



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102803301 B

(45) 授权公告日 2015. 06. 10

(21) 申请号 201180007467. 3

(22) 申请日 2011. 01. 26

(30) 优先权数据

61/299, 200 2010. 01. 28 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2012. 07. 27

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2011/022602 2011. 01. 26

(87) PCT国际申请的公布数据

W02011/094333 EN 2011. 08. 04

(73) 专利权人 卢布里佐尔专业产品公司

地址 美国德克萨斯州

(72) 发明人 Z·鲍 K·W·史密斯

(74) 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

11247

代理人 彭立兵 林柏楠

(51) Int. Cl.

C08F 2/32(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101578311 A, 2009. 11. 11, 参见说明书第

4 页第 4- 倒数第 1 行, 第 5 页第 8-9 行, 第 12-13 行, 第 21 页倒数第 3-4 行, 第 30 页 4-6 行, 第 31 页倒数第 1-10, 第 32 页第 1 行, 第 34 页第 16-19 行, 第 35 页第 9 行-36 页第 11 行, 第 37 页第 5-7 行.

W0 2005090851 A1, 2005. 09. 29, 权利要求 1-15.

审查员 孙婧

权利要求书1页 说明书12页

(54) 发明名称

微乳液聚合制备减阻剂

(57) 摘要

制备聚合物胶乳减阻剂的方法。该方法始于制备含有表面活性剂、缓冲液和水的水溶液。该方法然后制备含有单体和助稳定剂的有机溶液。然后将水溶液和有机溶液混合形成乳液。将乳液用高剪切装置处理形成微乳液, 其中单体破碎为小液滴, 在加入引发剂后发生聚合, 其中成核发生在单体小液滴中。

1. 一种由微乳液制备聚合物胶乳减阻剂的方法,包括:
形成含有表面活性剂、缓冲液和水的水溶液;
形成含有单体和助稳定剂的有机溶液,其中单体的量为有机溶液的 80-99.99 重量%;
混合水溶液和有机溶液以形成乳液;
将乳液用高剪切装置处理形成微乳液,其中单体破碎为小液滴;
加入引发剂,使微乳液聚合,其中成核发生在小的单体液滴中;
其中聚合产生分子量超过 5 百万的聚合物胶乳减阻剂。
2. 如权利要求 1 所述的方法,其中助稳定剂为不溶于水的小分子。
3. 如权利要求 1 所述的方法,其中助稳定剂选自由十六醇、十六烷及其组合组成的组。
4. 如权利要求 1 所述的方法,其中使用高剪切装置产生在 50-500nm 范围内的液滴。
5. 如权利要求 1 所述的方法,其中的高剪切装置包括超声波仪、微流化床、静态混合器或均质机。
6. 如权利要求 1 所述的方法,其中与未通过微乳液制备的减阻剂相比,减阻性能提高至少 20%。
7. 如权利要求 1 所述的方法,其中引发剂为含水的。
8. 如权利要求 1 所述的方法,其中引发剂包括氧化剂和还原剂。
9. 如权利要求 1 所述的方法,其中引发剂包括第二缓冲液、氧化剂和还原剂。
10. 如权利要求 1 所述的方法,其中水溶液和有机溶液为均相的。

微乳液聚合制备减阻剂

[0001] 相关申请的交叉参考

[0002] 本申请为非临时申请,其要求申请日为 2010 年 1 月 28 日,名称为“微乳液聚合制备减阻剂”的 U.S. 临时申请 61/299,200 的优先权及权益,上述申请作为参考全部结合于此。

[0003] 涉及联邦资助的研究或开发的声明

[0004] 无。

发明领域

[0005] 一种由微乳液 (mini-emulsion) 制备聚合物胶乳减阻剂的方法。

背景技术

[0006] 减阻剂是一种组合物,其能够大幅降低与通过管道的流体的湍流相关的摩擦损失。当流体运输很长的距离是,比如石油及其他的烃类液体管线,这些摩擦损失导致了效率低下,其增加了设备和运营成本。已知超高分子量聚合物可起到减阻剂的作用,尤其是对烃类液体。一般而言,减阻部分依赖于聚合物添加剂的分子量,以及其在湍流下在烃中的溶解能力。有效的减阻聚合物通常分子量超过 5 百万。

[0007] 在过去,已经提出过含有聚合物胶乳乳液的减阻剂可以用于减少与管道中流体湍流相关的摩擦损失。聚合物胶乳乳液减阻剂最经常被应用到管道输送的烃流(例如,原油、汽油、柴油燃料等)中。为了达到最好的效果,减阻剂必须溶解在烃流中。

[0008] 目前,已经有多种不同的商业方法来解决制造、溶解、运输和使用这些减阻聚合物的问题。一种常用商业制备的方法是使用在惰性溶剂(比如煤油或其他溶剂化材料)中的稀溶液中制备聚合物。该方法使用了当采用在烃溶剂中的 α -烯烃的聚合生产时适合作为减阻剂使用的高分子量聚合物的溶液。使用包括聚烯烃、溶剂和催化剂颗粒的整个混合物,而不用分离以形成聚合物在原油或成品烃中的稀溶液。

[0009] 另一个现有的减阻的商业方法是以本体形式 (bulk form) 聚合 α -烯烃,将这些本体聚合物研磨成小颗粒 (50 μ - 500 μ),然后将这些颗粒悬浮在水性或其他(非溶剂)的液态介质中。这种方法允许在最终成品中有更高的减阻聚合物的含量(最高至大约 25%)。

[0010] 另一种方法是使用乳液聚合来聚合微溶于水的单体。这种方法的优点是可以制备活性减阻聚合物含量高的悬浮液(最高至 45%)。遗憾的是,能够用于乳液聚合的单体并不总是制备用于烃流体(原油、汽油以及柴油)中减阻聚合物的最佳选择。

[0011] 用于从非常不溶于水的单体生产减阻聚合物的微乳液聚合技术的使用解决了使用最好的不溶于水的单体制备用于烃流体的减阻剂的问题。

[0012] 发明概述

[0013] 一种制备聚合物胶乳减阻剂的方法。该方法开始于制备含有表面活性剂、缓冲液和水的水溶液。该方法然后形成含有单体和助稳定剂的有机溶液。将水溶液和有机溶液混合形成乳液。然后将乳液用高剪切装置处理制备微乳液,其中单体破碎成了小液滴,在加入

引发剂之后伴随着微乳液的聚合,其中在细小的单体液滴中发生成核。

[0014] 发明详述

[0015] 本发明提供一种制备聚合物胶乳减阻剂的方法。该方法开始于用表面活性剂、缓冲液和水形成水溶液,以及由单体和助稳定剂形成有机溶液。将水溶液和有机溶液混合形成乳液。然后将乳液用超声波仪处理形成微乳液,其中单体破碎成小液滴。然后通过加入引发剂使微乳液聚合,其中在小液滴中发生成核。引发剂可为水溶性或油溶性。引发剂也可通过将氧化剂、还原剂或者第二缓冲液、氧化剂和还原剂混合制备得到。聚合过程制备出聚合物胶乳减阻剂。

[0016] 采用微乳液来制备减阻产品有很多益处。一个益处就是增强了混合不溶于水的单体的能力。由于在单体的小液滴中发生成核,就使得单体有可能更彻底的混合在一起。第二个益处是增加了减阻的性能。使用微乳液法可以将减阻性能提高 5、10、20、25、30、35、40 甚至 50%。聚合物的减阻性能不会影响加入聚合物的原油(更具体的为重质原油)的粘度。减阻聚合物反而会破坏原油流动管道中的湍流,并因此改善油在管道中的流动。微乳液聚合的另一个益处是不溶于水的单体不用像传统的乳液聚合一样从液滴传送至胶束来开始聚合。消除了单体扩散的步骤。

[0017] 重质原油的合适的例子包括但不限于, Merey 重质原油、Petrozuata 重质原油、Corocoro 重质原油、Albian 重质原油、Bow River 重质原油、Maya 重质原油和 San Joaquin Valley 重质原油。此外,原油可为重质原油和较轻的烃或稀释剂的混合物。合适的混合原油的例子包括但不限于, Western Canadian Select 和 Marlim Blend。

[0018] 水溶液含有搅拌在一起表面活性剂、缓冲液和水。获得的均匀水溶液具有如下性质:

[0019]

反应物	宽范围	窄范围
表面活性剂(水溶液的重量%)	0-20%	0.002-5%
缓冲液(水溶液的重量%)	0-20%	0.001-5%
水(水溶液的重量%)	50-100%	80-99.99%

[0020] 使用的表面活性剂可包括至少一种高 HLB 的阴离子或非离子型表面活性剂。术语“HLB 值”指表面活性剂在乳液中的亲水-亲油平衡值。HLB 的测量方法在 W. C. Griffin 的 J. Soc. Cosmet. Chem., 1, 311 (1949) 和 J. Soc. Cosmet. Chem., 5, 249 (1954) 中有所描述,其通过引用结合于此。本文中使用的术语“高 HLB”指 HLB 值为 7 或更高。用于形成反应混合物的表面活性剂的 HLB 值至少为大约 8,至少为大约 10 或至少为 12。

[0021] 高 HLB 阴离子表面活性剂的例子包括但不限于,高 HLB 烷基硫酸盐、烷基醚硫酸盐、二烷基磺基琥珀酸盐、烷基磷酸盐、烷基芳基磺酸盐以及肌氨酸盐。可商购的高 HLB 阴离子表面活性剂的合适的例子包括但不限于,十二烷基硫酸钠(可以商品名 RHODAPON LSB 商购自 Rhodia Incorporated, Cranbury, NJ),二辛基磺基琥珀酸钠(可以商品名 AEROSOL OT 商购自 Cytec Industries, Inc., West Paterson, NJ),2-乙基己基聚磷酸钠(可商购自 Jarchem Industries Inc., Newark, NJ),十二烷基基本磺酸钠(可以商品名 NORFOX 40 商购

自 Norman, Fox&Co., Vernon, CA), 以及月桂酰肌氨酸钠 (可以商品名 HAMPOSYL L-30 购自 Hampshire Chemical Corp., Lexington, MA)。

[0022] 高 HLB 的非离子表面活性剂的例子包括但不限于, 高 HLB 脱水山梨醇酯、聚乙二醇脂肪酸酯、乙氧基化甘油酯、乙氧基化脂肪胺、乙氧基化脱水山梨醇酯、嵌段氧乙烯 / 氧丙烯表面活性剂、醇 / 脂肪酸酯、乙氧基化醇、乙氧基化脂肪酸、烷氧基化蓖麻油、甘油酯、线性醇乙氧基化物以及烷基酚乙氧基化物。适合的可商购的高 HLB 非离子表面活性剂的例子包括但不限于, 壬基苯氧基和辛基苯氧基聚氧乙烯乙醇 (可以商品名 IGEPALCA 和 CO 系列商购自 Rhodia, Cranbury, NJ), C8-C18 乙氧基化伯醇 (比如商购自 Rhodia Inc., Cranbury, NJ 的 RHODASURF LA-9), C11-C15 乙氧基化仲醇 (可以商品名 TERGITOL 15-S 系列购自 Dow Chemical Company, Midland, MI, 包括 15-S-7, 15-S-9, 15-S-12), 聚氧乙烯脱水山梨醇脂肪酸酯 (可以商品名 TWEEN 系列表面活性剂购自 Uniquema, Wilmington, DE), 聚氧乙烯 (25) 油醇醚 (可以商品名 SIPONIC Y-500-70 购自 Americal Alcolac Chemical Co., Baltimore, MD), 烷基芳基聚醚醇 (可以商品名 TRITON X 系列购自 Dow Chemical Company, Midland, MI, 包括 X-100, X-165, X-305, 和 X-405)。

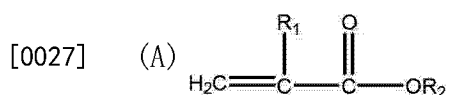
[0023] 缓冲液包括任何已知的与引发体系相容的缓冲液, 比如, 例如, 碳酸盐、磷酸盐、和 / 或硼酸盐缓冲液。可用的具体的缓冲液包括磷酸二氢钾和磷酸氢二钾。

[0024] 有机溶液含有单体和助稳定剂, 单体和助稳定剂搅拌在一起。获得的均匀有机溶液具有如下性质, 助稳定剂完全的溶解在单体中:

[0025]

反应物	宽范围	窄范围
单体 (有机溶液的重量 %)	80-99.99%	90-99%
助稳定剂 (有机溶液的重量 %)	0.01-20%	1-10%

[0026] 在本发明的一个实施方案中, 减阻聚合物可含有多个重复单元, 该重复单元选自由如下组成的组的一种或多种单体的残留物:



[0028] 其中 R_1 为 H 或 C1-C10 烷基, R_2 为 H, C1-C30 烷基, C5-C30 取代或未取代环烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, 芳基取代的 C1-C10 烷基, $-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_x-\text{R}_A$ 或 $-(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O})_x-\text{R}_A$ 基团, 其中 x 在 1-50 之间, R_A 为 H, C1-C30 烷基, 或 C6-C30 烷基芳基;

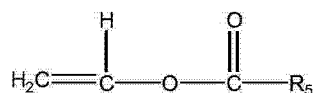
[0029] (B)

[0030] R_3 -芳烃- R_4

[0031] 其中芳烃为苯基、萘基、蒽基或菲基, R_3 为 $\text{CH}=\text{CH}_2$ 或 $\text{CH}_3-\text{C}=\text{CH}_2$, R_4 为 H, C1-C30 烷基, C5-C30 取代或未取代环烷基, C1, SO_3 , OR_B , 或 COOR_C , 其中 R_B 为 H, C1-C30 烷基, C5-C30 取代或未取代环烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, 或芳基取代的 C1-C10 烷基, 且其中 R_C 为 H, C1-C30 烷基, C5-C30 取代或未取代环烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, 芳基取代的 C1-C10 烷基,

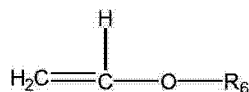
[0032] (C)

[0033]

[0034] 其中 R_5 为 H, C1-C30 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基 ;

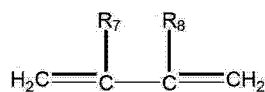
[0035] (D)

[0036]

[0037] 其中 R_6 为氢, C1-C30 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基 ;

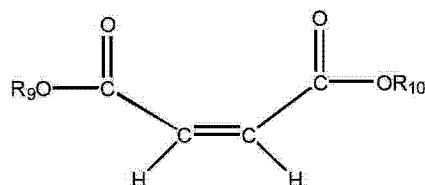
[0038] (E)

[0039]

[0040] 其中 R_7 为 H 或 C1-C18 烷基, 并且 R_8 为 H, C1-C18 烷基, 或 Cl ;

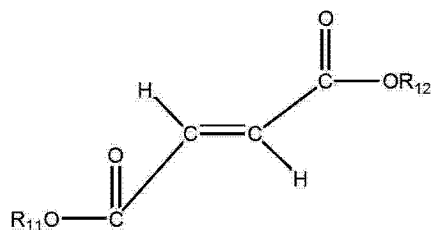
[0041] (F)

[0042]

[0043] 其中 R_9 和 R_{10} 各自独立的为 H, C1-C30 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, C5-C30 取代或未取代环烷基, 或杂环基团 ;

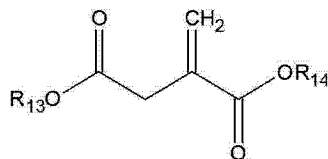
[0044] (G)

[0045]

[0046] 其中 R_{11} 和 R_{12} 各自独立的为 H, C1-C30 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, C5-C30 取代或未取代环烷基, 或杂环基团 ;

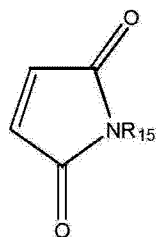
[0047] (H)

[0048]

[0049] 其中 R_{13} 和 R_{14} 各自独立的为 H, C1-C30 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, C5-C30 取代或未取代环烷基, 或杂环基团 ;

[0050] (I)

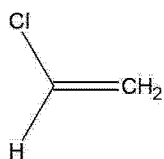
[0051]



[0052] 其中 R₁₅为 H, C1-C30 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, C5-C30 取代或未取代环烷基, 或杂环基团;

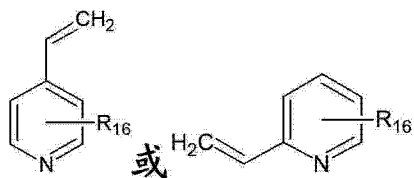
[0053] (J)

[0054]



[0055] (K)

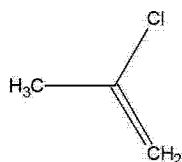
[0056]



[0057] 其中 R₁₆为 H, C1-C30 烷基, C6-C20 芳基;

[0058] (L)

[0059]



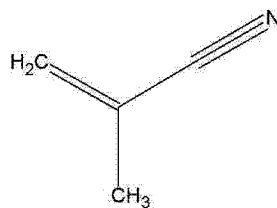
[0060] (M)

[0061]



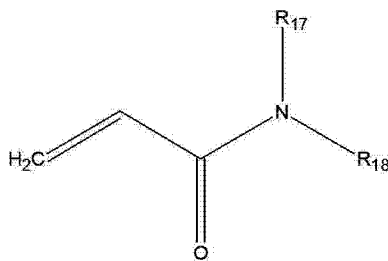
[0062] (N)

[0063]



[0064] (O)

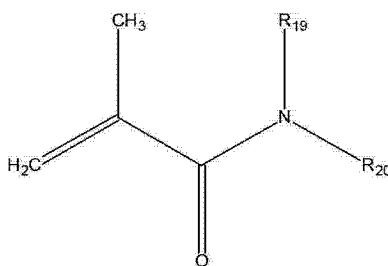
[0065]



[0066] 其中 R_{17} 和 R_{18} 各自独立的为 H, C1-C30 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, C5-C30 取代或未取代环烷基, 或杂环基团;

[0067] (P)

[0068]



[0069] 其中 R_{19} 和 R_{20} 各自独立的为 H, C1-C30 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, C5-C30 取代或未取代环烷基, 或杂环基团。

[0070] 在本发明一个实施方案中, 减阻聚合物可含有甲基丙烯酸或丙烯酸的 C4-C20 烷基, C6-C20 取代或未取代芳基, 或芳基取代的 C1-C10 烷基的酯的残基的重复单元。在另一个实施方案中, 减阻聚合物可为共聚物, 其含有甲基丙烯酸 2- 乙基己酯和至少另一种单体的残基的重复单元。在另一个实施方案中, 减阻聚合物可为共聚物, 其含有甲基丙烯酸 2- 乙基己酯单体残基和丙烯酸丁酯单体的残基的重复单元。仍在另一个实施方案中, 减阻聚合物可为均聚物, 其含有甲基丙烯酸 2- 乙基己酯的残基的重复单元。

[0071] 在本发明一个实施方案中, 减阻聚合物可含有至少一种含有杂原子的单体的残基。如上文所述, 术语“杂原子”包括除碳或氢原子之外的任意原子。杂原子的具体的例子包括但不限于, 氧、氮、硫、磷、和 / 或氯原子。在一个实施方案中, 减阻聚合物可含有至少大约 10%, 至少大约 25%, 或至少 50% 的含有至少一个杂原子的单体的残基。此外, 杂原子可带有部分电荷。如上文所述, 术语“部分电荷”指值小于 1 的正或负的电荷。

[0072] 助稳定剂为本领域中已知的高度不溶于水的小分子。可用的助稳定剂的例子包括脂肪醇 (C_{12} - C_{20}), 十六烷、异十六烷和疏水性低聚物, 比如苯乙烯。一些最广泛使用的助稳定剂包括十六醇和十六烷。需要助稳定剂来有效的稳定形成微乳液需要使用的高剪切。由于助稳定剂在不溶于水的单体中的高溶解度, 助稳定剂可在剪切后防止单体颗粒聚集并且稳定单体颗粒。

[0073] 然后将有机溶液和水溶液混合形成乳液。然后将乳液用高剪切装置处理。高剪切装置可为本领域中所熟知的装置, 比如超声波仪、微流化床、静态混合器或均质机。高剪切装置应能够制备出单体液滴的亚微米的分散液, 其中单体液滴的尺寸在 20-1000nm 之间, 或者更甚 50-500nm。通过减小液滴的尺寸, 成核发生主要的位置在液滴中而不是胶束中。这就增加了疏水单体在单体液滴中发生聚合的可能性, 这反过来使得微乳液可以制得油溶性的聚合物, 作为减阻剂产品。

[0074] 然后通过加入引发剂使得微乳液发生聚合。引发剂可仅含有氧化剂和还原剂,或者可含有第二缓冲液、氧化剂和还原剂。引发剂也可为含水的。

[0075]

反应物	宽范围	窄范围
第二缓冲液 (聚合物的重量 %)	0-20%	0-5%
氧化剂 (聚合物的重量 %)	0-1%	0-0.1%
还原剂	0-1%	0-0.02%

[0076] 第二缓冲液可为任意常用的缓冲液。理想的缓冲液为那些上文中所述的用于制备均匀水溶液中使用的缓冲液。

[0077] 氧化剂溶液可为任意常用的氧化剂溶液。在一个实施方案中,氧化剂溶液为过硫酸盐、过氧化物或偶氮腈引发剂。可用的过硫酸盐氧化剂包括过硫酸铵、过硫酸钠和过硫酸钾。可用的过氧化物包括过氧化氢和有机过氧化物。

[0078] 选用的还原剂用于还原氧化剂。在一个实施方案中还原剂为盐。还原剂可为亚硫酸盐,比如亚硫酸氢盐 (bissulfite) 或亚硫酸氢盐 (hydrosulfite), 酸,比如抗坏血酸或 erythroic acid, 铁基还原剂,或甚至为 formaldehyde sulfoxylate。一个经常使用的还原剂的例子为六水硫酸亚铁铵, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

[0079] 一个任选的组分为第二表面活性剂。第二表面活性剂可为任何常用的表面活性剂。理想的表面活性剂为上文中制备均匀水溶液中使用的那些。

实施例

[0080] 计算减阻性能。使用各种直径的管道和各种原油来进行管道的现场测试。在每次测试中,减阻百分比 (%DR) 这样来确定,即,通过在加入减阻剂之前测量一段待测管道的压降 (ΔP 基础),和在加入减阻剂之后测量该段待测管道的压降(**ΔP —已处理**)。减阻百分比通过下述公式计算:

[0081]

$$\%DR = ((\Delta P \text{ 基础} - \Delta P \text{ 已处理}) / \Delta P \text{ 基础}) \times 100\%$$

[0082] 实施例 1

[0083] 分批聚合—300-mL 反应器

[0084] 聚合物反应物

[0085]

组分	配方 (克)	±	实际 (g)
去离子水	93.88	0.20	93.90
Polystep B-5	7.52	0.05	7.53
Tergitol 15-S-7	8.00	0.05	8.00
磷酸盐缓冲液(1000 mL 去离子水中 加入 87.0 g 磷酸二氢钾和 68.0 g 磷酸氢钾)	2.60	0.02	2.60
过硫酸铵溶液	4.00	0.02	4.02
甲基丙烯酸 2-乙基己酯	80.00	0.20	80.00

[0086] 氧化剂溶液

[0087]

组分	重量 (g)	±	实际 (g)
过硫酸铵, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.133	0.005	0.1331
去离子水	40.00	0.05	40.02

[0088] 在反应器中于氮气保护下在约 2.0° C 的温度下 4 小时制备乳液。搅拌器设置为 400rpm。当温度为 5° C 时加入催化剂溶液。

[0089] 催化剂 (铁) 溶液 :

[0090]

组分	重量(g)	±	实际(g)
六水硫酸亚铁铵, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,	0.357	0.004	0.3573
0.010 M 硫酸溶液(3785 mL 去离子水中加入 3.71 克浓硫酸)	50.00	0.05	50.00

[0091] 在 21 小时内以 188 $\mu\text{L/hr}$ 的速度加入总量为 3.18mL 的催化剂溶液。

[0092] 聚合物最终产物的重量为 200.92 克,并具有如下性质 :

[0093]

样品#	湿重 (g)	干重 (g)	% 固体	平均% 固体	平均% 聚合物
GLT-8220-203R-a	1.2308	0.5311	43.15	42.81	37.53
GLT-8220-203R-b	1.2424	0.5277	42.47		

[0094]

样品#	理论% 固体	理论% 聚合物	% 转化率
GLT-8220-203R	45.27	39.99	93.85

[0095] 该聚合物在 2ppm 测试减阻性能在 28.8%。

[0096] 实施例 2

[0097] 分批聚合-300-mL 反应器

[0098] 水溶液

[0099]

组分	配方 (克)	±	实际
去离子水	93.90	0.50	93.91
Polystep B-5	4.32	0.02	4.33
Tergitol 15-S-7	8.00	0.02	8.00
磷酸盐缓冲液(1000 mL 去离子水中 加入 87.0 g 磷酸二氢钾和 68.0 g 磷酸氢钾)	2.60	0.02	2.61

[0100] 有机溶液

[0101]

组分	用量 (克)	±	实际
甲基丙烯酸乙基己酯	80.00	0.50	80.05
十六醇	3.20	0.02	3.21

[0102] 然后将水溶液和有机溶液混合并用高剪切装置处理。夹套温度为约 2.0° C, 搅拌器设置为 400rpm。将乳液在氮气下剪切 1 小时。

[0103] 氧化剂溶液

[0104]

组分	重量 (g)	±	实际
过硫酸铵, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.133	0.001	0.133
去离子水	40.00	0.05	40.01

[0105] 在仍处于氮气保护下时以 0.10mL/ 分钟的速度在 40 分钟内向微乳液中加入氧化剂溶液。

[0106] 催化剂 (铁) 溶液:

[0107]

组分	重量(g)	±	实际
六水硫酸亚铁铵, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.1428	0.001	0.1428
0.010 M 硫酸溶液(3785 mL 去离子水中加入 3.71 克浓硫酸)	200.0	0.05	200.00

[0108] 当微乳液为 5° C 时向其中加入催化剂 (铁) 溶液。注射泵编程为在 21 小时内以 188 $\mu\text{L/hr}$ 的速度加入总量为 2.91mL 的催化剂。

[0109] 聚合物最终产物的重量为 187.52 克,并具有如下性质。

[0110]

样品 #	湿重 (g)	干重 (g)	% 固体	平均% 固体	平均% 聚合物
GLT8220-61	2.2937	1.0780	47.00	47.06	40.26
	2.2736	1.0710	47.11		

[0111]

样品#	理论% 固体	理论% 聚合物	% 转化率
GLT8220-61	49.22	42.42	94.91

[0112] 该聚合物在 2ppm 测试减阻性能在 36.4%。

[0113] 实施例 3

[0114] 分批聚合 -300-mL 反应器

[0115] 聚合物反应物

[0116]

组分	配方 (克)	±	实际
去离子水	93.88	0.20	93.88
Polystep B-5	7.52	0.05	7.52
Tergitol 15-S-7	8.00	0.05	8.01
磷酸盐缓冲液(1000 mL 去离子水 中加入 87.0 g 磷酸二氢钾和 68.0 g 磷酸氢钾)	2.60	0.02	2.60
过硫酸铵溶液	4.00	0.02	4.00
甲基丙烯酸异癸酯	80.00	0.20	80.05

[0117] 氧化剂溶液

[0118]

组分	重量 (g)	±	实际
过硫酸铵, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.133	0.005	0.133
去离子水	40.00	0.05	40.00

[0119] 在开始聚合前反应器在大约 5.0° C 下用氮气冲洗 4 小时。搅拌器设置为 400rpm。然后在温度 5.0° C 时向乳液中加入催化剂溶液。

[0120] 催化剂 (铁) 溶液

[0121]

组分	重量(g)	±	实际
六水硫酸亚铁铵, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.1428	0.001	0.1428
0.010 M 硫酸溶液(3785 mL 去离子水中加入 3.71 克浓硫酸)	400.0	0.05	400.01

[0122] 在 24 小时内以 330 $\mu\text{L/hr}$ 的速度加入总量为 4.92mL 的催化剂溶液。

[0123] 聚合物最终产物的重量为 197.97 克,并具有如下性质。

[0124]

样品#	湿重 (g)	干重 (g)	% 固体	平均% 固体	平均% 聚合物
GLT8220-104	1.5202	0.6725	44.24	44.27	38.97
	1.5206	0.6737	44.30		

[0125]

样品#	理论% 固体	理论% 聚合物	% 转化率
GLT8220-104	45.53	40.23	96.87

[0126] 该聚合物在 2ppm 测试减阻性能在 0%。

[0127] 实施例 4

[0128] 分批聚合 -300-mL 反应器

[0129] 水溶液

[0130]

组分	配方 (克)	±	实际
去离子水	97.90	0.50	97.90
Polystep B-5	4.30	0.02	4.30
磷酸盐缓冲液(1000 mL 去离子水中 加入 87.0 g 磷酸二氢钾和 68.0 g 磷酸氢钾)	2.60	0.02	2.61

[0131] 有机溶液

[0132]

组分	配方 (克)	±	实际
丙烯酸异癸酯	80.00	0.50	80.00
十六烷	3.20	0.02	3.20

[0133] 然后将水溶液和有机溶液混合 10 分钟,并用高剪切装置处理。高剪切装置为 Branson 超声波仪,其输出功率设置为 8 和 50%的工作循环。在超声波仪处理之后将溶液在

氮气下于 1 小时内冷却至约 5.0° C。

[0134] 氧化剂溶液

[0135]

组分	重量 (g)	±	实际
过硫酸铵, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.133	0.001	0.1330
去离子水	40.00	0.05	40.00

[0136] 在仍处于氮气保护下时在 40 分钟内以 0.10mL/ 分钟的速度将氧化剂溶液加入到微乳液中。

[0137] 催化剂 (铁) 溶液:

[0138]

组分	重量 (g)	±	实际
六水硫酸亚铁铵, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.1428	0.001	0.1449
0.010 M 硫酸溶液(3785 mL 去离子水中加入 3.71 克浓硫酸)	400.0	0.05	400.00

[0139] 在微乳液为 5.0° C 时将催化剂 (铁) 溶液加入其中。注射泵编程为在 24 小时内以 330 $\mu\text{L/hr}$ 的速度加入总量为 7.71mL 的催化剂。

[0140] 聚合物最终产物为 196.60 克,并具有如下性质。

[0141]

样品#	湿重 (g)	干重 (g)	% 固体	平均% 固体	平均% 聚合物
GLT-8391-048L-a	1.7202	0.7002	40.70	40.68	38.24
GLT-8391-048L-b	1.6791	0.6828	40.66		

[0142]

样品#	理论% 固体	理论% 聚合物	% 转化率
GLT-8391-048L	42.93	40.49	94.44

[0143] 该聚合物在 2ppm 测试减阻性能在 19.25%。

[0144] 因此,本发明的保护范围并不局限于上述说明书中所述的,而是受限于后续的权利要求,其范围包括权利要求主题的所有等同方案。每一个权利要求均结合进说明书作为本发明的实施方案。因此权利要求为进一步的说明,并且是本发明的优选实施方案。上文中对于参考文献的讨论并不认可其为本发明的现有技术,尤其是那些公开日在本申请优先权日之后的参考文献。