

## 实验 17 酚醛树脂的合成

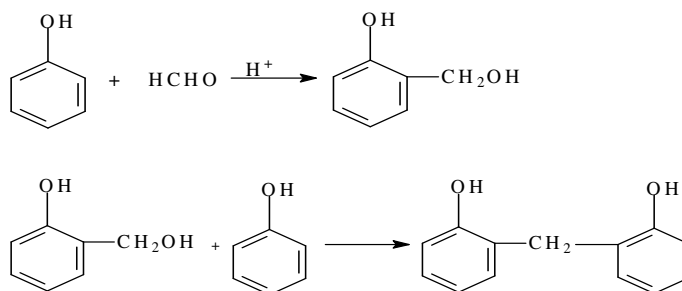
### 一、 目的要求

- 1、学习缩聚合反应的特点及反应条件对产物性能的影响。
- 1、学会在苯酚存在下测定甲苯含量的方法。

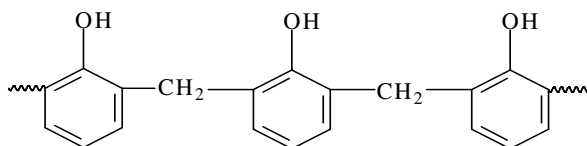
### 二、 基本原理

酚醛树脂是最早实现工业化的树脂，它具有很多优点，如抗湿、抗电、耐腐蚀，模制器件有固定形状、不开裂等，是现代工业中应用广泛的塑料之一。

本实验是在酸性催化剂存在下，使甲醛与过量苯酚缩聚而得到热塑性酚醛树脂，其反应如下：

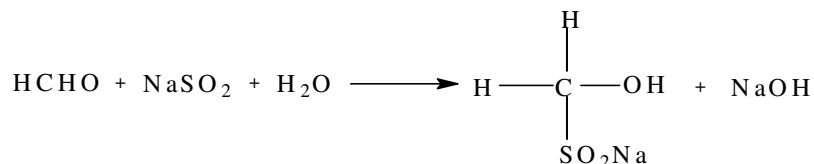


继续反应生成线形大分子：



线性酚醛树脂分子量在 1000 以下，聚合度约 4-10。

分析甲醛含量的方法是根据甲醛与亚硫酸钠作用生成氢氧化钠的量来计算甲醛含量，其反应如下：



### 三、 主要试剂和仪器

#### 1、主要试剂：

名称	试剂	规格	用量
单体	苯酚	AR	50g
单体	甲醛	AR	41g
催化剂	盐酸	AR	1mg

#### 2、主要仪器

聚合装置一套（见实验 2 图 2-2，包括 250 ml 三口烧瓶一个，电动搅拌器一套，冷凝管一只，0~100℃温度计一支，加热套一个）、表面皿、吸管、20 ml 移液管、布氏漏斗、锥形瓶。

### 四、实验步骤

### 1、酚醛树脂的合成

将 50g 苯酚及 41g 甲醛溶液在 250ml 三口瓶中混合。然后固定在固定架上，装好回流冷凝器及搅拌器、温度计，在加热套中缓缓加热，使温度保持  $60 \pm 2^\circ\text{C}$ 。取 3g 试样，加 1.0ml 盐酸，反应即开始。每隔 30min 用滴管取 2-3g，放入预先称量好的 150ml 锥形瓶中，分别进行分析。

反应经 3h 后，将反应瓶中的全部物料倒入蒸发皿中。冷却后倒去上层水，下层缩合物用水洗涤数次，至呈中性为止。然后用小火加热，由于有水存在，树脂在开始加热时起泡沫。当水蒸汽发完后，移去煤气灯（防止烧焦），倒在铁皮上冷却，称重。

### 2、甲醛含量测定

将近 3g (准确称量) 苯酚与甲醛的混合物放在 250ml 锥形瓶中，加 25ml 蒸馏水，加 3 滴酚酞，用 NaOH 标准溶液滴定至呈红色 (为什么?)。再加 50ml 1N 的  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  溶液，为了使  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  与甲醛反应完全，混合物应在室温下放置 2h，然后用 0.5N HCl 溶液滴定至退色为止。

## 四、结果讨论

### 1、苯酚存在下甲醛含量之测定

甲醛百分含量按下式计算：

$$X\% = \frac{0.03VN \cdot 100}{W}$$

式中：X-甲醛含量%；

V-滴定消耗的盐酸 ml 数；

N-盐酸的摩尔浓度；

W-样品重 (g)；

0.03，相当于 1ml 1N 盐酸溶液的甲醛含量 (g)。

### 2、实验数据记录

反应时间 h	反应温度 $^\circ\text{C}$	反应现象	取 样 (g)			百分含量 %
			空瓶重	瓶+料重	物料重	

3、根据分析结果计算不同时间甲醛的转化率，以时间对甲醛浓度作图。

4、计算苯酚、甲醛加料量之摩尔比，苯酚过量的目的何在？

5、讨论实验结果及意义。

6、讨论反应结果好坏的原因。

7、对碱催化合成酚醛树酯的结果进行讨论。

## 六、背景知识

酚醛树脂塑料是第一个商业化的人工合成聚合物，早在 1909 年就由 Bakelite 公司开始生产。它具有高强度和尺寸稳定性好、抗冲击、抗蠕变、抗溶剂和湿气性能良好等优点。大多数酚醛聚合物都需要加填料增强。通用级酚醛塑料常用云母、粘土、木粉或矿物质粉、纤维素和短纤维素来增强。而工程级酚醛则要用玻璃纤维、弹性体、石墨及聚四氟乙烯来增强，使用温度达  $150-170^\circ\text{C}$ 。

酚醛聚合物大量的用作胶合板和纤维板的粘合剂，也用于粘结氧化铝或碳化硅做砂轮，还用做家具、汽车、建筑、木器制造等工业的粘合剂。作为涂料也是它的另一重要应用，如

酚醛清漆，将它与醇酸树脂、聚乙烯、环氧树脂等混合使用，性能也很好。含有酚醛树脂的复合材料可用于航空飞行器，它可以做成开关、插座机壳等。

酚醛树脂具有优良的绝缘，耐热，耐老化，耐化学腐蚀性等性能，还可用于电子、电器、塑料、木材纤维等工业，由酚醛树脂制成的增强塑料还是空间技术中使用的重要电子材料。