

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102535246 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 04

(21) 申请号 201210019123. 0

(22) 申请日 2012. 01. 20

(71) 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130000 吉林省长春市人民大街 5625 号

(72) 发明人 庄婷婷 张永利 于力 温诗渺 白福臣

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227
代理人 魏晓波 逯长明

(51) Int. Cl.
D21H 21/08 (2006. 01)
C08F 20/06 (2006. 01)
C08F 2/38 (2006. 01)

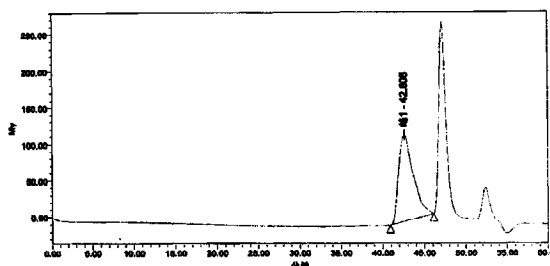
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种造纸用高分子分散剂的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种造纸用高分子分散剂的制备方法,采用亚硫酸氢钠作为链转移剂和还原剂,亚硫酸氢钠在反应初期随着过硫酸铵的滴加,与过硫酸铵同时作用引发自由基加聚反应,随着过硫酸铵的大量消耗,亚硫酸氢钠浓度逐渐在溶液中升高,释放出过量的氢原子,作为链转移剂阻止分子量的上升。进一步的,本发明以对苯二酚为阻聚剂,去除了反应中残留的未反应的自由基,保证反应的产物聚合物片段不再进一步加聚反应,保持分子量控制在 1000 ~ 2000,保证产品性能的稳定。因此,本发明提供的造纸用分散剂的制备方法工艺简单,避免了以醇类化合物作为链转移剂,制备的造纸用分散剂分子量在 1000 ~ 2000,分子量分布较窄。



1. 一种造纸用分散剂的制备方法,包括以下步骤:

在 65 ~ 90℃下,向亚硫酸氢钠溶液中分别滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液,保温后得到混合溶液;

向所述混合溶液中加入对苯二酚,冷却至 40 ~ 50℃,利用 pH 值调节剂调节 pH 值,得到造纸用分散剂。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述亚硫酸氢钠溶液中的亚硫酸氢钠、丙烯酸、过硫酸铵溶液中的过硫酸铵与对苯二酚的质量比为 (12.5 ~ 22.5) : (270 ~ 300) : (16.5 ~ 20.5) : (0.05 ~ 0.1)。

3. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述亚硫酸氢钠溶液的质量浓度为 5% ~ 11.8%。

4. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述丙烯酸和过硫酸铵溶液的滴加时间分别为 1.5 ~ 2.5 小时。

5. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述丙烯酸和过硫酸铵溶液采用同时滴加的方式。

6. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述保温温度为 75 ~ 85℃。

7. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述保温时间为 1 ~ 3 小时。

8. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,加入对苯二酚后还包括:搅拌 20 ~ 40 分钟。

9. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述 pH 值调节剂为氢氧化钠。

10. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述利用 pH 值调节剂调节 pH 值的温度在 90℃以下。

一种造纸用高分子分散剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及表面活性剂技术领域,更具体地说,涉及一种造纸用分散剂的制备方法。

背景技术

[0002] 高分子表面活性剂是一种重要的表面活性剂,由于高分子表面活性剂具有分子量可调节等特点,可以适应不同领域的需求,从而得到了广泛的应用。作为一种高分子表面活性剂,聚丙烯酸钠根据分子量的不同可作为分散剂、增稠剂或絮凝剂使用。分散剂的主要作用是吸附在被分散物体的表面,降低被分散物体的表面自由能而起到分散的目的。由于分子量为 500 ~ 5000 聚丙烯酸钠具有良好的分散作用,从而被用于造纸用分散剂。

[0003] 目前,聚丙烯酸钠的制备方法得到了广泛的报道,例如:申请号为 200910037069 的中国专利文献公开了一种造纸用涂料分散剂及其制备方法,以次磷酸钠作为链转移剂,通过控制过硫酸铵溶液和丙烯酸单体的混合方式、速度、反应温度和时间,制备了一种提高颜料分散液浓度或降低颜料分散液粘度的造纸用涂料分散剂。申请号为 200910016457 中国专利文献公开了一种聚丙烯酰胺类高效造纸纤维分散剂的生产工艺,得到的造纸纤维分散剂具有分散效果好、分子量高、水溶性好、无毒高效和成本低等特点。申请号为 200910196772 的中国专利文献公开了一种造纸用涂料分散剂及其制备方法,利用马来酸酐和次磷酸钠合成了聚丙烯酸钠。另外,付睿等在《低分子量聚丙烯酸钠分散剂的制备》中利用焦亚硫酸钠作为链转移剂,合成温度为 30℃,滴加时间为 1 小时,得到了聚丙烯酸钠。但是,由于焦亚硫酸钠空气中易氧化成副产物 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$,反应转化率较低,残渣较多,小分子量副产物较多,影响分散效果。

[0004] 低分子量聚丙烯酸钠由于具有分散效果好、保存时间长等特点,在造纸工业中得到了广泛的研究。现有技术中,低分子量聚丙烯酸钠合成方法多采用醇类化合物作为链转移剂,但是,该方法要求醇类的剂量非常大,并且反应结束后为了节约和提纯的需要,必须要蒸馏回收链转移剂,从而导致制备工艺复杂,生产周期长,能耗较高,成本较高。

发明内容

[0005] 有鉴于此,本发明要解决的技术问题在于提供一种造纸用分散剂的制备方法,该方法制备工艺简单,制备的造纸用分散剂分子量在 1000 ~ 2000,分子量分布较窄。

[0006] 为了解决以上技术问题,本发明提供一种造纸用分散剂的制备方法,包括以下步骤:

[0007] 在 65 ~ 90℃下,向亚硫酸氢钠溶液中分别滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液,保温后得到混合溶液;

[0008] 向所述混合溶液中加入对苯二酚,冷却至 40 ~ 50℃,利用 pH 值调节剂调节 pH 值,得到造纸用分散剂。

[0009] 优选的,所述亚硫酸氢钠溶液中的亚硫酸氢钠、丙烯酸、过硫酸铵溶液中的过硫酸

铵与对苯二酚的质量比为 (12.5 ~ 22.5) : (270 ~ 300) : (16.5 ~ 20.5) : (0.05 ~ 0.1)。

[0010] 优选的,所述亚硫酸氢钠溶液的质量浓度为 5% ~ 11.8%。

[0011] 优选的,所述丙烯酸和过硫酸铵溶液的滴加时间分别为 1.5 ~ 2.5 小时。

[0012] 优选的,所述丙烯酸和过硫酸铵溶液采用同时滴加的方式。

[0013] 优选的,所述保温温度为 75 ~ 85℃。

[0014] 优选的,所述保温时间为 1 ~ 3 小时。

[0015] 优选的,加入对苯二酚后还包括:搅拌 20 ~ 40 分钟。

[0016] 优选的,所述 pH 值调节剂为氢氧化钠。

[0017] 优选的,所述利用 pH 值调节剂调节 pH 值的温度在 90℃ 以下。

[0018] 本发明提供一种造纸用分散剂的制备方法,包括以下步骤:在 65 ~ 90℃ 下,向亚硫酸氢钠溶液中分别滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液,保温后得到混合溶液;向所述混合溶液中加入对苯二酚,冷却至 40 ~ 50℃,利用 pH 值调节剂调节 pH 值至 7 ~ 8,得到造纸用分散剂。与现有技术相比,本发明采用亚硫酸氢钠作为链转移剂和还原剂,即亚硫酸氢钠能提供 $\text{SO}_3 \cdot$ 与过硫酸铵中 $\text{SO}_4^- \cdot$ 的共同提供引发反应的自由基,同时亚硫酸氢钠易被夺取的氢原子使其具有链转移剂的作用,因此,亚硫酸氢钠在反应初期随着过硫酸铵的滴加,与过硫酸铵同时作用引发自由基加聚反应,随着过硫酸铵的大量消耗,亚硫酸氢钠浓度逐渐在溶液中升高,释放出过量的氢原子,作为链转移剂阻止分子量的上升。进一步的,本发明以对苯二酚为阻聚剂,去除了反应中残留的未反应的自由基,保证反应的产物聚合物片段不再进一步加聚反应,保持分子量控制在 1000 ~ 2000,保证产品性能的稳定。因此,本发明提供的造纸用分散剂的制备方法工艺简单,避免了以醇类化合物作为链转移剂,制备的造纸用分散剂分子量在 1000 ~ 2000,分子量分布较窄。

附图说明

[0019] 图 1 为本实施例制备的聚丙烯酸钠的凝胶渗透层析 (GPC) 图谱。

具体实施方式

[0020] 下面对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0021] 本发明公开了一种造纸用分散剂的制备方法,包括以下步骤:

[0022] 在 65 ~ 90℃ 下,向亚硫酸氢钠溶液中分别滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液,保温后得到混合溶液;

[0023] 向所述混合溶液中加入对苯二酚,冷却至 40 ~ 50℃,利用 pH 值调节剂调节 pH 值至 7 ~ 8,得到造纸用分散剂。

[0024] 在上述造纸用分散剂的制备过程中,本发明以丙烯酸为聚合单体、亚硫酸氢钠为链转移剂、对苯二酚为阻聚剂、过硫酸铵为引发剂,然后利用 pH 值调节剂调节 pH 值即得低分子量聚丙烯酸钠分散剂。亚硫酸氢钠首先与过硫酸铵反应生成自由基,然后该自由基与

单体丙烯酸反应进行链增长反应,加入阻聚剂对苯二酚后,利用 pH 值调节剂调节 pH 值,得到聚丙烯酸钠。

[0025] 本发明中所述亚硫酸氢钠同时作为链转移剂和还原剂,即亚硫酸氢钠能提供 $\text{SO}_3 \cdot$ 与过硫酸铵中 $\text{SO}_4 \cdot$ 的共同提供引发反应的自由基,同时亚硫酸氢钠易被夺取的氢原子使其能充当链转移剂的作用,因此,亚硫酸氢钠在反应初期随着过硫酸铵的滴加,与过硫酸铵同时作用引发自由基加聚反应,随着过硫酸铵的大量消耗,亚硫酸氢钠浓度逐渐在溶液中升高,释放出过量的氢原子,进一步作为链转移剂阻止分子量的上升。

[0026] 本发明采用的亚硫酸氢钠优选以亚硫酸氢钠溶液的形式使用,所述亚硫酸氢钠溶液优选按照如下方法制备:将亚硫酸氢钠溶解于水中,搅拌后得到亚硫酸氢钠溶液。亚硫酸氢钠溶液的影响反应顺利进行的重要因素,原因在于:反应初期如果亚硫酸氢钠在水溶液中的浓度过高,过量释放出氢原子与自由基互相干扰反而会影响氧化还原体系的引发效率,影响反应活化能的降低,不利于触发聚合反应的有序进行,从而造成反应后分子片段过小,不能达到有效范围内,因此,所述亚硫酸氢钠溶液的质量浓度优选为 5%~11.8%,更优选为 6%~10%,更优选为 7%~9%。

[0027] 本发明中,过硫酸铵优选以过硫酸铵溶液的形式使用,所述过硫酸铵溶液优选按照如下方法制备:将过硫酸铵置于水中,溶解后得到过硫酸铵溶液。本发明对于采用的过硫酸铵溶液的质量浓度并无特别限制,可以采用本领域技术人员熟知的浓度。

[0028] 在得到混合溶液的步骤中,所述丙烯酸和过硫酸铵溶液的滴加时间优选分别为 1.5~2.5 小时,更优选为 2 小时;所述丙烯酸和过硫酸铵溶液采用同时滴加的方式,即同时开始滴加并且同时结束。所述丙烯酸和过硫酸铵溶液的起始滴加温度优选为 65℃,然后在所述丙烯酸和过硫酸铵溶液的滴加过程中温度优选为 65~90℃,优选为 80~90℃,其中,所述滴加的温度必须在 90℃ 以下,从而保证反应的顺利进行。为了使反应充分,所述保温温度优选为 75~85℃,更优选为 80℃,所述保温时间优选为 1~3 小时,更优选为 2 小时。

[0029] 得到混合溶液后,向所述混合溶液中加入对苯二酚。其中,在加入对苯二酚后即冷却之前还优选包括搅拌 20~40 分钟,更优选搅拌 30 分钟。通过该搅拌步骤使阻聚剂与混合溶液中的反应物充分接触。本发明通过添加阻聚剂对苯二酚清除了反应中残留的未反应的自由基,保证反应的产物聚合物片段不再进一步加聚反应,使制备的聚丙烯酸钠保持分子量控制在 1000~2000,产品性能的稳定。同时,由于对苯二酚在空气中易氧化成粉红色,影响产品外观,因此,在合成过程中对苯二酚不能长时间暴露在空气中,从而避免对苯二酚的氧化。

[0030] 另外,本发明还包括利用 pH 值调节剂调节 pH 值的步骤,所述 pH 值调节剂优选为氢氧化钠,并且,所述 pH 值调节剂优选以氢氧化钠溶液的形式使用。本发明对于所述氢氧化钠溶液的浓度并无特别限制,采用本领域技术人员熟知的质量浓度即可。所述氢氧化钠与上述链增长得到的聚合物进行中和反应,即本发明采用了后中和的方法,有利于对制备的聚丙烯酸钠的分子量的控制,从而得到分子量为 1000~2000 的聚丙烯酸钠。所述利用 pH 值调节剂调节 pH 值的温度优选在 90℃ 以下,更优选为 70~85℃,更优选为 80℃。

[0031] 本发明采用的反应物之间的重量比是影响制备的聚丙烯酸钠的性质的因素,所述亚硫酸氢钠溶液中的亚硫酸氢钠、丙烯酸、过硫酸铵溶液中的过硫酸铵与对苯二酚的

质量比优选为 (12.5 ~ 22.5) : (270 ~ 300) : (16.5 ~ 20.5) : (0.05 ~ 0.1), 更优选为 (15 ~ 20) : (280 ~ 300) : (17 ~ 20) : (0.05 ~ 0.1)。

[0032] 利用上述方法制备的造纸用分散剂即聚丙烯酸钠在水中能电离出大量带负电荷的离子, 这些离子可牢牢地吸附在玻璃纤维的表面, 使其带有与之相同的正电荷, 其余带相反电荷的离子自由扩散到周围液体介质中去, 形成一个带电离子的扩散层, 即双电层。从纤维表面至扩散层最远处即带相反电荷为零的位置的双层离子间的电位差为 ζ 电位。由于带相同电荷的粒子排斥, 形成静电斥力, 从而可防止了纤维絮凝, 从而达到分散稳定的目的。

[0033] 综上所述, 本发明通过采用亚硫酸氢钠作为链转移剂和还原剂、添加了阻聚剂对苯二酚、调整亚硫酸氢钠反应初始浓度、提高了反应的温度, 合成出了分子量在 1000 ~ 2000 之间的造纸用分散剂即低分子量聚丙烯酸钠。本发明制备的聚丙烯酸钠的分散效果好, 能够保存 1 年以上依然粘度不变, 分子量不升高。同时, 本发明避免了以醇类化合物作为链转移剂, 从而减少了操作步骤, 降低了原料成本、人工成本以及水电费等其他费用的支出, 具有工艺简单和安全环保等特点。

[0034] 在本发明中, 制备的聚丙烯酸钠的分子量测定优选采用如下方法:

[0035] 利用乌氏粘度计, 在 (30 ± 0.5) °C, 以 0.2mol/L NaOH 水溶液为溶剂, 测定各种条件下合成的聚合物溶液的流出时间, 并利用下面的公式推算出特性粘数:

$$[0036] \quad [\eta] = \frac{\sqrt{2(\eta_{SP} - \ln \eta_r)}}{C}$$

[0037] 式中, $[\eta]$ 为特性粘数, η_{sp} 为比浓粘度, η_r 为粘度, C 为溶液浓度。

[0038] 高聚物溶液的特性粘数 $[\eta]$ 和高聚物分子量 M 之间的关系, 用下列方程式表示:

$$[0039] \quad [\eta] = kM^a$$

[0040] 对于本试验所采的温度 - 溶剂体系, 其两个参数 k , a 分别为 0.176mL/g 和 0.6, 即:

$$[0041] \quad M = 0.6 \sqrt{[\eta] / 0.176}$$

[0042] 本发明采用的凝胶渗透色谱法 (GPC) 是一种特殊的液相色谱, GPC 的分离是利用体积排除机理, 装填的是多孔性凝胶或微粒, 孔径大小与待分离的聚合物分子相似, 体积大的高分子化合物不能进入凝胶孔, 最先从凝胶粒间流出, 淋出体积 (时间) 最小, 高聚物依分子量从大到小依次淋出。GPC 是先利用同一组分已知分子量的单分散性聚合物标准试样, 在与未知试样相同的条件下得到一系列 GPC 谱图。以峰位置 V_e 对 $1gM$ 作图, 得到校正曲线, 根据未知样的 V_e 得到对应的分子量。从聚合物的 GPC 曲线的形状 (对称、不对称、单峰、双峰等) 可以得知该聚合物样品的分子量分布情况, GPC 峰的峰宽则反映聚合物的多分散度。通过计算处理, 可以得到聚合物的数均分子量 \overline{M}_n 、粘均分子量 \overline{M}_v 、重均分子量 \overline{M}_w 和 z -均分子量 \overline{M}_z , 进而得到聚合物的多分散系数 d , 由此可以获得关于聚合物的多种信息。

[0043] 本发明制备的聚丙烯酸钠的分子量和分子量分布优选采用凝胶渗透色谱仪 (515 型 HPLC 泵和 2414 型折射率检测器) 测定, 具体为:

[0044] 采用四根色谱柱 (HMW7, HMW6E × 2, HMW2), 流动相为四氢呋喃, 测试温度为 30 °C,

流速为 1.0mL/min, 溶液的浓度为 0.2 ~ 0.3mg/10mL, 利用 0.45 μ m 的过滤器过滤后进样。以苯乙烯为内标计算聚合物的数均分子量 (M_n) 和重均分子量 (M_w), 并由重均分子量和数均分子量之比 (M_w/M_n) 表征聚合物的分子量分布指数。

[0045] 为了进一步说明本发明的技术方案, 下面结合实施例对本发明优选实施方案进行描述, 但是应当理解, 这些描述只是为进一步说明本发明的特征和优点, 而不是对本发明权利要求的限制。

[0046] 本发明实施例采用的化学试剂均为市购。

[0047] 实施例 1

[0048] 取一个四口烧瓶置于水浴锅中, 四口烧瓶中其中两个口放置两个分液漏斗, 一个口放置温度计控制温度, 另外一个口放置搅拌器用于搅拌液体。

[0049] 将 16.5g 过硫酸铵溶于 100g 水中, 得到过硫酸铵溶液, 继续将过硫酸铵溶液和 270g 丙烯酸分别放入四口烧瓶的其中两个分液漏斗中;

[0050] 将 12.5g 亚硫酸氢钠溶于 245g 水中后加入四口烧瓶底部;

[0051] 水浴锅温度调节到 80 $^{\circ}$ C, 打开搅拌器开始搅拌, 温度上升至 65 $^{\circ}$ C 时, 开始同时滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液, 并且要保证两者同时滴加结束, 滴加时间大约 2 小时左右, 滴加结束后 80 $^{\circ}$ C 保温两小时确保反应充分;

[0052] 保温结束后加入 0.05g 对苯二酚, 充分搅拌 30 分钟后加入溶于 NaOH 溶液进行中和, 中和过程温度不能超过 90 $^{\circ}$ C, 冷却后得到聚丙烯酸钠, 即造纸用分散剂, 所述 NaOH 溶液由 150gNaOH 溶于 240g 水中制备得到。

[0053] 图 1 为本实施例制备的聚丙烯酸钠的凝胶渗透层析 (GPC) 图谱, 重均分子量 (M_w) 为 1123, 分子量分布指数为 1.0208。

[0054] 实施例 2

[0055] 取一个四口烧瓶置于水浴锅中, 四口烧瓶中其中两个口放置两个分液漏斗, 一个口放置温度计控制温度, 另外一个口放置搅拌器用于搅拌液体;

[0056] 将 16.5g 过硫酸铵溶于 100g 水中, 得到过硫酸铵溶液, 继续将过硫酸铵溶液和 280g 丙烯酸分别放入四口烧瓶的其中两个分液漏斗中;

[0057] 将 16.5g 亚硫酸氢钠溶于 231g 水中后加入四口烧瓶底部;

[0058] 水浴锅温度调节到 80 $^{\circ}$ C, 打开搅拌器开始搅拌, 温度上升至 65 $^{\circ}$ C 时, 开始同时滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液, 并且要保证两者同时滴加结束, 滴加时间大约 2 小时左右, 滴加结束后 80 $^{\circ}$ C 保温两小时确保反应充分;

[0059] 保温结束后加入 0.05g 的对苯二酚, 充分搅拌 30 分钟后加入溶于 NaOH 溶液进行中和, 中和过程温度不能超过 90 $^{\circ}$ C, 冷却后得到聚丙烯酸钠, 即造纸用分散剂, 所述 NaOH 溶液由 155gNaOH 溶于 235g 水中制备得到。

[0060] 本实施例制备的聚丙烯酸钠的重均分子量 (M_w) 为 1115, 分子量分布指数为 1.0125。

[0061] 实施例 3

[0062] 取一个四口烧瓶置于水浴锅中, 四口烧瓶中其中两个口放置两个分液漏斗, 一个口放置温度计控制温度, 另外一个口放置搅拌器用于搅拌液体;

[0063] 将 20.5g 过硫酸铵溶于 100g 水中, 得到过硫酸铵溶液, 继续将过硫酸铵溶液和

280g 丙烯酸分别放入四口烧瓶的其中两个分液漏斗中；

[0064] 将 12.5g 亚硫酸氢钠溶于 231g 水中后加入四口烧瓶底部；

[0065] 水浴锅温度调节到 80℃，打开搅拌器开始搅拌，温度上升至 65℃时，开始同时滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液，并且要保证两者同时滴加结束，滴加时间大约 2 小时左右，滴加结束后 80℃保温两小时确保反应充分；

[0066] 保温结束后加入 0.05g 对苯二酚，充分搅拌 30 分钟后加入溶于 NaOH 溶液进行中和，中和过程温度不能超过 90℃，冷却后得到聚丙烯酸钠，即造纸用分散剂，所述 NaOH 溶液由 155gNaOH 溶于 235g 水中制备得到。

[0067] 本实施例制备的聚丙烯酸钠的重均分子量 (M_w) 为 1336，分子量分布指数为 1.0223。

[0068] 实施例 4

[0069] 取一个四口烧瓶置于水浴锅中，四口烧瓶中其中两个口放置两个分液漏斗，一个口放置温度计控制温度，另外一个口放置搅拌器用于搅拌液体；

[0070] 将 20.5g 过硫酸铵溶于 100g 水中，得到过硫酸铵溶液，继续将过硫酸铵溶液和 290g 丙烯酸分别放入四口烧瓶的其中两个分液漏斗中；

[0071] 将 18.5g 亚硫酸氢钠溶于 225g 水中后加入四口烧瓶底部；

[0072] 水浴锅温度调节到 80℃，打开搅拌器开始搅拌，温度上升至 65℃时，开始同时滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液，并且要保证两者同时滴加结束，滴加时间大约 2 小时左右，滴加结束后 80℃保温两小时确保反应充分；

[0073] 保温结束后加入 0.05g 对苯二酚，充分搅拌 30 分钟后加入溶于 NaOH 溶液进行中和，中和过程温度不能超过 90℃，冷却后得到聚丙烯酸钠，即造纸用分散剂，所述 NaOH 溶液由 160gNaOH 溶于 230g 水中制备得到。

[0074] 本实施例制备的聚丙烯酸钠的重均分子量 1098，分子量分布指数为 1.0023。

[0075] 实施例 5

[0076] 取一个四口烧瓶置于水浴锅中，四口烧瓶中其中两个口放置两个分液漏斗，一个口放置温度计控制温度，另外一个口放置搅拌器用于搅拌液体；

[0077] 将 18.5g 过硫酸铵溶于 100g 水中，得到过硫酸铵溶液，继续将过硫酸铵溶液和 290g 丙烯酸分别放入四口烧瓶的其中两个分液漏斗中；

[0078] 将 22.5g 亚硫酸氢钠溶于 223g 水中后加入四口烧瓶底部；

[0079] 水浴锅温度调节到 80℃，打开搅拌器开始搅拌，温度上升至 65℃时，开始同时滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液，并且要保证两者同时滴加结束，滴加时间大约 2 小时左右，滴加结束后 80℃保温两小时确保反应充分；

[0080] 保温结束后加入 0.05g 对苯二酚，充分搅拌 30 分钟后加入溶于 NaOH 溶液进行中和，中和过程温度不能超过 90℃，冷却后得到聚丙烯酸钠，即造纸用分散剂，所述 NaOH 溶液由 160gNaOH 溶于 230g 水中制备得到。

[0081] 本实施例制备的聚丙烯酸钠的重均分子量 (M_w) 为 1169，分子量分布指数为 1.0106。

[0082] 实施例 6

[0083] 取一个四口烧瓶置于水浴锅中，四口烧瓶中其中两个口放置两个分液漏斗，一个

口放置温度计控制温度,另外一个口放置搅拌器用于搅拌液体;

[0084] 将 20.5g 过硫酸铵溶于 100g 水中,得到过硫酸铵溶液,继续将过硫酸铵溶液和 300g 丙烯酸分别放入四口烧瓶的其中两个分液漏斗中;

[0085] 将 22.5g 亚硫酸氢钠溶于 211g 水中后加入四口烧瓶底部;

[0086] 水浴锅温度调节到 80℃,打开搅拌器开始搅拌,温度上升至 65℃时,开始同时滴加丙烯酸和过硫酸铵溶液,并且要保证两者同时滴加结束,滴加时间大约 2 小时左右,滴加结束后 80℃保温两小时确保反应充分;

[0087] 保温结束后加入 0.05g 对苯二酚,充分搅拌 30 分钟后加入溶于 NaOH 溶液进行中和,中和过程温度不能超过 90℃,冷却后得到聚丙烯酸钠,即造纸用分散剂,所述 NaOH 溶液由 165gNaOH 溶于 225g 水中制备得到。

[0088] 本实施例制备的聚丙烯酸钠的重均分子量 1219,分子量分布指数为 1.0356。

[0089] 对所公开的实施例的上述说明,使本领域专业技术人员能够实现或使用本发明。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的,本文中所定义的一般原理可以在不脱离本发明的精神或范围的情况下,在其它实施例中实现。因此,本发明将不会被限制于本文所示的这些实施例,而是要符合与本文所公开的原理和新颖特点相一致的最宽的范围。

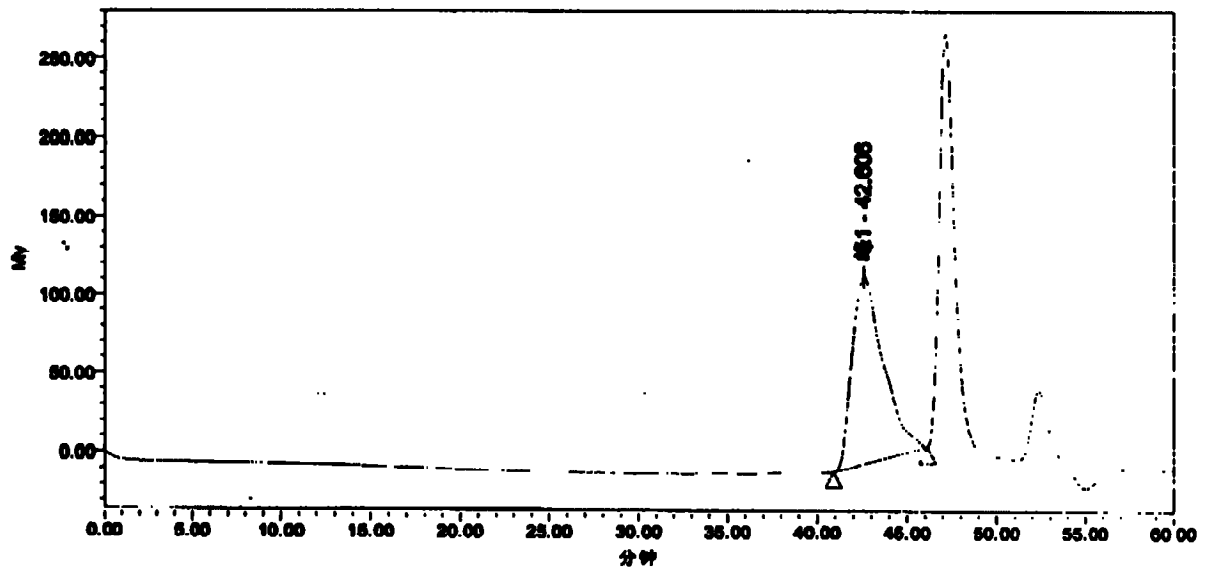


图 1