

《材料制备及表征实验课件》



实验一、无机纳米粒子填充的聚合物吸水材料制备

一、实验目的

掌握：高吸水材料的制备原理和制备方法。

熟悉：无机纳米粒子在高吸水材料中的作用。

了解：聚合体系对高吸水材料性能的影响。

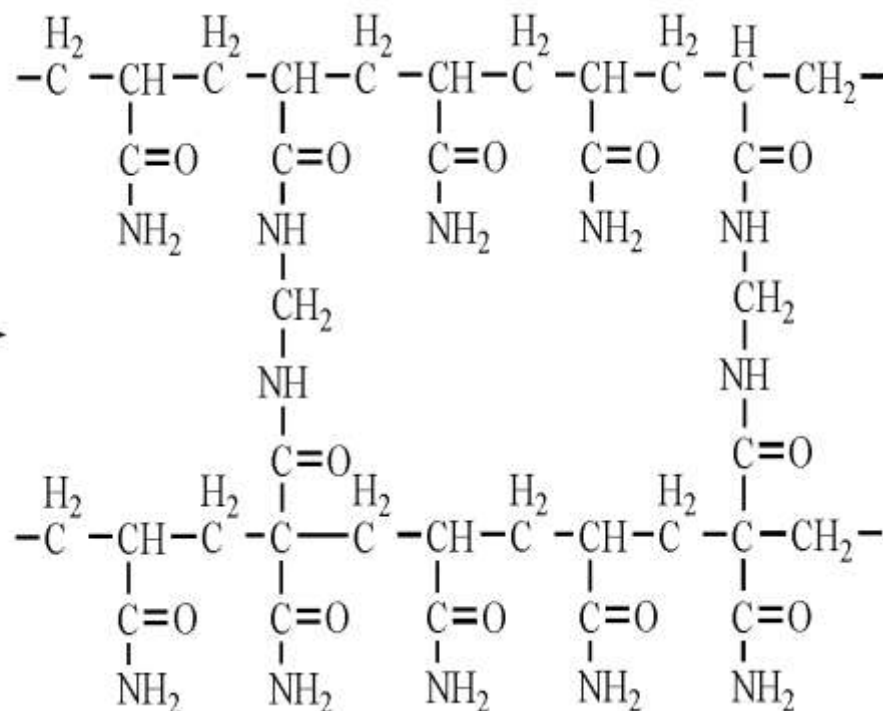
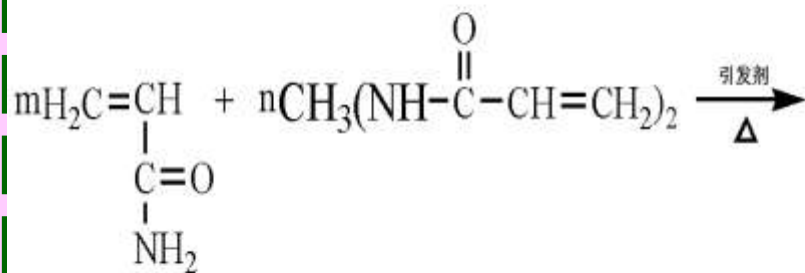
二、实验原理

一、反应机理

丙烯酰胺分子中有共轭体系结构，由于羰基吸电子能力强，使C=C键上的电子云，密度降低，因此很容易在C=C键上进行自由基型和离子型的连锁加聚反应。杂交联剂N，N-亚甲基双丙烯酰胺存在时，聚合与交联反应同时+行，生成网状结构的高粘聚合物，反应式如下图：

二、实验原理

一、反应机理



三、实验仪器与药品

一、仪器

高速搅拌机	1 台	分析天平	1 台
烘箱	1 台	恒温水箱	1 台
玻璃烧杯 (80 mL)	8 个	(200mL)	4 个
吸管	4 支	量筒 (100 mL)	1 只

二、药品

丙烯酰胺单体 (AM)	天然钠基膨润土
N, N, -亚甲基双丙烯酰胺	亚硫酸氢钠
过硫酸钾	无水碳酸钠

四、实验步骤

- 1、用电子天平准确称量不同质量（见表1）的天然钠基膨润土，分别置于4个200 mL烧杯中，分别称取占粘土10%的无水碳酸钠和量取150 mL蒸馏水于烧杯中，搅拌至无大的团聚颗粒。
- 2、用搅拌机将上述悬浮液分散3—5分钟。
- 3、用分析天平称取（如表1）的同质量的丙烯酰胺单体（AM），并溶于粘土悬浮液中，再用搅拌机分散1—2分钟。

四、实验步骤

表1 实验样品加量表

样品 ^ρ	天然钠基膨润土 (mg) ^ρ	丙烯酰胺 (AM) (g) ^ρ	N, N, -亚甲基双丙烯 酰胺 (交联剂) (g) ^ρ	亚硫酸氢钠过硫酸 钾 (引发剂) (g) ^ρ
1 ^ρ	41 ^ρ	20 ^ρ	0.008 ^ρ	0.06/0.12 ^ρ
2 ^ρ	71 ^ρ	20 ^ρ	0.01 ^ρ	0.04/0.08 ^ρ
3 ^ρ	110 ^ρ	20 ^ρ	0.006 ^ρ	0.02/0.04 ^ρ
4 ^ρ	166 ^ρ	20 ^ρ	0.006 ^ρ	0.04/0.10 ^ρ

四、实验步骤

4、用分析天平称取（如表1）的不同质量的交联剂N, N, -亚甲基双丙烯酰胺于4只80mL烧杯中，用少量水溶解，并加入到分散的粘土悬浮液中。

5、用分析天平称取（如表1）的不同质量的引发剂过硫酸钾、亚硫酸氢钠于4只80mL烧杯中，用少量水溶解，待用。

6、将粘土悬浮液放入45℃恒温水浴箱中预热，预热时用玻璃棒搅拌，使之受热均匀，使粘土悬浮液达到45℃左右。

四、实验步骤

4、用分析天平称取（如表1）的不同质量的交联剂N, N, -亚甲基双丙烯酰胺于4只80mL烧杯中，用少量水溶解，并加入到分散的粘土悬浮液中。

5、用分析天平称取（如表1）的不同质量的引发剂过硫酸钾、亚硫酸氢钠于4只80mL烧杯中，用少量水溶解，待用。

6、将粘土悬浮液放入45℃恒温水浴箱中预热，预热时用玻璃棒搅拌，使之受热均匀，使粘土悬浮液达到45℃左右。

四、实验步骤

7、缓慢加入引发剂（边加边搅拌），加完后继续搅拌1—2分钟，静置。

8、待成胶后，取出，用清水洗去未反应完全的丙烯酰胺单体（AM）和未包覆的粘土颗粒。

9、用小刀将聚合物胶块切割成0.5~1.0cm见方的小块，放入80~120℃的烘箱中，干燥。

10、将干燥后的样品粉碎、筛分，留备性能评价。

五、性能评价

- 1、外观 目测干燥前后成品的颜色和形状。
- 2、吸水倍数的测定 称取样品5 g，称准至0.01 g，放入已装入200 mL 蒸馏水的200 mL 烧杯中，浸泡24 小时。24 小时后，从烧杯中取出样品，放在滤纸上吸去表面的水分，然后称其质量m，称准至0.01g。吸水倍率N 按下公式计算：

$$N = (m - 5.00) / 5.00$$

五、性能评价

3、强度和韧性的观测

将干燥前的聚合物胶块用力拉伸，观察其弹塑性变化。将测定完吸水倍数的凝胶碎块用力碾压，观察其弹塑性变化。