

低交联度聚丙烯酸钠的制备

所属实验课程：《高分子化学实验》

一、实验目的

1. 初步掌握利用逆相悬浮聚合的方法合成水溶胀性低交联度聚丙烯酸钠。
2. 通过吸水性能的测试，增强对功能性高分子材料的感性认识。

二、实验原理

将丙烯酸钠和少量二烯烃单体在引发剂存在下进行聚合反应，可制得低交联度的聚丙烯酸钠。丙烯酸盐的聚合速度很快，在水溶液中进行聚合时体系粘度非常高，如果温度控制不当，则易引起爆聚而形成在水中极难溶胀的高交联度聚合物，采用较高浓度的水溶液与水溶性引发剂一起分散于有机溶剂中，控制所形成的逆相悬浮液的聚合反应（即聚合从浓的单体水溶液开始的），可得到自身交联的水溶胀性高聚物。

水溶胀性高聚物是一类含有强亲水性基团的聚合物，它可作为高吸水性材料，传说的吸水材料：如棉花、泡沫塑料、纸张等，只能吸收自重的 10~20 倍水，而合成的高吸水性材料，其吸水量可达数百倍到上千倍，它是一种新型功能高分子材料，已在卫生制品、农业、园林、工业、土木建筑、医药、日用化工、电子工业等方面获得了较广泛的应用。

吸水后聚合物的重量除以干粉（聚合物）的重量，为聚合物的吸水能力，通常产物的吸水率可用下式计算：

$$\text{产物吸水率} = \frac{\text{吸水重量 (g)}}{\text{聚合物 (g)}} \times 100\%$$

交联剂的性质和用量、丙烯酸的中和程度及溶胀时间等因素，对产物的吸水率都有较大的影响。

三、主要仪器和药品

1. 仪器：

250 mL 三口烧瓶	1 个
回流冷凝管	1 个
搅拌器	1 套
电炉	1 台

变压器		1 台
烧杯		3 个
红外干燥箱		
筛子	20—60 目	若干
尼龙纱布		
2. 药品		
丙烯酸		10mL
NaOH 溶液（18 %）		20mL
Span -60		0.6g
N, N— 双甲基丙烯酰胺		0.006g
过硫酸钾		0.018g
正己烷		45mL
OP 乳化剂		

四、实验步骤

1. 在 250mL 三口烧瓶中，装上搅拌器、温度计，接上冷凝回流管，往烧瓶中加入 10mL 丙烯酸，开动搅拌器，慢慢滴入 18%NaOH 溶液 20mL，然后，依次加入 Span—60 0.6g，N, N—双甲基丙烯酰胺 0.006g，引发剂过硫酸钾 0.018g，再加入正己烷 45mL。

2. 加热升温至 62~64℃维持回流 2.5h~3h,降温至 40℃左右，将混合物倒入 250mL 烧瓶中，倾出上层正己烷（回收）。

3. 往聚合物渐加 0.3~0.5mL OP 乳化剂，充分搅拌至聚合物成分散固体，然后于红外灯下烘烤，注意温度，不宜太高，否则导致产物变黄变焦。

4. 在研钵中将烘干后的聚合物研碎，过筛 20~60 目。

5. 称取上述 20~60 目样品 0.1g,放在 100mL 小烧杯中，加入蒸馏水 60~70mL，溶胀 0.5~2h，同时轻轻搅动，然后倒入已称重的尼龙纱布上过滤，让其自然滴滤 15~30 分钟后连同滤布一起称重，计算产物的吸水率。

五、思考题

1. 比较普通悬浮聚合和反相悬浮聚合反应的异同和各自的特点。
2. 分析影响聚合产物吸水率的主要因素。