

HBS 木质素与苯乙烯接枝共聚

陈耀庭¹, 程贤甦^{1,2*}, 苏思文¹

(1. 福州大学 材料科学与工程学院, 福建 福州 350002 ;

2. 闽江学院 化学化工系, 福建 福州 350011)

关键词：高沸醇木质素 苯乙烯 接枝共聚

高沸醇 (HBS) 木质素是从高沸醇溶剂法制备的一种新型木质素, 该方法是一种新型工艺, 具有无污染、零排放的特点。得到的 HBS 木质素灰分低、较好地保持了原有活性^[1-3]。利用对天然高分子的改性, 尤其是通过接枝共聚反应合成能满足需要的功能高分子引起越来越多的关注。本文以为 H_2O_2 氧化剂, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 为还原剂, 组成氧化还原体系, 于二甲亚砜中, 在 HBS 木质素上接枝苯乙烯 (St)。考察木质素/苯乙烯质量比、 H_2O_2 和 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 用量、反应温度对接枝参数的影响, 通过正交试验, 选择优化实验条件。利用红外光谱对接枝产物结构进行表征。在 HBS 木质素与聚苯乙烯共混中, 接枝产物可用作相容剂。

准确称取一定量的 HBS 木质素和苯乙烯, 将其加入到烧杯中, 加二甲亚砜, 搅拌使其溶解。将混合物转移到装有搅拌器, 并通 N_2 保护的三口烧瓶中, 三口烧瓶置于水浴中。加入准确称取的 H_2O_2 和 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, 搅拌, 调节水浴温度, 反应一定时间。终止反应, 将反应溶液滴入 2 倍体积的水中, 静置过夜, 离心沉淀, 洗涤, 干燥至恒重, 然后在索氏抽提器中用甲苯萃取 5h, 除去聚苯乙烯均聚物, 干燥至恒重, 即得到接枝共聚物^[4,5]。

选择 A——苯乙烯/木质素质量比、B—— H_2O_2 /木质素质量比、C—— $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ /木质素质量比、D——反应温度 () 为四个影响因素, 以产率、接枝率、接枝效率为指标, 设计四因素三水平的正交实验, 见表 1。选择 $L_9 (3^4)$ 正交试验表进行试验, 结果见表 2。

表 1 正交试验因素水平表

	A	B	C	D
1	1	0.1	0.01	35
2	2	0.2	0.02	50
3	3	0.3	0.04	65

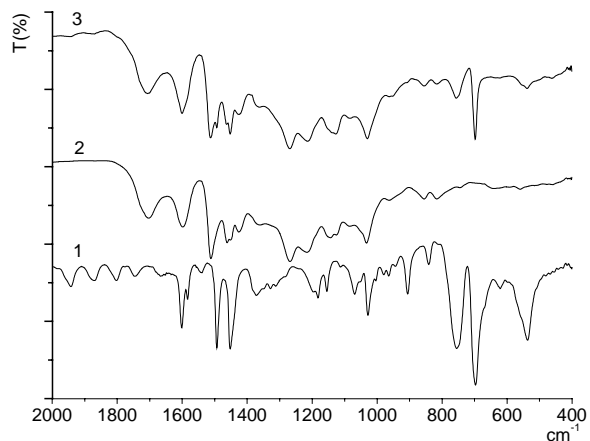


Fig1 FT-IR spectrum of polystyrene, lignin and lignin graft copolymer 1.PS ; 2.HBS lignin ; 3.lignin-g-St

表 2 正交试验结果

试验号	A	B	C	D	:得率 (%)	:接枝 率 (%)	:接枝 效率 (%)
1	1	1	1	1	87.96	1.1	2.3
2	1	2	2	2	83.95	10.5	14.8
3	1	3	3	3	76.15	32.7	62.5
4	2	1	2	3	47.15	16.6	40.0
5	2	2	3	1	87.00	8.2	5.0
6	2	3	1	2	75.35	18.7	14.8
7	3	1	3	2	42.70	2.7	3.8
8	3	2	1	3	57.33	9.3	7.2
9	3	3	2	1	86.30	1.5	0.5
K ₁ ()	82.69	59.27	73.55	87.09			
K ₂ ()	69.83	76.09	72.47	67.33			
K ₃ ()	62.11	79.27	68.62	60.21			
K ₁ ()	14.77	6.80	9.70	3.60			
K ₂ ()	14.50	9.33	9.53	10.63			
K ₃ ()	4.50	16.60	14.53	19.53			
K ₁ ()	26.53	15.37	8.10	2.60			
K ₂ ()	19.93	9.00	18.43	11.13			
K ₃ ()	3.83	25.93	23.76	36.57			
R ()	20.58	20.00	4.93	26.88			
R ()	10.27	9.80	5.00	15.93			
R ()	22.03	16.93	15.66	33.93			

根据正交试验结果可知,影响得率、接枝率和接枝效率的主要因子的顺序均为 D>A>B>C,即反应温度与苯乙烯/木质素质量比是影响接枝参数的主要因素。以得率为指标的优化条件为 A₁B₃C₁D₁,而以接枝率和接枝效率为指标的优化条件为 A₁B₃C₃D₃。

HBS 木质素、纯聚苯乙烯、木质素接枝苯乙烯共聚物的红外光谱如图 1,表明在木质素接枝共聚物中,仍然保留了苯环骨架振动吸收峰,750cm⁻¹和 700cm⁻¹附近出现了单取代苯环振动吸收峰,而纯木质素则没有,说明苯乙烯已经接枝到木质素上。

*通讯作者：chengxiansu@fzu.edu.cn

参考文献

- [1] 程贤甦, 吴韶华, 许金仙等, 精细化工. 2003, 20(5): 296 - 2991 .
- [2] 陈为健, 程贤甦, 林产化学与工业, 2004, 24(1): 34-38
- [3] Xiansu Cheng, Weijian Chen, Yunping Chen et al, CHEMICAL RESEARCH IN CHINESE UNIVERSITY, 2004,20(2): 225-228
- [4] Philips R. B. , Brown W, Journal of Applied Polymer Science, 1971, 15(11): 2929
- [5] 谌凡更, 马宝岐, 西安石油学报, 1992, 7(1): 52 - 57

GRAFT COPOLYMERIZATION OF HIGH BOILING SOLVENTS LIGNIN AND STYRENE

CHEN Yao-ting¹, CHENG Xian-su^{1,2}, SU Si-wen¹

(1 College of Material Science and Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350002;

2 Department of Chemistry and Chemical Engineering, Minjiang University, Fuzhou
350011)

Abstract: The high boiling solvents (HBS) lignin was prepared by the high boiling solvents method. It is a new technology and is no pollution and zero draining. HBS lignin has high chemical activity. A redox system of H_2O_2 and $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ was employed to initiate the graft copolymerization of styrene onto HBS lignin in dimethylsulfoxide solvent. The experimental results showed that the grafting percentage and grafting efficiency were affected by the proportion of styrene and lignin, amount of initiator, temperature. Orthogonal test optimize the experiment condition. The structure of graft copolymer was characterized by FT-IR. The graft copolymer will be used as the compatibilizer in blend polystyrene and lignin.

Key words: high boiling solvents lignin, styrene, graft copolymerization