

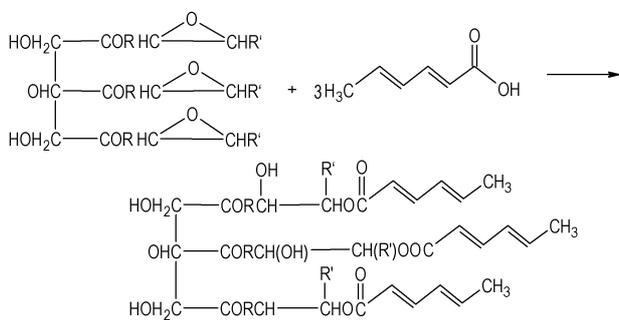
文章编号: 1006-9941(2011)04-0481-02

UV 固化环氧大豆油己二烯酸酯的合成研究

张秀云^{1,2}, 邓建国², 黄奕刚³

(1. 西南科技大学材料学院, 四川 绵阳 621002; 2. 中国工程物理研究院化工研究所新材料研发中心, 四川 绵阳 621900; 3. 中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900)

环氧大豆油(ESO)由食用大豆油经环氧化而制得,是一种资源丰富、价廉无毒、天然环保的新型化工原料,可用于含能材料粘合剂、食品和药品塑料包装材料的增塑剂、聚氯乙烯(PVC)的增塑稳定剂及光固化涂料中的增粘剂等。为克服环氧大豆油与丙烯酸反应存在丙烯酸有毒易挥发的缺点,进一步扩大环氧大豆油的应用范围,本研究采用己二烯酸与环氧大豆油反应制备了环氧大豆油己二烯酸酯(ESOEH),该方法尚未见有文献报道。ESOEH是由环氧大豆油与己二烯酸在催化剂和阻聚剂组成的复合助剂体系中发生酯化反应而制得的,其合成原理见 Scheme 1。



Scheme 1 Synthesis of ESOEH

1 实验过程

在装有蛇形冷凝管,搅拌器和滴液漏斗的三口烧瓶中加入一定量的环氧大豆油和阻聚剂 90SD,油浴加热至 130 °C 时开始滴加催化剂三苯基膦,并分批次加入己二烯酸。控制催化剂的滴加速度,待滴加完毕

后测试反应体系的初始酸值。然后升温至 140 °C 恒温反应。每间隔 1 h 测一次酸值,待酸值 ≤ 5 mg KOH/g 时停止反应。

2 实验结果

研究了反应物投料比、反应温度、反应时间、催化剂和阻聚剂的种类及用量等对反应酯化率的影响。其中,投料比对反应酯化率的影响如图 1 所示。由图 1 可知,反应酯化率随着环氧大豆油用量的增加而提高,但当用量达到 $n(\text{环氧大豆油}) : n(\text{己二烯酸}) = 1 : 0.8$ 以后,酯化率变化不大,并且当反应物配比大于 $1 : 0.8$ 时,在催化剂的作用下,体系中残余的己二烯酸在受热状态下会发生聚合,粘度剧增,直至形成凝胶,因此确定 $n(\text{环氧大豆油}) : n(\text{己二烯酸}) = 1 : 0.8$ 。

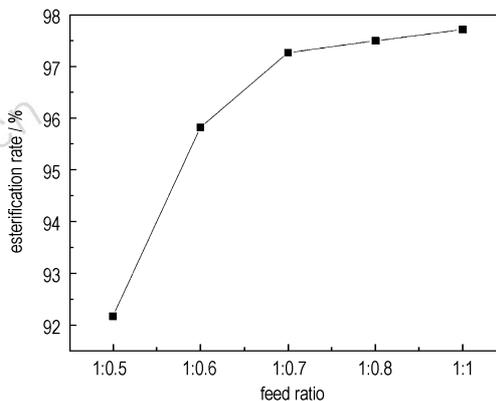


图 1 投料比对反应酯化率的影响

Fig. 1 Influence of feed ratio on esterification rate

温度对反应酯化率的影响如图 2 所示,由图 2 可知,反应温度越高,其酯化率就越大,反应就越趋于完全。这是因为一是随着反应温度的升高酯化反应生成的水挥发快,促进了反应的酯化。二是在反应动力学方面,反应温度越高反应速率常数就越大。但当温度

收稿日期: 2011-05-20; 修回日期: 2011-06-13

基金项目: 四川省青年基金(20080342)

作者简介: 张秀云(1985-),女,在读研究生,主要从事 UV 固化涂料的研究。e-mail: zhangxiuyun85@163.com

通讯联系人: 邓建国(1971-),男,副研究员,主要从事复合材料的研究。e-mail: jg2001584@sohu.com

达到 140 °C 后酯化率提高不大, 140 °C 时酯化率为 93.4%, 150 °C 时为 93.7%, 并且当温度为 150 °C 时容易发生副反应, 易出现凝胶现象, 所以最佳反应温度为 140 °C。

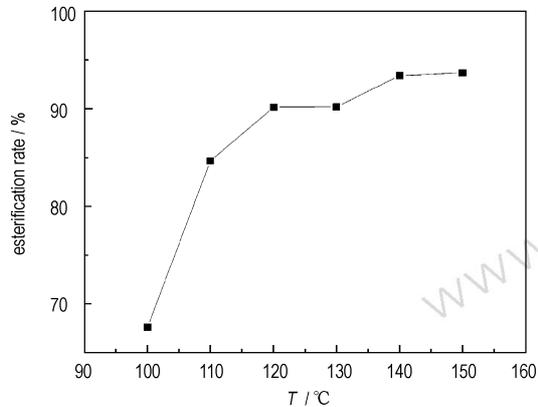


图 2 温度对反应酯化率的影响

Fig. 2 Influence of reaction temperature on esterification rate

3 性能测试

采用 NDB-1B-1 旋转黏度计于 20 °C 采用 2 号转子, $3 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 的转速条件下测试环氧大豆油己二烯酸酯的粘度为 $7060 \text{ mPa} \cdot \text{s}$, 并可以直接在紫外光固化仪上固化成膜, 测得其固化时间为 30 s, 且固化膜无色透明, 光滑平整, 其硬度为 1H, 附着力 2 级。

该研究获得了制备环氧大豆油己二烯酸酯的最佳制备工艺参数为: $n(\text{环氧大豆油}) : n(\text{己二烯酸}) = 1 : 0.8$, 反应温度 140 °C, 反应时间 5 h, 催化剂三苯基磷用量为 1.2% (质量分数), 阻聚剂 90SD 用量为 0.15% (质量分数)。

关键词: 材料科学; 环氧大豆油 (ESO); 己二烯酸; 环氧大豆油己二烯酸酯 (ESOEH); 紫外光固化涂料

中图分类号: TJ55; O63

文献标识码: A

DOI: 10.3969/j.issn.1006-9941.2011.04.029

读者·作者·编者

《含能材料安全评价专辑》征稿

安全性作为含能材料研究的主要性能, 一直以来是科研工作的重点。为此, 《含能材料》将于 2011 年第 6 期 (12 月) 组织出版《含能材料安全评价专辑》, 内容涉及:

- (1) 含能材料安全性评价的试验与理论研究;
- (2) 含能材料缺陷与损伤的表征;
- (3) 含能材料的起爆机理;
- (4) 国内外安全评价方法、评价标准的最新进展。

欢迎广大科研工作者来稿, 来稿时请注明《含能材料安全评价专辑》。

《含能材料》编辑部