



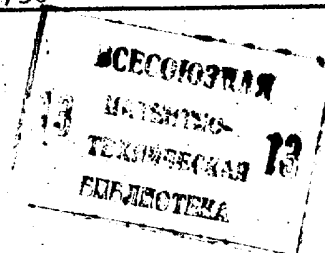
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1237673 A1

(5D) 4 C 08 F 120/56

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- (21) 3738659/23-05
(22) 07.05.84
(46) 15.06.86. Бюл. № 22
(71) Институт химии нефти СО АН СССР
(72) Л.К.Алтунина, В.А.Кувшинов
и О.А.Типикина
(53) 678.745.842 (088.8)
(56) Патент США № 3284393, кл.260-29.6, 1966.
Патент США № 4078133, кл.526-80, 1978.

Leong Y.S., Candau F. Inverse microemulsion polymerization.-J. Phys. Chem, 1982, v.86, № 13, p. 2269-2271.

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИАКРИЛАМИДА путем микроэмульсионной полимеризации акриламида в воде в присутствии углеводородной фазы в качестве дисперсной среды и поверхностно-активного вещества, отличающийся тем, что, с целью уп-

рощения процесса, при использовании в качестве углеводородной фазы четыреххлористого углерода или его смеси с пентаном, содержащей 25 мас.% пентана, в качестве поверхностно-активного вещества используют неионогенное поверхностно-активное вещество или его смесь с ионогенным поверхностно-активным веществом, а при использовании в качестве углеводородной фазы смеси пентана с бензолом или толуолом при массовом соотношении пентана и бензола или толуола 1:(1,4-3) в качестве поверхностно-активного вещества используют смесь неионогенного поверхностно-активного вещества с ионогенным поверхностно-активным веществом и полимеризацию ведут при соотношении акриламида и неионогенного поверхностно-активного вещества 1:(1-2) при 50-70°C.

(19) SU (11) 1237673 A1

Изобретение относится к высокомолекулярным соединениям и может быть использовано для получения полиакриламида с большой молекулярной массой.

Целью изобретения является упрощение процесса полимеризации специально подобранным составом микроэмульсии.

При получении полиакриламида в качестве неионогенного поверхностно-активного вещества (ПАВ) можно использовать оксиэтилированный алкилфенол (АФ₉₋₁₂) со степенью оксиэтилирования, равной 12, и алкильным радикалом C₉ или оксиэтилированные алкилфенолы со степенью оксиэтилирования, равной 4 (ОП-4) или 10 (ОП-10), или их смесь. В качестве ионогенных ПАВ можно использовать алкансульфонат, волгонат или дидецилсульфосукцинаты натрия (ДССН) или кальция (ДССК) или их смесь.

Пример 1. Берут 2,0 г акриламида, 2,0 г ОП-4, 0,2 г ДССК, 1,9 г воды, 0,1 г CaCl₂, 4,7 г пентана, 6,6 г бензола и тщательно перемешивают. Получают прозрачную микроэмульсию, имеющую следующий состав, мас. %: акриламид 11,4; ОП-4 11,4; ДССК 1,1; вода 10,9; CaCl₂ 0,6; пентан 26,9 и

бензол 37,7, соотношение акриламид: неионогенное ПАВ 1:1, соотношение пентан:бензол 1:1,4, концентрация ионов Ca²⁺ 0,066 г-ион/1000 г микроэмульсии.

Полученную микроэмульсию помещают в колбу, снабженную обратным холодильником и дифлегматором, и нагревают при непрерывном перемешивании при 50°C в течение 35 мин. Полученный полиакриламид (ПАА) выделяют ацетоном, полимер отфильтровывают и сушат на воздухе до постоянного веса. Получают 1,96 г ПАА (выход полимера 98,0%). Состав полимера подтверждается данными элементного анализа и ИК-спектроскопии. Молекулярная масса ПАА, определенная вискозиметрически, равна $6,0 \cdot 10^6$.

Примеры 2-21. Полимеризацию акриламида проводят по методике, аналогичной примеру 1.

Состав используемых микроэмульсий, условия полимеризации, выход и молекулярная масса полученного полимера приведены в таблице.

Таким образом, предложенный способ позволяет исключить стадии УФ-иницирования и барботирования через реакционную систему азота, что дает возможность упростить известное техническое решение.

Полимеризация акриламида микроэмульсии

Условия полимеризации и характеристики полученных полимеров	Пример																
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18

Состав микроэмульсии, мас. %
Акриламид

11,4 11,1 8,7 11,7 15,5 11,5 11,6 8,6 11,4 10,2 8,5 8,7 11,65 8,5 8,5 10,4 11,4 13,1 8,7 9,6

Вода 10,9 13,3 6,6 11,1 14,6 10,9 8,4 1,0 5,7 5,1 4,2 3,9 8,62 4,2 4,2 17,8 10,8 11,8 3,5 3,8

Ваннотемпература

ПАВ
ОП-4 5,7 5,6 4,4 8,8 11,6 11,5 5,8 2,1 5,0 5,1 4,2 4,4 8,7 4,2 4,2 7,8 8,5 9,9 4,4 7,2
ОП-10 5,7 16,7 13,1 2,9 3,9 - 17,4 6,6 15,2 15,3 12,7 13,0 2,9 12,7 12,7 - 3,3 13,1 2,4
А₉-12 - - - - - - - - - - - - - - - 2,6 2,8 - - -

Ионотенное

ПАВ
ДСОН - - - 1,8 2,3 1,7 - - - - - 1,75 - 2,6 1,5 1,7 - - -
ДСОК 1,1 3,3 1,3 - - - 3,5 1,5 3,2 3,1 2,6 - 2,6 - - - - -
Аммонийфосфат - - - - - - - - - - - - - - - 2,0 - - -

Углеродистый

ПАВ
Пантан 26,9 21,1 27,1 26,3 21,3 26,4 22,1 33,4 15,8 15,3 - - 27,4 - - 24,5 26,7 24,4 17,5 19,15
Бензол 37,7 - - 36,8 30,0 37,4 - - - - - 38,4 - - 34,6 37,5 34,7 - -
Толуол - 28,9 38,4 - - - 30,3 46,7 43,7 45,9 - - - - - - - - -
Четыреххлористый углерод - - - - - - - - - 67,8 69,6 - 67,8 67,8 - - 52,4 57,4

Пример

Условия полимеризации и характеристика полученного полимера																				
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
Длительность каталитизации	0,6	-	0,4	0,6	0,8	0,6	0,9	0,1	-	-	-	0,4	-	-	-	1,0	0,6	0,8	0,4	0,45
Азотистый каталитизатор	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Соотношение акрилонитрила: неоновое ПАН	1:1	1:2	1:2	1:1	1:1	1:1	1:2	1:1	1:1,8	1:2	1:2	1:2	1:1	1:2	1:2	1:1	1:1	1:1	1:2	1:1
Соотношение пентан:бензол	1:1,4	-	-	1:1,4	1:1,4	1:1,4	-	-	-	-	-	-	1:1,4	-	-	-	1:1,4	1:1,4	-	-
Соотношение пентан:толуол	-	1:1,4	1:1,4	-	-	-	1:1,4	1:1,4	1:2,8	1:3	-	-	-	-	-	1:1,4	-	-	-	-
Соотношение пентан:CCl ₄	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1:3	1:3
Концентрация новов Са ²⁺ , г-нов/1000 г макромолекулы	0,066	0,033	0,049	0,055	0,072	0,055	0,042	0,011	0,032	0,031	0,026	0,036	0,035	0,026	-	0,091	0,051	0,071	0,035	0,039
Температура полимеризации, °C	50	60	55	52	54	53	60	60	68	70	68	68	55	68	68	55	55	60	60	60
Продолжительность полимеризации, мин	35	55	40	40	35	40	45	60	15	15	10	10	25	10	50	36	60	60	20	20
Выход полимера, мас. %	98,0	100	96,0	98,0	100	100	95,0	97,5	100	96,0	100	98,0	95,0	100	100	100	95,0	100	85	80
Молекулярная масса полимера, 10 ⁴	5,6	3,1	1,86	6,0	5,0	4,6	1,4	1,3	1,21	1,5	1,13	1,59	4,7	2,3	1,77	3,6	4,47	3,36	3,18	4,0