



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102701378 A

(43) 申请公布日 2012. 10. 03

(21) 申请号 201210194239. 8

(22) 申请日 2012. 06. 14

(71) 申请人 四川师范大学

地址 610066 四川省成都市锦江区静安路 5 号

(72) 发明人 朱明 丁瑶 张静

(51) Int. Cl.

C02F 1/56 (2006. 01)

C08F 220/34 (2006. 01)

C08F 220/58 (2006. 01)

C08F 222/10 (2006. 01)

C08F 4/40 (2006. 01)

C08F 4/30 (2006. 01)

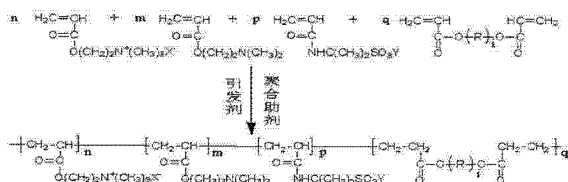
权利要求书 3 页 说明书 7 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种水溶性有机两性共聚物絮凝剂及制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种水溶性有机两性共聚物絮凝剂及制备方法,该两性共聚物絮凝剂是由丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵、丙烯酸-N,N-二甲胺基乙酯和 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(盐)三种单体及双官能团单体二丙烯酸酯共聚合形成的共聚物。制备过程中同时使用氧化还原引发剂、无机过氧化物引发剂及聚合助剂,提高了单体的转化率,减少了残留单体;絮凝剂制备操作简单,可直接使用;所制备的絮凝剂具有用量小,絮体直径大和沉降快等优点。



X: Cl, Br

Y: H, Na 或 K

1 ≤ n ≤ 41305, 1 ≤ m ≤ 55868, 1 ≤ p ≤ 38600, 1 ≤ q ≤ 47003, 1 ≤ i ≤ 23 (n, m, p, q, i 为正整数)

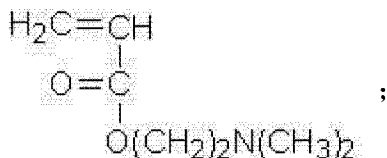
1. 一种水溶性有机两性共聚物絮凝剂,其特征在于分子量为 $9 \times 10^4 \sim 8 \times 10^6$,它是由三种单体及双官能团单体二丙烯酸酯共聚合而成,

单体 1 是丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵,结构式为



式中 X 是 Cl、Br ;

单体 2 是丙烯酸 -N, N- 二甲氨基乙酯,结构式为

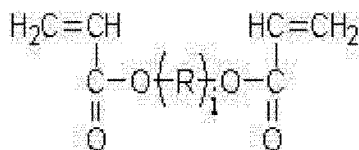


单体 3 是 2- 丙烯酰胺 -2- 甲基丙磺酸(盐),结构式为

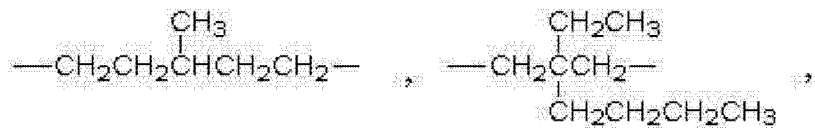
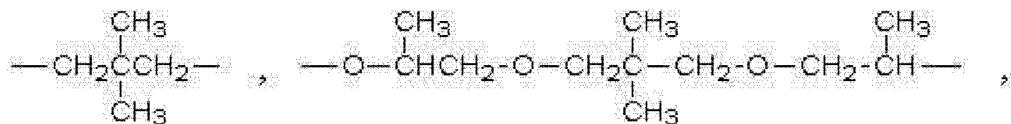


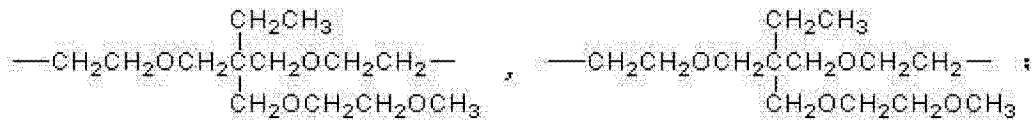
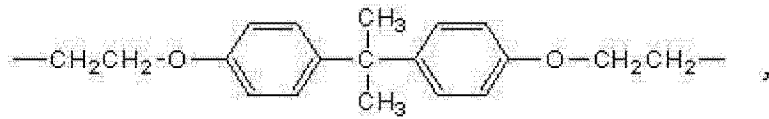
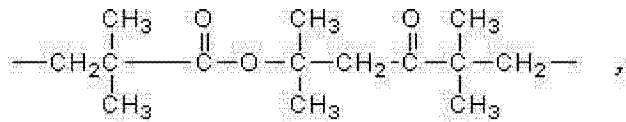
式中 Y 是 H、Na 或 K ;

双官能团单体二丙烯酸酯,结构式为

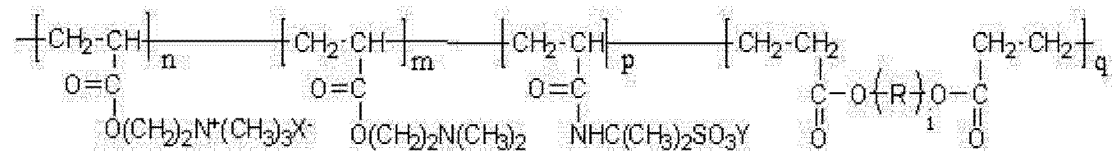


式中 $1 \leq i \leq 23$ (i 为正整数),





三种单体及双官能团单体二丙烯酸酯按照一定的量比共聚合形成的共聚物的结构式为



式中 $1 \leq n \leq 41305$; $1 \leq m \leq 55858$; $1 \leq p \leq 38600$; $1 \leq q \leq 47003$; $1 \leq i \leq 23$,
n、m、p、q、i 为正整数。

2. 一种如权利要求 1 所述的水溶性有机两性共聚物絮凝剂的制备方法,其特征在於,该方法包括的步骤及工艺条件是

步骤 1、在四颈反应瓶中加入丙烯酸-N,N-二甲胺基乙酯、聚合助剂和蒸馏水搅拌溶解,抽真空两次,每次时间 5 分钟,中间通氮一次,时间 5 分钟;

步骤 2、在丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵中加入双官能团单体二丙烯酸酯用蒸馏水稀释,用蒸馏水溶解 2- 丙烯酰胺-2- 甲基丙磺酸(盐);

步骤 3、在连续搅拌和通氮条件下,一次性加入氧化还原引发剂,升温至 $35^\circ\text{C} \sim 45^\circ\text{C}$,调整水溶液 pH 为 $2 \sim 9$,一支滴液漏斗滴加丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵与双官能团单体二丙烯酸酯的混合液、一支滴液漏斗滴加 2- 丙烯酰胺-2- 甲基丙磺酸(盐)水溶液到四颈反应瓶中,二支滴液漏斗同时滴加,控制滴加速度,滴加时间是 $0.5 \sim 3$ 小时,滴加完后恒温 $0.5 \sim 4$ 小时,滴加和恒温过程中,每 10 分钟检查一次四颈反应瓶中反应液体的 pH 值,保持 pH 为 $2 \sim 9$;

步骤 4、升温至 $75^\circ\text{C} \sim 85^\circ\text{C}$,加入无机过氧化物引发剂继续反应,每 20 分钟检查一次四颈反应瓶中反应液体的 pH 值,保持 pH 为 $2 \sim 9$,反应时间 $1 \sim 3.5$ 小时,冷却,出料,得到水溶性有机两性共聚物絮凝剂产品;

所用原料为丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵、丙烯酸-N,N-二甲胺基乙酯、2- 丙烯酰胺-2- 甲基丙磺酸(盐)、双官能团单体二丙烯酸酯、氧化还原引发剂、无机过氧化物引发剂、聚合助剂和酸度调节剂,

其中丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵、丙烯酸-N,N-二甲胺基乙酯、2- 丙烯酰胺-2- 甲基丙磺酸(盐)三种单体的物质的量之比为 $(15 \sim 80) : (10 \sim 70) : (5 \sim 60)$ (mol%),

双官能团单体二丙烯酸酯的质量为其它三种单体质量之和的 0.8% ~ 10%，

三种单体与双官能团单体二丙烯酸酯的质量总和占反应体系总质量的质量分数为 10% ~ 60%；

氧化还原引发剂的质量为单体质量总和的 0.1% ~ 2%，其中氧化剂与还原剂的物质的量之比为 1: (1 ~ 0.2)；

无机过氧化物引发剂的质量为单体质量总和的 0.02% ~ 2.0%；

聚合助剂的质量为单体质量总和的 0.01% ~ 1.5%。

3. 如权利要求 2 所述的水溶性有机两性共聚物絮凝剂的制备方法，其特征在于权利要求 2 中的氧化还原引发剂是氧化剂为过氧化氢、过硫酸铵、过硫酸钠、过硫酸钾中的任一种，还原剂为亚硫酸氢钠、亚硫酸氢钾、亚硫酸钠、硫代硫酸钠中的任一种。

4. 如权利要求 2 所述的水溶性有机两性共聚物絮凝剂的制备方法，其特征在于权利要求 2 中的无机过氧化物引发剂是过氧化氢、过硫酸铵、过硫酸钠、过硫酸钾中的任一种。

5. 如权利要求 2 所述的水溶性有机两性共聚物絮凝剂的制备方法，其特征在于权利要求 2 中的酸度调节剂是氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、碳酸钠、碳酸氢钠、盐酸中的任一种。

6. 如权利要求 2 所述的水溶性有机两性共聚物絮凝剂的制备方法，其特征在于权利要求 2 中的聚合助剂是二乙醇胺、三乙醇胺、乙二胺四乙酸及其盐、水溶性含氟化合物如氟硅酸、氟硅酸钙、氟化钾、氟化钠中的任一种或二种以上的混合物。

一种水溶性有机两性共聚物絮凝剂及制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及水溶性有机两性共聚物絮凝剂及制备方法。

背景技术

[0002] 水是人类生存和社会发展的基本物质。目前世界范围内水环境正面临水资源紧缺、过渡消耗和严重污染的问题。世界卫生组织(WHO) 调查表明:人类 80%的疾病与水质不安全有关。中国是一个水资源大国,同时又是一个严重缺水、水资源利用率极低和水污染严重的国家,三大因素严重制约了人们正常的生活和经济的可持续发展。因此,对废(污)水进行有效处理并回用是解决有限的水资源满足人们日益增长的生产和生活需求的必然途径。在废(污)处理和污泥脱水过程中,絮凝法是一种重要、有效而又经济、简便的方法,国内外的工业废水、生活污水使用絮凝技术处理比例在 55%~85%,自来水工业和污泥脱水 100%使用絮凝法进行处理;废(污)水絮凝和污泥脱水的效果对后续工序的运行、出水的达标排放及处理费用密切相关,而絮凝剂是废(污)水处理、固液分离的关键因素之一,因此进行新型、无毒和高效絮凝剂的研发是水处理工作的重点和方向。

[0003] 絮凝剂可分为微生物絮凝剂、无机絮凝剂和有机高分子絮凝剂等几大类。微生物絮凝剂对环境和人类具有较高的安全性,目前微生物絮凝剂大多还处于菌种的筛选阶段,且存在成本较高,无法适应工业化生产和应用的要求。无机絮凝剂由于用量大、生成污泥多、腐蚀性强、产生二次污染和易受废(污)水水质影响,在有些场合净水效果不理想,应用受到很大的局限,正逐步被有机絮凝剂取代。有机高分子絮凝剂具有用量少、絮凝速度快、生成污泥少、脱色性好和受废(污)水水质影响小等优点而日益受到重视;根据来源不同,有机高分子絮凝剂可分为天然有机高分子絮凝剂和合成有机高分子絮凝剂;天然有机高分子絮凝剂优点是原料来源丰富、价格便宜、基本无毒、易生化降解和基本不造成二次污染,缺点是成分复杂、组成不稳定、性能波动大、贮存过程中可能存在变质以及生产过程使用大量的有机溶剂等问题,使其实际应用受到限制;合成有机高分子絮凝剂性能稳定,可根据需要控制合成产物的分子量及结构等优点,可分为非离子、阴离子、阳离子和两性型。随着社会和经济的发展,现代工业和生活污水的排放量及化学需氧量(Chemical Oxygen Demand, COD_{Cr}) 不断增加,废(污)水组成和性质变得日益复杂,用常规的絮凝剂难以满足要求,而废(污)水中的微粒表面通常带有负电荷,同时水体中含有一定量的有毒金属离子,非离子、阴离子和阳离子型高分子絮凝剂的使用受到了限制;两性有机高分子絮凝剂的聚合物分子链上同时包含正负电荷基团,称为两性高分子(amphoteric polymer)或两性聚电解质(amphoteric polyelectrolyte),因其分子的特殊结构而具有一些特性,如电中和、吸附架桥以及分子间的“缠绕”包裹作用,适用于阴、阳离子共存的废(污)水,对于由阴离子表面活性剂所稳定的分散液、乳浊液以及各类污泥或者由阳离子所稳定的各种胶体分散液,均有良好的絮凝和污泥脱水功效,可用作水处理絮凝剂、污泥脱水剂、吸附剂及金属离子螯合剂等;由于具有较好的脱水性、金属离子去除性、对 pH 值要求范围宽和抗盐性好等优点,使得两性有机高分子絮凝剂有很广泛应用范围,已成为国内外研究的热点。

[0004] 目前国内外研发的合成类两性有机高分子絮凝剂主要有通过聚丙烯酰胺(pAM)的改性,即通过酰胺基的化学反应,如曼尼希(Mannich)反应、水解或接枝反应改性,及以聚丙烯腈(pAN)为高分子链,用双氰双胺改性的两性聚丙烯腈-双氰双胺(pAN-DCD)两大类;《有机化工原料》[M],1999年1月第3版,化学工业出版社,司航主编,介绍了丙烯酰胺(AM)、丙烯腈(AN)属剧毒化学品;《丙烯酰胺聚合物》[M],2006年4月第1版,化学工业出版社,方道斌等主编,介绍了丙烯酰胺对人体和环境的危害,“接触丙烯酰胺有三种形式,经口、呼吸道吸入及皮肤接触。丙烯酰胺被吸入后分布于体液中。水是最重要的被污染物。非职业性接触丙烯酰胺主要来自被丙烯酰胺污染的饮用水和食品。丙烯酰胺的毒性主要表现为皮肤损害和神经系统损害。美国环境保护局(EPA)对丙烯酰胺对人的毒性反应的规定是:短期和长期经口或接触丙烯酰胺可引起人的神经系统的伤害,并认为低浓度丙烯酰胺也是一种对神经系统有损害的物质。急性中毒反应是对皮肤和呼吸道有刺激性,接触部位皮疹。慢性中毒引起神经毒性反应,影响中枢神经和周围神经”。“1994年国际癌症研究机构(IARC)考察对动物基因毒性,将丙烯酰胺由原来1987年列为2B组(有可能致癌)提升到了2A组(很可能致癌)”。“鉴于丙烯酰胺对人类和环境健康的影响,WHO、IARC、美国食品药品监督管理局(FDA)、EPA、欧盟(EU)和中国政府等对环境中丙烯酰胺的限量都作了严格的规定”。“各国对水处理中聚丙烯酰胺的最大允许投加量及聚丙烯酰胺产品中残留单体丙烯酰胺的最大允许含量有严格的限定。例如,WHO规定在水净化中聚丙烯酰胺的投加量不得超过1mg/L。产品中丙烯酰胺的残留量不得超过0.05%,即丙烯酰胺在饮水中最大的残留量0.0005 mg/L”。随着环境保护意识的增强以及废(污)水污染治理的严峻形势,水处理的要求愈来愈高。本发明的目的及意义旨在针对国内外现有制备絮凝剂的单体的毒性,选择无(低)毒性的单体,采用适宜的聚合方法和工艺条件,制备一种无(低)毒、实用、有效和经济的新型水溶性有机两性共聚物絮凝剂,以满足废(污)水处理的需求。

[0005] 目前合成类两性高分子絮凝剂存在以下缺陷:

- 1、合成两性高分子絮凝剂选用了丙烯酰胺、丙烯腈剧毒性的单体,聚合残留单体和分解后的小分子都会产生二次污染;
- 2、曼尼希(Mannich)反应需使用大量的有机溶剂,不符合绿色化学的原则;
- 3、经曼尼希反应改性的聚丙烯酰胺类两性高分子絮凝剂,不适用于处理pH高的废水,贮存稳定性不高。

[0006] 本发明在保持絮凝剂的絮凝效率不降低的前提下,可达到性能更好的情形:

- 1、选用单体无(低)毒,不造成二次污染,更符合绿色化学要求;
- 2、共聚合以水为溶剂,符合清洁化生产的原则;
- 3、克服了由于聚丙烯酰胺类絮凝剂脱水效果差、性能不稳定的缺点;
- 4、共聚合在低温选用氧化还原引发剂,高温选用无机过氧化物引发剂,同时配以酸度调节剂和聚合助剂,使产物的分子量满足了使用要求,也减少残留单体。

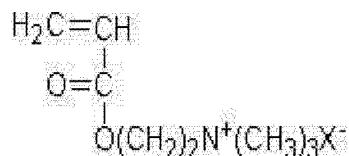
发明内容

[0007] 通过新的技术,提供一种性能稳定、使用范围更广和絮凝效果更好的水溶性有机两性共聚物絮凝剂及操作简单的制备方法。

[0008] 该水溶性有机两性共聚物絮凝剂是由丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵、丙烯

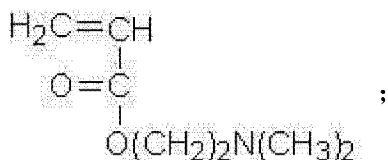
酸 -N, N- 二甲胺基乙酯与 2- 丙烯酰胺 -2- 甲基丙磺酸(盐) 及双官能团单体二丙烯酸酯共聚而成的共聚物,其特征在于,

单体 1 是丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵,结构式为

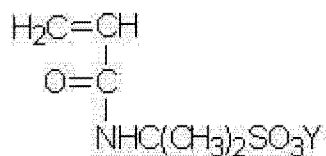


式中 X 是 Cl、Br ;

单体 2 是丙烯酸 -N, N- 二甲胺基乙酯,结构式为

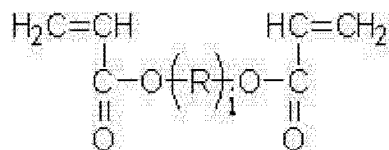


单体 3 是 2- 丙烯酰胺 -2- 甲基丙磺酸(盐),结构式为

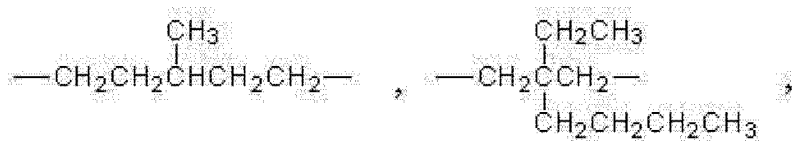
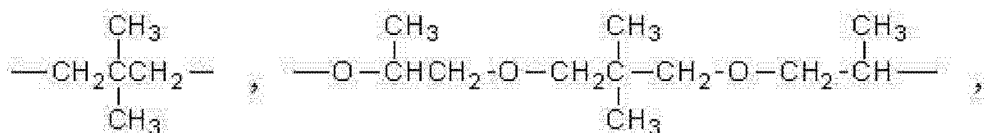


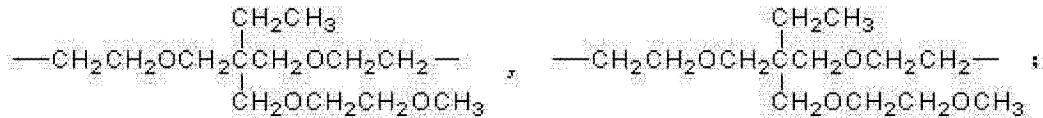
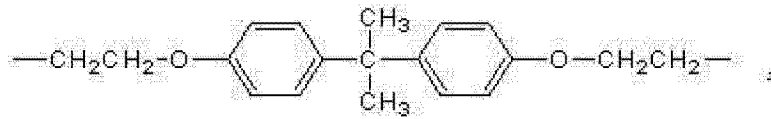
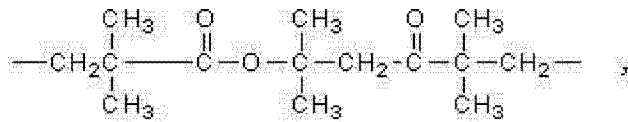
式中 Y 是 H、Na 或 K ;

双官能团单体二丙烯酸酯,结构式为

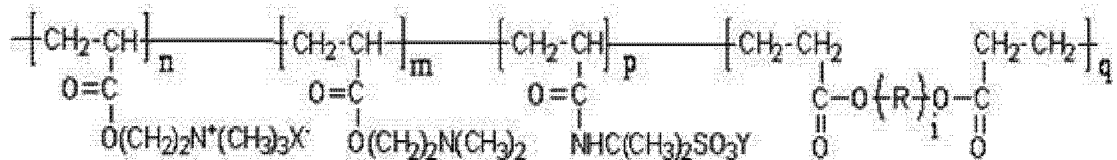


式中 $1 \leq i \leq 23$ (i 为正整数),





三种单体及双官能团单体二丙烯酸酯按照一定的量比共聚合形成的共聚物的结构式为



式中 $1 \leq n \leq 41305$; $1 \leq m \leq 55858$; $1 \leq p \leq 38600$; $1 \leq q \leq 47003$; $1 \leq i \leq 23$, n, m, p, q, i 为正整数。

[0009] 本发明制备方法对上述共聚单体、双官能团单体二丙烯酸酯、氧化还原引发剂、无机过氧化物引发剂、酸度调节剂和聚合助剂等并无特别要求。例如共聚单体，通式可以表示为 $\text{CH}_2=\text{CHCOO}(\text{CH}_2)_2\text{N}^+(\text{CH}_3)_3\text{X}^-$ 的丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵，化学分子式表示为 $\text{CH}_2=\text{CHCOO}(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 的丙烯酸-N,N-二甲胺基乙酯，通式可以表示为 $\text{CH}_2=\text{CHCONHC}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{Y}$ 的2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(盐)，通式可以表示为 $\text{CH}_2=\text{CHCOO}(\text{R})_i\text{OOCCH}=\text{CH}_2$ 的双官能团单体二丙烯酸酯。试验结果显示，为使本发明所制备的水溶性有机两性共聚物絮凝剂的使用性能及经济性达到最佳效果，三种单体的物质的量之比控制在(15~80):(10~70):(5~60)(mol%);双官能团单体二丙烯酸酯的质量为其它三种单体质量之和的0.8%~10%;单体总质量占反应体系的质量分数的10%~60%。

[0010] 如前述，本发明在共聚合前期较低温度时加入氧化还原引发剂，其目的是为获得大分子量的共聚物。例如选用的氧化剂可以是过氧化氢、过硫酸铵、过硫酸钠、过硫酸钾中的任一种，还原剂为亚硫酸氢钠、亚硫酸氢钾、亚硫酸钠、硫代硫酸钠中的任一种。试验结果显示，氧化剂与还原剂的物质的量之比为1:(1~0.2)，用量在单体总质量的0.1%~2%范围内可达到理想的效果。

[0011] 如前述，本发明在聚合后期较高温度时加入无机过氧化物引发剂，其目的是为降低单体的残留，提高单体转化率。例如选用过氧化氢、过硫酸铵、过硫酸钠、过硫酸钾。试验结果显示，其用量为单体总质量的0.02%~2.0%范围内，单体转化率可达到理想的效果。

[0012] 如前述，本发明在共聚合反应中加入酸度调节剂，调整聚合体系的pH=2~9，其目的是为保证所用的引发剂能达到最理想的引发效率。所用调整pH的物质为氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、碳酸钠、碳酸氢钠、盐酸中任一种的水溶液。

[0013] 如前述,本发明在共聚合反应中加入聚合助剂,其目的是能使氧化还原引发剂引发形成的初级自由基以及单体自由基不被过早终止。例如选用二乙醇胺、三乙醇胺、乙二胺四乙酸及其盐、水溶性含氟化合物如氟硅酸、氟硅酸钙、氟化钾、氟化钠的任一种或二种以上的混合物。试验结果显示,其用量为单体总质量的 0.01% ~ 1.5% 范围内,能使氧化还原引发剂引发的共聚合反应得到大分子量水溶性有机两性共聚物絮凝剂并使聚合速率得以控制。

[0014] 本发明的方法包括以下步骤及工艺条件:

步骤 1、在四颈反应瓶中加入丙烯酸-N,N-二甲胺基乙酯、聚合助剂和蒸馏水搅拌溶解,抽真空两次,每次时间 5 分钟,中间通氮一次,时间 5 分钟;

步骤 2、在丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵中加入双官能团单体二丙烯酸酯用蒸馏水稀释混合均匀装入滴液漏斗(a),用蒸馏水溶解 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(盐)装入滴液漏斗(b);

步骤 3、在连续搅拌和通氮条件下,一次性加入氧化还原引发剂,升温至 35°C ~ 45°C,调整水溶液 pH 为 2 ~ 9,滴液漏斗(a)滴加丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵与双官能团单体二丙烯酸酯的混合液、滴液漏斗(b)滴加 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(盐)水溶液到四颈反应瓶中,二支滴液漏斗同时滴加,控制滴加速度,滴加时间是 0.5 ~ 3 小时,滴加完后恒温 0.5 ~ 4 小时,滴加和恒温过程中,每 10 分钟检查一次四颈反应瓶中反应液体的 pH 值,保持 pH 为 2 ~ 9;

步骤 4、升温至 75°C ~ 85°C,加入无机过氧化物引发剂继续反应,每 20 分钟检查一次四颈反应瓶中反应液体的 pH 值,保持 pH 为 2 ~ 9,反应时间 1 ~ 3.5 小时,冷却,出料,得到水溶性有机两性共聚物絮凝剂产品。

[0015] 本发明方法是由三种单体和双官能团单体二丙烯酸酯进行变温共聚合,反应体系存在足量的活性自由基,能使共聚合反应连续进行;采用水溶性氧化还原剂作为低温引发剂,保证了絮凝剂具有足够高的分子量;调整反应体系的 pH,使引发效率更为理想;辅以一定量的聚合助剂,减少了反应体系中的杂质,防止活性自由基过早终止;在聚合反应后期加入无机过氧化物引发剂,降低了单体的残留,提高了转化率。

[0016] 本发明与现有用于水处理的两性聚丙烯酰胺类絮凝剂相比,具有以下优点:

1、与现有技术生产的有机共聚两性高分子絮凝剂相比,所用单体无(低)毒,对环境几乎无影响;

2、采用水溶性氧化还原剂作为低温引发剂,在后期加入水溶性过氧化物引发剂,保证了絮凝剂具有足够高的分子量,且转化率更高,残留单体含量更低;

3、制备方法简单,反应条件温和,宜于推广应用;

4、性能稳定,适用于较宽的 pH 值范围,处理废水种类多,投入量小(仅为 1 ~ 200mg/L),具有明显的经济效益。

[0017] 附图说明 附图是单体 1、单体 2、单体 3 和双官能团单体二丙烯酸酯按照一定量比,在引发剂和聚合助剂作用下,进行共聚合反应的化学式。

[0018] 实施案例 结合实施例对本发明进一步说明如下:

实施例 1

步骤 1、在装有温度计、通氮装置以及搅拌器的 250mL 的四颈反应瓶中加入 3g 丙烯

酸-N,N-二甲胺基乙酯、0.006g 聚合助剂乙二胺四乙酸钠与氟化钾的混合物和 16g 蒸馏水搅拌溶解,抽真空两次,每次时间 5 分钟,中间通氮一次,时间 5 分钟;

步骤 2、在 16g 丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵中加入 1g 双官能团单体二丙烯酸酯用 4g 蒸馏水稀释混合均匀装入滴液漏斗(a),用 12g 蒸馏水溶解 2g 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(盐)装入滴液漏斗(b);

步骤 3、在连续搅拌和通氮条件下,一次性加入 0.17g 氧化还原引发剂过硫酸钾和亚硫酸氢钠的混合物,氧化剂与还原剂的物质的量之比是 1: 0.5,升温至 35℃,调整水溶液 pH 为 6,滴液漏斗(a)滴加丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵与双官能团单体二丙烯酸酯的混合液、滴液漏斗(b)滴加 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(盐)水溶液到四颈反应瓶中,二支滴液漏斗同时滴加,控制滴加速度,滴加时间是 1 小时,滴加完后恒温 3.5 小时,滴加和恒温过程中,每 10 分钟检查一次四颈反应瓶中反应液体的 pH 值,保持 pH 为 6;

步骤 4、升温至 75℃,加入 0.05g 无机过氧化物引发剂过硫酸钾继续反应,每 20 分钟检查一次四颈反应瓶中反应液体的 pH 值,保持 pH 为 6,反应时间 3.5 小时,冷却,出料,得到水溶性有机两性共聚物絮凝剂产品,分子量为 7.7×10^6 ,转化率为 98.2%。

[0019] 实施例 2

步骤 1、在装有温度计、通氮装置以及搅拌器的 250mL 的四颈反应瓶中加入 6g 丙烯酸-N,N-二甲胺基乙酯、0.045g 聚合助剂乙二胺四乙酸钠与氟化钾的混合物和 30g 蒸馏水搅拌溶解,抽真空两次,每次时间 5 分钟,中间通氮一次,时间 5 分钟;

步骤 2、在 30g 丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵中加入 2g 双官能团单体二丙烯酸酯用 8g 蒸馏水稀释混合均匀装入滴液漏斗(a),用 25g 蒸馏水溶解 4g 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(盐)装入滴液漏斗(b);

步骤 3、在连续搅拌和通氮条件下,一次性加入 0.35g 氧化还原引发剂过硫酸钾和亚硫酸氢钠的混合物,氧化剂与还原剂的物质的量之比是 1: 0.7,升温至 45℃,调整水溶液 pH 为 5,滴液漏斗(a)滴加丙烯酰氧乙基三甲基卤化铵与双官能团单体二丙烯酸酯的混合液、滴液漏斗(b)滴加 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸(盐)水溶液到四颈反应瓶中,二支滴液漏斗同时滴加,控制滴加速度,滴加时间是 1.5 小时,滴加完后恒温 3 小时,滴加和恒温过程中,每 10 分钟检查一次四颈反应瓶中反应液体的 pH 值,保持 pH 为 5;

步骤 4、升温至 75℃,加入 0.15g 无机过氧化物引发剂过硫酸钾继续反应,每 20 分钟检查一次四颈反应瓶中反应液体的 pH 值,保持 pH 为 5,反应时间 3 小时,冷却,出料,得到水溶性有机两性共聚物絮凝剂产品,分子量为 7.4×10^6 ,转化率为 97.7%。

[0020] 应用实施例

将以上实施例 1、2 制备的 NO. 1、NO. 2 水溶性有机两性共聚物絮凝剂用于制药废水的絮凝处理(见表 1、表 2)。

表 1. 制药废水原水指标

水质指标	pH	COD _{Cr} (mg/L)	色度	浊度 (NTU)
	0.8	20020.0	88.5	56.0

表 2. 絮凝剂处理制药废水

絮凝剂	COD _{Cr}	色度	浊度
	去除率 (%)		
NO.1	72.63	52.95	56.89
NO.2	71.98	53.02	55.91

注：絮凝剂用量为 60mg/L，处理前可先将废水的 pH 调至 3~9。

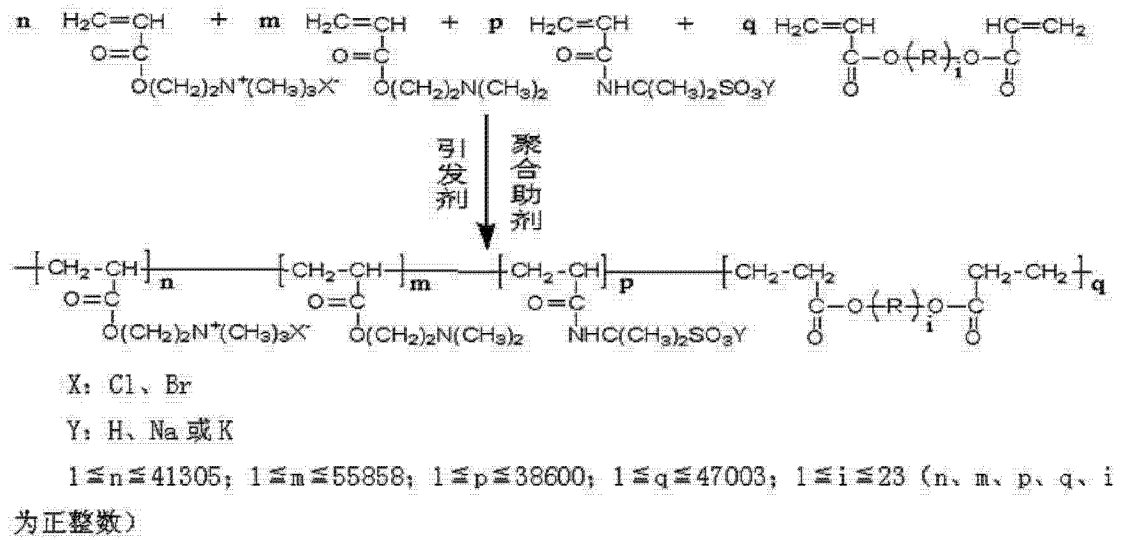


图 1