

乙酸乙烯酯活性的測定方法

江之楨 王光祖 刘魯濱 李榮芳

(成都工学院塑料教研組)

在分子物的聚合过程中, 尽管在同一条件下进行聚合, 但由于单体純度不同, 所获得的聚合体性能往往各不相同。确定单体的純度是否符合使用的要求, 最簡便而可靠的方法是測定其活性。測定活性的方法繁多, 但一般往往要求專門的特殊設備, 或規定完全除去单体中的稳定剂^[1], 花費的时间較长。本文所介紹的方法較为簡單, 即以測定单体聚合时显示出誘导期

本文收到日期: 1959 年 10 月 26 日。

的长短(以分钟計)作为单体活性的标志,因聚合时要放出聚合热,在传热不佳的情况下,所放出的聚合热就会使聚合反应物的温度上升,此法是根据不同的单体选择某一恆定的温度,在此温度上升 0.2°C 所需的时间作为诱导期。

測定乙酸乙烯酯活性的方法如下:称取单体 10 克,引发剂过氧化二苯甲酸 0.1% ,放入試管中并以磨口瓶塞盖紧,瓶塞上插入溫度計一支,溫度計的刻度为 0.1°C ,指示温度范围为 $50\sim 100^{\circ}\text{C}$, (采用較簡便的方法是以軟木塞塞紧,塞子上插一溫度計即可。)溫度計的水銀球应放于試管内单体的正中,如图 1 所示。注意所用的溫度計事先要进行校正,然后将該試管放于恆溫水浴中(水浴温度的确定随不同的单体而异,一般系根据該单体在聚合时所选用的温度而定,如乙酸乙烯酯一般选用温度为 $63\pm 0.05^{\circ}\text{C}$),用停表記錄試管中的温度达到恆溫槽的温度时所需的时间,以及由此恆定温度上升 0.2°C 所需的时间,即对乙酸乙烯酯是由 63°C 上升至 63.2°C 所需的时间,此时间就称为诱导期,在诱导期以后試管内的温度仍会繼續上升,不过速率要快得多。

上述方法可以改良,例如所用的恆溫槽温度調节不太灵活时,可按升高 0.4°C 或更多的度数所需的时间进行測量作为诱导期,在此情况下,乙酸乙烯酯的活性測得的时间稍有延长。

經精餾淨化良好的乙酸乙烯酯,按此方法所測得的诱导期为 $8\sim 10$ 分钟。

本装置(见图1)除用来測定乙酸乙烯酯的活性外,用于研究各种添加剂对聚合过程的影响也很方便。图 2 所示为聚合反应混合物的温度与聚合时间的关系。



图 1

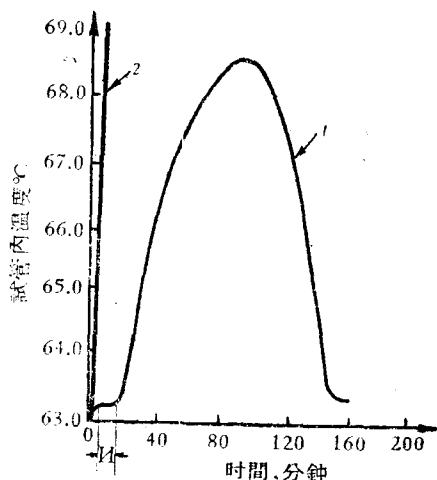


图 2 試管内温度与聚合时间的关系

恆溫槽温度 63.2°C

曲线 1: 乙酸乙烯酯, 加过氧化苯甲酸 0.1%

曲线 2: 乙酸乙烯酯, 加过氧化苯甲酸 3.0%

II: 诱导期。

我們試驗的結果証明此法不仅可适用于測定乙酸乙烯酯的活性及各种添加物对其聚合过程的影响,同样的可以适用于在常温下为液态的其他单体,仅选用試驗的条件不同而已。

参 考 文 献

[1] С. В. Статей "Мономеры", изд. инлит, м, 1951 г. стр. 70.

附註: 本文系由苏联专家安·費·尼古拉耶夫指导的专业实验内容之一編写成的。