

# 接枝亚麻纤维的工业性试验(一)

严伟<sup>(1)</sup> 封冰<sup>(4)</sup> 徐宏伟<sup>(2)</sup> 严迅<sup>(3)</sup> 巫拱生<sup>(5)</sup>  
(齐齐哈尔亚麻纺织厂, 齐齐哈尔, 161005) (黑龙江中天纺织有限公司) (青岛大学理工学院)

**摘要:**以  $K_2S_2O_8 - NaHSO_3$  为引发体系, 丙烯酸乙酯为单体, 在水相中实现了亚麻纤维接枝共聚的工业性规模试验。用 IR、SEM 等手段作了接枝证明和结构表征。

**关键词:**亚麻 改性 接枝共聚 试验

**中图分类号:**TS 102.221

**文献标识码:**A

亚麻纤维的改性早已引起国内外的重视, 自 20 世纪 80 年代以来, 用接枝共聚或缩聚的技术实现亚麻或其他麻类纤维接枝改性的实验室研究成果, 在国外文献中已有不少的报道<sup>[1-9]</sup>, 在国内, 巫拱生等人开展了一系列的基础性研究工作<sup>[10-16]</sup>。但是, 在国内外诸多文献中, 均未见到与亚麻纺织厂工业生产直接相关的接枝亚麻纤维工业性的研究成果。经历近 10 年的探索与 5 年的由小至大的工业性试验, 我们终于获得接枝亚麻纤维工业性试验研究成果。本文扼要报道接枝工艺, 着重报道对接枝产物的证明和结构的分析与表征。

## 1 试验部分

### 1.1 原料及化工料

原麻纱: 温水麻为国产麻, 雨露麻为西欧麻、埃及麻等; 化工料: 丙烯酸乙酯(EA), 吉联石化公司生产, 一级品, 单体含量 > 99%。 $K_2S_2O_8$ 、 $NaHSO_3$  均为分析纯试剂。

### 1.2 接枝共聚反应装置

2 管纱反应釜, CSDM-2F 型为香港产。4 管纱反应釜, GR201-5 型为国产。18 管纱反应釜, DF-241 型为国产。萃取装置为机加工车间自行设计及制造。

### 1.3 接枝共聚反应操作简述

原麻纱的预处理：按接枝共聚反应工艺条件的要求将经煮练或漂白脱色的麻纱（仍缠绕在纱管上）放入盛满定量水的反应釜中，在  $30^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  浸泡 8h。按工艺配方要求的用量，用已充  $\text{N}_2$  排  $\text{O}_2$  的水配好接枝引发剂；投料前通纯  $\text{N}_2$  30min，排除釜内水中的  $\text{O}_2$ ；加热反应釜至预定温度，依次加入引发剂、单体，开始搅拌（定时控制内外流向），按预定要求控制好全程反应；至预计时间，停止反应，冷却后出料；将接枝共聚后的纱管放在圆形萃取装置中，用丙酮浸泡，定时开动搅拌电机，使丙酮充分地未接枝的聚丙烯酸酯均聚物萃取出来，放出萃取液，再加入新鲜的丙酮，反复多次，最后一次放出萃取液，用冷水、 $40^{\circ}\text{C}$  温水多次洗涤纱管。晾干后在车间作纺纱试验及性能检测。亚麻接枝共聚反应工艺流程，见图 1。

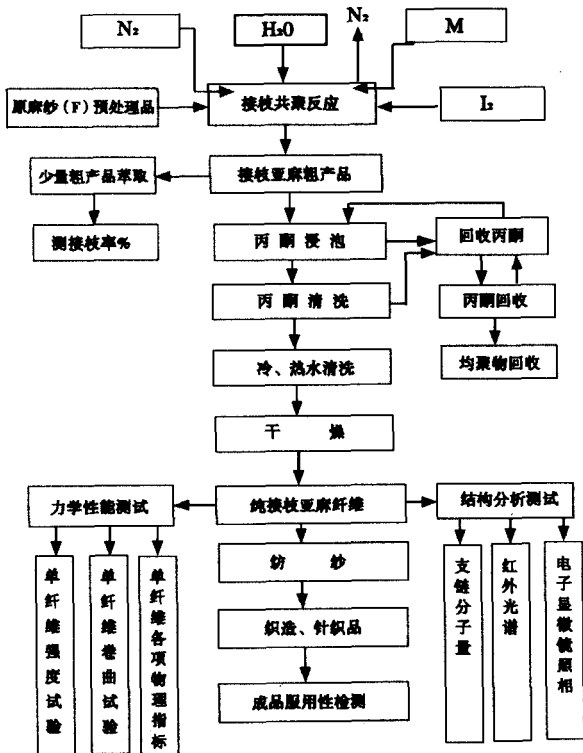


图1 亚麻接枝

### 1.4 接枝率的测定及计算公式

参照巫拱生等人<sup>[10-14]</sup>采用的方法，在索氏萃取器中用丙酮萃取未接枝的均聚物，得到纯接枝亚麻纤维，样品供支链分子量的测试和作结构表征。接枝率按下列公式计算：

$$G\% = \frac{W_1 - W_0}{W_0} \times 100\%$$

式中： $W_0$  为接枝前纯亚麻纤维重 (g)； $W_1$  为萃取后纯接枝亚麻纤维重 (g)。

### 1.5 接枝支链分子量的测试

用酸处理纯接枝亚麻纤维，将亚麻大分子主链完全裂解，取出接枝支链，用水洗、溶剂、沉淀剂反复处理，得到纯聚丙烯酸酯支链。以丙酮为溶剂，将支链溶解后，配成预定浓度的溶液，用毛细管粘度计，在  $30^{\circ}\text{C}$  恒温水浴测溶液流出时间，得到  $[\eta]$  后，按下式求出接枝支链分子量：

$$[\eta] = 2.6 \times 10^{-4} M_v^{0.66}$$

公式中： $[\eta]$  为特性粘度， $M_v$  为支链平均分子量。附表列出部分计算结果。

附表 接枝亚麻支链(PEA)的分子量

序号	接枝率 G%	分子量 $M_v \times 10^{-5}$
2-2	6.5	2.00
2-6	8.1	2.84
2-10	9.6	2.95
4-7	9.7	3.60
4-10	10.5	3.83
18-6	11.4	3.98
18-8	14.2	4.10
18-9	14.5	4.25
18-10	13.8	4.50

### 1.6 结构分析手段

1) 红外吸收光谱：用 KBr 压片法，在日本岛津公司产的 LR-435 型红外光谱仪上测得纯亚麻纤维及接枝亚麻纤维的红外吸收光谱，其谱图如图 2 所示。2) 扫描电镜相片：用喷金法在日本日立公司产 S570 型电子显微镜上表面扫描，拍摄纯亚麻纤维与接枝亚麻纤维的表面面貌，SEM 相片如图 3 所示。

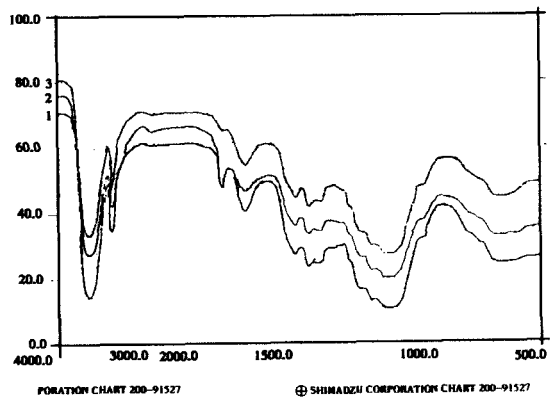


图2 纯亚麻纤维与接枝亚麻纤维的红外吸收光谱图

## 2 结果与讨论

1. 以  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 - \text{NaHSO}_3$  为接枝引发体系，水为反应介质，首次实现了 EA 与亚麻纤维接枝共聚的工业性规模试验。接枝反应完毕，用丙酮萃取未接枝的聚丙烯酸酯均聚物，得到纯接枝亚麻纤维，其重量比

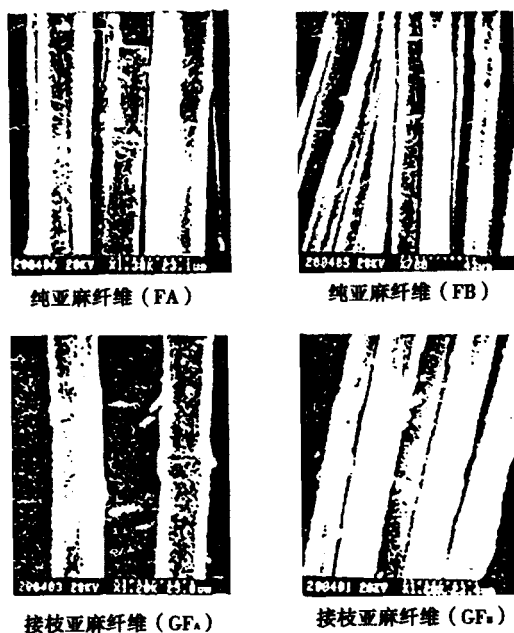


图3 纯亚麻纤维与接枝亚麻纤维电子显微镜 SEM 相片

反应前使用的纯亚麻纤维有不同程度的增加,即  $G\% > 0$ , 这从直观上证明了亚麻纤维大分子骨架上已经接枝上聚丙烯酸乙酯支链, 在不同规模反应釜中试验所得结果将在下文发表。

2. 用酸裂解亚麻分子主链, 未被裂解的支链为聚丙烯酸乙酯, 能完全溶解于溶剂中, 证明为支链线状分子, 无交联产物, 这对纺纱有利, 按纺纱要求, 调节工艺配方, 可将支链分子量控制在  $2 \sim 4 \times 10^{-5}$  范围内, 亚麻纤维的分子量在  $30 \times 10^{-5}$  左右。因此, 上述分子量范围的接枝亚麻, 既达到了物理性能指标, 又有利于纺纱, 得出新型接枝改性亚麻纱。

3. IR 和 SEM 对接枝亚麻纤维结构表征: 1) 红外吸收光谱 (图 2) 展示的三个样品的红外吸收光谱, 谱线 3 为纯亚麻纤维, 在  $1720\text{cm}^{-1}$  附近不出现聚丙烯酸乙酯接枝支链分子上的酯基  $-C=O-OC_2H_5$  特征吸收峰, 谱线 1、2 为接枝亚麻纤维样品, 在  $1720\text{cm}^{-1}$  附近出现  $-C=O-OC_2H_5$  特征吸收峰, 且谱线 1、2 与 3 相比较, 在  $900\text{cm}^{-1}$  附近同样出现亚麻纤维大分子结构的特征吸收峰, 由此比较样品 1、2 均为聚丙烯酸

乙酯与亚麻纤维接枝共聚物, 即接枝亚麻, 这与巫拱生等人<sup>[10-14]</sup>的大量实验室研究结果相符。2) 图 3 展示的单纤维表面形貌 SEM 相片, 与纯亚麻纤维相比, 接枝亚麻表面平整度差, 纤维表面小区域出现凹凸不平的表面, 缠结着一层絮状物, 这种表面形貌, 与巫拱生等人<sup>[10-15]</sup>研究的接枝苧麻、接枝罗布麻、接枝亚麻的实验的研制产品的结果相似。

### 3 结 论

1.  $K_2S_2O_8 - NaHSO_3$  为亚麻纤维与丙烯酸乙酯接枝共聚的有效引发体系, 文中首次报道了这一体系工业性规模试验的部分结果。

2. 用粘度法测定接枝支链的分子量。

3. IR 及 SEM 对产物作了分析及表征, 证明反应产物为亚麻纤维与丙烯酸乙酯接枝的改性亚麻纤维。

### 参 考 资 料

- 1 P · Ghosh. et al. J. Macromol. Sci - chem, 1983(2): 169.
- 2 M · M · Hugue. et al. J. Polym. Sci; Polym. Chem. Edi., 1980(18): 1447.
- 3 N · Y · Aou - Zeid, et al. Angew. Makromol. Chem, 1984(69): 121.
- 4 M · Misra, J. Appl. Polym. Sci, - chem, 1987(4): 473.
- 5 J. C. Arthur. et al. J. Appl. Polym. Sci, 1987(33): 2809.
- 6 Belgacem MN et al. J. Appl. Polym. Sci, 1994: 53379.
- 7 A · K · Bledzki et al. J. Appl. Polym. Sci, 1996(59): 1329.
- 8 Gassam J et. al. Angew. Makromol. Chem. 1996: 236, 129.
- 9 A · S · Sarae, Prong, Polym. Sci, 1999(24): 1149.
- 10 巫拱生等. 铈离子引发甲基丙烯酸甲酯与苧麻纤维的接枝共聚反应. 纺织学报, 1986(7): 20 ~ 22.
- 11 巫拱生等. 亚麻纤维接枝共聚反应及产物性能. 纺织学报, 1988(1): 17 ~ 18.
- 12 巫拱生等. 甲基丙烯酸甲酯及丙烯酸乙酯与麻类纤维的接枝共聚反应规律. 吉林大学自然科学学报, 1988(1): 107 ~ 120.
- 13 Chinese Journal of Textile Research. 1988(1): 40 ~ 44.
- 14 巫拱生等. 丙烯酸酯类与亚麻纤维接枝共聚反应的研究. 高等学校化学学报, 1991(6): 849 ~ 852.
- 15 巫拱生等. 罗布麻纤维与丙烯酸乙酯的接枝共聚——引发剂效率的比较. 纺织学报, 1991(3): 4 ~ 6.
- 16 巫拱生等. 罗布麻纤维与丙烯酸酯类接枝共聚物结构和性能的研究. 高分子学报, 1993(4): 463 ~ 468.

欢 迎 订 阅 《 纺 织 学 报 》