

乙酸乙烯酯的聚合（溶液聚合）

所属实验课程：《高分子化学实验》

一、实验目的

1. 了解溶液聚合的特点。
2. 掌握溶液聚合的实验技术。

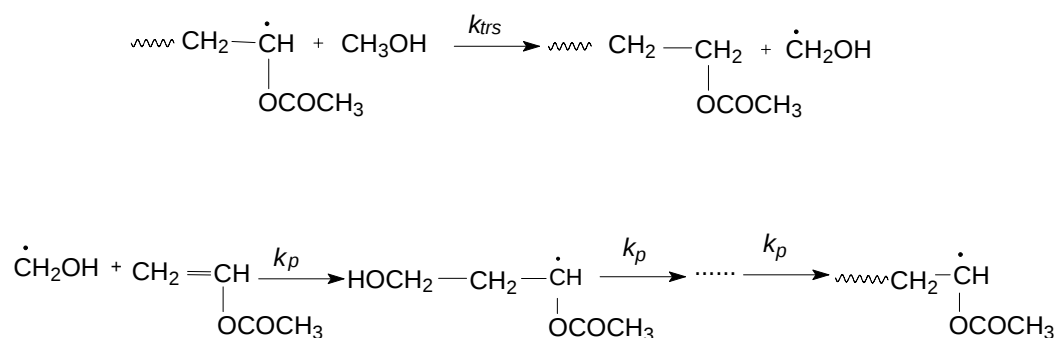
二、实验原理

聚乙酸乙烯酯是由乙酸乙烯酯在光或过氧化物等引发下聚合而得。根据反应条件，如反应温度、引发剂浓度合溶剂的不同，可以得到分子量从几千到十几万的聚合物。

聚合反应可按本体、溶液、乳液等方式进行。采用何种方法决定于产物的用途。如果作为涂料或粘合剂则采用乳液聚合方法。聚乙酸乙烯酯胶乳漆具有水基漆的特点，即粘度较小，分子量较大，不用易燃的有机溶剂。作为粘合剂时（熟称白胶），无论木材、纸张合织物，均可使用。如果要进一步醇解制备聚乙烯醇，则采用溶剂聚合，这就是维尼纶合成纤维工业所采用的方法。

将单体、引发剂溶于适当溶剂中进行聚合的方法称为溶液聚合。溶液聚合体系粘度低，聚合热通过溶剂迅速导出。溶液聚合具有反应均匀，聚合热易散发，反应速度、温度易控制，分子量分布均匀等优点。但是，溶液聚合也有其不可避免的缺点，如由于溶剂的引入造成单体浓度降低，聚合速度较慢；在聚合过程中存在溶剂的链转移反应，使分子量降低，分子量分布宽；后处理困难。因此，在选择溶剂时，必须注意溶剂的活性。各种溶剂的链转移常数变动很大，水为零，苯较小，卤代烃较大。一般根据聚合物分子量的要求选择合适的溶剂。另外还要注意溶剂对聚合物的溶解性能，选用良溶剂时反应为均相聚合，可以消除凝胶效应，遵循正常的自由基动力学规律。

以甲醇为例



聚乙酸乙烯酯适于制造维尼纶纤维，分子量的控制是关键。由于乙酸乙烯酯自由基活性很高，容易对聚合物发生链转移，而形成支链或交联产物。

除此之外，还向单体、溶剂等发生链转移反应。所以在选择溶剂时，必须考虑对单体、聚合物、分子量的影响，选取适当的溶剂。

温度对聚合反应也是一个重要的因素。随着温度的升高，反应速度加快，分子量降低，同时引起链转移反应速度增加，所以选择适当的反应温度，对保证聚合物的质量是重要的

三、主要仪器和药品

1. 仪器

三口烧瓶 250 mL 1 只；搅拌器 1 套；温度计 2 支；量筒 1 只；烧杯 1 只；电炉 1 只；变压器 1 只；培养皿 1 个

2. 药品

乙酸乙烯酯	50g
偶氮二异丁腈	0.3g
无水乙醇	20mL

四、实验步骤

在装有搅拌器、回流冷凝器，温度计的 250mL 三口烧瓶中，加入 50g 乙酸乙烯酯和 10mL 无水乙醇，。偶氮二异丁腈 0.3g 用 5mL 无水乙醇溶解后加入。容器用 5mL 无水乙醇洗涤，洗涤液一并加入。

开动搅拌器，加热水浴至 65~70℃，使溶剂保持回流。反应 3h，得透明粘状物（反应后期若粘度太大不易搅拌，可加入少量无水乙醇）。加入 95%乙醇 142g，配制成 26%的溶液。温度保持在 70~75℃下，搅拌 0.5h，使其成均匀的溶液。然

后称取 3 g 溶液慢慢倒入盛水的培养皿，用红外灯加热，挥发掉大部分溶剂，然后再在真空烘箱中烘干，计算转化率。

五、实验注意事项

1. 乙酸乙烯酯的溶液聚合还可以选用甲醇作溶剂，工业上多用此方法。采用乙醇作溶剂时转化率比用甲醇的转化率略低。但是为了考虑实验室安全，实验中采用乙醇作溶剂。

2. 工业生产上反应时间较长，以保证较高的转化率。学生实验受时间限制转化率不高，对醇解可能会产生影响。改进的方法是在聚合后，将溶剂和未反应单体减压蒸除，再配成溶液，然后醇解。

3. 乙酸乙烯酯的蒸汽对人体粘膜和眼睛有刺激作用，应特别注意空气流通，聚合反应最好在通风橱中进行。

六、思考题

1. 溶液聚合的特点及影响因素？
2. 如何选择溶剂及乙醇的作用？