



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104558406 B

(45)授权公告日 2017.01.25

(21)申请号 201510039296.2	C08F 222/02(2006.01)
(22)申请日 2015.01.27	C08F 220/06(2006.01)
(65)同一申请的已公布的文献号	C08F 226/10(2006.01)
申请公布号 CN 104558406 A	C08F 228/02(2006.01)
(43)申请公布日 2015.04.29	C08F 220/44(2006.01)
(73)专利权人 江苏富淼科技股份有限公司	C08F 220/58(2006.01)
地址 215613 江苏省苏州市张家港市凤凰	C08F 226/02(2006.01)
镇杨家桥村(飞翔化工集中区)江苏富	C08F 2/38(2006.01)
淼科技股份有限公司	C08F 2/16(2006.01)
(72)发明人 史亚鹏 王勤 张海玲 魏星光	(56)对比文件
李平 周涛 张萍 郭志宇	WO 01/74915 A1,2001.10.11,全文.
(74)专利代理机构 无锡中瑞知识产权代理有限	CN 101899133 A,2010.12.01,全文.
公司 32259	CN 102321213 A,2012.01.18,全文.
代理人 孙高	CN 103232569 A,2013.08.07,全文.
(51)Int.Cl.	CN 101514239 A,2009.08.26,说明书第1页
C08F 220/56(2006.01)	倒数第4行至第3页第7行.
C08F 220/34(2006.01)	审查员 赵佳睿

权利要求书2页 说明书6页

(54)发明名称

一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其步骤为:将主功能单体置于包括两性分散稳定剂、螯合剂、pH调节剂、无机盐去离子水溶液形成的混合体系中,通过引发剂引发反应,经分散聚合法得到两性聚丙烯酰胺分散液。本发明通过采用新型两性聚合物分散稳定剂制备的分散液具有稳定性好、分子量高、溶解速度快等特点,其合成工艺对环境友好、无污染、能耗低、产物无毒无腐蚀性、不会产生二次污染,符合绿色环保化工助剂的发展方向。在水处理、造纸、印染、油田、采矿、日化等领域有应用前景。

1. 一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其步骤为:将主功能单体置于包括两性分散稳定剂、螯合剂、pH调节剂、无机盐去离子水溶液形成的混合体系中,通过引发剂引发反应,经分散聚合法得到两性聚丙烯酰胺分散液;

所述的主功能单体由51.5-95mol%的非离子单体A、0.02-12mol%的非离子单体B、2-28mol%阳离子单体及1-12mol%的阴离子单体组成;

所述的非离子单体A为丙烯酰胺和/或甲基丙烯酰胺;

所述的非离子单体B为甲基丙烯酸二甲氨基乙酯、丙烯酸二甲氨基乙酯、N-甲基(甲基)丙烯酰胺、N-(3-二甲氨基丙基)丙烯酰胺、N-(3-二甲氨基丙基)甲基丙烯酰胺、N,N-二甲基丙烯酰胺、N-羟甲基丙烯酰胺、烯丙基胺、二烯丙基胺、三烯丙基胺、丙烯腈、N-乙基吡咯烷酮、乙基吡啶中的一种或两种及两种以上形成的混合物;

所述的两性分散稳定剂为二甲基二烯丙基氯化铵、甲基二烯丙基氯化铵、丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵、甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵、甲基丙烯酰氧丙基三甲基氯化铵、丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵中的一种或两种及两种以上与丙烯酸、甲基丙烯酸、衣康酸、衣康酸酐、马来酸、马来酸酐、富马酸、巴豆酸、烯丙基磺酸、甲基烯丙基磺酸、乙基磺酸、2-丙烯酰胺基-2-甲基丙磺酸、乙基膦酸、烯丙基膦酸或上述酸及酸酐的水溶性碱金属盐中的一种或两种及两种以上所形成的两性共聚物;

或者

所述的两性共聚物与聚烷撑二醇、聚乙烯基吡咯烷酮、聚乙烯基吡啶、聚乙烯亚胺、聚乙烯基琥珀酰亚胺、聚乙烯醇、聚乙烯基-2-甲基咪唑啉、聚乙烯基咪唑、聚酰胺中的一种或两种及两种以上形成的复合物;两性分散稳定剂用量为主功能单体总重量的1-20wt%。

2. 根据权利要求1所述的一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其特征在于:所述的阳离子单体为二甲基二烯丙基氯化铵、丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵、甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵、丙烯酰胺基丙基三甲基氯化铵、甲基丙烯酰氧丙基三甲基氯化铵、丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵、甲基丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵中的一种或两种及两种以上形成的混合物;

所述的阴离子单体为丙烯酸、甲基丙烯酸、衣康酸、衣康酸酐、马来酸、马来酸酐、富马酸、巴豆酸、烯丙基磺酸、甲基烯丙基磺酸、乙基磺酸、2-丙烯酰胺基-2-甲基丙磺酸、乙基膦酸、烯丙基膦酸及上述酸或酸酐的水溶性碱金属盐中的一种或两种及两种以上形成的混合物。

3. 根据权利要求1或2所述的一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其特征在于:所述的无机盐为氯化钠、氯化铵、硫酸钠、硫酸铵中的一种或两种及两种以上形成的混合物;无机盐用量占全部原料总质量的12-22wt%。

4. 根据权利要求1所述的一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其特征在于:所述的聚烷撑二醇为聚乙二醇、聚丙二醇、环氧丙烷/环氧乙烷形成的嵌段共聚物,分子量为500-9000。

5. 根据权利要求1或2所述的一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其特征在于:所述的pH调节剂为盐酸、硫酸、磷酸、硝酸、柠檬酸、乙酸、丙酸、己二酸、苯甲酸的一种或两种及两种以上形成的混合物,控制反应体系pH值为3.0-7.0。

6. 根据权利要求1或2所述的一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其特征在于:所

述的螯合剂为乙二胺四乙酸二钠盐和/或二乙烯三胺五乙酸钠盐,螯合剂用量占全部原料总质量的0.005-0.1%。

7.根据权利要求1或2所述的一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其特征在于:所述主功能单体置于的混合体系中还包括链转移剂;所述的链转移剂为C1-C4的低级脂肪醇、苜基醇、次磷酸钠、甲酸盐、烷基磺酸盐、(甲基)烯丙基磺酸盐、巯基乙醇或烷基硫醇中的一种或两种及两种以上形成的混合物;所述链转移剂的用量为主功能单体质量的0.01-1%。

8.根据权利要求1或2所述的一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其特征在于:所述的引发剂为偶氮类引发剂、过氧化物引发剂或由氧化剂和还原剂组成的氧化-还原引发剂,引发剂用量为主功能单体质量的0.001%-0.1wt%。

9.根据权利要求8所述的一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其特征在于:所述的偶氮类引发剂为2,2-偶氮二(2-脒基丙烷)二盐酸、2,2-偶氮二(2-咪唑啉基丙烷)二盐酸、2,2-偶氮二异丁腈、2,2-偶氮二(2,4-二甲基戊腈)中的一种或两种及两种以上形成的混合物;

所述的过氧化物引发剂为过硫酸铵、过硫酸钠、过硫酸钾、过氧化氢、叔丁基过氧化氢、过氧化二苯甲酰中的一种或两种及两种以上形成的混合物;

所述的由氧化剂和还原剂组成的氧化-还原引发剂中氧化剂为过硫酸铵、过硫酸钠、过硫酸钾、过氧化氢、叔丁基过氧化氢、过氧化二苯甲酰中的一种或两种及两种以上形成的混合物;所述还原剂为亚硫酸氢钠、亚硫酸钠、硫代硫酸钠、连二亚硫酸钠、硫酸亚铁、三乙胺、三乙醇胺、四甲基乙二胺中的一种或两种及两种以上形成的混合物,氧化剂与还原剂的质量比为1:2-1.5:2。

一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于水溶性聚合物的技术领域,具体涉及一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法。

背景技术

[0002] 两性聚丙烯酰胺由于其分子中同时含有阴、阳离子基团使其应用范围变的越来越广泛,与仅含有阴离子基团或阳离子基团的单性聚丙烯酰胺相比,不仅同时具备二者的综合性能,而且有明显的反聚电解质效应和pH适应范围广等特点,两性聚丙烯酰胺制备方法有水溶液聚合、乳液聚合法、反相乳液聚合、分散聚合等。分散聚合既具有乳液聚合反应速度快、分子质量高的特点,又具有溶液聚合工艺简单、操作方便的优势。而且分散聚合体系还具有表观黏度低、稳定性(放置稳定性、机械稳定性及冻融稳定性)好、传热方便和分散剂类型可以任意选择等优点。所得聚合产物溶解速度快,不需要提前溶解,可以即用即溶,使用方便。早期对丙烯酰胺分散聚合的研究中,用醇/水混合溶液作为反应介质,以达到沉析、分散聚合物颗粒的作用,其中醇类主要采用甲醇、乙醇等。由于反应体系中存在易燃的有机溶剂,给操作上带来一定的危险。

[0003] 分散聚合法制备阴离子型聚丙烯酰胺和阳离子聚丙烯酰胺报道较多,这两种聚合物由于只具有单一离子性而使其在诸多领域的应用受到限制,两性聚丙烯酰胺具有的广泛适用性使研究者越来越关注,通过分散聚合法获得的两性聚丙烯酰胺分散液在市场上比较少见,目前大多处于研究阶段。

[0004] 文献1[李宇,陈俊耿,杨俊峰,彭晓宏.两性聚丙烯酰胺“水包水”乳液的制备[J].精细化工,2012,29(11):1112-1116,1136.]中介绍了以两性单体N,N-二甲基(甲基丙烯酰氧乙基)氨基丙磺酸内盐(DMAPS)和丙烯酰胺(AM)为聚合单体,聚甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(PDMC)为分散稳定剂制备两性聚丙烯酰胺;文献2[吉春艳,李宇,杨俊峰,彭晓宏.分散聚合法制备两性聚丙烯酰胺“水包水”乳液絮凝剂[J].石油化工,2014,43(1):61-67.]中介绍了以甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)、丙烯酸(AA)、AM为共聚单体,PDMC为分散稳定剂,制备了两性聚丙烯酰胺“水包水”乳液;文献3[刘含雷,武玉民.两性聚丙烯酰胺水分散体系的制备[J].青岛科技大学学报(自然科学版),2010,31(4):371-375.]中介绍了以DMC、AA、AM为单体,PDMC为分散稳定剂制备了两性聚丙烯酰胺;文献4[沈忠,连虹艳,周艺峰,聂王焰.硫酸铵水溶液中分散聚合法制备两性共聚物P(AM-co-AA-co-DAC-co-DMC)[J].高分子学报,2010(5):530-535.]利用分散聚合技术,在硫酸铵水溶液中以AM、AA、丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DAC)、DMC为单体,合成了两性共聚物P(AM-co-AA-co-DAC-co-DMC);文献5[项盛,徐昆,张文德,王丕新.盐水介质中分散聚合法制备两性聚电解质的研究[J].化工新型材料,2007,35(11):40-41,51]中介绍了以聚丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(PDAC)作为分散稳定剂,AA、DMC、AM在硫酸铵水溶液中通过分散共聚合,制备了稳定分散聚合物。

[0005] 目前研究所获得的两性聚丙烯酰胺分散液大多特性粘数不高,低分子量导致应用效果不尽理想;其使用的分散体系大多为单一阳离子型聚合物,产品稳定性差;同时,其聚

合过程中使用了较大量的无机盐,使得成本增加,有效物料含量降低。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是:提供一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,该制备方法采用水和无机盐作为反应介质,不仅成本低,也能消除有机溶剂对环境污染的影响,合成过程简单,无三废产生;同时,制备过程中不需要特殊传热和搅拌设备,进一步降低成本。经该制备方法获得的两性聚丙烯酰胺分散液具有稳定性好,分子量高,溶解速度快,使用运输方便等特点。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案为:一种两性聚丙烯酰胺分散液的制备方法,其步骤为:将主功能单体置于包括两性分散稳定剂、螯合剂、pH调节剂、无机盐去离子水溶液形成的混合体系中,通过引发剂引发反应,经分散聚合法得到两性聚丙烯酰胺分散液;

[0008] 所述的主功能单体由51.5-95mol%的非离子单体A、0.02-12mol%的非离子单体B、2-28mol%阳离子单体及1-12mol%的阴离子单体组成。

[0009] 所述的非离子单体A为丙烯酰胺和/或甲基丙烯酰胺,优选丙烯酰胺;

[0010] 所述的非离子单体B为甲基丙烯酸二甲氨基乙酯(DM)、丙烯酸二甲氨基乙酯(DA)、N-甲基(甲基)丙烯酰胺、N-(3-二甲基氨基丙基)丙烯酰胺、N-(3-二甲基氨基丙基)甲基丙烯酰胺(DMAPMA)、N,N-二甲基丙烯酰胺、N-羟甲基丙烯酰胺、烯丙基胺、二烯丙基胺、三烯丙基胺、丙烯腈、N-乙基吡咯烷酮(NVP)、乙基吡啶中的一种或两种及两种以上形成的混合物。

[0011] 所述的阳离子单体为二甲基二烯丙基氯化铵(DMDAAC)、丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DAC)、甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)、丙烯酰胺基丙基三甲基氯化铵(APTAC)、甲基丙烯酰氧丙基三甲基氯化铵(MAPTAC)、丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵(DABZ)、甲基丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵(DMBZ)中的一种或两种及两种以上形成的混合物;

[0012] 所述的阴离子单体为丙烯酸、甲基丙烯酸、衣康酸、衣康酸酐、马来酸、马来酸酐、富马酸、巴豆酸、烯丙基磺酸、甲基烯丙基磺酸、乙基磺酸、2-丙烯酰胺基-2-甲基丙磺酸、乙基膦酸、烯丙基膦酸及上述酸或酸酐的水溶性碱金属盐中的一种或两种及两种以上形成的混合物。

[0013] 所述的无机盐为氯化钠、氯化铵、硫酸钠、硫酸铵中的一种或两种及两种以上形成的混合物;无机盐用量占全部原料(整个反应体系)总质量的12-22wt%,优选15-20wt%。

[0014] 所述的两性分散稳定剂为二甲基二烯丙基氯化铵、甲基二烯丙基氯化铵、丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵、甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵、甲基丙烯酰氧丙基三甲基氯化铵、丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵中的一种或两种及两种以上与丙烯酸、甲基丙烯酸、衣康酸、衣康酸酐、马来酸、马来酸酐、富马酸、巴豆酸、烯丙基磺酸、甲基烯丙基磺酸、乙基磺酸、2-丙烯酰胺基-2-甲基丙磺酸、乙基膦酸、烯丙基膦酸或上述酸及酸酐的水溶性碱金属盐中的一种或两种及两种以上所形成的两性共聚物;

[0015] 或者

[0016] 所述的两性共聚物与聚烷撑二醇、聚乙烯基吡咯烷酮、聚乙烯基吡啶、聚乙烯亚胺、聚乙烯基琥珀酰亚胺、聚乙烯醇、聚乙烯基-2-甲基咪唑啉、聚乙烯基咪唑、聚酰胺中的

一种或两种及两种以上形成的复合物；两性分散稳定剂用量为主功能单体总重量的1-20wt%，优选3-16wt%。

[0017] 其中，聚烷撑二醇优选为聚乙二醇、聚丙二醇、环氧丙烷/环氧乙烷的嵌段共聚物，平均分子量为50-9000。

[0018] 所述的pH调节剂为盐酸、硫酸、磷酸、硝酸、柠檬酸、乙酸、丙酸、己二酸、苯甲酸的一种或两种及两种以上形成的混合物，控制反应体系pH值为3.0-7.0。

[0019] 所述的螯合剂为乙二胺四乙酸二钠盐和/或二乙烯三胺五乙酸钠盐，螯合剂用量占全部原料(整个反应体系)总质量的0.005-0.1%。

[0020] 所述主功能单体置于的混合体系中还包括链转移剂；所述的链转移剂为C1-C4的低级脂肪醇、苄基醇、次磷酸钠、甲酸盐、烷基磺酸盐、(甲基)烯丙基磺酸盐、巯基乙醇或烷基硫醇中的一种或两种及两种以上形成的混合物，用量为主功能单体质量的0.01-1%。

[0021] 所述的引发剂为偶氮类引发剂、过氧化物引发剂或由氧化剂和还原剂组成的氧化-还原引发剂，引发剂用量为主功能单体质量的0.001%-0.1wt%；

[0022] 所述的偶氮类引发剂为2,2-偶氮二(2-脒基丙烷)二盐酸(V-50)、2,2-偶氮二(2-脒唑啉基丙烷)二盐酸(VA-044)、2,2-偶氮二异丁腈(AIBN)、2,2-偶氮二(2,4-二甲基戊腈)(ABVN)中的一种或两种及两种以上形成的混合物，优选为V-50和VA-044。

[0023] 所述的过氧化物引发剂为过硫酸铵、过硫酸钠、过硫酸钾、过氧化氢、叔丁基过氧化氢、过氧化二苯甲酰中的一种或两种及两种以上形成的混合物。

[0024] 所述的由氧化剂和还原剂组成的氧化-还原引发剂中氧化剂为过硫酸铵、过硫酸钠、过硫酸钾、过氧化氢、叔丁基过氧化氢、过氧化二苯甲酰中的一种或两种及两种以上形成的混合物；所述还原剂为亚硫酸氢钠、亚硫酸钠、硫代硫酸钠、连二亚硫酸钠、硫酸亚铁、三乙胺、三乙醇胺、四甲基乙二胺中的一种或两种及两种以上形成的混合物，氧化剂与还原剂的质量比为1:2-1.5:2。

[0025] 两性聚丙烯酰胺分散液制备关键在于通过自由基聚合形成的聚合物链及时从体系中沉淀析出，形成初级粒子，并迅速吸附分散稳定剂，形成稳定的乳胶粒，避免因体系粘度暴增导致凝胶。本发明通过调节分散稳定剂和无机盐的用量，使得分散体系更加稳定。分散稳定剂通过电荷排斥和空间位阻使聚合物颗粒在分散体系中得以稳定。分散稳定剂用量影响乳液离子大小，进而影响单体和自由基进入乳液离子中反应，并最终影响聚合物分子量。无机盐在水中电离出的离子既可屏蔽聚合物间的静电斥力，又可以满足分散体两相电中性的需求，平衡两相之间的渗透压，使两性聚合物相分离时产生的熵损失变小，促进两性聚合物在水溶液中的分相，无机盐的盐析作用明显，并且所得聚合产物的表观黏度最低，故通过调节无机盐用量可改善分散稳定剂分子链的伸展状况，使得分散液体系更加稳定。

[0026] 本发明通过加入链转移剂适当调控聚合反应历程及分散体系中聚合物分子量，使反应过程中析出粒子的稳定性提高，聚合物体系粘度减小，溶解速度加快。

[0027] 本发明与现有技术相比具有如下优点或有益效果：

[0028] 本发明通过采用新型两性聚合物分散稳定剂制备的分散液具有稳定性好、分子量大、溶解速度快等特点，其合成工艺对环境友好、无污染、能耗低、产物无毒无腐蚀性、不会产生二次污染，符合绿色环保化工助剂的发展方向。在水处理、造纸、印染、油田、采矿、日化等领域有应用前景。

- [0029] 1)产品性能方面:
- [0030] a溶解性好,任意浓度产品10分钟内经充分搅拌即可溶解均匀;
- [0031] b稳定性好,室温避光条件下可存放于半年以上;
- [0032] c有效含量高,可达20%以上。
- [0033] 2)产品制备方面:
- [0034] a所用原料均为化工常见原料,成本较低;
- [0035] b制备过程操作简单,工艺对设备要求低,操作安全;
- [0036] c制备过程耗时相对较短,产品中残余单体很少,连续制备过程中可不经洗釜进行连续生产,减少三废排放,制备过程节能环保。

具体实施方式

[0037] 下面结合实施例对本发明作进一步说明,所列举的实施例仅作为例证的目的,决不限本发明的保护范围。

[0038] 实施例1

[0039] 在配有温度计、冷凝管、氮气通入口和搅拌器的四口烧瓶中加入155份去离子水、28份分散稳定剂(30%)(聚乙二醇和聚甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵-丙烯酸),充分溶解后加入55份硫酸铵、32份丙烯酰胺、4份甲基丙烯酸二甲氨基乙酯、25份甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵、3份衣康酸、0.015份乙二胺四乙酸二钠盐,搅拌使其充分溶解,用pH调节剂调节pH至3.0~3.5,调转速至800转/分钟,通氮气30分钟以除去氧气,将体系温度调节至引发温度后加入2份1%的V50水溶液引发反应,反应开始1.5小时后体系粘度开始增加,约半小时后体系粘度减小并由透明变为乳白分散液,反应6-8小时后再次加入1份1%的V50水溶液并继续反应5-8小时,即得到乳白色的聚丙烯酰胺分散液。所述分散液聚合物的特性粘数为10.31dL/g,平均粒径为1.35 μm 。

[0040] 实施例2

[0041] 在配有温度计、冷凝管、氮气通入口和搅拌器的四口烧瓶中加入155份去离子水、21份分散稳定剂(30%)(聚甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵-2-丙烯酰胺基-2-甲基丙磺酸),充分溶解后加入1份硫酸钠、54份硫酸铵、32份丙烯酰胺、4份甲基丙烯酸二甲氨基乙酯、25份甲基丙烯酰氧丙基三甲基氯化铵、3份丙烯酸、0.01份次磷酸钠、0.02份乙二胺四乙酸二钠盐,搅拌使其充分溶解,用pH调节剂调节pH至3.5~4.0,调转速至800转/分钟,通氮气30分钟以除去氧气,将体系温度调节至引发温度后加入2份1%的VA-044水溶液引发反应,反应开始1.5小时后体系粘度开始增加,约半小时后体系粘度减小并由透明变为乳白分散液,反应6-8小时后再次加入1份上述引发剂水溶液并继续反应5-8小时,即得到乳白色的聚丙烯酰胺分散液。所述分散液聚合物的特性粘数为10.12dL/g,平均粒径为1.25 μm 。

[0042] 实施例3

[0043] 在配有温度计、冷凝管、氮气通入口和搅拌器的四口烧瓶中加入155份去离子水、24.5份分散稳定剂(30%)(聚甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵-衣康酸),充分溶解后加入1份硫酸钠、54份硫酸铵、32份丙烯酰胺、4份N-乙基吡咯烷酮、25份甲基丙烯酰氧丙基三甲基氯化铵、3份马来酸、0.02份甲基烯丙基磺酸钠、0.015份二乙烯三胺五乙酸钠盐,搅拌使其充分溶解,用pH调节剂调节pH至4.0~4.5,调转速至800转/分钟,通氮气30分钟以除去氧

气,将体系温度调节至引发温度后用2份1%的偶氮二异丁腈溶液引发反应,反应开始1.5小时后体系粘度开始增加,约半小时后体系粘度减小并由透明变为乳白分散液,反应6-8小时后再次加入1份上述引发剂水溶液并继续反应5-8小时,即得到乳白色的聚丙烯酰胺分散液。所述分散液聚合物的特性粘数为9.91dL/g,平均粒径为1.37 μ m。

[0044] 实施例4

[0045] 在配有温度计、冷凝管、氮气通入口和搅拌器的四口烧瓶中加入155份去离子水、23份分散稳定剂(30%)(聚乙烯基吡咯烷酮和聚丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵-马来酸),充分溶解后加入55份硫酸铵、32份丙烯酰胺、1份丙烯腈、3份N-乙基吡咯烷酮、25份丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵、0.5份2-丙烯酰胺基-2-甲基丙磺酸、2.5份衣康酸、0.015份二乙烯三胺五乙酸钠盐,搅拌使其充分溶解,用pH调节剂调节pH至4.0~4.5,调转速至800转/分钟,通氮气30分钟以除去氧气,加入2份1%过硫酸铵,将体系温度调节至引发温度后加入2份1%亚硫酸氢钠引发反应,反应开始1.5小时后体系粘度开始增加,约半小时后体系粘度减小并由透明变为乳白分散液,反应6-8小时后再次加入1份亚硫酸氢钠水溶液并继续反应5-8小时,即得到乳白色的聚丙烯酰胺分散液。所述分散液聚合物的特性粘数为10.39dL/g,平均粒径为1.42 μ m。

[0046] 实施例5

[0047] 在配有温度计、冷凝管、氮气通入口和搅拌器的四口烧瓶中加入155份去离子水、18份分散稳定剂(30%)(聚甲基丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵-丙烯酸),充分溶解后加入7份氯化钠、48份硫酸铵、32份丙烯酰胺、2份甲基丙烯酸二甲氨基乙酯、2份N-乙基吡咯烷酮、15份甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵、10份甲基丙烯酰氧乙基二甲基苄基氯化铵、3份衣康酸、0.01份巯基乙醇、0.02份乙二胺四乙酸二钠盐,搅拌使其充分溶解,用pH调节剂调节pH至5.0~5.5,调转速至800转/分钟,通氮气30分钟以除去氧气,将体系温度调节至引发温度后加入2份1%的V50水溶液引发反应,反应开始1.5小时后体系粘度开始增加,约半小时后体系粘度减小并由透明变为乳白分散液,反应6-8小时后再次加入1份上述引发剂水溶液并继续反应5-8小时,即得到乳白色的聚丙烯酰胺分散液。所述分散液聚合物的特性粘数为10.23dL/g,平均粒径为1.30 μ m。

[0048] 实施例6

[0049] 在配有温度计、冷凝管、氮气通入口和搅拌器的四口烧瓶中加入155份去离子水、20.5份分散稳定剂(30%)(聚二甲基二烯丙基氯化铵基氯化铵-丙烯酸),充分溶解后加入1份硫酸钠、54份硫酸铵、0.5份N,N-二甲基丙烯酰胺、31份丙烯酰胺、3.5份甲基丙烯酸二甲氨基乙酯、5份二甲基二烯丙基氯化铵、20份丙烯酰氧丙基三甲基氯化铵、3份丙烯酸、0.015份甲酸钠、0.015份二乙烯三胺五乙酸钠盐,搅拌使其充分溶解,用pH调节剂调节pH至6.0~7.0,调转速至800转/分钟,通氮气30分钟以除去氧气,将体系温度调节至引发温度后加入2份1%的过硫酸铵水溶液引发反应,反应开始1.5小时后体系粘度开始增加,约半小时后体系粘度减小并由透明变为乳白分散液,反应6-8小时后再次加入1份上述引发剂水溶液并继续反应5-8小时,即得到乳白色的聚丙烯酰胺分散液。所述分散液聚合物的特性粘数为10.62dL/g,平均粒径为1.44 μ m。

[0050] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例而已,并非对本发明的技术方案做任何形式上的限制。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,凡是根据本发明的

技术实质对以上实施例所作的简单修改、等同变化与修饰,均仍属于本发明的技术方案范围。