



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения**

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 2001490
(22) 08.12.2020
(46) Бюл. 176, 2021
(71)(73) Научно Исследовательский Институт
ТНУ (TJ)
(72) Маликов Т.С. (TJ); Нурматов Т.М. (TJ);
Мухиддинов З.К. (TJ); Эраджи Шерали (TJ);
Кудратова Ш.Х. (TJ)
(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОНАБУ-**
ХАЮЩЕГО ГИДРОГЕЛЯ
(56) 1. Вейцер Ю.И., Минц Д.М. Высокомолекуляр-
ные флокулянты в процессах очистке природных и
сточных вод. - М.: Стройиздат, 1984, - 200 с.
2. АС SU 1659426, кл. C08F 120/56, опубл.
30.06.1991.
(57) Изобретение относится к области химии поли-
меров, а именно к способу получения высоконабу-
хающего гидрогеля, и может быть использовано в
медицине, биотехнологии, сельском хозяйстве, для
создания водопоглощающих устройств и средств, а
также для очистки промышленных и сточных вод от
серосодержащих органических и неорганических
соединений.

2

Целью настоящего изобретения является упро-
щения способа получения высоконабухающих гидро-
гелей содержащих координационные соединений медь
(II) с акриловой кислотой, повышения влагонабухае-
мости гидрогеля и возможность ее регулирование.

Для получения высоконабухающего водонерас-
творимого гидрогеля, проводят полимеризацию водно-
го раствора акриловой кислотой с координационными
соединениями меди (II) в присутствии персульфата
аммония в качестве радикального инициатора полиме-
ризации при температуре 25-90°C в течение 15-30 ми-
нут. Гидрогель акриловую кислоту содержащую медь
(II) получают при смешивании растворов акриловой
кислоты, соли медь (II), инициатора - водного раствора
персульфата аммония, и оставляют на воздухе при
комнатной температуре или в начале нагревают до
появления первых пузырьков начало радикальной по-
лимеризации. Реакция полимеризация заканчивается в
разные время в зависимости от температуры среды,
концентрации инициатора и мономера. Затем образу-
ющихся полимеров обрабатывают 10% щелочом, да-
лее водой промывают от остатки щелочи и высушивают
при температуре 70-90°C.

Изобретение относится к области химии полимеров, а именно к способу получения высоконабухающего гидрогеля, и может быть использовано в медицине, биотехнологии, сельском хозяйстве, для создания водопоглощающих устройств и средств, а также для очистки промышленных и сточных вод от серосодержащих органических и неорганических соединений.

Анализ патентной литературы показывает, что получение гидрогелей на основе акриловой кислоты и ее солей, полиакриламида или их сополимеров, в том числе с участием добавок водонерастворимых акрилатов проводится с целью получения трех типов полимеров с использованием радиационной, суспензионной и эмульсионной полимеризации: полностью водорастворимых, водонабухающих с регулируемой в широких пределах набухаемостью и водонерастворимых гелей. Все три типа полимеров характеризуется определенным набором технологических приемов их синтеза и имеют свои области применения (например, в качестве поглотителя воды, окислителя серосодержащих веществ, загустителя, флокулянта, носителя лекарств и т.д.).

Известен способ получения аммиачного полиакриламидного гидрогеля, который является сополимером акриламида и акрилата аммония. Исходным сырьем для получения аммиачного гидрогеля служит нитрил акриловой кислоты, омылением которого серной кислотой получают акриламид. Особенностью технологического процесса является нейтрализация избытка серной кислоты аммиаком, полимеризация 4-6%-ного раствора акриламида в избытке аммиака при pH=8-9 без отделения сульфата аммония [1].

Недостатками данного способа получения полиакриламидного геля являются сложность и многоэтапность процесса.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ получения высоконабухающего гидрогеля включающий полимеризацию акриламида в водном растворе в присутствии персульфата аммония, промывку и последующую сушку получаемого полимера. Полимеризацию осуществляют при температуре 55-80°C в присутствии солей переходных металлов или магния, или цинка с концентрацией $1 \cdot 10^{-1}$ - $1 \cdot 10^{-9}$ моль/л, персульфат аммония используют с концентрацией 0,015-3 мас. %. Полученный полимер обрабатывают щелочью с концентрацией 1-30 мас. % и последующую промывку гидрогеля проводят водой и сушат. Способ позволяет упростить процесс получения, повысить влагонабухаемость полимера до 1080 г H_2O /г геля, а также регулировать влагонабухаемость [2].

Недостатками прототипа является сложность технологического процесса и недостаточное качество целевого продукта (небольшая набухаемость).

Целью настоящего изобретения является упрощения способа получения высоконабухающих гидрогелей содержащих координационные соединения меди (II) с акриловой кислотой, повышения влагонабухаемости гидрогеля и возможность ее регулирования.

Поставленная цель достигается тем что, для получения высоконабухающего водонерастворимого гидрогеля, проводят полимеризацию водного раство-

ра акриловой кислотой с координационными соединениями меди (II) в присутствии персульфата аммония в качестве радикального инициатора полимеризации при температуре 25-90°C в течение 15-30 минут. Гидрогель акриловую кислоту содержащую медь (II) получают при смешивании растворов акриловой кислоты, соли меди (II), инициатора - водного раствора персульфата аммония, и оставляют на воздухе при комнатной температуре или в начале нагревают до появления первых пузырьков начало радикальной полимеризации. Реакция полимеризации заканчивается в разное время (15-30 минут) в зависимости от температуры среды, концентрации инициатора и мономера. Затем образующихся полимеров обрабатывают 10% щелочам, далее водой промывают от остатки щелочи и высушивают при температуре 70-90°C.

Сущность изобретения заключается в том, что в результате взаимодействия акриловой кислоты с координационными соединениями меди (II) в присутствии персульфата аммония образуется высоконабухающие нерастворимые гидрогели.

Примеры осуществления способа:

Пример 1. Для получения геля проводится полимеризация водного раствора акриловой кислоты в присутствии персульфата аммония и координационных соединений меди (II), концентрация персульфата аммония варьируется в пределах 0,06-1,10%, а концентрация комплексов меди (II) от 1×10^{-5} до 1×10^{-1} моль/л. Реакционный раствор нагревается и после появления на дне посуды пузырьков газа реакционная смесь оставляется при комнатной температуре до полного прохождения процесса полимеризации в течение 1 часа. После к полученному полимеру добавляют 10% раствор NaOH, промывают холодной водой. Гидрогель высушивается в сушильном шкафу в течение 8-10 часов при температуре 80-100°C. Набухаемость гидрогеля составлял 890 г H_2O /г геля.

Пример 2. К 10 мл концентрированного раствора акриловой кислоты приливают 2 мл 1 моль/л водного раствора $CuCl_2$, 2 мл 1%-ного раствора персульфата аммония и оставляют на воздухе при комнатной температуре. Полимеризация заканчивается за 2 часа. После окончания процесса полимеризации полученный полимер разрезают на мелкие куски и заливают 20 мл 8% раствором NaOH и выдерживают в нем 30 мин. После обильной промывки геля от щелочи его высушивают при комнатной температуре в течение 72 часа. Высушенный сухой гидрогель измельчают до определенного размера и через сито получают разные по размеру крупинки сухого гидрогеля. Набухаемость полученного гидрогеля составляет 780 г H_2O /г геля.

Пример 3. Смесь 10 мл 5 моль/л раствора акриловой кислоты, 2 мл 0,05 моль/л $SiSO_4$ и 2 мл 1%-ного водного раствора персульфата аммония оставляют на воздухе. Полимеризация заканчивается в течение 40 минут. Полученный полимер в течение 50 мин. выдерживают в 10 % КОН. После промывки геля от избытка щелочи его высушивают при 70°C в течение 14 часов. Далее сухой гидрогель измельчают и через сито разделяют на разные по размеру частиц.

Набухаемость полученного гидрогеля - 670 г H₂O/г геля.

Пример 4. К 10 мл 6 моль/л акриловой кислоты приливают 2 мл 0,005 моль/л CuCl₂ и 2мл 0,5%-ного водного раствора персульфата аммония. Раствор оставляют на воздухе при комнатной температуре. Полимеризация заканчивается через 5 часов. Образующийся полимерный гель обрабатывают 25 мл 10% -ного водного раствора щелочи (KOH) в течение 40 мин. После промывки водой гель высушивают при 80°C в течение 16 час. Размельчают и разделяют на разные крупинки. Набухаемость гидрогеля 980 г H₂O/г геля.

Установлено, что при взаимодействии акриловой кислоты с координационными соединениями меди (II) в зависимости от соотношений концентраций взаимодействующих веществ образуются координационные соединения различного состава. Состав и строение синтезированного гидрогеля установленный на основании данных химического элементного анализа приведен в таблице 1.

Элементный анализ синтезированных полимеров содержащих координационных соединений меди

Соединение	%	Процентное содержание элементов			
		медь	углерод	кислород	водород
Гидрогель 1	Вычислено	21,19	11,92	42,38	1,98
	Найдено	20,85	11,55	41,83	1,77
Гидрогель 2	Вычислено	17,11	34,22	42,78	2,27
	Найдено	14,81	34,01	41,35	2,12
Гидрогель 3	Вычислено	14,34	16,14	43,04	3,13
	Найдено	14,01	15,83	42,81	3,01

Для определения водопоглощения гидрогеля использовали гравиметрический метод. При этом навеску сухого полимера помещали в дистиллиро-

ванную воду и после равновесного набухания удаляли фильтрацией избыток жидкости, а набухший гель взвешивали.

Оптимальным молярным соотношением акриловая кислота: координационных соединений меди (II) является 1:1x10⁻⁵ до 1x10⁻¹. Снижение концентрации координационных соединений меди (II) приводит к увеличению набухаемости, в тоже время его увеличения - к уменьшению набухаемости. Увеличение температуры процесса полимеризации выше 90°C сопровождается образованием нерастворимых гидрогелей и повышением степени набухания получаемого гидрогеля. Снижение температуры полимеризации ниже 25°C приводит к более растворимым гидрогелям, по-видимому, из-за снижения скорости реакции полимеризации. Продолжительность промывки водой полученного гидрогеля в течение 5-10 мин обеспечивает полноту удаления низкомолекулярных продуктов процесса полимеризации. Сушка промытого гидрогеля при температуре менее 40°C и в течение менее 24 часов недостаточно для удаления влаги из продукта. Сушка промытого гидрогеля при температуре выше 80°C и в течение более 12 часов обуславливает увеличение степени и скорости набухания гидрогеля.

Гидрогели, полученные на основе предлагаемого способа, могут быть использованы в сельском хозяйстве для накопления влаги и источника микроэлементов в почве, в качестве адсорбентов для очистки промышленных сточных вод от серосодержащих веществ, что позволит решить ряд экологических проблем, связанных с водными ресурсами.

Преимуществом предлагаемого способа получения высоконабухающего полимерного гидрогеля является упрощение процесса синтеза за счет сокращения продолжительности процесса, улучшение потребительских свойств получаемых гидрогелей.

Формула изобретения

Способ получения высоконабухающего гидрогеля, включающий полимеризацию мономера, обработку щелочью, промывку водой и сушку полученного гидрогеля, **отличающийся тем, что** проводят полимеризацию водного раствора акриловой кислоты с координационными соединениями меди (II) в

присутствии персульфата аммония в качестве радикального инициатора при температуре 25-90°C в течение 15-30 минут, полученный гидрогель обрабатывают 10% щелочью, далее промывают водой и сушат при температуре 70-90°C.

Компьютерный набор: Ризоева С.Р.

Заказ
Национальный патентно-информационный центр РТ 734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а

Тираж

Подписное