



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 13 10 81
(21) PV 7561-81
(89) 770080, SU

(40) Zveřejněno 26 08 83
(45) Vydáno 01 08 84

(11) **227 384**
B1

(51) Int. Cl.⁷
C 08 E 8/32,
C 08 F 112/08,
B 01 J 20/26

(75)
Autor vynálezu

TRUŠIN BORIS NIKITVIČ,
AMBURG LIDIA ALEXANDROVNA, KEMEROVO,
PAŠKOV ARKADIJ BORISOVIČ, MOSKVA (SU)

(54)

Způsob přípravy ve vodě rozpustného polyelektrolytu

Ve vodě rozpustný polyelektolyt se připravuje chlormethylací polystyrenu s následující aminací terciárním aminem, přičemž se aminace provádí v přítomnosti sekundárního aminu při molárním poměru sekundárního aminu a chlormethylovaného polystyrenu 0,01 až 0,16 : 1.

1

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к авторскому свидетельству

Заявлено 04.05.79

Заявка 2782589/23-05

МКИ³ C08F 8/32 ; C 08F 112/08

Авторы: Б.Н.Трушин, Л.А.Амбург и А.Б.Пашков

Заявитель: Кемеровский научно-исследовательский институт химической промышленности Кемеровского научно-производственного объединения "Карболит"

Название изобретения: СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВОДОРАСТВОРИМОГО ПОЛИЭЛЕКТРОЛИТА

Изобретение относится к области синтеза высокомолекулярных соединений, а именно катионных водорастворимых полиэлектролитов на основе полистирола, и может быть использовано при очистке природных и сточных вод, обезвоживании шламов и др.

Известен способ получения катионного водорастворимого полиэлектролита на основе полистирола путем его хлорметилирования и последующего аминирования [1].

Такой способ непригоден для осуществления в промышленных условиях, т.к. для получения полиэлектролита с большой молекулярной массой (вязкость 0,5%-ного водного раствора при 25°C - 23,3 сст), хлорметилирование и аминирование проводят в сильно разбавленных средах (соответственно, в дихлорэтаноле и диоксане). Поэтому данный способ малопроизводителен, требует большого ассортимента сырья и характеризуется большим количеством отходов производства, а также не позволяет получать в производственных условиях достаточно чистый полиэлектролит.

Наиболее близким по технической сущности к разработанному способу является способ получения водорастворимого полиэлектролита марки ВПК-101 [2], заключающийся в том, что хлорметилирование и аминирование полистирола

проводят в среде метилаля.

При использовании такого способа решаются вопросы переработки отходов производства. Кроме того, данный способ из-за присутствия в хлорметилирующей смеси значительного количества метилаля позволяет получать полиэлектролиты с вязкостью 1%-го водного раствора 3-5 сст.

Недостатком этого способа является низкая величина вязкости (молекулярная масса) полученного полиэлектролита, неудовлетворительная флокуляционная активность, а также недостаточная чистота готового продукта из-за присутствия незначительных количеств формальдегида ($\leq 0,1\%$).

Целью изобретения является увеличение молекулярной массы полиэлектролита и его флокуляционной способности.

Поставленная цель достигается тем, что при аминировании третичным амином хлорметилированного полистирола (ХМП) добавляют вторичный амин в количестве 0,01-0,16 молей на 1 моль ХМП.

Аминирование ХМП обычно осуществляют триметиламином как самым доступным реагентом. В качестве вторичного амина можно использовать диметиламин, диэтиламин и т.п. Взаимодействуя с ХМП по реакции Меншуткина (например, 1 моль вторичного амина с 2 молями ХМП) вторичные амины способствуют соединению полимерных цепей и тем самым увеличению молекулярной массы получаемого водорастворимого полиэлектролита.

Поскольку реакция взаимодействия ХМП со вторичным амином протекает с такой же высокой скоростью, как и с третичными аминами, необходимо создать условия, предотвращающие образование нерастворимого полиэлектролита ("смешивание" макромолекул). С этой целью вторичные амины берут в определенном количестве по отношению к ХМП, а именно 0,01-0,16 молей на 1 моль ХМП (при оптимальном количестве используемого третичного амина

1,5 моля на 1 моль ХМП). При добавлении вторичных аминов в количестве более 0,16 молей на 1 моль ХМП в конечном продукте образуются гелеобразные частицы.

Процесс аминирования осуществляют при температуре 38-42°C в течение 4 часов.

Использование низших аминов при аминировании ХМП способствует также и удалению формальдегида из готового продукта. Так, 1 моль формальдегида и 2 моля диметил-амина дают бифункциональный третичный амин-тетраметил-метилендиамин.

Пример I.

Полистирол с молекулярной массой около 50 тыс (208 г) растворяют в смеси хлордиметилового эфира с метилалем плотностью 1,048 (1520 г), добавляют хлористый цинк (95,6 г), нагревают полученную массу до 50-52°C и выдерживают 3 часа. Затем температуру повышают до 54°C и отгоняют хлордиметиловый эфир (500 мл). Реакционную массу охлаждают, добавляют метилаль (800 мл) и отгоняют эфирнометилальную смесь (1000 мл) при температуре куба 50-52°C. Кубовый остаток охлаждают, дают отстояться и отделяют катализаторный слой. К оставшемуся полимерному раствору добавляют метилаль (300 мл), затем при перемешивании до pH=6-8-10%-ный раствор едкого натра и отделяют после отстаивания водный слой. Получают хлорметилованный полистирол (ХМП) в виде 32%-ного раствора в метилале с содержанием хлора в ХМП 20,75% (степень хлорметилирования - 0,845).

К раствору ХМП при перемешивании приливают триметиламин в количестве 1,5 молей и диметиламин - 0,01 моля на 1 осново-моль ХМП с учетом степени хлорметилирования. Реакционную массу нагревают и выдерживают при 40°C в течение 4 часов. По окончании процесса амины и др. органические примеси отгоняют, постепенно повышая температуру полученной массы до 90-95°C, а затем с помощью острого пара.

Вязкость 1%-ного водного раствора полученного водорастворимого полиэлектролита составляет 4,8 сст.

Пример 2.

Водорастворимый полиэлектролит получают согласно способу, описанному в примере I, используя при аминировании диметиламин в количестве 0,02 моля на I моль ХМП.

Вязкость полученного 1%-ного водного раствора полиэлектролита составляет 5,00 сст.

Пример 3.

Водорастворимый полиэлектролит получают согласно способу, описанному в примере I, используя при аминировании диметиламин в количестве 0,04 моля на I моль ХМП (вязкость его 1%-ного водного раствора составляет 5,44 сст).

Пример 4.

Водорастворимый полиэлектролит получают согласно способу, описанному в примере I, используя при аминировании диметиламин в количестве 0,08 моля на I моль ХМП (вязкость его 1%-ного водного раствора составляет 5,88 сст).

Пример 5.

Водорастворимый полиэлектролит получают согласно способу, описанному в примере I, используя при аминировании диметиламин в количестве 0,14 моля на I моль ХМП (вязкость его 1%-ного водного раствора составляет 6,6 сст).

Пример 6.

Водорастворимый полиэлектролит получают согласно способу, описанному в примере I, используя при аминировании диметиламин в количестве 0,16 моля на I моль ХМП (вязкость его 1%-ного водного раствора составляет 7,2 сст).

Разработанный способ получения водорастворимого полиэлектролита на основе полистирола позволяет увеличивать молекулярную массу полиэлектролитов на 30-35%, а также устранить примеси формальдегида.

Проведенные исследования с образцами полиэлектролитов, полученных по разработанному способу, показали их более высокую эффективность в процессе очистки сточных вод углеобогатительных фабрик от взвешенных частиц, чем полиэлектролит, получаемый по известному способу. Результаты исследования для различных образцов полиэлектролитов представлены в таблице.

Таблица

Полиэлектролит	Вязкость 1%-ного водного раствора полиэлектролита, сст.	Оптимальная доза полиэлектролита при очистке сточных вод, мг/л
I	2	3
По примеру 2	5,0	2,8
По примеру 4	5,88	1,9
По прототипу	4,10	3,5

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

"Способ получения водорастворимого полиэлектролита путем хлорметилирования полистирола с последующим аминированием третичным амином, взятым в избытке, отличающийся тем, что с целью увеличения молекулярной массы полиэлектролита и его флокуляционной способности аминирование осуществляют в присутствии вторичного амина, при молярном соотношении вторичного амина и хлорметилированного полистирола, равном 0,01-0,16:1".

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Патент США № 2694702, кл.260-93.5, опубл.1954.
2. Авторское свидетельство СССР № 671297, кл.С08F 112/14, 1978 - прототип.

А Н Н О Т А Ц И Я

Способ получения водорастворимого полиэлектролита состоит в том, что осуществляют хлорметилирование полистирола с последующим аминированием третичным амином, причем аминирование проводят в присутствии вторичного амина при молярном соотношении вторичного амина и хлорметилированного полистирола, равном 0,01-0,16:1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy ve vodě rozpustného polyelektrolytu chlormethylací polystyrenu s následující aminací terciárním aminem, který je v přebytku, vyznačující se tím, že za účelem zvýšení molekulární hmotnosti polyelektrolytu a jeho flokulační schopnosti se aminace provádí v přítomnosti sekundárního aminu, při molárním poměru sekundárního aminu a chlormethylovaného polystyrenu 0,01 až 0,16:1.

Uznáno vynálezem na základě výsledků expertizy, provedené Státním výborem pro vynálezy a objevy SSSR, Moskva, SU