

(PDMDAAC)聚二甲基二烯丙基氯化铵

产品名称	(PDMDAAC)聚二甲基二烯丙基氯化铵
公司名称	河南禹水沔环保科技有限公司
价格	.00/个
规格参数	品牌:禹水沔 外观:无色透明液体 含量:40%
公司地址	巩义市杜甫街道弘泰园(310国道38号)
联系电话	0371-85616776 15038221683

产品详情

聚二甲基二烯丙基氯化铵(PDMDAAC)是一种阳离子型有机高分子絮凝剂,用于水和废水处理时可同时发挥“电中和”和“架桥作用”,因而用量少,效率高,是一种理想的水处理絮凝剂,此外还可在石油开采中制作钻井液和完井液,在煤田地质勘探中用来防止卡钻,在造纸工业中作静电复印纸的纸基导电剂等。二甲基二烯丙基氯化铵(DMDAAC)单体的制备常用一步法,即用二甲胺和烯丙基氯一次反应完成,如此得到的单体溶液中含有大量副产物,如氯化钠、烯醇、烯醛、叔胺盐、烯丙基氯等,虽经减压蒸馏但不能完全除去或完全不能除去,这将严重影响后续聚合步骤和聚合物作为给水絮凝剂的卫生性能。本文采用二步法即先用二甲胺和烯丙基氯反应生成二甲基一烯丙基叔胺,分离后再次加入烯丙基氯,于丙酮介质中析出纯度很高的DMDAAC单体。ACTASCIENTIAECICUMSTANTIAEVol20 2000文献报道,美国、前苏联、日本、前东德、波兰等国都曾研究开发过PDMDAAC,分子量一般在10-15万之间,我们采用了特殊组成的复合引发剂,得分子量为99.4万的聚合物,并由絮凝实验证明,其合理投药量一般小于1ppm。

实验方法

第一步:将一定量 and 一定浓度的二甲胺溶液、氢氧化钠溶液和总配比量一半的烯丙基氯加入500mL容积并配有回流冷凝装置的三颈瓶中,置于恒温水浴,在磁力搅拌下反应一定时间,得油水两相,以分液漏斗分出油相即为叔胺,加入一定量的固体氢氧化钠,经一定时间干燥脱水后分离。

第二步:将上述干燥后的叔胺与等物质量的烯丙基氯加入一定体积的丙酮中,在常温下静置,得无色针状晶体即季胺盐单体。

第三步:采用自由基溶液聚合法聚合:用上述方法制得的单体配成一定浓度的水溶液,以复合引发剂引发,在氮气保护下使之聚合。

结果和讨论

3.1 产品鉴定 用岛津FTIR-8101红外光谱仪测定单体的红外谱图,结果如图。吸收峰在 1000cm^{-1} DMDAAC的红外光谱 Fig1 Infrared spectrum of DMDAAC 单体的元素分析结果见表。红外和元素分析的结果均与DM-DAAC的结构相符。DMDAAC的元素分析结果 Table 1 Results of elemental analysis of DMDAAC 594867 100 219 实验值, 592849 118 216

3.2 叔胺制备方法研究 采用了三种方式制备叔胺,产生了显著不同的结果。

35%的二甲胺水溶液 75mL 加入三颈瓶,在磁力搅拌下加入一定量的氢氧化钠固体,然后缓慢分批地加入总配比量一半的烯丙基氯,加样完成后将温度升至60,加热回流4h,冷却后分出叔胺。操作同上,但不经60下的回流反应。在三颈瓶上安装两只滴液漏斗,采用滴加方式,即在加入上述数量的二甲胺后,首先用装有烯丙基氯的滴液漏斗加入数毫升烯丙基氯,反应数分钟后用另一只滴液漏斗加入一定浓度的氢氧化钠溶液数毫升,反应数分钟,如此反复交替滴加,2h加完。

青等:聚二甲基二烯丙基氯化铵的合成及水处理絮凝效能研究。热回流的方法,在较低的温度下就可完成。

原因是烯丙基氯中的氯非常活泼，而二甲胺碱性较强，是较强的亲核试剂
此外，在低温下反应可以使烯丙基氯和叔胺的挥发性降低，因而有利于产率的提高 在制备叔胺的过程中常发生一些副反应使收率降低，而这些副反应是在碱性条件下发生的，所以应避免烯丙基氯与氢氧化钠同时存在于体系中 交替滴加方式可满足这一条件，因为每当滴加氢氧化钠时，上次滴加的烯丙基氯已与二甲胺反应而不存在，氢氧化钠的作用即与反应生成的二甲胺盐酸盐反应，使之释放出二甲胺
不同制备方式的实验结果Table2 ResultsOfdifferentpreparationmethods 方式 油相体积， mL 干燥前 干燥后 颜色 挥发 叔胺收率， % 严重12.7 9.77 42.35 微弱63.6 49.0 C2 4440 72.755.4 气相色谱分析结果Table3 ResultsOfgaschromatographicanalysis 时间， min 含量， % 干燥前0.833 99.97 1.184 0.0301 干燥后 0.830 99.97 1.184 0.0255)从干燥前后油相的体积对比可看出，在方式中副反应过多，副产物与氢氧化钠作用而使体积减少很多，方式中反应不充分而未得到叔胺，油相主要由剩余原料和副产物构成，它们均与氢氧化钠发生了作用，而方式中主要生成叔胺，叔胺不与氢氧化钠作用，因而体积减少不多 干燥前后的油相进行分析(柱温 90℃ 化温度和检测温度均为150℃ 可以看出油相中主要成份并未发生变化，因此少量体积的减少可归因于氢氧化钠对水分的吸收 结晶时间的影响Fig.2 EffectOfTimeOfCrystallization 结晶时间的影响在叔胺中加入烯丙基氯，于丙酮介质中析出季胺盐晶体，25℃ 下观测结晶时间对产率的影响可见，结晶时间越长，收率越高，从第10日起，收率趋于极限值，可达75%左右 这说明生成季胺盐的反应很慢，不易发生，原因是叔胺碱性较弱，是一种较弱的亲核试剂，加上分子较大，空间位阻效应较强，因而季胺化比叔胺化反应困难
丙酮用量的影响及丙酮的重复利用丙酮是季胺化的良溶剂，但丙酮的用量对季胺盐的分离有显著的影响但用量过多时，生成的晶体过于松散极易流失，实验证明当丙酮与叔胺的体积比在丙酮的重复使用实验，当季胺盐从丙酮中开始析出1h后，分离丙酮用于下次结晶 这可能是由于丙酮随着使用次数的增多逐渐达到饱和，因而新产生的季胺盐可完全析出的原因 氢氧化钠的综合利用氢氧化钠不仅是制备叔胺的反应剂，又是叔胺的干燥剂 实验证明用反应剂用量的70% 80%作干燥剂，在完成干燥后，加入一定量的水并补加氢氧化钠，制成溶液再作为反应剂，丝毫不影响反应的进行和效果 丙酮重复利用对产率的影响Table4 Effectsofreuseofacetoneonoutput 第一次 第二次 第三次 第四次 平均 58.760.6 84.1 83.2 72 单体浓度与分子量的关系Table5 Relationsofmonomerconcentrationandmolecularweight 单体浓度， % 40 50 60 70 80 分子量， 10 不聚合7.34 17.7 24.2 47.6 聚合反应研究作为絮凝剂，PDMDAAC 分子量越高，分子链则越长，就越能发挥“架桥作用”，为此考察了聚合反应中单体浓度、引发剂含量、复合引发剂组成等因素对分子量的影响 单体浓度的影响在温度20℃，引发剂含量为单体质量的20/万的条件，于不同的单体浓度下聚合，结果如表 可以看出当单体浓度为80%时，分子量高引发剂含量的影响在上述温度下，保持单体浓度为80%，于不同引发剂含量下聚合，结果如表可以看出，引发剂含量为20/万时，分子量高引发剂含量与分子量的关系Table6 Relationsofinitiatorconcentrationandmolecularweight 引发剂含量， 10⁻⁴ 10⁻⁵ 20 25 30 40 分子量， 10 6.615.4 25.3 30.1 37.3 47.6 31.6 35.8 引发剂组成的影响所用复合引发剂由组分组成，在上述温度下保持单体浓度80%和引发剂组分含量20/万，于不同的引发剂组成与分子量的关系Table7