

- 1、按图 2-2（见实验 2）安装好聚合反应装置，要求安装规范，搅拌器转动自如。

2、用分析天平准确称取 0.02g Span 60，放入三口瓶中。加入 50ml 邻二甲苯，通冷凝水，开动搅拌，升温至 40 °C，直至 Span 60 完全溶解。

3、用分析天平准确称取 BPO 5g，丙烯酰胺 10g 放于 50ml 锥形瓶中，用移液管移取 22ml 无离子水，加入到锥形瓶中，轻轻摇动，待引发剂完全溶解于丙烯酸中后将溶液倒入三口瓶，再用 25ml 邻二甲苯冲洗三口瓶后，将邻二甲苯倒入三口瓶。

4、通冷凝水，维持搅拌转速恒定，升温至 40 °C，开始聚合反应。反应 2.5h 后，升温至 50 °C 继续反应 0.5h，结束反应。

5、维持搅拌原有转速，停止加热，将恒温水浴中热水换为冷水，将反应体系冷却至室温后停止搅拌。

6、产品用布氏漏斗滤干，在通风情况下干燥，称重并计算产率。

7、回收布氏漏斗中的邻二甲苯。

五、实验拓展

1、一点法测定聚合物粘均分子量：

原理 参实验 3 相关部分。

试样配制：称取 0.05~0.1g 均匀的粉状聚丙烯酰胺试样（准确到 0.0001g）到 100 ml 容量瓶中。加入 48ml 蒸馏水，经常轻摇直至试样全部溶解。用移液管准确加入 50ml 浓度为 2.00 mol/L 的氯化钠溶液，放在 30 °C（±0.05 °C）恒温水浴中。恒温后，用蒸馏水准确稀释至刻度，摇匀。用干燥的下班砂芯漏斗过滤，得到试样浓度约为 0.0005~0.001g/ml，氯化钠浓度为 1.00 mol/L 的氯化钠溶液，放在恒温水浴中备用。

选用 1.00 mol/L 的氯化钠溶液在 30 °C 的流经时间为 100~130s 范围内的乌氏粘度计，分别测定试样的流经时间（t，s）和 1.00 mol/L 的氯化钠溶液的流经时间（t₀，s）。则试样溶液的相对粘度为：

$$\eta_r = \frac{t}{t_0} \quad \eta_{sp} = \frac{t - t_0}{t_0} \quad [\eta] = \frac{[2(\eta_{sp} - \ln \eta_r)]^{\frac{1}{2}}}{C}$$

则： $[\eta] = 3.73 \times 10^{-4} M^{0.66}$

2、应用实验

聚丙烯酰胺可用作絮凝剂。作用原理参实验 3 相关部分。

准确称取 0.02 克干燥后的聚丙烯酰胺溶解在 50ml 无离子水中；

称取 25g 泥土，在 250ml 量筒内配制成 240ml 的自来水溶液，搅拌后迅速加入聚丙烯酰胺水溶液 6ml，补充自来水到 250ml 刻度处摇匀静置。

记录开始静置至溶液分层所需时间 t₁ 和溶液澄清所需时间 t₂。

与不加聚丙烯酰胺的泥土水溶液静置至溶液分层所需时间 t₁' 和溶液澄清所需时间 t₂' 对比，分析絮凝效果。

六、结果与讨论

1、对比反相乳液聚合与正常乳液聚合的体系组成、作用。

2、根据实验现象与纪录，讨论反相乳液聚合的机理与工艺控制特点。

3、参比此体系，再设计一个采用反相乳液聚合法合成聚丙烯酰胺的体系。

七、背景知识

1、丙烯酰胺为无色透明片状晶体。无臭。有毒。比重 1.12，熔点 84~85 °C，沸点 125 °C。溶于水、乙醇、微溶于苯、甲苯。

2、聚丙烯酰胺（PAM）是一类重要的水溶性聚合物，调节聚合物分子量及引入各种离子基团，可以得到不同性能的、应用广泛的系列聚合物。

聚丙烯酰胺是目前世界上应用最广、效能最高的有机高分子絮凝剂。由于聚合物中残余单体有一定毒性，因而多用于工业废水处理，如染色、造纸、金属冶炼加工等领域。引入离子基团做成阳离子型或阴离子型 PAM，则更利于在某些领域使用，如阳离子型 PAM 主要絮凝带负电荷的胶体，具有除浊、脱色等功能；而阴离子型 PAM 由于具有良好的粒子絮凝化性能，更宜于用在矿物悬浮物的沉降分离。聚丙烯酰胺的另一大用途是作采油用添加剂，如用作钻井液、压裂液、聚合物驱油等，如在大庆油田，平均每注入 1 吨聚合物，可增产原油 150 吨以上，提高采收率 10%。此外，PAM 在建筑、土壤改良、纺织、液体输送等方面亦有广泛用途。

3、聚丙烯酰胺可通过多种方法合成，除本实验采用的反相乳液聚合法外，工业上主要采用水溶液聚合法，通常单体浓度在 10% 左右（再高需用特殊设备），采用过氧类和偶氮类引发剂，反应时间 4~8h。此外，也可采用本体聚合或反相悬浮聚合法。