



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109651535 A

(43)申请公布日 2019.04.19

(21)申请号 201811130106.8

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2014.10.16

C08F 2/48(2006.01)

(30)优先权数据

C08F 120/06(2006.01)

3272/MUM/2013 2013.10.18 IN

C08F 136/08(2006.01)

(62)分案原申请数据

201480057162.7 2014.10.16

(71)申请人 瑞来斯实业公司

地址 印度孟买

(72)发明人 拉克斯·维尔·扎斯拉

尼纳德·迪帕克·茵格勒

普拉迪普·帕瑞斯·卡帕迪尔

普拉第普·曼斯

(74)专利代理机构 北京商专永信知识产权代理

事务所(普通合伙) 11400

代理人 阴亮 周锐

权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

烃的聚合

(57)摘要

本发明涉及一种烃的聚合方法。根据本发明的方法，将烃和光引发剂引入至反应容器中，然后搅拌预设时段。在下一步中，用可见光照射照射包含该搅拌的烃和该光引发剂的反应容器。本发明的方法是在具有少于0.65%的氧气环境的反应容器中进行反应的。

1. 一种烃的聚合方法，所述方法包括通过将由至少一个光源发射的波长在390-780nm范围内的可见光通入反应容器中，在搅拌下使所述烃和光引发剂在具有少于0.65%的氧气环境的该反应容器中反应以预设时段，从而获得聚合的烃；

其中，所述光引发剂是至少一种选自由过氧化氢、过氧化苯甲酰、叔丁基过氧化氢、过苯甲酸和过乙酸构成的组中的过氧化物；

其中，所述光引发剂的用量在20-800ppm范围内；

其中，所述至少一个光源是至少一种选自由发光二极管(LED)、激光、有机电致发光材料、无机电致发光材料、有机发光二极管和无机发光二极管构成的组中的固态光发射装置。

2. 根据权利要求1所述的烃的聚合方法，所述方法包括以下步骤：

i. 将所述烃引入至具有包含少于0.65%的氧气环境的反应容器中；

ii. 将所述光引发剂引入至所述反应容器中；

iii. 在所述反应容器中搅拌所述烃和所述光引发剂以第二预设时段；

iv. 将由至少一个光源发射的波长在390-780nm范围内的可见光通入所述反应容器以所述预设时段，以得到聚合的烃。

3. 根据权利要求1所述的烃的聚合方法，所述方法包括以下步骤：

i. 将所述烃引入至所述反应容器中；

ii. 将所述光引发剂引入至所述反应容器中；

iii. 在所述反应容器中搅拌所述烃和所述光引发剂以第二预设时段；

iv. 在搅拌所述烃和所述光引发剂的所述反应容器中建立包含少于0.65%的氧气环境；

v. 将由至少一个光源发射的波长在390-780nm范围内的可见光通入所述反应容器以预设时段，以得到聚合的烃。

4. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于，所述烃是至少一种选自由异戊二烯、乙烯基单体、以及选自丙烯酸、环氧化物、羟基酸和内酰胺的烃的衍生物构成的组中的单体。

5. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于，将所述烃以浆液或溶液的形式引入至所述反应容器中。

6. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于，所述方法的搅拌步骤借助于旋转搅拌器以在200-850rpm范围内的速度下进行搅拌5-60分钟。

7. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于，将所述可见光通入所述反应容器中2-12小时。

8. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于，将通入光的所述至少一个光源放置在至少一个选自由以下构成的组的位置上：所述反应容器外、所述反应容器内和内嵌在所述反应容器的壁上。

9. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于，将通入光的所述至少一个光源设置于所述反应容器外距所述反应容器的外壁0.2-12cm处。

10. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于，通入可见光的步骤包括将光束引导至在其中发生该反应的所述反应容器的反应区。

11. 根据权利要求1所述的方法，进一步包括在将所述可见光通入所述反应容器中之前，将所述搅拌的烃在40-90℃范围内的温度下加热的步骤。

## 烃的聚合

[0001] 本申请是第201480057162.7号中国发明专利申请的分案申请。该中国发明专利申请基于国际申请PCT/IN2014/000655，申请日为2014年10月16日，发明名称为“烃的聚合”。

[0002] 本申请是2012年10月18日递交的印度专利申请号为3049/MUM/2012的分案专利申请，该印度专利申请的全部内容通过引用将其特别并入本文。

### 技术领域

[0003] 本发明涉及一种烃的聚合方法和装置。

### 背景技术

[0004] 聚合是在化学反应中将单体分子一起反应生成直链或立体网状聚合物链的方法。常规的聚合方法包括自由基聚合、阳离子聚合、阴离子聚合、光辐射聚合和配位催化聚合。

[0005] 通常，光辐射聚合方法利用各种光源(例如基于灯丝的灯、基于蒸汽/气体的灯等)发射的紫外光。然而，用作紫外光源的基于灯丝或基于蒸汽/气体的灯发出缓和的或多方向的紫外光，表现为随着距离高速率的强度衰减。因此，这些灯不能引发有效的反应，进一步会导致大量的电能消耗。此外，这些灯体积庞大且寿命较短(8000–15000小时)。

[0006] 进一步地，这些光源的使用通过在直接环境中散射紫外辐射可能会造成短期或长期的健康危害。此外，由石英制成的反应容器使得该化学方法及其装置较为昂贵。

[0007] 因此，需要有新的并且经济的烃的聚合方法。进一步地，还需要利用低强度固态光进行烃的聚合的装置。

[0008] 发明目的

[0009] 本发明的至少一种实施方案满足的本发明的系统的某些目的如下：

[0010] 本发明的一个目的是改善现有技术的一个或多个问题或至少提供一种有益的替代方式。

[0011] 本发明的一个目的是提供一种经济的烃的聚合方法。

[0012] 本发明的另一个目的是提供一种对环境安全的烃的聚合方法。

[0013] 本发明的另一个目的是提供一种利用发光二极管(LED)作为可见光源的烃的聚合方法。

[0014] 本发明的另一个目的是提供一种在不添加例如溶胀剂和分散剂的添加剂的情况下烃的聚合方法。

[0015] 本发明的另一个目的是提供一种烃的聚合的装置。

[0016] 本发明的另一个目的是提供一种节能且经济的烃的聚合的装置。

[0017] 本发明的另一个目的是提供一种容易操作的烃的聚合的装置。

### 发明内容

[0018] 本发明提供了一种烃的聚合方法，包括通过将由至少一个光源发射的波长在390–780nm范围内的可见光通入反应容器中，在搅拌下使该烃和光引发剂在具有少于0.65%的

氧气环境的该反应容器中反应以预设的时段,以得到聚合的烃。

[0019] 根据本发明的另一方面,提供了一种烃的聚合的装置。本发明的装置包括反应容器、用于将流体吹入该反应容器中的吹扫装置(purging mean)、用于将该光引导至该反应容器的反应区中的引导装置、安装在中心的搅拌器和至少一个光源。

## 附图说明

[0020] 图1(a)和1(b)示例出光源分别设置在反应容器的内部和外部的用于烃的聚合的装置的示意图。

[0021] 详细描述

[0022] 根据本发明,提供了一种烃的聚合方法。该方法包括以下步骤:

[0023] 在第一步中,将至少一种烃和至少一种光引发剂引入具有少于0.65%的氧气环境的反应容器中,并将该混合物搅拌预设的时段。

[0024] 根据本发明使用的烃包括但不限于异戊二烯、丙烯酸醇、环氧化物、羟基酸、内酰胺和乙烯基单体。该烃能够以浆液或溶液的形式被引入该反应容器中。在本发明的一种实施方案中,该烃是浆液的形式。

[0025] 根据本发明,在将可见光通入该反应容器中之前,将该烃在40–90°C的温度下加热。

[0026] 本发明所用的光引发剂包括但不限于一种或多种过氧化物,选自由过氧化氢、过氧化苯甲酰、叔丁基氢过氧化氢、过苯甲酸和过乙酸构成的组。在本发明的方法中光引发剂的用量在20–800ppm范围内。

[0027] 在该反应容器中保持低氧气水平。在本发明的方法中,在该反应容器中氧气少于0.65%。在将烃引入该反应容器中时或者在搅拌该反应容器中的烃和光引发剂的混合物的步骤过程中,能够将氧气除去。由于氧气会阻碍该光引发聚合过程,为此该氧气必须从反应容器中除去。

[0028] 根据本发明,该方法的搅拌步骤借助于旋转搅拌器以在200–850rpm范围内的速度下进行搅拌5–60分钟。

[0029] 典型地,通过吹入惰性气体,在该反应容器中建立包含少于0.65%氧气环境,随后在该反应容器中通入可见光2–12小时,以获得该聚合的烃。

[0030] 发射波长为390–780nm的可见光的光源是一堆固态光发射装置。该固态光发射装置的非限制示例包括但不限于发光二极管(LED)、激光、有机电致发光材料、无机电致发光材料、有机发光二极管和无机发光二极管。

[0031] 将该光源设置于至少一个选自由以下构成的组的位置上:反应容器外、反应容器内和嵌入在反应容器的壁上。

[0032] 反应容器的外壁与放置在反应容器外的光源之间的距离在0.2–12cm范围内,优选距离为0.5–4cm。

[0033] 从放置在反应容器外的光源通入光的步骤包括将光束引导至在其中发生该反应的反应容器的反应区。

[0034] 根据本发明,还提供了一种烃的聚合装置。如图1(a)中所示,在一种实施方案中,该装置包括反应容器1、用于将流体吹入该反应容器中的吹扫装置3和4、安装在中心的搅拌

器2和放置在该反应容器内的至少一个光源6。分别使用温度计8和热浴槽5测定和保持该反应容器中的温度。本发明的装置还包括用于将光从光源引导至反应容器中的反应区的引导装置。该引导装置包括但不限于波导管、透镜和透镜组。使用夹紧装置7支撑整个装置。

[0035] 在如图1(b)所示的第二实施方案中,该光源6放置在反应容器外部,该装置的其他元件与第一实施方案中保持相同。

[0036] 发射波长为390–780nm的可见光的光源是固态光发射装置,其包括但不限于发光二极管(LED)、激光、有机电致发光材料、无机电致发光材料、有机发光二极管、无机发光二极管及其组合。

[0037] 根据本发明,该光源设置于在至少一个选自由以下构成的组的位置上:反应容器外、反应容器内和嵌入在反应容器的壁上。

[0038] 反应容器的外壁与放置在反应容器外的LED堆之间的距离在0.2–12cm范围内,优选距离为0.5–4cm。典型地,该反应容器是玻璃壁且是透明的。

[0039] 下面借助以下实施例对本发明进行进一步的举例说明。本发明使用的实施例仅意于方便理解本发明的实施方案可以实施的方式并进一步使本领域技术人员能够实施本发明的实施方案。因此,该实施例不应当被解释为是对本发明的实施方案的范围的限制。

[0040] 实施例1:单体的自由基引发聚合

[0041] 将10ml部分中和的丙烯酸的水溶液和1.6g过氧化苯甲酰添加到圆底烧瓶中,并使用磁搅拌器连续搅拌。将该混合物的温度保持在50°C。然后在该圆底烧瓶中吹扫氮气以在该反应容器中保持包含少于0.60%氧气环境。随后,将该混合物暴露于由一个或多个光发射装置发射的光中,从将该混合物暴露于具有405nm波长的LED光中时记录反应的开始时间。在4小时结束时,通过核磁共振(NMR)和凝胶渗透色谱法(GPC)确认聚丙烯酸的生成。

[0042] 实施例2:不饱和烃的自由基引发聚合

[0043] 将10ml异戊二烯、50ml甲苯和1ml过氧化氢添加到圆底烧瓶中,并使用磁搅拌器连续搅拌。将该混合物的温度保持在50°C。然后在该圆底烧瓶中吹扫氮气以在该反应容器中保持包含少于0.65%氧气环境。将该混合物暴露于由一个或多个光发射装置发射的光中。从将该混合物暴露于具有405nm波长的LED光中时记录反应的开始时间。在4小时结束时,确认聚异戊二烯的生成。

[0044] 实施例3:在不进行惰性气体吹扫的情况下不饱和烃的自由基引发聚合

[0045] 将10ml异戊二烯、50ml甲苯和1ml过氧化氢添加到圆底烧瓶中,并使用磁搅拌器连续搅拌。将该混合物的温度保持在50°C。将该混合物暴露于由一个或多个光发射装置发射的光中。从将该混合物暴露于具有405nm波长的LED光中时记录反应的开始时间。在8小时结束时,观察到仅痕量的聚异戊二烯生成,生成量显著低于实施例2。

[0046] 技术优势

[0047] 本发明提供了在不添加添加剂的情况下进行的烃的聚合方法。

[0048] 该烃的聚合方法是在固态光发射装置中进行。

[0049] 该烃的聚合方法是简单的、成本有效的、和对环境安全的。

[0050] 本发明还提供了烃的聚合的装置。

[0051] 在此示例性实施方案量化了由本发明产生的优点,参照说明书中的非限制性的实施方案解释了其各个特征和具体优点。省去了对公知元件和加工技术的描述,以便使本发

明的实施方案不会不必要地模糊不清。本发明所用的实施例仅意于便于理解本文的实施方案可以实施的方式，并进一步使本领域技术人员能够实施本发明的实施方案。因此，该实施例不应当被解释为是对本发明实施方案的范围的限制。

[0052] 前面对具体技术方案的描述充分揭示了本发明实施方案的一般性质，以致于他人在不脱离该一般概念的情况下，通过应用现有知识就能够容易地修改和/或改变该具体实施方案使其适于各种应用，因此这些改变和修改应当且意于被包含在所公开的实施方案的等效物的含义和范围内。应当认识到本文所用的措辞或术语用于描述而非限制性的目的。因此，尽管本发明的实施方案在此是从优选实施方案的角度进行描述，但本领域技术人员将认识到本发明的实施方案能够在本发明公开的实施方案的精神和范围的范围内加以改进而实施。

[0053] 在本说明书中包括的对文件、行为、材料、装置、制品等的任何讨论仅用于为本发明提供语境。并非认可任何或全部这些事物构成了现有技术基础的一部分，或者认可其如同在本申请的优先权日之前无论何处都存在地那样是本发明所属领域的公知常识。

[0054] 尽管在本发明中将相当多的重点放在本发明的具体特征上，但将认识到能够进行各种改进且在不脱离本发明的精神的情况下能够对优选实施方案进行很多改变。考虑到本发明公开内容，具有本发明或优选实施方案的性质的上述这些改进和其他改进对于本领域技术人员来说是显而易见的，由此明确认识到前面描述性的事物仅应当被解释为是对本发明的示例而非限制。

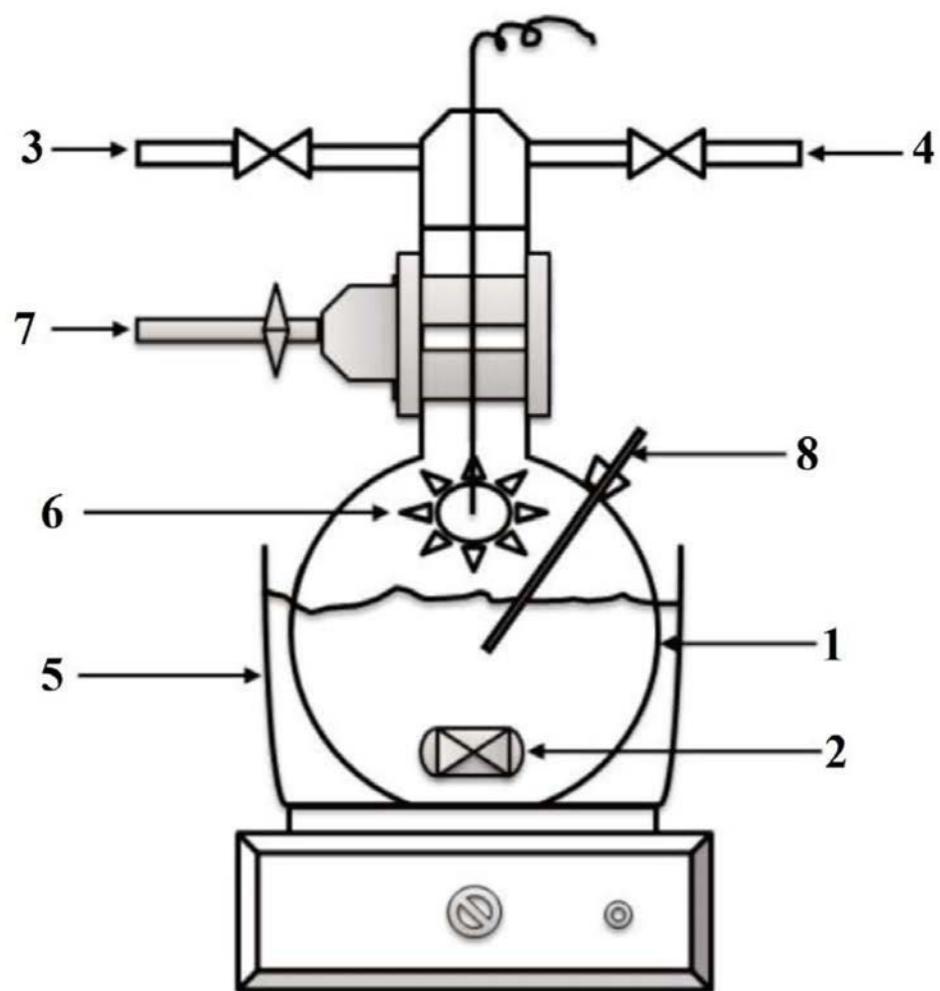


图1 (a)

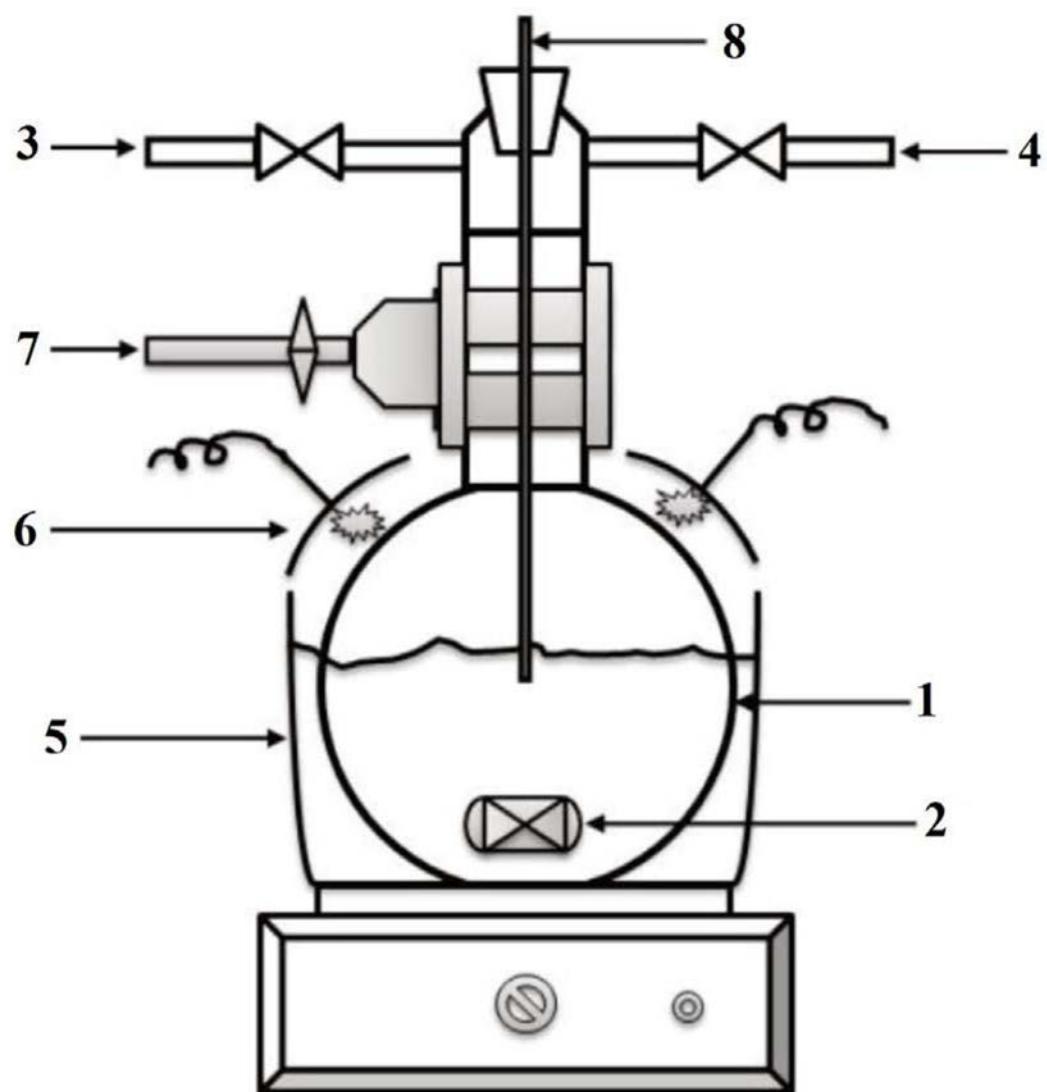


图1 (b)