



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02123911.8

[43] 公开日 2003 年 1 月 22 日

[11] 公开号 CN 1392168A

[22] 申请日 2002.7.9 [21] 申请号 02123911.8
[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号
[72] 发明人 宋春雷 张文德 罗云霞 董丽松

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称 一种高吸水树脂的制备方法

[57] 摘要

本发明属于一种高吸水树脂的制备方法。该方法采用工业级的丙烯酸、淀粉和氢氧化钠,丙烯酸预先配制成中和度为 20 ~ 80% 的丙烯酸溶液,每 100 克单体加入的糊化淀粉量为 0 ~ 123 克,然后加入引发剂和交联剂,混合均匀后,放入微波炉中按每 100 克溶液照射能量 2.16×10^5 焦耳 ~ 4.5×10^5 焦耳进行照射,直接得到干燥的吸水树脂。所制得的高吸水树脂为蓬松状,具有很好的吸水性能,最高吸水倍数可达到 1000 毫升/克,20 ~ 60 分钟就可达到饱和吸水量。

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

1. 一种高吸水树脂的制备方法,是采用工业级的丙烯酸、淀粉、氢氧化钠为原料,具体制备过程如下:

1) 淀粉按每 100 克计,加入按重量计 1.1~1.7%的氢氧化钠溶液 400~700 毫升,在室温下糊化 25~45 分钟;

2) 丙烯酸预先配制成中和度为 20~80%,单体浓度为 28%~60%的溶液;

3) 每 100 克单体的丙烯酸溶液中加入糊化好的淀粉量为 0~123 克;加入 0.1~0.4 克的引发剂,引发剂为:过硫酸钾、过硫酸铵或过氧化月桂酰;加入 0.02~0.2 克的交联剂,交联剂为聚乙二醇或 N N' 一亚甲基双丙烯酰胺;混匀,其特征在于将以上混合物放入微波炉中,按每 100 克溶液照射能量 2.16×10^5 焦耳 ~ 4.5×10^5 焦耳进行照射,直接得到干燥的吸水树脂。

一种高吸水树脂的制备方法

技术领域:本发明属于高吸水树脂的制备方法。

背景技术:中国专利 90105865 公开了题为“一种高吸水树脂的制备方法”,该方法是以淀粉和丙烯腈为原料,把淀粉加水后,升温搅拌糊化 0.5~5 小时,在通入氮气下,加入一定量的引发剂进行 1~10 小时的聚合反应。再将聚合反应物在氢氧化钠溶液中进行皂化反应,然后将反应物在 60~100°C 下进行干燥,最后经粉碎得到高吸水树脂。吸水倍数 400~490ml/g。该方法虽然得到了高吸水倍数的吸水树脂,但由于工艺比较繁琐,聚合和干燥的时间长,效率低。中国专利 98119318 公开了题为“吸水树脂的制备方法及搅拌器”,该方法是采用反相悬浮聚合的方法,所使用的搅拌器包括立式转轴和以立式转轴为中心对称分布的浆叶,该发明虽然解决了聚合物黏釜的问题,但有机溶剂的使用,一方面提高了成本,工艺复杂,另一方面也给溶剂的后处理带来了复杂性。

发明内容:本发明的目的是提供一种高吸水树脂的制备方法,该方法采用丙烯酸、淀粉、氢氧化钠为原料,加入引发剂和交联剂,然后放入微波炉中,经微波引发聚合并干燥一步完成。得到的是蓬松型的干燥树脂,吸水倍数 100~1000 毫升/克。

由于本发明是采用微波引发聚合并干燥,因此引发聚合速度快,干燥时间短。而且在干燥过程中,由于水分的快速蒸发而干燥的树脂成蓬松状,吸水速度快。

本发明所采用的丙烯酸、淀粉、氢氧化钠都为工业级产品,具体制备过程如下:

1)淀粉按每 100 克计,加入按重量计 1.1~1.7%的氢氧化钠溶液 400~700 毫升,在室温下糊化 25~45 分钟;

2) 丙烯酸预先配制成中和度为 20~80%，单体浓度为 28%~60% 的溶液；

3) 每 100 克单体的丙烯酸溶液中加入糊化好的淀粉量为 0~123 克；加入 0.1~0.4 克的引发剂，引发剂为：过硫酸钾、过硫酸铵或过氧化月桂酰；加入 0.02~0.2 克的交联剂，交联剂为聚乙二醇或 N N'—亚甲基双丙烯酰胺；混匀，放入微波炉中，每 100 克溶液照射能量 2.16×10^5 焦耳 ~ 4.5×10^5 焦耳，直接得到干燥的吸水树脂。

本发明所制得的高吸水树脂具有很好的吸水性能，最高吸水倍数可达到 1000 毫升/克，20~60 分钟就可达到饱和吸水量。在短时间内就可得到干燥的高吸水树脂产品。而同样配方溶液聚合的样品，饱和吸水时间需 4~6 小时，干燥需 2~5 天。

具体实施方式如下：

实施例 1：淀粉 10 克，加入浓度 1.1% 的氢氧化钠水溶液 70 毫升糊化 25 分钟，然后加入中和度 80% 的丙烯酸溶液 100 毫升，单体浓度为 39%。再加入过硫酸钾 0.067 克，N N'—亚甲基双丙烯酰胺 0.0134 克，搅拌均匀，在玻璃容器中倒入该混合溶液 30 克，放入微波炉中，在 750 W 功率档下，照射 3 分钟，照射能量 1.35×10^5 焦耳。

实施例 2：淀粉 20 克，加入浓度 1.7% 的氢氧化钠水溶液 80 毫升糊化 45 分钟，然后加入中和度 44% 的丙烯酸溶液 100 毫升，单体浓度为 50%。再加入过硫酸铵 0.16 克，N N'—亚甲基双丙烯酰胺 0.1，搅拌均匀，在玻璃容器中倒入该混合溶液 35 克，放入微波炉中，在 450 W 功率档下，照射 3 分钟，照射能量 8.1×10^4 焦耳。

实施例 3：淀粉 15 克，加入浓度 1.3% 的氢氧化钠水溶液 86 毫升糊化 30 分钟，然后加入中和度 20% 的丙烯酸溶液 100 毫升，单体浓度为 42%。再加入过硫酸钾 0.16 克，N N'—亚甲基双丙烯酰胺 0.01 克，搅拌均匀，在玻璃容器中倒入该混合溶液 60 克，放入微波炉中，在 450 W 功率档下，照射 8 分钟，照射能量 2.16×10^5 焦耳。

实施例 4: 中和度 33%的丙烯酸溶液 100 毫升, 单体浓度为 60%。再加入过氧化月桂酰 0.1 克, 乙二醇 0.04 克, 搅拌均匀, 在玻璃容器中倒入该混合溶液 25 克, 放入微波炉中, 在 450 W 功率档下, 照射 2 分钟, 照射能量 5.4×10^4 焦耳。

实施例 5: 淀粉 3 克, 加入浓度 1.2%的氢氧化钠水溶液 18 毫升糊化 35 分钟, 然后加入中和度 30%的丙烯酸溶液 100 毫升, 单体浓度为 45%。再加入过硫酸胺 0.05 克, 乙二醇 0.02 克, 搅拌均匀, 在玻璃容器中倒入该混合溶液 50 克, 放入微波炉中, 在 450 W 功率档下, 照射 6 分钟, 照射能量 1.62×10^5 焦耳。

实施例 6: 淀粉 40 克, 加入浓度 1.5%的氢氧化钠水溶液 100 毫升糊化 30 分钟, 然后加入中和度 80%的丙烯酸溶液 100 毫升, 单体浓度为 28%。再加入过硫酸胺 0.13 克, NN'-亚甲基双丙烯酰胺 0.065 克, 搅拌均匀, 在玻璃容器中倒入该混合溶液 35 克, 放入微波炉中, 在 450 W 功率档下, 照射 4 分钟, 照射能量 1.08×10^5 焦耳。