

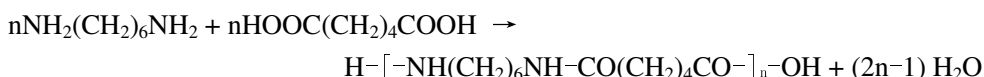
实验 15 尼龙 66 的制备

一、 目的要求

- 1、掌握熔融缩聚的基本方法
- 2、了解影响缩聚反应的因素
- 3、了解逐步聚合反应分子量的控制原理和方法

二、 基本原理

尼龙 66 缩聚反应为逐步聚合反应



这个缩聚反应是一种可逆的逐步平衡反应。根据聚合体系具体情况不同，聚合反应程度和聚合物的相对分子质量的控制方法也不同：

- 1、对于单体官能团等物质量的反应体系，如果要提高产物聚合度，必须使平衡向右移动，即不断地除去反应所生成的水，理论上讲聚合度可以达到无穷。
- 2、如果一种官能团过量，没有其他杂质，己二酸和己二胺的摩尔数分别为 m 和 n ，当反应程度很大时，理论上产物的数均聚合度 $(\text{DP})_n = n / (m - n)$ 。当 $m = n$ 时，即为上述（1）中的情况。
- 3、如果等摩尔比的己二胺与己二酸反应，且体系中除单官能团物质外，没有其他杂质，当 $P \rightarrow 1$ 时，

$$(\text{DP})_n = n / m'$$

式中： m' 一体系中单官能团物质的摩尔数。

在尼龙 66 的生产过程中，就是利用上述方法来控制聚合度的。

三、 主要仪器与药品

1、 主要试剂

名称	试剂	规格
单体	尼龙 66 盐	聚合级
相对分子质量调节剂	己二酸	聚合级
	月桂酸	AR

2、主要仪器

试管、电热套、调压变压器、氮气净化系统、温度计、玻璃四通等

四、实验步骤

- 1、用称量纸分别称取 7g 尼龙 66 盐三份。
- 2、称取 0.16g 己二酸和月桂酸各一份(精确到 0.0002 克 g)。
- 3、将它们分别与一份尼龙 66 盐充分混合，剩下的一份尼龙盐中不放添加物，然后将这三份尼龙 66 盐分别装入三根试管中，做好标记。
- 4、分别用一玻璃毛细管插入试管底部，作为氮气入口，以短玻璃管头作为氮气出口，并用微量的氮气排除试管中的空气，氮气出口用玻璃四通并联起来插入水中。

5、将试管插入电热套中开始升温（变压器调至 100—120 V）。尼龙 66 盐达熔点时，增大氮气流量（约 30 ml/min），缓慢升温，控制电压在 80~100V。在 260—280℃保持 1.5 h 左右，直到试管壁上没有水分为止。

6、反应完成后，将试管用坩埚钳夹住，转动试管，一方面观察和比较三个试管中产物的粘度，另一方面使产物在试管壁上结成薄膜，待试管冷却后方可断去氮气。将冷却了的试管用重物敲碎，取出产物(可留作测相对分子质量用)。

五、结果与讨论

- 1、在反应过程中为什么要通氮气？
- 2、为什么在尼龙 66 盐熔融后产生大量水分，而随着反应的进行反而看不到水分了呢？
- 3、描述三个试管中聚合物的粘度差异，并解释原因。

六、背景知识

1、为保证高的相对分子质量，要求原料有严格的配比。为此，尼龙 66 的合成通常先将原料己二酸和己二胺制成尼龙 66 盐，然后再进行聚合。尼龙 66 盐的制法是将己二酸和己二胺分别溶于乙醇中，于 60℃下将己二胺醇溶液滴入己二酸溶液中搅拌，使之中和成盐，pH 值控制在 6.7-7 时进行冷却、结晶、离心过滤得尼龙 66 盐。也可用水为溶剂，但对原料纯度要求高。

2、凡主链上含有酰胺基团的高分子化合物统称为聚酰胺，俗称尼龙（Nylon）。聚酰胺可以由二元胺和二元酸通过缩聚反应制取，也可以通过氨基酸均聚而成，甚至通过内酰胺开环聚合而得。聚酰胺具有优良的机械性能和物理性能，是合成纤维中最重要的品种之一，同时也是一类十分重要的工程塑料品种。目前世界各国产量最大的聚酰胺品种有聚酰胺-66、聚酰胺-6、聚酰胺-610 等。