

# 红外光谱在马来酸酐接枝 乙烯-1-辛烯共聚物研究中的应用

施立群

(上海氯碱化工股份有限公司,上海 200241)

**摘要:**运用傅里叶红外光谱仪对马来酸酐接枝乙烯-1-辛烯共聚物的结构特征进行测定,并且用半定量法测定了共聚物中马来酸酐的接枝率,有助于指导接枝共聚工艺过程。

**关键词:**红外光谱仪;马来酸酐;乙烯-1-辛烯共聚物

中图分类号:TQ316.343 文献标识码:B 文章编号:1009-1785(2006)04-0033-02

## Application of infrared spectrum in study of graft copolymer POE-g-MAH

SHI Li-qun

(Shanghai Chlor-alkali Industry Co., Ltd., Shanghai 200241, China)

**Abstract:** Detection of structures features of POE-g-MAH by Fourier infrared spectrum were introduced, and grafting ratio of maleic anhydride in POE by semi-quantitative analysis were determined. It is useful to direct the process of POE.

**Key words:** infrared spectrum; maleic anhydride; POE

### 1 前言

乙烯-1-辛烯共聚物(POE)是美国DOW化学公司以茂金属为催化剂开发成功的具有窄相对分子质量分布和窄共聚单体分布,结构可控的新型聚烯烃热塑性弹性体。分子结构的特殊性赋予了POE优异的耐紫外光性、良好的力学性能和流变性能。POE还具有与聚烯烃亲和性好,低温耐韧性好,性价比高等优点。因而广泛地应用于聚烯烃的增韧和改性工作。但是POE的非极性限制了它的进一步应用。

对POE进行反应性接枝改性,可以改善它与极性高聚物的界面亲和性,如通过与马来酸酐接枝反应后,会一定程度上改善其本身的极性和黏结力,使得POE与极性聚合物之间的相容性得到了很大的提高,大大拓展了POE的应用领域。

在马来酸酐接枝乙烯-1-辛烯共聚物(POE-g-MAH)的制备中,马来酸酐接枝率是一个较为重要的性能参数,尤其是在研究引发剂用量、MAH用量,反应时间、温度等对接枝反应影响的实验中,必须跟踪测试反应产物的接枝率。对于绝对的接枝率的测定,一般采用化学滴定的方法,实验操作步骤较为繁

琐,不太适合跟踪实验的要求。

上海氯碱化工股份有限公司运用傅里叶红外光谱分析手段,跟踪马来酸酐(MAH)接枝乙烯-1-辛烯共聚物的接枝情况,并且按实验要求用半定量法测定了马来酸酐的接枝率,指导了共聚工艺过程。

### 2 实验部分

#### 2.1 仪器设备

红外光谱仪(美国PE公司);电热数字显示恒温水浴锅(上海荣丰科学仪器有限公司);溴化钾盐片(美国PE公司);滴管,25 mL容量瓶。

#### 2.2 试样与试剂

乙烯-1-辛烯共聚物;  
马来酸酐接枝乙烯-1-辛烯共聚物1<sup>#</sup>;  
马来酸酐接枝乙烯-1-辛烯共聚物2<sup>#</sup>;  
二甲苯,分析纯;  
四氧呋喃,分析纯。

#### 2.3 实验步骤

##### 2.3.1 试样制备

准确称取0.1 g的POE、接枝物1<sup>#</sup>、接枝物2<sup>#</sup>,分别放入25 mL容量瓶中,加入10 mL二甲苯溶剂,再放入

恒温水浴(95℃)加热溶解。经溶解后,用一次性滴管分别吸取POE、接枝物1<sup>#</sup>、接枝物2<sup>#</sup>的溶解物,滴入溴化钾盐片,放入红外灯光下烘干成膜,以待对其结构进行红外光谱测试。

### 2.3.2 红外光谱仪背景设置条件

- 分辨率 8.0 cm<sup>-1</sup>;
- 扫描次数 :16 次;
- 扫描范围 :4 000~400 cm<sup>-1</sup>;
- 1 800~1 600 cm<sup>-1</sup>;
- 1 500~1 400 cm<sup>-1</sup>。

### 2.3.3 红外光谱仪测定试样

正确设置扫描条件,同红外光谱仪背景设置条件相同,对制备好的样品进行红外光谱仪测定。

## 3 结果与讨论

### 3.1 实验结果

3.1.1 共聚物和接枝共聚物的结构表征经分别对POE和马来酸酐接枝共聚物进行红外测定,结果如图1、图2所示。

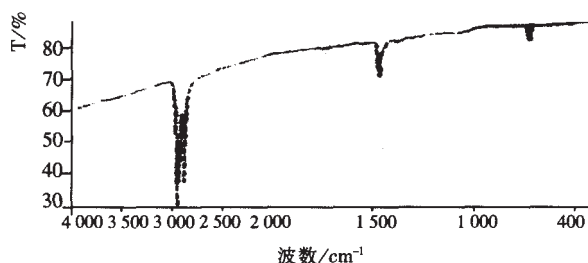


图1 乙烯-1-辛烯共聚物红外光谱图

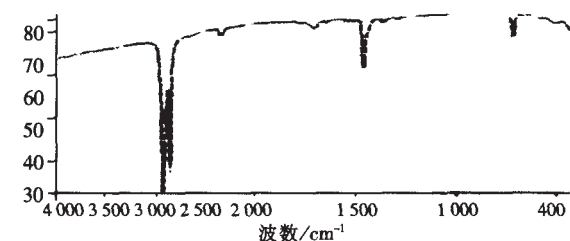


图2 马来酸酐接枝乙烯-1-辛烯共聚物红外光谱图

图1、图2的峰形基本是一致的,唯一的区别是图2在1 715 cm<sup>-1</sup>处有1个振动吸收峰,为C=O基团的特征峰,而图1并没有这个峰,说明马来酸酐已经成功地接枝在乙烯-1-辛烯共聚物分子链中。

### 3.1.2 用红外半定量法测定马来酸酐接枝率

分别选取波数1 715 cm<sup>-1</sup>(表征马来酸酐)和1 464 cm<sup>-1</sup>(表征POE)为半定量法测定的特征吸收峰,对接枝含量不同的接枝物1<sup>#</sup>和接枝物2<sup>#</sup>样品在波数范围为1 800 cm<sup>-1</sup>~1 600 cm<sup>-1</sup>和1 500 cm<sup>-1</sup>~1 400 cm<sup>-1</sup>进行扫描,并测定2个特征吸收峰的吸光度,测定结果如表1所示。

表1 接枝物1<sup>#</sup>和接枝物2<sup>#</sup>的接枝率测试结果

样品名称	波数范围/cm <sup>-1</sup>	吸光度 A <sub>1</sub> (峰高 1 715 cm <sup>-1</sup> )	波数范围/cm <sup>-1</sup>	吸光度 A <sub>2</sub> (峰高 1 464 cm <sup>-1</sup> )	A <sub>1</sub> /A <sub>2</sub> 比值
接枝物2 <sup>#</sup>	1 800~1 600	0.008 8	1 500~1 400	0.038 8	0.227

从表1所示结果可以看出,接枝物2<sup>#</sup>的A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub>比值比接枝物1<sup>#</sup>的A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub>比值高,说明接枝物2<sup>#</sup>的接枝含量相对接枝物1<sup>#</sup>接枝含量较高。

## 3.2 讨论

### 3.2.1 溶剂的选择

将一定量的POE接枝物分别用适量的二甲苯和四氢呋喃溶解,放入恒温水浴槽中加热,经溶解后用红外光谱测其结构,发现经二甲苯溶解的POE接枝物谱图结构清晰,而用四氢呋喃溶解的POE接枝物谱图结构不清晰,因此应首选二甲苯作为POE接枝物的溶剂。

### 3.2.2 干燥条件

二甲苯作为样品的溶剂,若红外测试前没有经过预处理,就会干扰样品测试。为了避免溶剂的干扰,将溶解物放在红外灯下烘干十五分钟左右,可使溶剂充分挥发。

### 3.2.3 测试重复性试验

为了考证方法的可行性,分别对接枝物1<sup>#</sup>样品和接枝物2<sup>#</sup>样品进行重复性测试,测试结果如表2、表3所示。

表2 接枝物1<sup>#</sup>的接枝率重复测试结果

测试次数	波数范围/cm <sup>-1</sup>	吸光度 A <sub>1</sub> (峰高 1 715 cm <sup>-1</sup> )	波数范围/cm <sup>-1</sup>	吸光度 A <sub>2</sub> (峰高 1 464 cm <sup>-1</sup> )	A <sub>1</sub> /A <sub>2</sub> 比值
1	1 800~1 600	0.016 3	1 500~1 400	0.126 0	0.129
2	1 800~1 600	0.032 5	1 500~1 400	0.294 3	0.110

表3 接枝物2<sup>#</sup>的接枝率重复测试结果

测试次数	波数范围/cm <sup>-1</sup>	吸光度 A <sub>1</sub> (峰高 1 715 cm <sup>-1</sup> )	波数范围/cm <sup>-1</sup>	吸光度 A <sub>2</sub> (峰高 1 464 cm <sup>-1</sup> )	A <sub>1</sub> /A <sub>2</sub> 比值
1	1 800~1 600	0.008 8	1 500~1 400	0.038 8	0.227
2	1 800~1 600	0.015 6	1 500~1 400	0.080 2	0.195

表2、表3结果表明,样品测试的重复性好,相对偏差小于8%,完全符合跟踪实验的测定要求。

## 4 结论

上述实验结果表明用红外光谱半定量法测定马来酸酐的接枝率,具有方法简便、快速、可靠等特点,可及时提供马来酸酐接枝乙烯-1-辛烯共聚物的接枝情况,可指导共聚工艺过程,不失为一种适应跟踪实验有效的测试手段。

收稿日期 2005-11-22