

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810050554.7

[51] Int. Cl.

C08L 33/02 (2006.01)

C08L 33/26 (2006.01)

C08L 99/00 (2006.01)

C08K 3/34 (2006.01)

C09K 17/40 (2006.01)

C09K 101/00 (2006.01)

[43] 公开日 2008年10月1日

[11] 公开号 CN 101275004A

[22] 申请日 2008.4.1

[21] 申请号 200810050554.7

[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 5625 号

共同申请人 苏州蓝士科技发展有限公司

[72] 发明人 潘振远 白福臣 孔金祥

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司

代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 7 页

[54] 发明名称

一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法

[57] 摘要

本发明提供的一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法。称取配比量的丙烯酸放入反应器内，加入去离子水，用氢氧化钾中和，将配比量的丙烯酰胺用去离子水制成丙烯酰胺水溶液，再加入到中和好的丙烯酸水溶液中，再分别加入配比量的凹凸棒、氧化剂、还原剂、促进剂，混合均匀并通氮气，聚合得凝胶状产物；将凝胶状产物粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物；用腐植酸水溶液喷淋粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，干燥，得到具有生化营养功能的保水剂。加入凹凸棒降低保水剂的成本；在后处理时添加腐植酸，使保水剂具有生化营养功能。该保水剂吸水倍率为 180-400 倍，吸生理盐水倍率为 20-65 倍。

1、一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法，其特征在于，其原料及重量配比为：丙烯酸 30-100；丙烯酰胺 0-95；凹凸棒 30-100；引发剂为氧化还原引发体系，其中氧化剂为过硫酸铵、过硫酸钾或过硫酸钠，用量为 0.05-0.5；还原剂为亚硫酸氢钠、偏重亚硫酸钾或偏重亚硫酸钠，用量为 0.05-0.5；交联剂为 N,N-亚甲基双丙烯酰胺，用量为 0.05-0.5；反应促进剂为三乙醇胺，用量为 0.05-1.0；

具体操作步骤如下：

称取配比量的丙烯酸放入反应器内，加入去离子水，用氢氧化钾中和至 PH 值 5-7，将配比量的丙烯酰胺用去离子水制成丙烯酰胺水溶液，再加入到中和好的丙烯酸水溶液中，使丙烯酸与丙烯酰胺的重量之和为水溶液总重量的 10-40%，再分别加入配比量的凹凸棒、氧化剂、还原剂、促进剂，混合均匀并通氮气 30 分钟，在 20-70℃ 温度下聚合 2-5 小时，得凝胶状产物；将凝胶状产物切块、干燥、粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物；用重量含量为 5-30%的腐植酸水溶液喷淋粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，腐植酸水溶液与粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物的重量比为 (100: 50) — (100: 500)，将处理好的丙烯酸-丙烯酰胺共聚物在干燥箱内干燥，得到具有生化营养功能的保水剂。

一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法

技术领域

本发明属于高吸水性树脂领域，具体涉及一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法。

背景技术

保水剂是一种具有高强吸水性能和保水性能的功能高分子材料，已经广泛应用于农、林、医疗卫生、石油、化学化工、建材、生化技术和食品等许多领域。目前市场上应用的保水剂普遍存着成本高、功能单一等问题，在推广应用上受到很大限制。近年来保水剂在农业上的应用研究越来越受到重视，主要体现在新型保水剂的合成，改性、降低成本、增加功能等方面的研究。中国专利 1143497.X 公开了一种农用高吸性复合树脂制备方法，它是应用高岭土和膨润土来降低保水剂的成本并提高其凝胶强度。添加廉价无机物可以降低保水剂的成本，但无机矿物质的添加量有限，而且产品只具有吸水、释水功能，不具有营养功能；中国专利 CN1912006A、CN1687193A 分别公开了应用腐植酸、丙烯酸、淀粉等材料来制备营养型保水剂，中国专利 CN1912007A 则公开了应用腐植酸、丙烯酸、丙烯酰胺等材料来制备营养型保水剂。虽然上述专利将腐植酸引入保水剂可以赋予其是营养功能，但是都普遍存在着制备工艺复杂、产品成本高等问题，不利于在农业上推广应用。

发明内容

本发明的目的是提供一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法。在聚合时加入凹凸棒来降低保水剂的成本；在后处理时添加腐植酸，腐植酸是动植物的残骸经过一系列的地球物理、化学过程形成和积累起来的组成结构复杂的脂肪--芳香族羧酸有机物。它富含氨基酸、抗菌素、酶类，皮质醇以及多种微量元素，可以与氮、磷、钾等元素结合成腐植酸类肥料，具有肥料增效、改良土壤、刺激作物生长、改善农产品质量等功能，可以使保水剂具有生化营养功能。

一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法如下：其原料及重量配比为：丙烯酸 30-100；丙烯酰胺 0-95；凹凸棒 30-100；引发剂为氧化还原引发体系，其中氧化剂为过硫酸铵、过硫酸钾或过硫酸钠，用量为 0.05-0.5；还原剂为亚硫酸氢钠、偏重亚硫酸钾或偏重亚硫酸钠，用量为 0.05-0.5；交联剂为 N, N-亚甲基双丙烯酰胺，用量为 0.05-0.5；反应促进剂为三乙醇胺，用量为 0.05-1.0；

具体操作步骤如下：

称取配比量的丙烯酸放入反应器内，加入去离子水，用氢氧化钾中和至 PH 值 5-7，将配比量的丙烯酰胺用去离子水制成丙烯酰胺水溶液，再加入到中和好的丙烯酸水溶液中，使丙烯酸与丙烯酰胺的重量之和为水溶液总重量的 10-40%，再分别加入配比量的凹凸棒、氧化剂、还原剂、促进剂，混合均匀并通氮气 30 分钟，在 20-70℃ 温度下聚合 2-5 小时，得凝胶状产物；将凝胶状产物切块、干燥、粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物；用重量含量为 5-30%的腐植酸水溶液喷淋粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，腐植酸水溶液与粉末状

丙烯酸-丙烯酰胺共聚物的重量比为 (100: 50) — (100: 500), 将处理好的丙烯酸-丙烯酰胺共聚物在干燥箱内干燥, 得到具有生化营养功能的保水剂。

吸水率 ($Q_{\text{水}} \text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) 测定:

准确称取 0.1 克保水剂试样, 放入 400ml 烧杯中, 加入 150ml 去离子水, 在室温下静置 4 小时后, 用 100 目的金属网过滤 1 小时, 除去多余的去离子水。

吸液率 ($Q_{\text{盐}} \text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) 测定

准确称取 0.3 克保水剂试样, 放入 200ml 烧杯中, 加入 80ml 0.9% 的 NaCl 溶液或其它含不同离子的溶液, 在室温下静置 4 小时后, 用 100 目的金属网过滤 1 小时, 除去多余的去溶液, 称重。

吸水率 (吸液率) 的计算公式如下:

$$Q_{\text{水或盐}} (\text{g} \cdot \text{g}^{-1}) = \frac{W_1 - W_0}{W_0}$$

上式中, $Q_{\text{水}}$: 吸水率

$Q_{\text{盐}}$: 吸液率

W_0 : 吸水 (液) 前重量

W_1 : 吸水 (液) 前重量。

得到具有生化营养功能的保水剂吸水倍率为 180-400 倍, 吸生理食盐水倍率为 20-65 倍。

有益效果: 本发明提供的一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法。在聚合时加入凹凸棒来降低保水剂的成本; 在后处理时添加腐植酸, 腐植酸是动植物的残骸经过一系列的地球物理、化学过程形成

和积累起来的组成结构复杂的脂肪—芳香族羧酸有机物。它富含氨基酸、抗菌素、酶类，皮质醇以及多种微量元素，可以与氮、磷、钾等元素结合成腐植酸类肥料，具有肥料增效、改良土壤、刺激作物生长、改善农产品质量等功能，可以使保水剂具有生化营养功能。

本发明提供的一种具有生化营养功能的保水剂的制备方法，是通过自由基水溶液聚合方法来进行的。这一方法的优点是工艺简单，不用有机溶剂，没有污染，有利于产业化生产。得到具有生化营养功能的保水剂吸水倍率为 180-400 倍，吸生理食盐水倍率为 20-65 倍。

具体实施方式

实施例 1 将 30 克丙烯酸置于反应器中，加入 160 克去离子水搅拌溶解，用氢氧化钾调解水溶液 PH 值至 5，用 20 克去离子水溶解 10 克丙烯酰胺，制成丙烯酰胺水溶液并加入到中和好的丙烯酸水溶液中，再分别加入 30 克凹凸棒、0.5 克过硫酸铵、0.05 偏重亚硫酸钾、0.2 克 N，N-亚甲基双丙烯酰胺、0.07 克三乙醇胺并混合均匀。向反应器内通氮气 30 分钟，在聚 20℃时聚合 4 小时，得凝胶状产物。将凝胶状产物切块、干燥、粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物。用 10 克重量含量为 5%的腐植酸水溶液喷淋 20 克粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，60℃下在干燥箱内干燥 30 分钟，得到具有生化营养功能的低成本保水剂。吸水倍率为 340 倍，吸生理食盐水倍率为 55 倍。

实施例 2 将 100 克丙烯酸置于反应器中，加入 500 克去离子水搅拌溶解，用氢氧化钾调解水溶液 PH 值至 6，用 140 克去离子水溶解 90 克丙烯酰胺，制成丙烯酰胺水溶液并加入到中和好的丙烯酸水

溶液中，再分别加入 100 克凹凸棒、0.05 克过硫酸钾、0.5 偏重亚硫酸钠、0.5 克 N，N-亚甲基双丙烯酰胺、1 克三乙醇胺并混合均匀。向反应器内通氮气 30 分钟，在聚 40℃时聚合 5 小时，得凝胶状产物。将凝胶状产物切块、干燥、粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物。用 10 克重量含量为 10%的腐植酸水溶液喷淋 50 克粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，60℃下在干燥箱内干燥 40 分钟，得到具有生化营养功能的低成本保水剂。吸水倍率为 190 倍，吸生理食盐水倍率为 31 倍。

实施例 3 将 40 克丙烯酸置于反应器中，加入 408.91 克去离子水搅拌溶解，用 31.09 克氢氧化钾调解水溶液 PH 值至 7，用 100 克去离子水溶解 20 克丙烯酰胺，制成丙烯酰胺水溶液并加入到中和好的丙烯酸水溶液中，再分别加入 50 克凹凸棒、0.2 克过硫酸钠、0.1 偏重亚硫酸钾、0.05 克 N，N-亚甲基双丙烯酰胺、0.2 克三乙醇胺并混合均匀。向反应器内通氮气 30 分钟，在 70℃时聚合 2 小时，得凝胶状产物。将凝胶状产物切块、干燥、粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物。用 10 克重量含量为 13%的腐植酸水溶液喷淋 5 克粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，60℃下在干燥箱内干燥 20 分钟，得到具有生化营养功能的低成本保水剂。吸水倍率为 280 倍，吸生理食盐水倍率为 42 倍。

实施例 4 将 40 克丙烯酸置于反应器中，加入 38.91 克去离子水搅拌溶解，用 31.09 克氢氧化钾调解水溶液 PH 值至 7，用 20 克去离子水溶解 20 克丙烯酰胺，制成丙烯酰胺水溶液并加入到中和好的丙

烯酸水溶液中，再分别加入 30 克凹凸棒、0.06 克过硫酸钾、0.07 亚硫酸氢钠、0.05 克 N，N-亚甲基双丙烯酰胺、0.05 克三乙醇胺并混合均匀。向反应器内通氮气 30 分钟，在 30℃时聚合 3 小时，得凝胶状产物。将凝胶状产物切块、干燥、粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物。用 10 克重量含量为 30%的腐植酸水溶液喷淋 50 克粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，60℃下在干燥箱内干燥 90 分钟，得到具有生化营养功能的低成本保水剂。吸水倍率为 190 倍，吸生理食盐水倍率为 28 倍。

实施例 5 将 100 克丙烯酸置于反应器中，加入 310 克去离子水搅拌溶解，用氢氧化钾调解水溶液 PH 值至 6，再分别加 80 克凹凸棒、0.4 克过硫酸钠、0.1 亚硫酸氢钠、0.3 克 N，N-亚甲基双丙烯酰胺、0.9 克三乙醇胺并混合均匀。向反应器内通氮气 30 分钟，在 60℃时聚合 3 小时，得凝胶状产物。将凝胶状产物切块、干燥、粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物。用 10 克重量含量为 20%的腐植酸水溶液喷淋 40 克粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，60℃下在干燥箱内干燥 40 分钟即，得到具有生化营养功能的低成本保水剂。吸水倍率为 310 倍，吸生理食盐水倍率为 52 倍。

实施例 6 将 30 克丙烯酸置于反应器中，加入 340 克去离子水搅拌溶解，用氢氧化钾调解水溶液 PH 值至 6，用 100 克去离子水溶解 90 克丙烯酰胺，制成丙烯酰胺水溶液并加入到中和好的丙烯酸水溶液中，再分别加入 40 克凹凸棒、0.4 克过硫酸铵、0.08 偏重亚硫酸钾、0.09 克 N，N-亚甲基双丙烯酰胺、0.45 克三乙醇胺并混合均匀。

向反应器内通氮气 30 分钟，在 50℃时聚合 3 小时，得凝胶状产物。
将凝胶状产物切块、干燥、粉碎得粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物。
用 10 克重量含量为 15%的腐植酸水溶液喷淋 10 克粉末状丙烯酸-丙烯酰胺共聚物，60℃下在干燥箱内干燥 30，得到具有生化营养功能的低成本保水剂。吸水倍率为 295 倍，吸生理食盐水倍率为 51 倍。