

阳离子聚丙烯酰胺水分散液的制备及表征^{*}

黄 振^{**} 舒 鑫 冉千平 刘加平

(江苏博特新材料有限公司 南京 211103) (江苏省建筑科学研究院 南京 210008)

(高性能土木工程材料国家重点实验室 南京 211103)

摘 要 通过丙烯酰胺(AM)与甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC)的水相分散共聚合制得阳离子聚丙烯酰胺(CPAM)水分散液.以红外光谱(FTIR),核磁共振(¹H-NMR),光学显微照片(OP)证实了产物结构与形成机理;研究了引发剂类型及用量,无机盐选择及用量,分散剂用量及单体配比对 CPAM 转化率、分子量及分散液黏度的影响.结果表明,采用 2,2'-偶氮二[2-(2-咪唑啉-2-代)丙烷]二氢氯化物(VA-044)和过硫酸钾(KPS)/甲醛次硫酸氢钠(SFS)复合引发剂,在硫酸铵浓度 28%~32%,同时添加少量硫酸锂或氯化钠,分散剂 0.5%~1.5%(所有物质用量皆对总反应体系而言)条件下,可在高转化率同时得到分子量较高、流动性良好的 CPAM 水分散液.

关键词 阳离子聚丙烯酰胺,水分散液,分散聚合,污泥脱水

阳离子聚丙烯酰胺(CPAM)是目前最为常用的污泥脱水絮凝剂,主要有干粉型和乳液型.干粉型应用广泛,但使用时溶解往往长达几个小时^[1~3].反相乳液或反相微乳液分子量较高,溶解很快,但其含有大量烃类有机溶剂,溶解时需加入相反转剂,易造成二次污染^[4~6].

水分散聚合(aqueous dispersion polymerization,也称之为水包水聚合或双水相聚合)以生产效率、工艺绿色环保、溶解迅速(5~10 min)和絮凝性能优异成为各国研究重点.早期聚丙烯酰胺水分散聚合方法与常规分散聚合类似,即采用水和小分子醇(如叔丁醇或异丙醇)作为混合介质.这种方法受单体在混合介质中溶解度所限,最终产品含量较低;而且小分子醇对聚合有较强的链转移作用,很难得到高分子量产品^[7~10].使用聚合多元醇(如聚乙二醇)代替小分子醇^[11~13],可以降低链转移作用,但大量聚乙二醇的使用提高了生产成本.最近一些文献报道了一种在盐水介质中聚丙烯酰胺与阳离子单体共聚的分散体系,此体系在聚合中存在一个黏度剧烈增加的过程,如控制不当极易导致凝胶.一种方法是在共聚阳离子单体中引入长链烷基或苯环等疏水基团,加快聚合物析出,降低聚合体系黏度.还有报道称可以加入疏水共聚单体(如丙烯酸酯、苯乙烯),使聚合物提前析出,抑制

体系黏度增加^[14~17].

本文将 AM 与 DMC 在硫酸铵和硫酸锂水溶液中,以聚丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(PDAC)为分散稳定剂,采用 VA-044 和过硫酸钾(KPS)/甲醛次硫酸氢钠(SFS)作为复合引发剂进行分散聚合,有效地解决了聚合过程中的黏度暴增,得到流动性良好、溶解快速、分子量高的 CPAM 水分散液;通过红外(FTIR),核磁共振(¹H-NMR),光学显微照片(OP)等手段表征了产物的化学结构与微观形貌,并研究了引发剂类型及用量,无机盐选择及用量,分散剂用量及单体配比对 CPAM 转化率、分子量及分散液黏度的影响.

1 实验部分

1.1 原料与试剂

丙烯酰胺(AM),分析纯,广东西陇化工有限公司;硫酸铵、硫酸锂、氯化钠、过硫酸钾、甲醛次硫酸氢钠、溴化钾、溴酸钾、碘化钾、硫代硫酸钠、无水乙醇和丙酮均为分析纯,国药集团;丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DAC,75%水溶液)、甲基丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵(DMC,80%水溶液),江苏富森科技股份有限公司;2,2'-偶氮二[2-(2-咪唑啉-2-代)丙烷]二氢氯化物(VA-044)、2,2'-偶氮二异丁基脒二盐酸盐(V-50),日本和光纯药

^{*} 2012-10-30 收稿,2012-12-31 修稿.

^{**} 通讯联系人,E-mail:huangzhen@cnjsjk.cn

doi:10.3724/SP.J.1105.2013.12329

工业株式会社;实验中用水均为去离子水.

1.2 稳定剂制备及表征

分散稳定剂聚丙烯酰氧乙基三甲基氯化铵 (PDAC) 为实验室采用溶液聚合自制. 15% DAC 水溶液在通氮气条件下, 加入引发剂 V-50 (单体量的 0.01%), 50 °C 下反应 24 h 后再在 80 °C 下反应 6 h. 在 25 °C 恒温水浴中以 1.00 mol/L 氯化钠水溶液为溶剂, 采用乌氏黏度计测定 PDAC 的特性黏数, 根据文献[18]报道关系式计算分子量约为 8.5×10^5 .

1.3 CPAM 水分散液的制备及表征

在装有机械搅拌、氮气导入管、冷凝回流管的四口圆底烧瓶中按比例加入 AM、DMC、硫酸铵、硫酸锂或氯化钠、PDAC 和去离子水, 300RPM 搅拌溶解, 通氮气除氧, 升温至反应温度 35 °C, 0.5 h 后加入一半引发剂开始反应, 12 h 后补加剩下的引发剂, 反应 24 h 后停止搅拌, 得到 CPAM 水分散液. 典型配方为: 总单体 15 wt%, AM 和 DMC 摩尔配比 90:10, 硫酸铵 30 wt%, 硫酸锂 1 wt%, PDAC ($M_w = 8.5 \times 10^5$) 1 wt%, 引发剂采用 VA-044 和 KPS/SFS 复合引发剂, 浓度均为 1.13×10^{-3} wt% (所有物质用量皆对总反应体系而言, 其余部分为水). 改变上述反应物的投料量, 可得到一系列 CPAM 水分散液.

取少量水分散液滴于载玻片上, 用 Nikon eclipse e400 POL 光学显微镜观测粒子形态; 将水分散液加入水中稀释溶解后配成 2% 水溶液, 滴加到两倍体积乙醇中沉淀出聚合物, 此操作重复 3 次, 除去体系中无机盐和未反应单体, 所得聚合物 45 °C 下真空干燥至恒重. 干燥后的样品采用溴化钾压片法, 在 Thermo Nicolet AVATAR 370 对样品进行红外测试; 取 10 mg 左右干燥后样品溶于 D_2O 中, 采用 BRUKER DPX 300 测出产品的核磁谱图; 干燥后的样品以 1.00 mol/L 的 NaCl 水溶液为介质, 在 30 °C 下用乌氏黏度计测其特性黏数, 根据文献[19]公式计算分子量; 分散液黏度采用 SNB-AI 智能黏度计测定.

2 结果与讨论

2.1 引发剂种类及其用量对 CPAM 水分散液性质的影响

引发剂的选择与用量对分散聚合有着重要影响, 不同引发剂引发反应的温度不同, 对于水分散聚合, 其关键点在于聚合物及时与溶液产生相

分离, 避免聚合体系黏度暴增. 温度过高反应速率高于聚合物析出速率, 极易凝胶; 温度过低对无机盐溶解度影响较大, 也不利于聚合物的相分离.

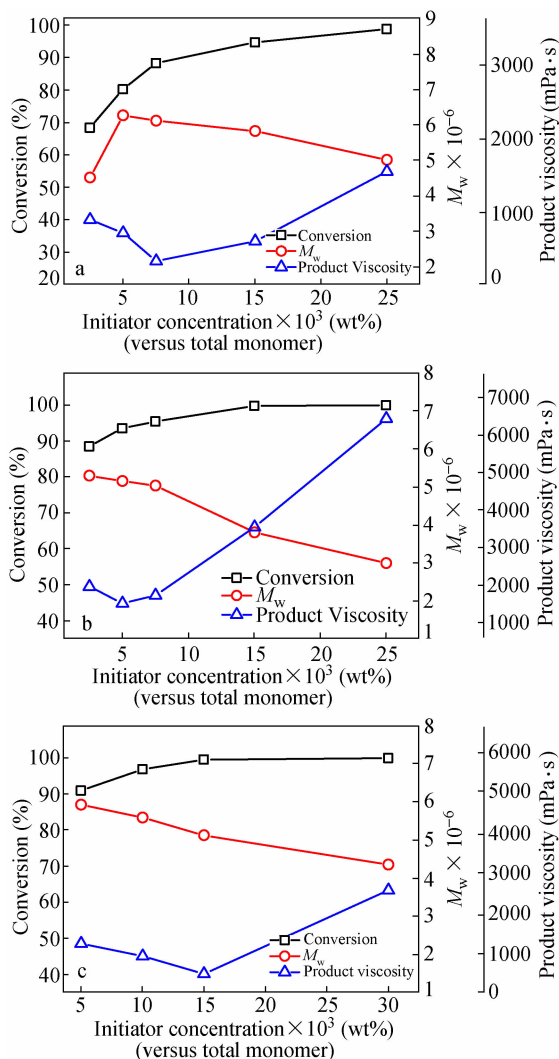


Fig. 1 Effect of initiator concentration on dispersion polymerization

Monomer: 15 wt%; AM/DMC: 90/10; $(NH_4)_2SO_4$: 30 wt%; Li_2SO_4 : 1 wt%; PDAC ($M_w = 8.5 \times 10^5$) 1 wt%; temperature: 35 °C; Initiator: (a) VA-044, (b) KPS/SFS and (c) combination of VA-044 and KPS/SFS

分别选用水溶性偶氮引发剂 VA-044、氧化还原引发剂过硫酸钾/甲醛次硫酸氢钠 (KPS/SFS) 以及两者共用, 研究发现采用 VA-044 得到的水分散液分子量较高, 同时分散液黏度较低, 流动性较好, 但反应转化率偏低 (如图 1(a) 所示); 而采用 KPS/SFS 反应转化率较高, 但产品分子量稍低, 同时分散液流动性较差 (如图 1(b) 所示). 采用初期以 VA-044 为引发剂, 反应中期补加 KPS/SFS 的方法可以在高转化率下得到分子量较高、

流动度好的 CPAM 水分散液(如图 1(a)所示). 引发剂用量对反应也有着重要影响,引发剂用量越大,分子量越小,同时转化率越高,这与自由基聚合的原理是一致的. 在引发剂用量不足或过量时,分散液黏度较大,这可能是因为:引发剂不足时,体系转化率低,分散剂大大过量,只有部分吸附在 CPAM 粒子上,大部分仍溶于溶液中,由于分散剂本身也是一种分子量较高的聚合物,因此会提高分散液黏度;引发剂过量时,反应速度大大加快,部分聚合物可能来不及析出而仍溶解在溶液中,此时会大大提高分散液黏度,如果搅拌或散热不当,很有可能造成体系凝胶,引发剂用量较多得到的分散液也不利于长期储存,会逐渐失去流动性,最终形成乳白色的胶状物,这可能是由于反应过于迅速,体系形成部分微凝胶,其具有较强亲水性,在放置过程中逐渐被水溶胀,整个体系因此失去流动性而形成具有一定机械强度的水凝胶.

2.2 无机盐对 CPAM 水分散聚合及产物性能的影响

无机盐具有较强水化能力,可与聚合物表面

吸附的亲水膜反应形成水化离子,从而破坏亲水膜结构,使聚合物稳定性下降,从体系中沉淀出来,此即盐析作用. 合适的无机盐必须具有适宜的盐析能力:若盐析能力太弱,聚合物很难沉淀,体系在聚合时易凝胶;若盐析能力太强,则稳定剂在溶液中将处于蜷缩状态,吸附效率和稳定效率会受到很大影响. Li^+ , NH_4^+ 和 Na^+ 离子水化数较高^[20] 分别为 8.2, 5.0 和 4.9 (质量摩尔浓度为 1.0),实验证明 NH_4^+ 和 Na^+ 为比较合适的阳离子;对于阴离子来说水化能力柠檬酸根 > 酒石酸根 > 硫酸根 > 氯离子,但采用有机酸根易导致分子量和转化率偏低,这可能是由于其具有较强的链转移作用,因此实际中使用硫酸根或氯离子. 合适的无机盐还必须具有较高溶解度并且溶解度随温度变化小. 硫酸铵溶解度较大,而硫酸钠在 40 ℃ 以下溶解度相对较小,因此本文选择以硫酸铵为主,添加少量硫酸锂或氯化钠形成复合无机盐体系,以得到更好的盐析效果.

由表 1 可见,硫酸铵浓度对反应转化率影响不大,分子量随着硫酸铵浓度先增大后减小,分散

Table 1 Effect of salt concentration on dispersion polymerization

Inorganic salt	Concentration (%)	Conversion(%)	$M_w \times 10^{-6}$	Product viscosity(mPa·s)
(NH ₄) ₂ SO ₄	24		Gelation at early stage	
	26	98.7	3.87	7730
	28	99.5	4.75	2200
	30	99.5	5.10	1510
	32	99.7	4.27	2570
	34	98.5	3.18	4890
	36	Form many conglomerates at the last period of polymerization		
(NH ₄) ₂ SO ₄ + Li ₂ SO ₄	30 + 1	99.5	5.12	510
(NH ₄) ₂ SO ₄ + NaCl	30 + 1	98.9	4.92	590

Monomer: 15 wt% ; AM/DMC: 90/10, PDAC ($M_w = 8.5 \times 10^5$) 1 wt% ; Temperature: 35 ℃ ; Initiator: combination of VA-044 and KPS/SFS 0.015 wt% versus total monomer

液黏度先减小后增大. 硫酸铵浓度较低时,盐析作用较弱,此时聚合物临界链长变大,难以析出,导致体系黏度变大,反应初期不稳定极易凝胶,同时由于渗透压较小,生成的乳胶粒溶胀有较多的水,粒子粒径较大,内部黏度低,自由基易终止反应,因此分子量较低;当硫酸铵浓度增加时,盐析作用增强,此时聚合物很快从体系中析出,反应较易平稳进行,同时乳胶粒由于渗透压增大,粒径减小,内部黏度升高,自由基双基终止很难进行,分子量因而得到提高;当盐浓度过高时,稳定剂吸附效率和稳定效率受到影响,因此分散液黏度又变得很大,同时盐浓度增大使得乳胶粒渗透压进一步减

小,此时单体在水中和乳胶粒中的溶胀平衡被打破,聚合物链很难得到增长,因此分子量会大幅下降,在极端条件下,过高的盐浓度甚至会使分散体系失去稳定性,产生宏观相分离.

硫酸铵浓度在 28% ~ 32% 能够得到比较稳定,流动性良好的水分散液,同时添加少量硫酸锂或氯化钠能够进一步降低分散液黏度.

2.3 分散剂对 CPAM 水分散聚合及产物性能的影响

分散剂用量对 CPAM 水分散液性质的影响如图 2 所示,分散剂浓度对反应转化率影响不大,分子量随分散液浓度先增大后减小,分散液黏度

先减小后增大,这与无机盐对反应的影响类似.分散剂较少时,粒子的稳定性不足,小粒子聚变成大粒子,导致体系黏度变大,同时粒子的聚并导致乳胶粒数目减少,因此分子量有所下降;当分散剂浓度过高时,溶液中溶解大量的分散剂,增加了体系黏度,同时分散剂可能对 CPAM 产生链转移作用,使分子量下降.维持 PDAC 浓度在 0.5% ~ 1.5% 可以得到高分子量和转化率,流动性好的水分散液.

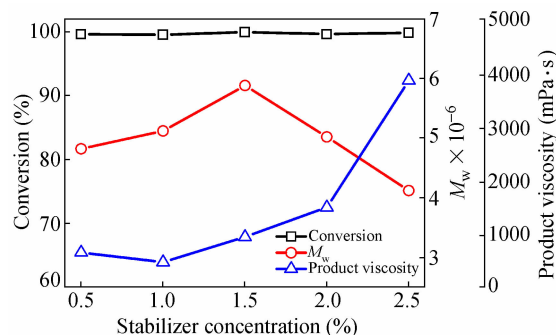


Fig. 2 Effect of stabilizer concentration on dispersion polymerization
Monomer: 15 wt% ; AM/DMC: 90/10; (NH₄)₂SO₄: 30 wt% ; Li₂SO₄: 1 wt% ; Temperature: 35 °C ; Initiator: combination of VA-044 and KPS/SFS0.015 wt% versus total monomer

单体 AM 与 DMC 比例对水分散液性质的影响如表 2 所示,随阳离子单体投料比率增加,聚合反应转化率和分子量大幅下降,分散液黏度大幅上升,当阳离子单体投料达到 30% 时将不能得到稳定分散液.这可能是由于 AM 与 DMC 竞聚率不同,DMC 活性更高,反应初期形成的聚合物中 DMC 含量远高于 30%,此时聚合物溶解性较好,聚合物很难析出成核,聚合反应主要为 DMC 溶液聚合,水分散聚合特性消失,体系黏度暴增而导致聚合失败.

Table 2 Effect of DMC/AM tatio on dispersion polymerization			
DMC/AM	Conversion (%)	$M_w \times 10^{-6}$	Product viscosity (mPa.s)
5:95	99.7	5.15	310
10:90	99.5	5.12	510
15:85	94.9	4.58	1750
20:80	85.2	4.02	3590
25:75	70.3	3.65	11370
30:70	Gelation at early stage		

Monomer: 15 wt% ; (NH₄)₂SO₄: 30 wt% ; Li₂SO₄:1 wt% ; PDAC ($M_w = 8.5 \times 10^5$) 1 wt% ; Temperature: 35 °C ; Initiator: combination of VA-044 and KPS/SFS 0.015 wt% versus total monomer

2.4 CPAM 水分散液的形成机理与表征

图 3(a)到图 3(d)显示了在合成过程中粒子形貌随时间的演变.如图 3(a)所示,反应初期体系为均相,此时生成的聚合物仍溶解在溶液中(注意照片中固体为水分挥发后无机盐析出形成的针状晶体);图 3(b)为分散聚合成核阶段,此时聚合物达到临界链长,开始析出形成初级粒子并聚并成核,从图中可以看到粒子粒径较小,同时粒子球形度好,表面光滑;随着反应继续进行,单体转化率越来越高,粒子粒径不断增加,这从图 3(c)上可以容易看出.由于新核形成和粒子表面积增大,分散剂稳定效果开始下降,可以观察到粒子球形度变差,表面变得粗糙,同时可以观察到一些椭圆形以及哑铃型异型粒子;图 3(d)显示了反应末期 CPAM 水分散液的形貌,此时单体已完全转化为 CPAM 粒子,数量明显增多,同时粒子仍能保持球形,椭圆形以及少量的异形粒子,这说明得到的水分散液是一个稳定分散体系.

图 4 是 CPAM 水分散液经处理后溶于 D₂O 中得到的核磁谱图.如图所示,聚合物主链骨架上次甲基(b)和亚甲基(a, c)的质子核磁位移分别位于 2.0 ~ 2.3 和 1.4 ~ 1.7,阳离子链上甲基(d)的质子核磁位移位于 0.9 ~ 1.1,与氧相连的亚甲基(e)、与氮相连的亚甲基(f)、与氮相连甲基(g)的质子核磁位移分别位于 4.41、3.65 和 3.0 ~ 3.1.这与文献[21]的描述相一致,证实了 CPAM 水分散液为 AM 与 DMC 共聚形成.此外通过 b 质子与 g 质子的核磁峰积分面积之比可以得到 CPAM 中 AM 与 DMC 的摩尔比,考虑到样品中分散剂不能完全沉淀除去,这部分分散剂对 g 质子的核磁峰积分面积也有所贡献,因此理论上来说, b 质子与 g 质子的核磁峰积分面积之比应在 6.5:1 ~ 9:1 之间,上图中两者比例为 7.34:1,这与两种单体的投料比是比较一致的.

图 5(b)是 CPAM 水分散液经处理后的傅里叶转换红外谱图,图 5(a)为非离子聚丙烯酰胺的红外谱图.图 5(a)中,3440 cm⁻¹处为伯酰胺上 N—H 基团的伸缩振动吸收峰;1660 cm⁻¹处为酰胺基 C=O 特征吸收峰;1400 cm⁻¹处为 CH₂ 中 C—H 键的变形振动吸收峰.将图 5(b)与图 5(a)进行比较发现,除 3440 cm⁻¹处伯酰胺上 N—H 基团的伸缩振动吸收峰和 1660 cm⁻¹酰胺基的特征谱带外,还有 1750 cm⁻¹处酯基的伸缩振动吸收峰;1460 cm⁻¹处与季氮相连的甲基—CH₃ 的吸收

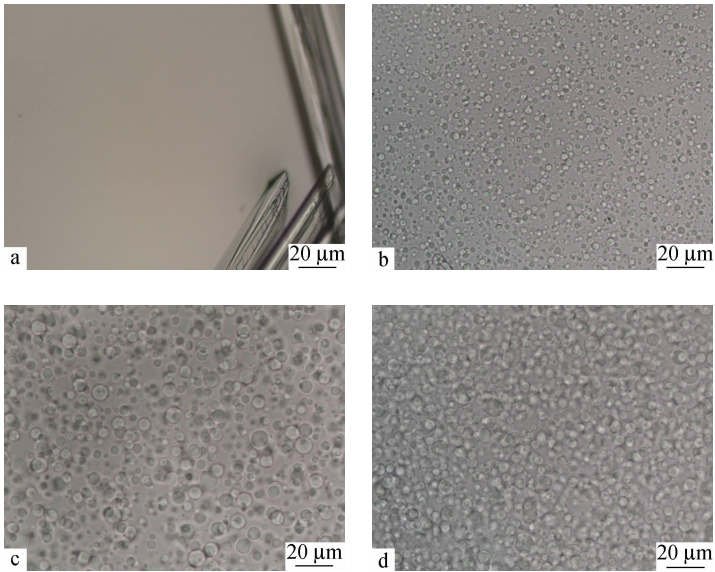


Fig. 3 Time-evolution optical micrographs of copolymer particles of AM and DMC prepared by dispersion polymerization: (a) 1 h, (b) 5 h, (c) 12 h and (d) 24 h
Monomer: 15 wt% ; AM/DMC: 90/10; (NH₄)₂SO₄: 30 wt% ; Li₂SO₄:1 wt% ; PDAC(*M_w* = 8.5 × 10⁵) 1 wt% ; Temperature: 35 ℃ ;
Initiator: combination of VA-044 and KPS/SFS 0.015 wt% versus total monomer

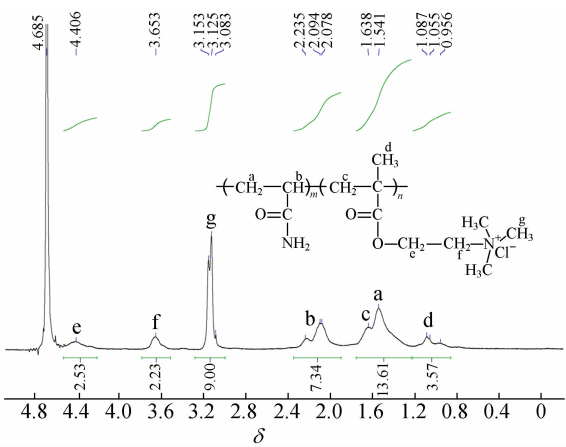


Fig. 4 ¹H-NMR spectrum of the copolymer of AM and DMC prepared by dispersion polymerization
Monomer: 15 wt% ; AM/DMC: 90/10; (NH₄)₂SO₄: 30 wt% ; Li₂SO₄:1 wt% ; PDAC (*M_w* = 8.5 × 10⁵) 1 wt% ;
Temperature: 35℃ ; Initiator: combination of VA-044 and KPS/SFS 0.015 wt% versus total monomer

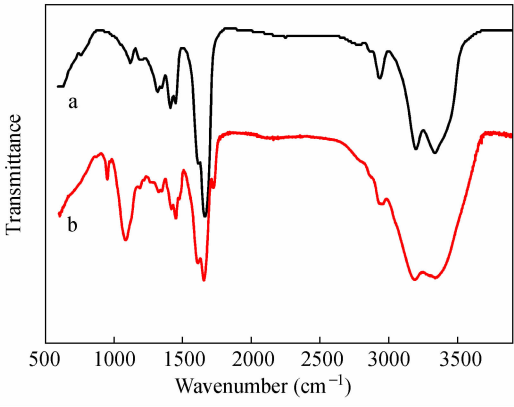


Fig. 5 FTIR spectra of non-ionic PAM (a) and copolymer of AM and DMC prepared by dispersion polymerization (b)
Monomer: 15 wt% ; AM/DMC: 90/10; (NH₄)₂SO₄: 30 wt% ; Li₂SO₄:1 wt% ; PDAC (*M_w* = 8.5 × 10⁵) 1 wt% ;
Temperature: 35 ℃ ; Initiator: combination of VA-044 and KPS/SFS 0.015 wt% versus total monomer

峰;950 cm⁻¹处季铵基的吸收峰^[22]. 以上结果充分证明聚合物链中 DMC 单元的存在. 同时从波数 1660 cm⁻¹, 1750 cm⁻¹和 950 cm⁻¹处吸收峰的大小也可以定性判定酰胺基含量远大于酯基和季铵基, 这些信息均与核磁所反映的情况以及聚合条件是吻合的.

3 结论

通过 AM 与 DMC 在盐水溶液中的分散聚合成功地制得 CPAM 水分散液, ¹H-NMR, FTIR 证实了其结构为 AM 与 DMC 共聚物, 不同阶段的光学显微镜照片揭示其反应机理为分散聚合, 最终产物为稳定分散在盐水溶液中的球形或椭球形 CPAM 粒子. 系统地研究了引发剂类型及用量, 无机盐选择及用量, 稳定剂用量及单体配比对

CPAM 转化率、分子量及分散液黏度的影响,结果表明,采用 VA-044 和过硫酸钾/甲醛次硫酸氢钠复合引发剂可以在高转化率下得到分子量较高、流动度好的 CPAM 水分散液;硫酸铵浓度在 28% ~ 32% 能够得到比较稳定,流动性好的水分散液,

同时添加少量硫酸锂或氯化钠能够进一步降低分散液黏度,分子量随着无机盐浓度先增大后减小,分散液黏度先减小后增大. 分散剂浓度 0.5% ~ 1.5% 较合适,分子量随着分散剂浓度先增大后减小,分散液黏度先减小后增大.

REFERENCES

1 Okada T, Ishigaki I, Suwa T, Machi S. *J Appl Polym Sci*, 1979, 24(7): 1713 ~ 1721

2 Fevola M J, Bridges J K, Kellum M G, Hester R D, McCormick C L. *J Polym Sci Polym Chem*, 2004, 42(13): 3236 ~ 3251

3 Ezell R G, Gorman I, Lokitz B, Ayres N, McCormick C L. *J Polym Sci Polym Chem*, 2006, 44(9): 3125 ~ 3139

4 Ge X W, Ye Q, Xu X L, Zhang Z C, Chu G S. *J Appl Polym Sci*, 1998, 67(6): 1005 ~ 1010

5 Peng Xiaohong(彭晓宏), Peng Xiaochun(彭晓春), Jiang Yonghua(蒋永华). *Acta Polymerica Sinica(高分子学报)*, 2007, (1): 26 ~ 30

6 Shen yinghua(申迎华), Xie Long(谢龙), Wang Zhizhong(王志忠). *Acta Polymerica Sinica(高分子学报)*, 2005, (6): 846 ~ 850

7 Ray B, Mandal B M. *Langmuir*, 1997, 13(8): 2191 ~ 2196

8 Ray B, Mandal B M. *J Polym Sci Polym Chem*, 1999, 37(4): 493 ~ 499

9 Ye Q, Zhang Z C, Jia H T, He W D, Ge X W. *J Colloid Interf Sci*, 2002, 253(2): 279 ~ 284

10 Guha S, Mandal B M. *J Colloid Interf Sci*, 2004, 271(1): 55 ~ 59

11 Jin Zhengzhong(金正中), Zhu Yong(朱永), Hu Yongdong(胡涌东). *Chemical Journal of Chinese Universities(高等学校化学学报)*, 1991, 12(7): 942 ~ 945

12 Lu Ting(吕挺), Shan Guorong(单国荣), Shang Kuanxiang(商宽祥). *Acta Polymerica Sinica(高分子学报)*, 2010, (6): 647 ~ 652

13 Shang Kuanxiang(商宽祥), Shan Guorong(单国荣). *Acta Polymerica Sinica(高分子学报)*, 2012, (8): 831 ~ 837

14 Chen Dongnian(陈冬年), Liu Xiaoguang(刘晓光), Yue Yumei(岳玉梅). *Acta Polymerica Sinica(高分子学报)*, 2006, (9): 1074 ~ 1077

15 Chen D N, Liu X G, Yue Y M, Wang P X. *Eur Polym J*, 2006, 42(6): 1284 ~ 1297

16 Wu Y M, Wang Y P, Yu Y Q. *J Appl Polym Sci*, 2006, 102(3): 2379 ~ 2385

17 Wu Y M, Chen Q F, Xu J. *J Appl Polym Sci*, 2008, 108(1): 134 ~ 139

18 Mabire F, Audebert R, Quivoron C. *Polymer*, 1984, 25(9): 1317 ~ 1322

19 Kabanov V A, Topchiev D A, Karaputa T. *J Polym Sci Polym Symp*, 1973, (42): 173 ~ 183

20 Cheng Pengli(程鹏里). *Acta Physico-Chimica Sinica(物理化学学报)*, 1985, (6): 579 ~ 585

21 Vu C, Cabestany J. *J Appl Polym Sci*, 1991, 42(11): 2857 ~ 2869

22 Shen Zhong(沈忠), Lian Hongyan(连虹艳), Zhou Yifeng(周艺峰), Nie Wangyan(聂王焰). *Acta Polymerica Sinica(高分子学报)*, 2010, (5): 530 ~ 535

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF CATIONIC
POLYACRYLAMIDE AQUEOUS DISPERSION

Zhen Huang, Xin Shu, Qian-ping Ran, Jia-ping Liu

(Jiangsu Research Institute of Building Science, Nanjing 210008) (Jiangsu Bote New Materials Co. , Ltd. , Nanjing 211103)

(State Key Laboratory of High Performance Civil Engineering, Nanjing 211103)

Abstract Aqueous copolymer dispersion of acrylamide (AM) and 2-methylacryloylxyethyl trimethyl ammonium chloride (DMC) was synthesized through dispersion polymerization in aqueous solution of ammonium sulfate and a modicum of sodium chloride or lithium sulfate, using poly(acryloylxyethyl trimethyl ammonium chloride) (PDAC) as the stabilizer and the combination of 2,2'-azobis(*N,N'*-dimethyleneisobutyramidine) dihydro chloride (VA-044) and potassium persulfate (KPS)/formaldehyde sodium bisulfite (SFS) as the initiator. The resultant product was characterized using Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy and H nuclear magnetic resonance (¹H-NMR) spectroscopy to evaluate the chemical composition and structure. The results showed that DMC participated in the copolymerization process with AM in accordance with the feeding ratio. Copolymerization progress was monitored with optical microscopy to reveal the particle formation mechanism. Polydisperse spherical particles were formed in the system. The effects of initiator type and concentration, inorganic salts concentration, stabilizer concentration as well as AM/DMC molar feed ratio on the polymerization conversion, the dispersion viscosity, the copolymer molecular weight were systematically studied. The optimum reaction conditions for preparing stable dispersion with good fluidity were concentrations of 28% ~ 32% of ammonium sulfate, 1% of sodium chloride or lithium sulfate and 0.5% ~ 1.5% of the stabilizer.

Keywords Cationic polyacrylamide, Aqueous dispersion, Dispersion polymerization, Sludge dewatering