

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

C08F251/00

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 96114141.7

[45]授权公告日 1999 年 11 月 24 日

[11]授权公告号 CN 1046738C

[22]申请日 96.12.26 [24]颁证日 99.11.13

[21]申请号 96114141.7

[73]专利权人 国内贸易部谷物油脂化学研究所

地址 100037 北京市百万庄大街 11 号

[72]发明人 吴玉凯

[56]参考文献

CN1058972 1992. 2.26 C08F251/02

CND1004875 1986. 11.12 C08F251/00

审查员 徐 健

[74]专利代理机构 核工业专利法律事务所

代理人 高尚梅

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法

[57]摘要

本发明提供一种淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法,以碱部分中和丙烯酸和/或甲基丙烯酸后,加入交联剂及引发剂,固含量为 35~40%,物料于 25~35℃保温 10min 以上,加入淀粉,搅拌均匀后喂入滚筒干燥机,进行接枝共聚反应,同时干燥得到产品。该制备方法具有工艺简单、工艺条件易于控制、产品成本低、吸水率较高、吸水速度较快的特点。该工艺制备的产品纯水的吸收率可达到 600 倍;生理盐水的吸收率可达到 65 倍;1min 纯水的吸收率和生理盐水的吸收率分别为 410 倍和 50 倍。产品可广泛用于卫生材料、农林、园艺、建材、化工及防结露材料等领域。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权利要求书

1、一种淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法，其特征在于以碱中和丙烯酸和/或甲基丙烯酸后，中和度为 80~95mol%，加入单体 0.01~1Wt%的 N,N--亚甲基双丙烯酰胺交联剂及干物料 0.4~1.5Wt%的过硫酸铵或过硫酸钾引发剂，固含量为 35~40%，物料于 25~35°C 保温 10min 以上，加入淀粉，淀粉与丙烯酸和/或甲基丙烯酸摩尔比为 1: 5~15，搅拌均匀后喂入滚筒干燥机，在 110~150°C 温度下进行接枝共聚反应，同时干燥得到产品。

2、如权利要求 1 所述的淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法，其特征在于物料于 25~35°C 保温时通入氮气进行保护。

3、如权利要求 1 或 2 所述的淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法，其特征在于碱可采用氢氧化钠或氢氧化钾。

说明书

淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法

本发明涉及一种吸水剂的制备方法，具体地说是一种淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法。

超强吸水剂是近年来发展起来的新型高分子功能材料，也称为高分子吸水树脂。它的显著特征是可吸收自身重量几百倍乃至几千倍的纯水。六十年代中期，美国农业部北方研究所 G. F. Fanta 以麦淀粉与丙烯晴为原料，通过铈盐引发把丙烯晴接枝共聚到淀粉上作了大量的科学研究工作，并取得了重要成果 (Chemical Week, 1974)。他们研究的产品代号为 P-PAN，吸水率为 300 ~ 1000 倍，吸水后溶胀为凝胶，在压力下也不易把水挤出，具有良好的保水性能。国内超强吸水剂的研究及应用始于八十年代。中科院成都有机化学研究所的制造方法是以过硫酸盐为引发剂，淀粉与丙烯晴接枝聚合后再皂化制备产品，产品吸水率为 400 ~ 490 倍。该技术已于 1990 年 8 月申请中国专利 (CN 1058972 A)。超强吸水剂对国内市场来说是一种新产品，虽然国内有许多单位已研究开发出产品并建立了生产装置，但是国产超强吸水剂产品尚未走向市场。其原因有以下几方面：(1) 工艺复杂，工艺条件不易于控制；(2) 产品成本较高；(3) 产品吸水率较低，吸水速度较慢。因而产品无法参与市场竞争。

本发明的目的在于提供一种淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法，该制备方法具有工艺简单、工艺条件易于控制、产品成本低、吸水率较高、吸水速度较快的特点。

本发明的目的是通过以下方案实现的。

一种淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法：以碱中和丙烯酸和/或甲基丙烯酸后，中和度为 80 ~ 95mol%，加入单体 0.01 ~ 1Wt% 的交联剂及干物料 0.4 ~ 1.5Wt% 的引发剂，固含量为 35 ~ 40%，物料于 25 ~ 35 °C 保温 10min 以上，加入淀粉，淀粉与丙烯酸和/或甲基丙烯酸摩尔比 (AA/St/mol) 为 1: 5 ~ 15，搅拌均匀后喂入滚筒干燥机，在 110 ~ 150 °C 温度下进行接枝共聚反应，同时干燥得到产品。

本发明提供的一种淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐超强吸水剂的制备方法，具有：(1) 工艺简单，工艺条件易于控制；(2) 产品成本较低；(3) 产品吸水率较高，吸水速度较快的特点。该工艺制备的产品纯水的吸收率可达到 600 倍；生理盐水的吸收率可达到 65 倍；1min 纯水的吸收率和生理盐水的吸收率分别为 410 倍和 50 倍。产品可广泛应用于卫生材料、农林、园艺、建材、化工及防结露材料等领域。

吸水率测定方法:

1、纯水吸水率 (DWA) 测定方法

样品粉碎后通过 10 目标准筛, 称取样品 0.200g, 加入 500g 去离子水中 (pH 为 7.0; 温度为 25 °C), 以 120 ~ 150 转/ min 速度进行搅动, 约 1 ~ 10min 后倒入 100 目样品筛, 过滤约 15min 至无水滤出, 称量滤出的水量, 以下式计算出纯水吸水率 (DWA):

$$DWA (g/g) = \frac{500 g - \text{滤出的水量} (g)}{0.200 g}$$

2、生理盐水吸水率 (SWA) 测定方法

样品粉碎后通过 10 目标准筛, 称取样品 1.00g, 加入 2.00g 生理盐水 (0.9% 氯化钠水溶液; pH 为 7.0; 温度为 25 °C), 以 120 ~ 150 转/ min 速度进行搅动, 约 1 ~ 10min 后倒入 100 目样品筛, 过滤约 15min 至无水滤出, 称量滤出的水量, 以下式计算出纯水吸水率 (SWA):

$$SWA (g/g) = \frac{200 g - \text{滤出的水量} (g)}{1.00 g}$$

下面结合实施例对本发明进行详细说明。

实施例 1:

一种淀粉接枝共聚丙烯酸及其盐吸水剂的制备方法: 以氢氧化钾中和丙烯酸和/或甲基丙烯酸后, 中和度为 80 ~ 95mol%, 加入单体 0.01 ~ 1Wt% 的交联剂 N, N-亚甲基双丙烯酰胺及干物料 0.4 ~ 1.5Wt% 的引发剂过硫酸铵, 固含量为 35 ~ 40%, 物料于 25 ~ 35 °C 保温 10min 以上, 加入淀粉, 淀粉与丙烯酸摩尔比 (AA/St/mol) 为 1: 5 ~ 15, 搅拌均匀后喂入滚筒干燥机, 在 110 ~ 150 °C 温度下进行接枝共聚反应, 同时干燥得到产品。产品经过粉碎得到一定细度的产品。产品纯水的吸收率可达到 600 倍; 生理盐水的吸收率可达到 65 倍; 1min 纯水的吸收率和生理盐水的吸收率分别为 410 倍和 50 倍。

实施例 2:

与实施例 1 不同的在于以氢氧化钠中和丙烯酸和/或甲基丙烯酸, 引发剂为过硫酸钾, 物料于 25 ~ 35 °C 保温时通入氮气进行保护。