РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** (11) **2016 106 938**(13) **A**

(51) МПК
C08F 2/32 (2006.01)
C08F 20/56 (2006.01)
B01D 29/00 (2006.01)
C08J 11/02 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ЗАЯВКА НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

(21)(22) Заявка: **2016106938, 29.07.2014**

Приоритет(ы):
(30) Конвенционный приоритет:
31.07.2013 EP 13178691.5

(43) Дата публикации заявки: **01.09.2017** Бюл. № **25**

(85) Дата начала рассмотрения заявки PCT на национальной фазе: **29.02.2016**

(86) Заявка PCT:
EP 2014/066251 (29.07.2014)

(87) Публикация заявки PCT:
WO 2015/014824 (05.02.2015)

Адрес для переписки:
105064, Москва, а/я 88, "Патентные поверенные Квашнин, Сапельников и партнеры"

(71) Заявитель(и):
БАСФ СЕ (DE)

(72) Автор(ы):
БЭРРЭТТ Джон Скотт (GB),
ЕЛИЧИЧ Александра (DE),
ХЭССЕ Паскаль (DE),
СЕТЬЕ Оливер (DE),
ХАШИК Роберт (DE),
ФОНСЕКА ЗЕПЕДА Габриела Юджиния (DE),
КЕЕЛАПАНДАЛ РАМАМООРТИ Шанкара Нараянан (DE),
ЙЕК Зандра (DE),
КУН Йелан (DE)

(54) СПОСОБ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ С ОБРАЩЕННОЙ ФАЗОЙ

(57) Формула изобретения

1. Способ суспензионной полимеризации с обращенной фазой для получения полимерных гранул, включающий образование водных мономерных гранул водного раствора, содержащего растворимый в воде этиленненасыщенный мономер или смесь мономеров, и полимеризацию мономера или смеси мономеров с образованием полимерных гранул, в то же время суспендированных в углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, извлечение полимерных гранул и затем очистку углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, где способ включает

обеспечение углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор в сосуде (1),

образование суспензии мономерных гранул из водного мономера или смеси мономеров в углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор,

инициацию полимеризации с образованием полимеризуемых гранул,

удаление суспензии полимерных гранул в углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, из сосуда и извлечение растворимых в воде или набухаемых в воде полимерных гранул из суспензии, в которой углеводородная неводная жидкость, содержащая амфипатический стабилизатор, содержит примеси, которые содержат частицы,

RU 2016106938 A

RU 2016106938 A

и затем перемещение углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, из суспензии на стадию очистки,

в котором стадия очистки обеспечивает очищенную углеводородную неводную жидкость, содержащую амфипатический стабилизатор и подходящую для применения в способе суспензионной полимеризации с обращенной фазой, причем стадия очистки включает удаление частиц из углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, по меньшей мере на одной стадии фильтрации, в котором стадию фильтрации выбирают из фильтрации с поперечным потоком.

2. Способ по п. 1, в которой очищенная углеводородная неводная жидкость, содержащая амфипатический стабилизатор, рециркулирует обратно в способ суспензионной полимеризации с обращенной фазой.

3. Способ по п. 1 или 2, где способ проводится непрерывно.

4. Способ по п. 1 или 2, в котором углеводородная неводная жидкость, содержащая амфипатический стабилизатор, обеспечивается как объем (2) в сосуде, причем объем распространяется между по меньшей мере одной точкой выгрузки полимерных гранул (3) и по меньшей мере одной точкой загрузки мономера (4),

и в котором водный мономер или смесь мономеров экструдируется через отверстия с образованием мономерных гранул, которым предоставляют возможность течь по направлению к точке выгрузки полимерных гранул, инициируя полимеризацию водных мономерных гранул с образованием полимеризуемых гранул,

в котором полимеризуемые гранулы образуют полимерные гранулы, когда достигают точки выгрузки полимерных гранул.

5. Способ по п. 4, в котором полимерные гранулы, удаленные из сосуда в точке выгрузки полимерных гранул, подвергаются стадии последующей полимеризации.

6. Способ по п. 1 или 2, в котором стадия фильтрации включает фильтрацию с поперечным потоком или тупиковую фильтрацию, причем стадия фильтрации включает среду мембраны или фильтра, которая имеет либо

i) средний диаметр пор менее чем 100 нм, предпочтительно менее чем 50 нм; либо

ii) границу отсечки по молекулярной массе задерживаемых компонентов (MWCO) ниже 150000 Да, предпочтительно ниже чем 60000 Да.

7. Способ по п. 1 или 2, где способ проводится в двух или более сосудах (1) параллельно.

8. Способ по п. 1 или 2, в котором образованные таким образом полимерные гранулы размалываются с получением полимерного порошка.

9. Способ по п. 1 или 2, в котором стадия очистки включает стадию фильтрации с поперечным потоком, которая обеспечивает поток осветленной углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, и поток концентрированной углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, где осветленная углеводородная неводная жидкость, содержащая амфипатический стабилизатор, содержит более низкую концентрацию частиц, чем углеводородная неводная жидкость, содержащая амфипатический стабилизатор, до стадии фильтрации с поперечным потоком, и концентрированная углеводородная неводная жидкость, содержащая амфипатический стабилизатор, содержит более высокую концентрацию частиц, чем углеводородная неводная жидкость, содержащая амфипатический стабилизатор, до стадии фильтрации с поперечным потоком,

и в котором поток концентрированной углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, подвергается стадии выпаривания и стадии конденсации с обеспечением потока конденсированной углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор,

в котором стадия очистки также включает соединение потока осветленной

RU 2016106938 A

RU 2016106938 A

углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, и потока конденсированной углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, и образование очищенной углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор.

10. Способ по п. 9, в котором стадия выпаривания включает выпаривание с распределяемой пленкой.

11. Способ по п. 1 или 2, в котором растворимый в воде этиленненасыщенный мономер или смесь мономеров содержит по меньшей мере один мономер, выбираемый из группы, состоящей из акриламида, метакриламида, N-винилпирролидона, 2-гидроксиэтилакрилата, акриловой кислоты (или ее солей), метакриловой кислоты (или ее солей), итаконовой кислоты (или ее солей), малеиновой кислоты (или ее солей), 2-акриламидо-2-пропансульфоновой кислоты (или ее солей), винилсульфоновой кислоты (или ее солей), аллилсульфоновой кислоты (или ее солей), диметиламиноэтилакрилата (или его кислотных солей, или его солей четвертичного аммония), диметиламиноэтилметакрилата (или его кислотных солей, или его солей четвертичного аммония), диметиламинопропилакриламида (или его кислотных солей, или его солей четвертичного аммония), диметиламинопропилметакриламида (или его кислотных солей, или его солей четвертичного аммония) или комбинаций любых из приведенных выше.

12. Способ по п. 11, в котором по меньшей мере один мономер получен химически катализируемым способом, биологически катализируемым способом или биологическим способом.

13. Способ по п. 11, в котором акриламид получен биологически катализируемым способом или биологическим способом.

14. Устройство, подходящее для способа суспензионной полимеризации с обращенной фазой для получения полимерных гранул из водного раствора, содержащего растворимый в воде этиленненасыщенный мономер или смесь мономеров, где устройство включает

сосуд (1), который является подходящим для содержания углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, средство для образования суспензии водных мономерных гранул в углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор,

средство для удаления суспензии полимерных гранул в углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, из сосуда,

средство для извлечения растворимых в воде или набухаемых в воде полимерных гранул из суспензии,

средство для очистки углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор, по меньшей мере одной стадией фильтрации так, чтобы очищенная углеводородная неводная жидкость,содержащая амфипатический стабилизатор, была подходящей для применения в способе суспензионной полимеризации с обращенной фазой, в котором стадия фильтрации выбирается из фильтрации с поперечным потоком.

15. Устройство по п. 14, в котором

сосуд (1) является подходящим для содержания объема углеводородной неводной жидкости, содержащей амфипатический стабилизатор (2), между точкой загрузки мономера (4) и точкой выгрузки полимерных гранул (3),

множество отверстий (5), подходящих для экструзии водного мономера или смеси мономеров,

и

средство для экструзии водного мономера или смеси мономеров через отверстия с

RU 2016106938 A

RU 2016106938 A

образованием мономерных гранул.

16. Растворимые в воде или набухаемые в воде полимерные гранулы, получаемые способом по любому одному из пп. 1-13 или с применением устройства по п. 14 или 15.

RU 2016106938 A

RU 2016106938 A