

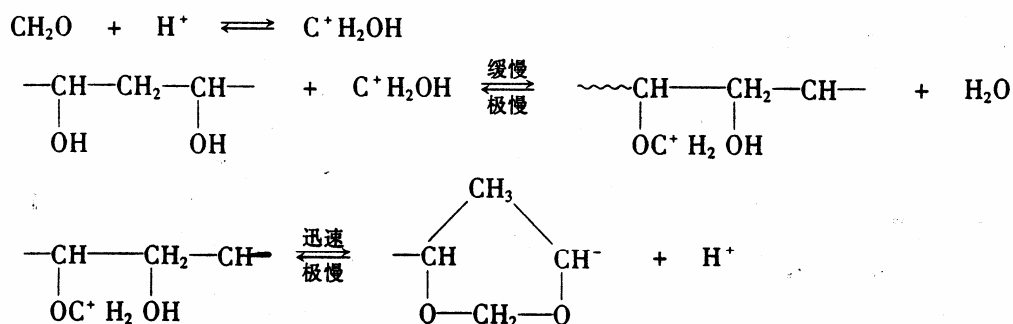
## 实验 20 聚乙烯醇缩甲醛的制备

## 一、目的要求

- 1、 加深对高分子化学反应基本原理的理解。
- 2、 掌握聚乙烯醇缩醛的制备方法。
- 3、 了解缩醛化反应的主要影响因素。

## 二、基本原理

聚乙烯醇缩甲醛是由聚乙烯醇在酸性条件下与甲醛缩合而成的。其反应方程式如下:



由于几率效应,聚乙烯醇中邻近羟基成环后,中间往往会夹着一些无法成环的孤立的羟基,因此缩醛化反应不能完全。为了定量表示缩醛化的程度,定义已缩合的羟基量占原始羟基量的百分数为缩醛度。

由于聚乙烯醇溶于水，而反应产物聚乙烯醇缩甲醛不溶于水，因此，随着反应的进行，最初的均相体系将逐渐变成非均相体系。本实验是合成水溶性聚乙烯醇缩甲醛胶水，实验中要控制适宜的缩醛度，使体系保持均相。如若反应过于猛烈，则会造成局部高缩醛度，导致不溶性物质存在于胶水中，影响胶水的质量。因此，反应过程中，要特别严格控制催化剂用量、反应温度、反应时间及反应物比例等因素。

### 三、主要试剂和仪器

## 1、主要试剂

聚乙烯醇	1799	工业级	10g	甲醛水溶液	38%	4ml	盐酸	化学纯
NaOH 水溶液	8%	5ml	去离子水					

## 2、主要仪器

250ml 三口瓶一只、电动搅拌器一台、温度计一支、冷凝器一只、恒温水浴槽一只、10ml 量筒一支、100ml 量筒一只。

#### 四、实验步骤

- 1、按图 2-2（见实验 2）装好仪器。
- 2、250ml 三口瓶中加入 90ml 去离子水，装上搅拌、冷凝器和温度计。开动搅拌。加入 10g 聚乙烯醇。
- 3、加热至 95℃，保温，直至聚乙烯醇全部溶解。
- 4、降温至 80℃，加入 4ml 甲醛溶液，搅拌 15min。滴加 0.25N 稀盐酸，控制反应体系 PH 值为 1-3。继续搅拌，反应体系逐渐变稠。当体系中出现气泡或有絮状物产生时，立即迅速加入 1.5ml 8% 的 NaOH 溶液，调节 PH 值为 8-9。冷却，出料，得无色透明粘稠液体，

即为一种化学胶水。

## 五、结果与讨论

- 1、 由于缩醛化反应的程度较低，胶水中尚有未反应的甲醛，产物往往有甲醛的刺激性气味。反应结束后胶水的 PH 值调至弱碱性有以下作用：可防止分子链间氢键含量过大，体积粘度过高；缩醛基团在碱性环境下较稳定。
- 2、 为什么缩醛度增加，水溶性会下降？
- 3、 为什么以较稀的聚乙烯醇溶液进行缩醛化？
- 4、 聚乙烯醇缩醛化反应中，为什么不生成分子间交联的缩醛键？
- 5、 聚乙烯醇缩甲醛粘合剂在冬季极易凝胶，怎样使其在低温时同样具有很好的流动性和粘合性？

## 六、背景知识

1、早在 1931 年，人们就已经研制出聚乙烯醇的纤维，但由于 PVA 的水溶性而无法实际应用。利用“缩醛化”减少水溶性，使 PVA 有了较大的实际应用价值。目前，聚乙烯醇缩醛树脂在工业上被广泛用于生产粘合剂、涂料、化学纤维。品种主要有聚乙烯醇缩甲醛、聚乙烯醇缩乙醛、聚乙烯醇缩甲乙醛、聚乙烯醇缩丁醛等。其中以聚乙烯醇缩甲醛和聚乙烯醇缩丁醛最为重要，前者是化学纤维“维尼纶”和“107”建筑胶水的主要原料，后者可用于制造“安全玻璃”。

2、聚乙烯醇缩甲醛随缩醛度的不同，性质和用途有所不同。缩醛度在 35%左右，就得到人们所称为“维尼纶”的纤维，纤维的强度是棉花的 1.5-2.0 倍，吸湿性 5%，接近天然纤维，故又称为“合成棉花”。如果控制缩醛度在较低水平，由于聚乙烯醇缩甲醛分子中含有羟基、乙酰基和醛基，因此有较强的粘接性能，可用作胶水使用，用来粘接金属、木材、玻璃、陶瓷、橡胶等。