04, 15.05.2003**(24) Effective date for property rights: **15.05.2003**

(30) Priority:
15.05.2002 DE 10221585.5
15.05.2002 DE 10221584.7

(43) Application published: **27.05.2005**(45) Date of publication: **20.10.2008 Bull. 29**(85) Commencement of national phase: **15.12.2004**

(86) PCT application:
SE 03/00793 (15.05.2003)

(87) PCT publication:
WO 03/097703 (27.11.2003)

Mail address:
129090, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3,
OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i
Partnery", pat.pov. E.E.Nazinoj, reg. № 517

(72) Inventor(s):

ShTRUK Oliver (DE),
PRTsIBILA Kristin (DE),
EGER Verner (DE),
KhAN Matias (DE),
RUPPELT Dirk (DE)

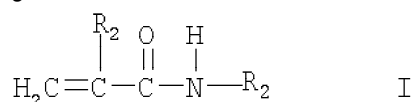
(73) Proprietor(s):

AKTsO NOBEL' N.V. (NL)(54) **WATER-SOLUBLE POLYMER DISPERSION AND METHOD OF OBTAINING WATER-SOLUBLE POLIMER DISPERSION**

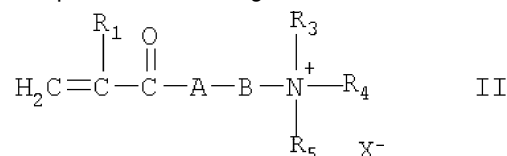
(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to water-soluble polymer dispersion and method of its obtaining, its application, method of paper production from water suspension. Dispersion includes following components: dispersed polymer, consisting of water-soluble monomer A and water-soluble cationic monomer B, at least one polymeric stabiliser C in amount approximately from 0.05 to approximately 10% wt and co-stabiliser D cationic polyelectrolyte in amount approximately from 1 to approximately 25% wt relative to total dispersion weight. In polymer dispersion there are no essential amounts of salts of inorganic multivalent anion. Dispersed polymer consists of: a) approximately from 50 to approximately 99% molar monomer A, which represents compound of general formula I

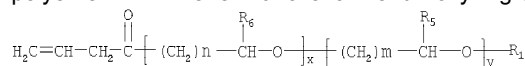


where $\text{R}_1=\text{H}$ or methyl, $\text{R}_2=\text{H}$, methyl, ethyl, isopropyl, metilol, hydroxyethyl or 2-hydroxypropyl, and b) approximately from 1 to approximately 50% molar monomer B, representing compound of general formula II



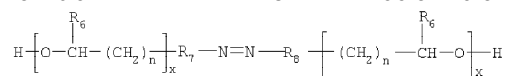
, where $\text{R}_1 = \text{H}$ or methyl, $\text{R}_3, \text{R}_4, \text{R}_5$ - independently on each other H, alkyl(C_1-C_8), benzyl or alkylbenzyl, $\text{A}=\text{NH}$, O, $\text{B}=\text{alkyl}(\text{C}_1-\text{C}_{10})$ or hydroxyalkyl(C_1-C_{10}), X^- =anionic counter-ion. Polymer stabiliser C represents copolymer, which contains at least, one monomer, selected from group, including diallyldimethylammonium chloride (DADMAC), vinylpyridonium chloride, N-vinylimidazoline chloride, vinylbenzyltrimethylammonium chloride and their mixture, and/or compound of general formula II and one of compounds of general formula III, IV

and V. Compound of general formula III represents polyether with one functional end allyl group



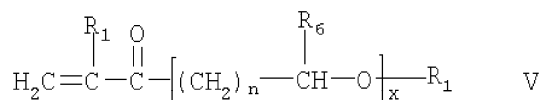
III

, where $\text{R}_1=\text{H}$ or methyl, $\text{R}_6 =$ independently on each other H, methyl or ethyl, $n=1$ or 3, $x =$ from 5 to 50 and $y =$ from 5 to 50. Compound of general formula IV is macroinitiator



IV

, where $\text{R}_1=\text{H}$ or methyl, $\text{R}_6 =$ independently on each other H, methyl or ethyl, $\text{R}_7, \text{R}_8 =$ independently on each other alkyl, cyanoalkyl, carbalcoxyalkyl, (C_1-C_8) , $n=1$ or 3 and $x =$ from 5 to 100. Compound of general formula V represents polyether with one functional end vinyl group



, where $\text{R}_1=\text{H}$ or methyl, $\text{R}_6=\text{H}$, methyl or ethyl, $n = 1$ or 3 and $x =$ from 5 to 50. Weight ratio of stabilisers and co-stabilisers to dispersed polymer is $\text{C}+\text{D}/\text{A}+\text{B}<1$. Method of obtaining dispersion is in polymerisation of said above components in one stage. Dispersion is used as additive for improvement of retention in production of paper, as thickener and/or as additive for improvement of dirt-repellent properties. Method of paper production from water suspension, which contains cellulose fibres and non-obligatory fillers, lies in addition to suspension of said above water-soluble polymer dispersion. Then forming is carried out and suspension is dried on net.

EFFECT: obtaining water-soluble polymer dispersion with low viscosity and high molecular weight, increase of serviceable life in storage.

23 cl, 3 tbl, 25 ex

RU 2 3 3 6 2 8 1 C 2

RU 2 3 3 6 2 8 1 C 2

Настоящее изобретение относится к новой полимерной дисперсии и способу получения полимерной дисперсии. Оно также относится к способу изготовления бумаги.

Катионные полимеры, в частности сополимеры на основе акриламида, коммерчески используются в большом масштабе в качестве технологических добавок для

5 осуществления процессов разделения при обработке воды и переработке водных отходов, в угольной и горнодобывающей промышленности и в особенности при производстве бумаги для улучшения удержания и ускорения обезвоживания.

Радикальная полимеризация коммерчески подходящих катионных мономеров, таких как, например, хлорид диаллилдиметиламмония (DADMAC), хлорид (мет-
10)акрилоилоксиэтилтриметиламмония (MADAM или ADAM), хлорид (мет-)
(акрилоилоксиэтилбензилдиметиламмония (MADAMBQ или ADAMBQ) или хлорид триметилметакриламидопропиламмония (TMAPMA), дает водорастворимые катионные полимеры, так называемые катионные полиэлектролиты. В отличие от этого неионные водорастворимые полимеры наиболее часто получают радикальной полимеризацией
15 акриламида. Сополимеризация акриламида с катионными мономерами приводит к образованию сополимеров с различной плотностью заряда, зависящей от доли используемого для сополимеризации катионного мономера, который включается в полимерную цепь.

Согласно уровню техники производство данных полимеров осуществляют радикальной
20 полимеризацией в гомогенной фазе, в водном растворе или в гетерогенной фазе.

US 5403883 описывает получение водных дисперсий водорастворимых полимеров, полученных полимеризацией смеси, включающей водорастворимые, гидрофобные и, возможно, амфифильные мономеры в присутствии полимерной диспергирующей добавки.

EP 0664302 описывает способ получения водорастворимых полимерных дисперсий.

25 Задачей настоящего изобретения является создание водорастворимой дисперсии водорастворимого полимера, которая обладает комбинацией полезных свойств, таких как низкая вязкость, высокое активное содержание полимера и/или высокая молекулярная масса полимера. Полимер также можно получить без использования гидрофобных или амфифильных мономеров.

30 Данная задача решается путем создания водорастворимой дисперсии полимера, содержащей диспергированный полимер, состоящий, по меньшей мере, из одного водорастворимого мономера А и, по меньшей мере, одного водорастворимого катионного мономера В, по меньшей мере, одного полимерного стабилизатора С и, по меньшей мере, одного катионного полиэлектролита в качестве со-стабилизатора D.

35 Еще одной задачей настоящего изобретения является осуществление способа, который делает возможным получение водной полимерной дисперсии, которая имеет низкую вязкость, высокое активное содержание полимера, высокую молекулярную массу полимера. В то же время дисперсия должна соответствующим образом производиться настолько простым способом, насколько это возможно, и соответственно в отсутствие
40 гидрофобных или амфифильных мономеров.

Данная задача решается за счет способа получения водной полимерной дисперсии, включающего полимеризацию, по меньшей мере, одного водорастворимого мономера А и, по меньшей мере, одного водорастворимого катионного мономера В в водном растворе в присутствии полимерного стабилизатора С и со-стабилизатора D. Способ удобно
45 осуществлять в одну стадию, то есть здесь имеется в виду, что вышеописанное взаимодействие мономеров осуществляют одну стадию. Способ удобно осуществлять в реакционной среде, свободной от соли.

Под "активным содержанием" здесь имеется в виду общее содержание диспергированного полимера и стабилизаторов, включая со-стабилизаторы.

50 Соответственно водорастворимая полимерная дисперсия включает примерно от 50 до 99% мольных, по меньшей мере, одного водорастворимого мономера А, предпочтительно примерно от 75 до 9% мольных, наиболее предпочтительно примерно от 85 до 92% мольных и соответственно примерно от 1 до 50% мольных, по меньшей мере, одного

водорастворимого катионного мономера В, предпочтительно примерно от 1 до 25% мольных, наиболее предпочтительно примерно от 8 до 15% мольных относительно соответственно молекулярной массы полимера.

Молярное отношение мономера А к мономеру В соответственно составляет примерно от 99:1 до 50:50, предпочтительно примерно от 95:5 до 75:25, наиболее предпочтительно примерно от 92:8 до 85:15.

Соответственно водорастворимая полимерная дисперсия включает примерно от 0,05 до 10% массовых полимерного стабилизатора С предпочтительно примерно от 0,1 до 5% массовых, наиболее предпочтительно примерно от 0,5 до 2% массовых относительно общей массы дисперсии.

Соответственно водная полимерная дисперсия включает примерно до 25% массовых со-стабилизатора D, предпочтительно примерно от 1 до 25% массовых, наиболее предпочтительно примерно от 3 до 15% массовых относительно общей массы дисперсии.

Соответственно водная полимерная дисперсия включает примерно от 1 до 50% массовых диспергированного полимера, предпочтительно примерно от 5 до 40% массовых, наиболее предпочтительно примерно от 10 до 30% массовых относительно общей массы дисперсии.

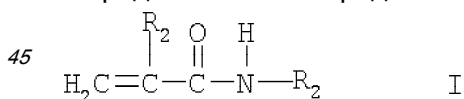
Средневесовая молекулярная масса диспергированного полимера соответственно составляет, по меньшей мере, 1000000 г/моль, подходяще примерно от 1000000 до 15000000 г/моль, предпочтительно примерно от 3000000 до 10000000 г/моль, наиболее предпочтительно примерно от 4000000 до 7000000 г/моль.

Общую массу дисперсии определяют как массу всех компонентов в дисперсии, включая воду.

Соответственно массовое отношение стабилизаторов и со-стабилизаторов к полимеру в водной полимерной дисперсии (C+D)/(A+B), равно < 1, также подходяще равно примерно от 0,01 до 1, предпочтительно < 0,8, также предпочтительно равно примерно от 1 до 0,8, наиболее предпочтительно < 0,6, также наиболее предпочтительно примерно от 0,3 до 0,6.

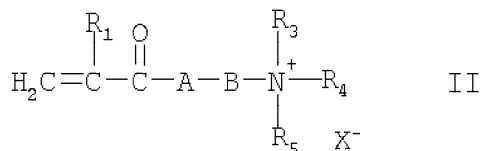
Согласно одному варианту осуществления изобретения на практике водорастворимая полимерная дисперсия включает примерно от 1 до 25% массовых полимера, имеющего среднюю молекулярную массу M_w , по меньшей мере, 10^6 г/моль, содержащего примерно от 75 до 99% мольных, по меньшей мере, одного водорастворимого мономера А и примерно от 1 до 25% мольных, по меньшей мере, одного водорастворимого катионного мономера В относительно соответственно молекулярной массы полимера, примерно от 0,1 до 5% массовых, по меньшей мере, одного сополимера с блоковой структурой в качестве полимерного стабилизатора С, примерно от 1 до 25% массовых, по меньшей мере, одного катионного полиэлектролита в качестве со-стабилизатора D и вплоть до 100% массовых дополнительных частей воды относительно соответственно общей массы дисперсии, где массовое отношение стабилизаторов и со-стабилизаторов к полимеру составляет (C+D)/(A+B)<1.

Водорастворимые мономеры А и В соответственно включают винильные мономеры, предпочтительно водорастворимый мономер А представляет собой неионный мономер, а водорастворимый мономер В представляет собой катионный мономер. Неионный мономер А предпочтительно представляет собой соединение общей формулы I:



где $R_1=H$ или метил, $R_2=H$, метил, этил, изопропил, метилоил, гидроксиэтил или 2-гидроксипропил. Предпочтительные мономеры А включают акриламид, метакриламид, N-изопропилакриламид, N-изопропилакриламид, N-трет-бутилакриламид, N-трет-бутилметакриламид, N-метилолакриламид и N-метилолметакриламид. Наиболее предпочтительно мономер А представляет собой акриламид или метакриламид.

Мономер В соответственно представляет собой соединение общей формулы II:



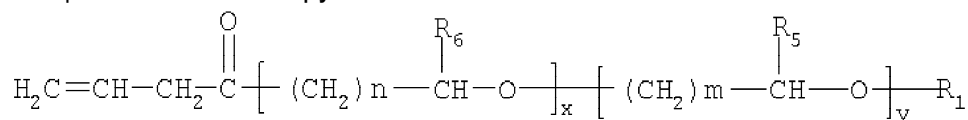
где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил, $\text{R}_3, \text{R}_4, \text{R}_5$ = независимо друг от друга H , алкил($\text{C}_1\text{-C}_8$), бензил или алкилбензил, $\text{A}=\text{NH}$, O , B = алкил($\text{C}_1\text{-C}_{10}$) или гидроксиалкил($\text{C}_1\text{-C}_{10}$) и X^- = анионный противоион, подходяще одновалентный анион, например галоген, такой как хлорид, или метилсульфат. Предпочтительные мономеры B включают хлорид акрилоилоксиэтилтриметиламмония (ADAM-MQ), хлорид крилоилоксиэтилбензилдиметиламмония (ADAM-BQ), хлорид метакрилоилоксиэтилтриметиламмония (MADAM), хлорид метакрилоилоксиэтилбензилдиметиламмония (MADAM-BQ), хлорид акриламидопропилтриметиламмония (TMAPAA), хлорид акриламидопропилбензилдиметиламмония (BDMAPAA), хлорид метакриламидопропилтриметиламмония (TMAPMA) и хлорид метакриламидопропилбензилдиметиламмония (BDMAPMA).

Полимер по настоящему изобретению, полученный из мономеров A и B , можно приготовить в отсутствии гидрофобного и амфифильного мономеров. Однако гидрофобный и амфифильный мономеры, конечно, могут также присутствовать. Примеры подходящих гидрофобных мономеров включают: стирол, альфа-метилстирол, п-метилстирол, п-винилтолуол, винилциклопентан, винилциклогексан, винилциклооктан, изобутен, 2-метилбутен-1, гексен-1, 2-метилгексен-1, 2-пропилгексен-1, этил(мет)акрилат, пропил(мет)акрилат, изопропил(мет)акрилат, бутил(мет)акрилат, изобутил(мет)акрилат, пентил(мет)акрилат, гексил(мет)акрилат, гептил(мет)акрилат, октил(мет)акрилат, цикlopентил(мет)акрилат, циклогексил(мет)акрилат, 3,3,5-триметилциклогексил(мет)акрилат, циклооктил(мет)акрилат, фенил(мет)акрилат, 4-метилфенил(мет)акрилат, 4-метоксифенил(мет)акрилат. Кроме того, можно использовать этилен, винилиденхлорид, винилиденфторид, винилхлорид или другие преимущественно (ар)алифатические соединения со способными к полимеризации двойными связями. Примеры предпочтительных гидрофобных мономеров включают этил(мет)акрилат, пропил(мет)акрилат, изопропил(мет)акрилат, бутил(мет)акрилат, изобутил(мет)акрилат, пентил(мет)акрилат, гексил(мет)акрилат, гептил(мет)акрилат, октил(мет)акрилат, цикlopентил(мет)акрилат, циклогексил(мет)акрилат, 3,3,5-триметилциклогексил(мет)акрилат, циклооктил(мет)акрилат, фенил(мет)акрилат, 4-метилфенил(мет)акрилат и 4-метоксифенил(мет)акрилат. Количество гидрофобных мономеров в диспергированном полимере соответственно составляет менее 5% мольных, предпочтительно менее 1% мольного.

Полимерный стабилизатор C подходяще представляет собой сополимер, состоящий, по меньшей мере, из одного мономера, который представляет собой хлорид диаллилдиметиламмония (DADMAC), хлорид винилпиридиния, хлорид N -винилимидазолина, хлорид винилбензилтриметиламмония или их смеси, и/или соединений общей формулы II, и, по меньшей мере, одного соединения, по меньшей мере, одной из формул III, IV и V. В одном варианте осуществления изобретения на практике полимерный стабилизатор C подходяще представляет собой статистический сополимер. В данном случае полимерный стабилизатор C соответственно включает мономерное звено, источником которого является соединение, по меньшей мере, одной из общих формул III или V. В другом варианте осуществления изобретения на практике полимерный стабилизатор C подходяще представляет собой блок-сополимер. В данном случае полимерный стабилизатор C подходяще включает мономерное звено, источником которого является соединение общей формулы IV. В данном случае полимерный стабилизатор C также может включать мономерное звено, источником которого являются соединения общих формул III и/или V.

Соединение общей формулы III представляет собой полиэфир с одной функциональной

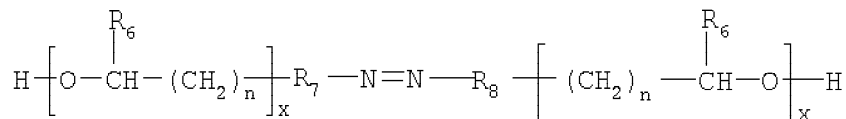
концевой аллильной группой:



III

где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил, R_6 = независимо друг от друга H , метил или этил, $n=1$ или 3, m = от 1 до 3, x = от 5 до 50 и y = от 5 до 50.

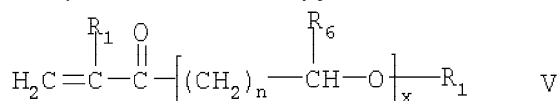
Соединение общей формулы IV представляет собой макроинициатор:



IV

где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил, R_6 = независимо друг от друга H , метил или этил, R_7 , R_8 = независимо друг от друга алкил, цианоалкил или карбалкоксиялкил, (C_1-C_8) , $n=1$ или 3 и x = от 5 до 100.

Соединение общей формулы V представляет собой полиэфир с одной функциональной концевой винильной группой:



где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил, $\text{R}_6=\text{H}$, метил или этил, $n=1$ или 3 и x = от 5 до 50.

Полимерный стабилизатор С также может представлять собой смесь вышеуказанных сополимеров.

Полимерный стабилизатор С подходяще включает примерно от 80 до 99,9% мольных мономера(ов), который(е) принадлежит(ат) к группе катионных мономеров II, предпочтительно примерно от 90 до 99% мольных, наиболее предпочтительно примерно от 92 до 98,5% мольных.

Полимерный стабилизатор С подходяще включает примерно от 0,1 до 20% мольных мономера(ов), который(е) принадлежит(ат) к соединениям общих формул IV, V и VI, предпочтительно примерно от 1 до 10% мольных, наиболее предпочтительно примерно от 1,5 до 8% мольных.

Полимерный стабилизатор С подходяще имеет молекулярную массу примерно от 20000 до 3000000 г/моль, предпочтительно примерно от 100000 до 2000000 г/моль, наиболее предпочтительно примерно от 200000 до 800000 г/моль.

Со-стабилизатор D подходяще представляет собой катионный полиэлектролит или катионный полимер. Примерами подходящих со-стабилизаторов D являются полимеры и сополимеры DADMAC, N-триметиламмонийпропилакриламида, хлорида акрилоилэтилтриметил аммония, хлорида метакрилоилэтилтриметиламмония, ADAM BQ и винилпиридина. Предпочтительно DADMAC или N-триметиламмонийпропилакриламида, наиболее предпочтительно DADMAC. Необязательно в комбинации с неионными мономерами, такими как (мет)акриламид. Дальнейшими примерами подходящих со-стабилизаторов D являются полиэтиленимин и полиамины.

Со-стабилизатор D подходяще имеет молекулярную массу примерно от 1000 до 500000 г/моль, предпочтительно примерно от 2000 до 100000 г/моль, наиболее предпочтительно примерно от 3000 до 10000 г/моль. Со-стабилизатор D также может представлять собой смесь различных катионных полиэлектролитов с вышеуказанной молекулярной массой.

Водная полимерная дисперсия подходящим образом является дисперсией, свободной от соли. Под "свободная от соли" здесь имеют в виду, что не присутствует никакого существенного количества соли с неорганическим многовалентным анионом. Под "существенным количеством" здесь имеют в виду количество менее примерно 1%

массового, предпочтительно менее 0,5% массового, наиболее предпочтительно менее 0,1% массового.

Водорастворимые полимерные дисперсии по изобретению оказывают сравнительно низкую вязкость при сравнительно высоком активном содержании. Это приводит к существенному улучшению в способности обращаться и работать с полимерными дисперсиями. Вязкость по Брукфильду при 25°C водорастворимой полимерной дисперсии подходяще составляет примерно от 100 до 10000 мПа·с, предпочтительно примерно от 500 до 5000 мПа·с, наиболее предпочтительно примерно от 1000 до 3000 мПа·с.

Гидрофильно-гидрофобный баланс полимерного стабилизатора С или смесей стабилизаторов соответственно оптимизируют относительно используемого со-стабилизатора или используемой смеси со-стабилизаторов.

Способ соответственно включает полимеризацию в свободной от соли реакционной среде. Полимеризацию подходящим образом осуществляют в присутствии радикального инициатора. Соответственно в качестве радикального инициатора используют водорастворимый пероксид или водорастворимый азоинициатор, такой как, например, V50, VA044 (компании Wako). Количество инициатора в реакционной среде подходящим образом составляет примерно от 10^{-5} до 1% массового, предпочтительно примерно от 10^{-4} до 10^{-1} % массовых относительно общей массы дисперсии. Инициатор можно полностью добавлять в начале полимеризации, но также возможно, что дозирование осуществляют в течение всего хода полимеризации. Аналогичным образом мономеры А) и В) можно добавить полностью или в качестве притока в течение всего хода полимеризации. Температура полимеризации соответственно составляет примерно 0,1 0 до 100°C, предпочтительно примерно от 4 0 до 80°C.

Предпочтительно способ осуществляют в атмосфере защитной газовой среды, например в атмосфере аргона. Окончательная конверсия подходящим образом составляет более 99% массовых, предпочтительно более 99,9% массовых относительно мономеров А и В. Продолжительность реакции подходящим образом составляет примерно от 1 до 24 часов.

Настоящее изобретение далее относится к водорастворимой полимерной дисперсии, получаемой описанным выше способом.

Водорастворимые полимерные дисперсии подходящим образом используют в больших масштабах в качестве технологических добавок для осуществления процессов разделения при обработке воды и переработке водных отходов, в угольной и горнодобывающей промышленности, в частности при производстве бумаги для улучшения удержания и ускорения обезвоживания.

Таким образом, изобретение далее относится к использованию полимерной дисперсии в качестве добавки для улучшения удержания при производстве бумаги, в качестве загустителя и/или добавки улучшающей грязеотталкивающие свойства. Предпочтительное отсутствие органических растворителей гарантирует безопасное обращение и экологически безопасное использование полимерной дисперсии по изобретению, например в качестве добавки для улучшения удержания при изготовлении бумаги.

Наконец, настоящее изобретение включает способ получения бумаги из водной суспензии, содержащей целлюлозные волокна и необязательные наполнители, который включает добавление к суспензии водорастворимой полимерной дисперсии по изобретению, формование и сушку суспензии на сетке. Подходяще в суспензию можно добавить один или несколько дополнительных компонентов. Примеры дополнительных компонентов включают анионные органические частицы, например частицы на основе кремнезема и бентонит, и анионные, а также катионные полимеры.

Далее предмет изобретения будет объяснен более детально - со ссылкой на следующие ниже примеры без ограничения заявленного объема изобретения.

Примеры

Пример 1:

142 г 50% водного раствора ААМ, 37 г 80% водного раствора АДАМ-ВК, 10 г

стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных) 200 г 30% водного раствора поли-ТМАРМА, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 595 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов

5 температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 2:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 10 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ/ПЭГ-акрилат) (45/45/10 мольных %), 200 г 30%

10 водного раствора поли-ТМАРМА, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 595 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем убавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

15 Пример 3:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора: поли- (DADMAC/ADAM-MQ/ПЭГ-акрилат) (45/45/10 мольных %), 200 г 30%

20 водного раствора поли-ТМАРМА, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 595 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

25 Пример 4:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 10 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 150 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 645 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при

30 перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 5:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 10 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 150 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 545 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают 50°C при

35 перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

40

Пример 6:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ/ПЭГ-акрилат) (45/45/10

45 мольных %), 150 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 645 г воды, дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

50 Пример 7:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ) (70/30 мольных %), 150 г

40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 645 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 8:

142 г 50% водного раствора AAm, 37 г 80% водного раствора 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ) (50/50 мольных %), 150 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 645 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 9:

142 г 50% водного раствора AAm, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ) (70/30 мольных %), 200 г 30% водного раствора поли-TMAPMA, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 595 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 10:

142 г 50% водного раствора AAm, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ) (50/50 мольных %), 200 г 30% водного раствора поли-TMAPMA, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 695 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 11:

213 г 50% водного раствора AAm, 45 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ) (70/30 мольных %), 200 г 30% водного раствора поли-TMAPMA, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 505, 5 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 1, 2, 3, 4, 5 часов соответственно порциями добавляют 2,1 г 80% водного раствора ADAM-BQ. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% Раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 12:

213 г 50% водного раствора AAm, 45 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ/ПЭГ-акрилат) (45/45/10 дольных %), 150 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 555,5 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 1, 2, 3, 4, 5 часов соответственно порциями добавляют 2,1 г 80% водного раствора ADAM-BQ. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50.

Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 13:

213 г 50% водного раствора ААм, 45 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ/ПЭГ-акрилат) (45/45/10 мольных %), 112,5 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 150 г 30% водного раствора поли-ТМАРМА, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 443 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 1, 2, 3, 4, 5 часов соответственно порциями добавляют 2,1 г 80% водного раствора ADAM-BQ. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 14:

213 г 50% водного раствора ААм, 45 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(DADMAC/ADAM-MQ) (70/30 мольных %), 112,5 г 4Q% водного раствора поли-DADMAC, 150 г 30% водного раствора поли-ТМАРМА, 5 г 1% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 443 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 1, 2, 3, 4, 5 часов соответственно порциями добавляют 2,1 г 80% водного раствора ADAM-BQ. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 15:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 10 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 200 г 30% водного раствора поли-ТМАРМА, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 595 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 16:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 10 г стабилизатора поли-(ADAM-MQ/ADAM-BQ)-b-ПЭГ, 200 г 3% водного раствора поли-ТМАРМА, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 595 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 17:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(ADAM-MQ/ADAM-BQ)-b-ПЭГ, 200 г 30% водного раствора поли-ТМАРМА, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 595 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 18:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 10 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 150 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 645 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 19:

142 г 50% водного раствора ААм, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 10 г

стабилизатора поли-(ADAM-MQ/ADAM-BQ)-b-ПЭГ, 150 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 645 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 20:

142 г 50% водного раствора AAm, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(ADAM-MQ/ADAM-BQ)-b-ПЭГ, 150 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 645 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 21:

213 г 50% водного раствора AAm, 45 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(ADAM-MQ/ADAM-BQ)-b-ПЭГ, 75 г 40% водного Раствора поли-DADMAC, 100 г 30% водного раствора поли-TMAPMA, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 530,5 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 1, 2, 3, 4, 5 часов соответственно порциями добавляют 2,1 г 80% водного раствора ADAM-BQ. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 22:

213 г 50% водного раствора AAm, 45 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(ADAM-MQ/ADAM-BQ)-b-ПЭГ, 112,5 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 150 г 30% водного раствора поли-TMAPMA, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 443 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 1, 2, 3, 4, 5 часов соответственно порциями добавляют 2,1 г 80% водного раствора ADAM-BQ. Через 6 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 23:

142 г 50% водного раствора AAm, 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ, 5 г стабилизатора поли-DADMAC, модифицированного полиэфирным блок-сополимером (ГЛБ 6,9, 10% мольных), 5 г стабилизатора поли-(ADAM-MQ/ADAM-BQ)-b-ПЭГ, 112,5 г 40% водного раствора поли-DADMAC, 150 г 30% водного раствора поли-TMAPMA, 5 г 10% раствора ЭДТУ, 10 г глицерина и 353,5 г воды дегазируют в реакторе аргоном и нагревают до 50°C при перемешивании. Затем добавляют 1 мл 1% водного раствора V50. Через 5 часов в течение 10 часов частями добавляют смесь 142 г 50% водного раствора AAm 37 г 80% водного раствора ADAM-BQ. Через 18 часов температуру увеличивают до 60°C и добавляют 3 мл 10% раствора V50. Полимеризация завершается после дополнительных 2 часов.

Пример 24 (тест применения):

Проводят тесты применения, касающиеся удержания и обезвоживания в процессе изготовления бумаги. К загрузке 4 г/л с проводимостью 7 мСм/см добавляют полимерную дисперсию по изобретению, а также в качестве эталона аналогичную имеющуюся в продаже полимерную дисперсию, которая не содержит со-стабилизатор D.

Мутность (NTU) и время удержания (с) измеряют при различных загрузках полимера.

Тестируют две различные полимерные дисперсии (I) и (II) по изобретению. Первую полимерную дисперсию получают процедурой, описанной в примере 2, но вместо раствора

поли-ТМАРМА используют водный раствор поли-DADMAC, а количество мономеров А и В и стабилизаторов С и со-стабилизаторов D выбирают так, чтобы отношение С+D/A+B составляло примерно 0,5. Активное содержание равно 32% массовых.

Вторую полимерную дисперсию (II) получают общей процедурой, описанной в примере 2, но количество мономеров А и В и стабилизаторов С и со-стабилизаторов D выбирают так, чтобы отношение С+D/A+B составляло примерно 0,5 согласно примеру 22. Активное содержание равно 26% массовых.

Тесты удержания/обезвоживания проводят при двух различных случаях испытания, таким образом, с различными порциями загрузки.

Таблица 1.				
Тесты с полимерной дисперсией (I).				
Полимерная дисперсия	Отношение стабилизатор(ы) / полимер, (C+D)/(A+B)	Загрузка полимера (кг/т)	Тест применения	
			Мутность (NTU)	Время удержания (с)
I	0,5	0,5	47	11,8
I	0,5	1,0	27	7,2
Эталонная (сравнения)	1,2	0,5	52	12,5
Эталонная (сравнения)	1,2	1,0	34	10,0

Таблица 2.				
Тесты с полимерной дисперсией (II).				
Полимерная дисперсия	Отношение стабилизатор(ы) / полимер, (C+D)/(A+B)	Загрузка полимера (кг/т)	Тест применения	
			Мутность (NTU)	Время удержания (с)
II	0,5	0,5	60	11,6
II	0,5	1,0	48	7,8
Эталонная (сравнения)	1,2	0,5	70	14,2
Эталонная (сравнения)	1,2	1,0	66	12, 0

Технологическая вязкость равна менее 3000 мПа·с для обеих дисперсий по изобретению. Таким образом, использующие диспергаторы дисперсии по изобретению показывают превосходные результаты по удержанию и обезвоживанию.

Пример 25:

Для полимерных дисперсий (I) и (II) из примера 24 тестируют срок годности при хранении, измеренный как устойчивость к осаждению. Образцы дисперсий центрифугируют в течение 30 минут при 3000 об/мин. Количество полимерного осадка определяют для каждого образца.

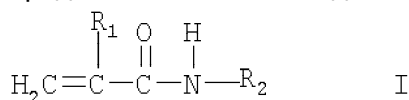
Таблица 3.		
Устойчивость к осаждению		
Полимерная дисперсия	Активное содержание (%)	Количество полимерного осадка (%)
I	32	0
II	26	0

Таким образом, настоящим изобретением можно получить полимерные дисперсии с длительным сроком годности при хранении при высоком активном содержании.

Формула изобретения

1. Водорастворимая полимерная дисперсия, включающая диспергированный полимер, состоящий из:

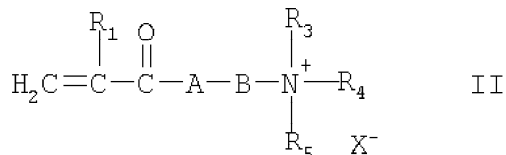
а) примерно от 50 до примерно 99% мольных водорастворимого мономера А, который представляет собой соединение общей формулы I



где R₁=H или метил,

R₂=H, метил, этил, изопропил, метилоил, гидроксиэтил или 2-гидроксипропил, и

б) примерно от 1 до примерно 50 мол.% водорастворимого катионного мономера В, который представляет собой соединение общей формулы II



где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил,

$\text{R}_3, \text{R}_4, \text{R}_5$ = независимо друг от друга H, алкил($\text{C}_1\text{-C}_8$), бензил или алкилбензил,

$\text{A}=\text{NH}, \text{O}$,

$\text{B}=\text{алкил}(\text{C}_1\text{-C}_{10})$ или гидроксиалкил($\text{C}_1\text{-C}_{10}$),

X^- = анионный противоион,

примерно от 0,05 до примерно 10 мас.%, по меньшей мере, одного сополимера в качестве полимерного стабилизатора С,

примерно от 1 до примерно 25 мас.% катионного полиэлектролита в качестве со-стабилизатора D относительно соответственно общей массы дисперсии, причем в

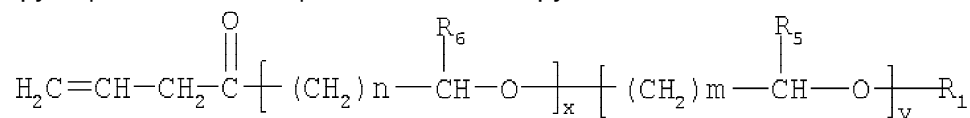
полимерной дисперсии не присутствуют существенные количества соли неорганического многовалентного аниона,

где полимерный стабилизатор С представляет собой сополимер, содержащий по меньшей мере, один мономер, выбранный из группы, состоящей из хлорида диаллилдиметиламмония (DADMAC), хлорида винилпиридиния, хлорида N-

винилимидазолина, хлорида винилбензилтриметиламмония и их смесей, и/или

соединение общей формулы II и одно из соединений общей формулы III, IV и V, где

(i) соединение общей формулы III представляет собой полиэфир с одной функциональной концевой аллильной группой



III

где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил,

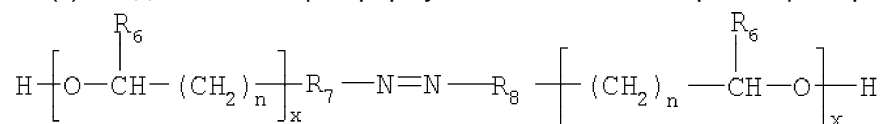
R_6 = независимо друг от друга H, метил или этил,

$n=1$ или 3,

x = от 5 до 50, и

y = от 5 до 50,

(ii) соединение общей формулы IV является макроинициатором



IV

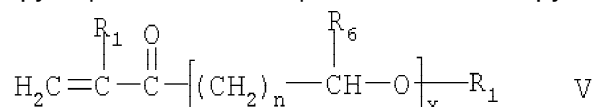
где $\text{R}_1 = \text{H}$ или метил,

R_6 = независимо друг от друга H, метил или этил,

R_7, R_8 = независимо друг от друга алкил, цианоалкил, карбалкокксиалкил, ($\text{C}_1\text{-C}_8$), $n=1$ или 3, и

x = от 5 до 100,

(iii) соединение общей формулы V представляет собой полиэфир с одной функциональной концевой винильной группой



где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил,

$\text{R}_6=\text{H}$, метил или этил,

$n = 1$ или 3, и

х = от 5 до 50,

где массовое отношение стабилизаторов и со-стабилизаторов к диспергированному полимеру составляет:

$$\frac{C + D}{A + B} < 1$$

2. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1, отличающаяся тем, что дисперсия содержит примерно от 75 до примерно 99 мол.% водорастворимого мономера А и примерно от 1 до примерно 25 мол.% водорастворимого катионного мономера В.

3. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что полимерная дисперсия содержит примерно от 5 до примерно 40 мас.% диспергированного полимера.

4. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что диспергированный полимер имеет средневесовую молекулярную массу, по меньшей мере, 1000000 г/моль.

5. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что концентрация диспергированного полимера составляет между 10 и примерно 30 мас.% относительно общей массы дисперсии.

6. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что полимерный стабилизатор С имеет молекулярную массу между 20000 и 3000000 г/моль.

7. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что полимерный стабилизатор С имеет молекулярную массу между 100000 и 2000000 г/моль.

8. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что полимерный стабилизатор С имеет молекулярную массу между 200000 и 800000 г/моль.

9. Водорастворимая дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что концентрация полимерного стабилизатора С составляет между примерно от 0,1 до примерно 5 мас.%.

10. Водорастворимая дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что концентрация полимерного стабилизатора С составляет между примерно от 0,5 до примерно 2 мас.%.

11. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что со-стабилизатор D представляет катионный полиэлектролит с молекулярной массой между примерно от 1000 до 500000 г/моль.

12. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что со-стабилизатор D представляет собой катионный полиэлектролит с молекулярной массой примерно от 2000 до 100000 г/моль.

13. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что со-стабилизатор D представляет собой полимер DADMAC.

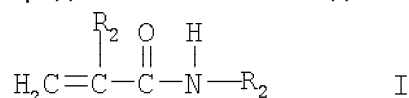
14. Водорастворимая полимерная дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что полимерная дисперсия содержит примерно от 3 до 15 мас.% со-стабилизатора D.

15. Водорастворимая дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что полиэфир с одной функциональной концевой винильной группой формулы V представляет собой PEG акрилат.

16. Водорастворимая дисперсия по п.1 или 2, отличающаяся тем, что полимерный стабилизатор С является сополимером мономеров DADMAC, ADAM MQ, и PEG акрилата.

17. Способ получения водорастворимой полимерной дисперсии по пп.1-16, включающий полимеризацию

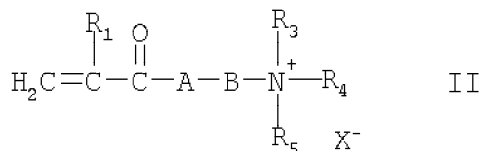
а) примерно от 50 до примерно 99 мол.% водорастворимого мономера А, который представляет собой соединение общей формулы I



где R₁=H или метил,

R₂=H, метил, этил, изопропил, метилоил, гидроксиэтил или 2-гидроксипропил, и

б) примерно от 1 до примерно 50 мол.% водорастворимого катионного мономера В, который представляет собой соединение общей формулы II



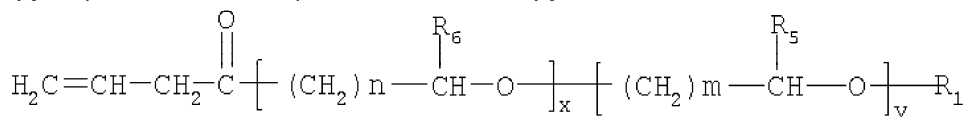
где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил,

$\text{R}_3, \text{R}_4, \text{R}_5$ = независимо друг от друга H, алкил($\text{C}_1\text{-C}_8$), бензил или алкилбензил, $\text{A}=\text{NH}$, O, B = алкил($\text{C}_1\text{-C}_{10}$) или гидроксиалкил($\text{C}_1\text{-C}_{10}$),

X^- = анионный противоион,

в присутствии примерно от 0,05 до примерно 10 мас.% полимерного стабилизатора С и примерно от 1 до примерно 25 мас.% катионного полиэлектролита в качестве со-стабилизатора D относительно соответственно общей массы дисперсии, осуществляемую в реакционной среде, в которой отсутствуют существенные количества соли неорганического многовалентного аниона,

где полимерный стабилизатор С представляет собой сополимер, содержащий по меньшей мере, один мономер, выбранный из группы, состоящей из хлорида диаллилдиметиламмония (DADMAC), хлорида винилпиридиния, хлорида N-винилимидазолина, хлорида винилбензилтриметиламмония и их смесей, и/или соединение общей формулы II и одного из соединений общей формулы III, IV и V, где (i) соединение общей формулы III представляет собой полиэфир с одной функциональной концевой аллильной группой



III

где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил,

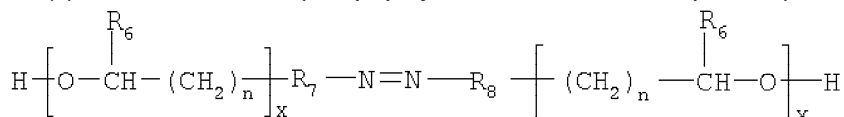
R_6 = независимо друг от друга H, метил или этил,

$n=1$ или 3,

x = от 5 до 50, и

y = от 5 до 50,

(ii) соединение общей формулы IV является макроинициатором



IV

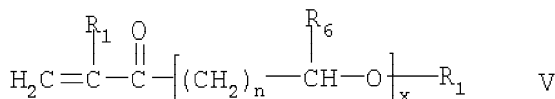
где $\text{R}_1=\text{H}$ или метил,

R_6 = независимо друг от друга H, метил или этил,

R_7, R_8 = независимо друг от друга алкил, цианоалкил, карбалкоксииалкил, ($\text{C}_1\text{-C}_8$), $n=1$ или 3, и

x = от 5 до 100,

(iii) соединение общей формулы V представляет собой полиэфир с одной функциональной концевой винильной группой



где

$\text{R}_1=\text{H}$ или метил,

$\text{R}_6=\text{H}$, метил или этил,

$n=1$ или 3, и

x = от 5 до 50,

где массовое отношение стабилизаторов и со-стабилизаторов к диспергированному полимеру составляет

$$\frac{C+D}{A+B} < 1.$$

- 5 18. Способ по п.17, отличающийся тем, что его осуществляют в одну стадию.
19. Способ по п.17, отличающийся тем, что полиэфир с одной функциональной концевой винильной группой формулы V представляет собой PEG акрилат.
20. Способ по п.17, отличающийся тем, что полимерный стабилизатор С является сополимером мономеров DADMAC, ADAM MQ, и PEG акрилата.
- 10 21. Водорастворимая полимерная дисперсия, получаемая способом по любому из пп.17 и 18.
22. Применение водорастворимой полимерной дисперсии по любому из пп.1-16 или 21 в качестве добавки для улучшения удержания при производстве бумаги, в качестве загустителя и/или в качестве добавки для улучшения грязеотталкивающих свойств.
- 15 23. Способ получения бумаги из водной суспензии, содержащей целлюлозные волокна и необязательные наполнители, который включает добавление к суспензии водорастворимой полимерной дисперсии по любому из пп.1-16 или 21, формование и сушку суспензии на сетке.

20

25

30

35

40

45

50