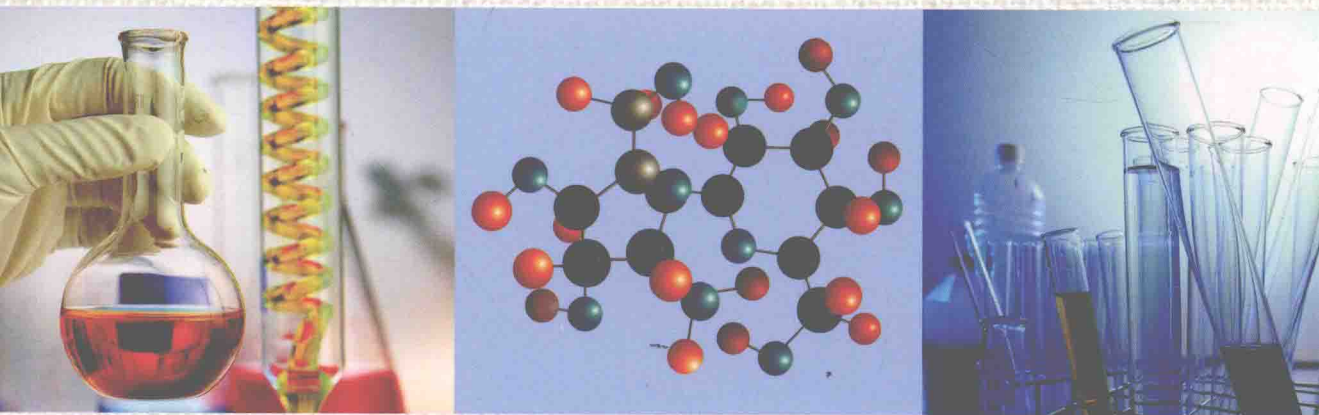




“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

# 高分子材料与工程专业实验教程

GAOFENZI CAILIAO YU GONGCHENG (第2版)  
ZHUANYE SHIYAN JIAOCHENG



沈新元◎主 编

王雅珍 李青山 方庆红◎副主编

 中国纺织出版社



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

# 高分子材料与工程专业 实验教程

(第2版)

沈新元 主编

王雅珍 李青山 方庆红 副主编



中国纺织出版社

## 内 容 提 要

本书是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材。全书共五篇：第一篇高分子化学实验包括19个实验，涉及缩合聚合反应、自由基加聚反应、离子型聚合反应、共聚合反应和高分子化学反应；第二篇高分子物理实验包括34个实验，涉及聚合物的相对分子质量及其分布和各种高分子材料性能的测定等；第三篇高分子材料加工实验包括15个实验，涉及高分子材料加工中的配方设计、化学纤维、橡胶等高分子材料的成型加工等；第四篇高分子材料综合实验包括15个实验，涉及高分子材料从原料制备、成型加工到产品性能的测定；第五篇高分子材料设计实验包括5个实验，涉及超高分子量聚丙烯腈、热敏高分子、有机-无机杂化材料等高分子材料的制备与表征设计。

本书可作为高等院校高分子材料与工程专业的教材，也可供从事高分子材料科学研究、生产技术和管理工作的相关人员参考。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

高分子材料与工程专业实验教程 / 沈新元主编. --  
2 版. -- 北京 : 中国纺织出版社, 2016.4  
“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材  
ISBN 978-7-5180-2368-4

I. ①高… II. ①沈… III. ①高分子材料-材料试验-高等学校-教材 IV. ①TB324.02

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 034843 号

---

责任编辑：范雨昕 责任校对：寇晨晨  
责任设计：何建 责任印制：何建

---

中国纺织出版社出版发行  
地址：北京市朝阳区百子湾东里A407号楼 邮政编码：100124  
销售电话：010—67004422 传真：010—87155801  
http://www.c-textilep.com  
E-mail: faxing@c-textilep.com  
中国纺织出版社天猫旗舰店  
官方微博 http://weibo.com/2119887771  
北京市密东印刷有限公司印刷 各地新华书店经销  
2010年5月第1版 2016年4月第2版第3次印刷  
开本：787×1092 1/16 印张：17.75  
字数：365千字 定价：48.00元

---

凡购本书，如有缺页、倒页、脱页，由本社图书营销中心调换

## 本教材编委会

主 编：沈新元

副主编：王雅珍 李青山 方庆红

编 委：王雅珍 沈新元 李青山 方庆红  
汪建新 杨 庆 张清华 刘喜军  
刘晓洪 刘大晨

## 出版者的话

全面推进素质教育，着力培养基础扎实、知识面宽、能力强、素质高的人才，已成为当今教育的主题。教材建设作为教学的重要组成部分，如何适应新形势下我国教学改革要求，与时俱进，编写出高质量的教材，在人才培养中发挥作用，成为院校和出版人共同努力的目标。2011年4月，教育部颁发了教高〔2011〕5号文件《教育部关于“十二五”普通高等教育本科教材建设的若干意见》（以下简称《意见》），明确指出“十二五”普通高等教育本科教材建设，要以服务人才培养为目标，以提高教材质量为核心，以创新教材建设的体制机制为突破口，以实施教材精品战略、加强教材分类指导、完善教材评价选用制度为着力点，坚持育人为本，充分发挥教材在提高人才培养质量中的基础性作用。《意见》同时指明了“十二五”普通高等教育本科教材建设的四项基本原则，即要以国家、省（区、市）、高等学校三级教材建设为基础，全面推进，提升教材整体质量，同时重点建设主干基础课程教材、专业核心课程教材，加强实验实践类教材建设，推进数字化教材建设；要实行教材编写主编负责制，出版发行单位出版社负责制，主编和其他编者所在单位及出版社上级主管部门承担监督检查责任，确保教材质量；要鼓励编写及时反映人才培养模式和教学改革最新趋势的教材，注重教材内容在传授知识的同时，传授获取知识和创造知识的方法；要根据各类普通高等学校需要，注重满足多样化人才培养需求，教材特色鲜明、品种丰富。避免相同品种且特色不突出的教材重复建设。

随着《意见》出台，教育部正式下发了通知，确定了规划教材书目。我社共有26种教材被纳入“十二五”普通高等教育本科国家级教材规划，其中包括了纺织工程教材12种、轻化工程教材4种、服装设计与工程教材10种。为在“十二五”期间切实做好教材出版工作，我社主动进行了教材创新型模式的深入策划，力求使教材出版与教学改革和课程建设发展相适应，充分体现教材的适用性、科学性、系统性和新颖性，使教材内容具有以下几个特点：

（1）坚持一个目标——服务人才培养。“十二五”职业教育教材建设，要坚持育人为本，充分发挥教材在提高人才培养质量中的基础性作用，充分体现我国改革开放30多年来经济、政治、文化、社会、科技等方面取得的成就，适应不同类型高等学校需要和不同教学对象需要，编写推介一大批符合教育规律和人才成长规律的具有科学性、先进性、适用性的优秀教材，进一步完善具有中国特色的普通高等教育本科教材体系。

（2）围绕一个核心——提高教材质量。根据教育规律和课程设置特点，从提高学生分析问题、解决问题的能力入手，教材附有课程设置指导，并于章首介绍本章知识点、重点、难点及专业技能，增加相关学科的最新研究理论、研究热点或历史背景，章后附形式多样的习

题等,提高教材的可读性,增加学生学习兴趣和自学能力,提升学生科技素养和人文素养。

(3) 突出一个环节——内容实践环节。教材出版突出应用性学科的特点,注重理论与实践相结合,有针对性地设置教材内容,增加实践、实验内容。

(4) 实现一个立体——多元化教材建设。鼓励编写、出版适应不同类型高等学校教学需要的不同风格和特色教材;积极推进高等学校与行业合作编写实践教材;鼓励编写、出版不同载体和不同形式的教材,包括纸质教材和数字化教材,授课型教材和辅助型教材;鼓励开发中英文双语教材、汉语与少数民族语言双语教材;探索与国外或境外合作编写或改编优秀教材。

教材出版是教育发展中的重要组成部分,为出版高质量的教材,出版社严格甄选作者,组织专家评审,并对出版全过程进行过程跟踪,及时了解教材编写进度、编写质量,力求做到作者权威,编辑专业,审读严格,精品出版。我们愿与院校一起,共同探讨、完善教材出版,不断推出精品教材,以适应我国高等教育的发展要求。

中国纺织出版社  
教材出版中心

## 第2版前言

实验教学法已被世界各国证明能有效培养实践能力和科研能力强的专业人才。我国具有庞大的高分子材料工业体系，对于实践能力和科研能力强的专业人才的需求十分迫切。有鉴于此，我们编写了普通高等教育“十一五”国家级规划教材《高分子材料与工程专业实验教程》。本书第1版出版后，受到较多的关注，并获得上海市2011年优秀教材二等奖。

借《高分子材料与工程专业实验教程（第2版）》入选“十二五”普通高等教育国家级规划教材之机，我们根据叶圣陶先生“铸一柄合用的斧头”的要求，对第1版进行了较大的增删和修改。全书共分五篇，第一篇高分子化学实验包括19个实验，涉及缩合聚合反应、自由基加聚反应、离子型聚合反应、共聚合反应和高分子化学反应；第二篇高分子物理实验包括34个实验，涉及聚合物的相对分子质量及其分布、热性能、流变性、结晶性能，共混物的形态和各种高分子材料性能的测定；第三篇高分子材料加工实验包括15个实验，涉及高分子材料加工中的配方设计、混合和塑料、化学纤维、橡胶等高分子材料的成型；第四篇高分子材料综合实验包括15个实验，涉及塑料、化学纤维、橡胶等高分子材料产品从原料制备、成型加工到产品性能测定；第五篇分子材料设计实验包括5个实验，涉及超高分子量聚丙烯腈、热敏高分子、有机—无机杂化材料等高分子材料的制备与表征设计。

从整体上看，第2版更好地体现了高分子材料科学与工程科学的内涵，专业面宽、内容丰富、适用面广的特色更为鲜明，使教材的质量有了进一步提高。

本书由东华大学沈新元担任主编，齐齐哈尔大学王雅珍、燕山大学李青山和沈阳化工大学方庆红担任副主编，东华大学、齐齐哈尔大学、燕山大学、沈阳化工大学和武汉纺织大学的汪建新、杨庆、张清华、刘喜军、刘晓洪、刘大晨、张振琳、王雪芬、张海全、张瑜、张帅、周光举、彭桂荣、张永强、王慧敏等教师也参加了编写工作。

本书获得纤维材料改性国家重点实验室的资助，在此表示诚挚的感谢。

由于高分子及其材料的品种繁多，表征技术与仪器设备发展很快，加之作者水平有限，因此编写过程中难免出现一些疏误，恳请斧正。

编者

2015年8月

# 第1版前言

从20世纪20年代高分子学科产生以来,高分子科学与技术的发展极为迅速,并导致了材料领域的重大变革,形成了金属材料、无机非金属材料、高分子材料和复合材料多学科共存的局面,并广泛应用于人类的衣食住行和各产业领域。人们已经认识到高分子材料越来越成为不可缺少的重要材料,它的广泛应用和不断创新是材料科学现代化的一个重要标志。

高分子材料的主要种类有塑料、化学纤维、橡胶、涂料和胶黏剂,它们各自形成了庞大的工业体系,对于实践能力和科研能力强的专业人才的需求十分迫切。实验实习法是世界各国普遍采用的教学方法之一,特别是实验教学法,被证实能有效培养实践能力和科研能力强的专业人才,因此已被引入各门学科的教学过程。

目前,我国开设“高分子材料与工程”专业的高校已增加到近150所,因此需要更多内容覆盖面广、有利于培养实践能力和科研能力的实验教材。有鉴于此,在东华大学、燕山大学、齐齐哈尔大学、武汉纺织大学和沈阳化工大学多年专业实验教学实践的基础上,参考国内外高分子材料实验的教材,编写了本书。

为适应21世纪高分子材料与工程专业人才培养的需要,本书根据高分子材料科学与工程科学的内涵,结合专业实验的特点,设置了5部分实验。第一篇“高分子化学实验”包括27个实验,涉及缩合聚合反应、自由基加聚反应、离子型聚合与配位聚合反应、共聚合反应和高分子化学反应;第二篇“高分子物理实验”包括27个实验,涉及聚合物相对分子质量及其分布、结晶性能、热性能,交联聚合物的交联度,共混物的形态,聚合物浓溶液的流变性和各种高分子材料的性能的测定;第三篇“高分子材料加工实验”包括14个实验,涉及塑料、化学纤维、橡胶、涂料、黏合剂等高分子材料的成型加工;第四篇“高分子材料综合实验”包括14个实验,涉及塑料、化学纤维、橡胶、涂料等高分子材料产品从原料制备、成型加工到产品性能的测定;第五篇“高分子材料设计实验”包括5个实验,涉及超高分子量聚丙烯腈、热敏高分子、有机-无机杂化材料等高分子材料制备与表征的设计。

本书由东华大学沈新元担任主编,燕山大学李青山、东华大学杨庆、齐齐哈尔大学刘喜军、武汉纺织大学刘晓洪和沈阳化工大学方庆红担任副主编,这五所学校的许多教师都参加了编写工作。

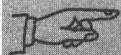
本书获得纤维材料改性国家重点实验室的资助,在编写过程中得到了东华大学硕士研究生丁哲音的协助,在此表示诚挚感谢。

由于高分子及其材料的品种繁多,表征技术与设备发展很快,加之作者学识有限,因此书中疏漏之处在所难免,恳请广大读者批评指正。

编者

2010年2月





## 课程设置指导

**课程名称：**高分子材料与工程专业实验

**适用专业：**高分子材料与工程专业

**总学时：**60 ~ 120

**课程性质：**本课程为专业课，是高分子化学、高分子物理、高分子材料成型加工原理课程的重要组成部分。

### 课程目的

(1) 能运用所学专业知识，通过实验使学生初步掌握聚合物合成与表征科学、高分子材料成型加工及性能测定的专业实验技能。

(2) 掌握实验中样品制备的方法。

(3) 了解高分子的原料、半成品、成品的国家质量标准，掌握常用的测试评定方法。

(4) 了解常用的实验设备和测试仪器的结构性能，并能独立使用。

(5) 使学生通过系列的相关实验，达到理论与实践的紧密结合，培养学生的动手能力和专业实验技能，提高高分子科学与工程的操作能力和科研能力。

### 课程教学的基本要求

教学环节包括实验教学、作业和考试。通过各种教学环节，加深学生对理论知识的认识，提高实验技能，提高分析问题、解决问题的能力。

#### 1. 实验教学

高分子化学实验、高分子物理实验和高分子材料加工实验共18个，合计60学时，高分子材料综合实验共2周，可以将高分子材料设计实验设为选修课或结合科研创新训练一并进行。

#### 2. 作业

每次实验后写出实验报告，要求写出实验材料、仪器、药品、实验原理和方法、画出实验流程图，根据所学理论知识对所得实验数据进行详细分析，对结果有较为全面的讨论。

#### 3. 考试

采用笔试、口试及操作相结合的方式。



## 课程设置指导

### 教学环节学时分配表

篇数	讲授内容	学时分配
第一篇	高分子化学实验	选做6个实验, 共18学时
第二篇	高分子物理实验	选做6个实验, 共18学时
第三篇	高分子材料加工实验	选做6个实验, 共24学时
第四篇	高分子材料综合实验	根据学校特色选做5~6个实验, 共2周
第五篇	高分子材料设计实验	根据实际情况选修或结合科研创新训练一并进行
	考查	2学时 (不包括高分子材料综合实验)
	合计	60~120学时

# 目录

<b>第一篇 高分子化学实验</b> .....	001
实验1 线型缩聚制备聚己二酸乙二醇酯 .....	001
实验2 体型缩聚制备脲醛树脂 .....	004
实验3 逐步加聚制备聚氨酯 .....	006
实验4 开环聚合制备尼龙6 .....	009
实验5 甲基丙烯酸甲酯的本体聚合 .....	011
实验6 乙酸乙烯酯的溶液聚合 .....	014
实验7 苯乙烯的悬浮聚合 .....	016
实验8 乙酸乙烯酯的乳液聚合 .....	018
实验9 膨胀计法测定苯乙烯加聚反应速率 .....	020
实验10 丙烯腈—丙烯酸甲酯—甲基丙烯磺酸钠的无规共聚合 .....	024
实验11 苯乙烯—顺丁烯二酸酐的交替共聚合 .....	026
实验12 聚酯的丙烯酸接枝共聚 .....	028
实验13 悬浮乳液聚合制备丙烯腈—丁二烯—苯乙烯共聚物 .....	029
实验14 乙烯基类单体的阴离子聚合 .....	032
实验15 异丁烯的阳离子聚合 .....	036
实验16 聚乙烯醇的缩醛化 .....	039
实验17 纤维素的乙酰化 .....	040
实验18 导电聚苯胺的化学氧化聚合 .....	043
实验19 多胺交联纤维素树脂的合成 .....	045
<b>第二篇 高分子物理实验</b> .....	047
实验20 黏度法测定聚合物相对分子质量 .....	047
实验21 光散射法测聚合物相对分子质量及相对分子质量分布 .....	052
实验22 凝胶渗透色谱法测定聚合物相对分子质量及相对分子质量分布 .....	058
实验23 铜乙二胺法测纤维素的聚合度 .....	062

实验24	膨胀计法测聚合物的玻璃化转变温度	065
实验25	聚合物应力松弛的测定	067
实验26	聚合物动态力学行为的测定	070
实验27	聚合物蠕变曲线和本体黏度的测定	072
实验28	聚合物温度—形变曲线的测定	074
实验29	旋转黏度计法测聚合物浓溶液的流变性	078
实验30	毛细管流变仪法测聚合物熔体的流变性	081
实验31	平板流变仪法测定聚合物熔体的动态流动特性	088
实验32	光学解偏振法测聚合物的结晶速率	091
实验33	偏光显微镜法观察聚合物结晶形态	093
实验34	显微镜法观察共混物的相区形态	095
实验35	高分子材料拉伸性能的测定	097
实验36	高分子材料硬度的测定	101
实验37	高分子材料冲击性能的测定	103
实验38	DSC法测聚合物的热性能	107
实验39	TGA法测聚合物的热稳定性	109
实验40	高分子材料电阻率的测定	111
实验41	高分子材料介电常数、介电损耗的测试	114
实验42	塑料弯曲性能的测定	117
实验43	塑料压缩性能的测定	121
实验44	塑料维卡软化点的测定	122
实验45	纤维长度的测定	123
实验46	纤维细度的测定	125
实验47	纤维取向度的测定	127
实验48	橡胶门尼黏度的测定	131
实验49	橡胶可塑度的测定	133
实验50	橡胶硫化特性曲线的测定	135
实验51	橡胶邵氏硬度的测定	138
实验52	橡胶屈挠龟裂的测定	140
实验53	橡胶阿克隆磨耗的测定	142
<b>第三篇 高分子材料加工实验</b>		<b>145</b>
实验54	热塑性聚合物熔体流动速率的测定	145
实验55	聚氯乙烯混合料的配方设计与制备	150

实验56	聚烯烃的挤出造粒 .....	153
实验57	聚丙烯的共混改性 .....	157
实验58	反应型增容剂的制备 .....	161
实验59	聚乙烯板材挤出成型 .....	163
实验60	聚烯烃管材挤出成型 .....	167
实验61	聚烯烃挤出吹塑薄膜成型 .....	169
实验62	聚烯烃注射成型 .....	174
实验63	聚丙烯熔体纺丝 .....	176
实验64	聚丙烯腈湿法纺丝 .....	179
实验65	聚乙烯醇高压静电纺丝 .....	181
实验66	生胶的塑炼 .....	185
实验67	橡胶的混炼 .....	189
实验68	橡胶的硫化 .....	193
<b>第四篇</b>	<b>高分子材料综合实验</b> .....	<b>197</b>
实验69	聚丙烯酰胺的制备及表征 .....	197
实验70	三聚氰胺/甲醛树脂的合成及层压板的制备 .....	199
实验71	丙烯酸酯乳液压敏胶的制备及性能测定 .....	201
实验72	聚甲基丙烯酸甲酯的合成与光纤的制备及性能测试 .....	206
实验73	聚羟基脂肪酸酯/聚己内酯共混体的制备及性能测定 .....	210
实验74	聚丙烯/乙丙橡胶共混体的制备及性能测定 .....	212
实验75	高分子导电复合材料的制备及导电特性测定 .....	214
实验76	聚乙烯薄膜的吹塑成型及性能测定 .....	217
实验77	聚丙烯注塑成型及性能测定 .....	223
实验78	聚酯熔融纺丝及纤维性能测定 .....	226
实验79	壳聚糖湿法纺丝及性能测定 .....	230
实验80	熔喷非织造布的制备及性能测定 .....	235
实验81	阻燃橡胶的制备及性能测定 .....	238
实验82	耐油橡胶的制备及性能测定 .....	245
实验83	导电橡胶的制备及性能测试 .....	251
<b>第五篇</b>	<b>高分子材料设计实验</b> .....	<b>254</b>
实验84	超高分子量聚丙烯腈的合成 .....	254
实验85	热敏高分子的制备 .....	256

实验86 聚丙烯腈链结构的表征 .....	257
实验87 聚氯乙烯的共混改性 .....	259
实验88 屏蔽紫外光有机-无机杂化材料的制备 .....	261
参考文献 .....	264

# 第一篇 高分子化学实验

## 实验 1 线型缩聚制备聚己二酸乙二醇酯

### 一、实验目的

(1) 通过聚己二酸乙二醇酯的制备, 了解线型缩聚的原理及平衡常数较小的单体聚合的实施方法。

(2) 通过测定酸值和析出水量, 了解缩聚反应过程中反应程度和平均聚合度的变化。

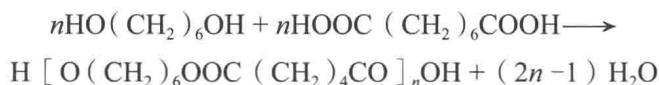
(3) 掌握缩聚物平均分子量的影响因素及提高平均分子量的方法。

### 二、实验原理

缩聚反应是由多次重复的缩合反应逐步形成聚合物的过程, 大多数属于官能团之间的逐步可逆平衡反应, 其中线型聚合物聚己二酸乙二醇酯的合成就是平衡常数较小 ( $K = 4 \sim 10$ ) 的缩聚反应之一。

影响聚酯反应程度和平均聚合度的因素, 除单体结构外, 还与反应条件如配料比、催化剂、反应温度、反应时间、去水程度有关。配料比对反应程度和相对分子质量的影响很大, 体系中任何一种单体过量都会降低反应程度; 采用催化剂可大大加快反应速度; 提高温度也能加快反应速率, 提高反应程度, 同时促使反应产生的低分子产物尽快离开反应体系, 使平衡向着有利于生成聚合物的方向移动。因此, 水分去除越彻底, 反应越彻底, 反应程度越高, 相对分子质量越大。为了除去水分可采用升高体系温度、降低体系压力、加速搅拌、通入惰性气体等方法, 本实验中采用了升高体系温度的方法。另外, 反应未达平衡前, 延长反应时间亦可提高反应程度和相对分子质量。本实验由于实验设备、反应条件和时间的限制, 不能获得较高相对分子质量的产物, 只能通过测定反应程度了解缩聚反应的特点及其影响因素。

聚酯反应体系中由于单体己二酸上有羧基官能团的存在, 因而在聚合反应中有小分子水排出。



通过测定反应过程中的酸值变化或出水量来求得反应程度, 反应程度计算公式如下:

$$\text{反应程度} \quad P = \frac{t \text{ 时刻出水量}}{\text{理论出水量}}$$

或 
$$P = \frac{\text{初始酸值} - t \text{时刻酸值}}{\text{初始酸值}}$$

在配料比严格控制在官能团等物质的量时,产物的平均聚合度  $x_n$  与反应程度的关系如下:

$$x_n = 1 / (1 - P)$$

据此可求得平均聚合度和产物的相对分子质量。

在本实验中,外加对甲苯磺酸催化,催化剂浓度可视为基本不变(即  $[H^+]$  为一常数),因此该反应为二级反应,其动力学关系为:

$$-dc/dt = k [H^+] c^2 = kc^2$$

式中:  $c$  为反应中每克原料混合物中羧基或羟基的浓度, mmol/g;  $k$  为该反应条件下的反应速度常数,  $g / (mmol \cdot min)$ 。

积分代换得:

$$x_n = 1 / (1 - P) = kc_0 t + 1$$

式中:  $t$  为反应时间, min;  $c_0$  为反应开始时每克原料混合物中羧基或羟基的浓度, mmol/g。

根据上式,当反应程度达 80% 以上时,即可以  $x_n$  对  $t$  作图求出  $k$ 。

本实验中的反应体系是由以己二酸和乙二醇为单体、对甲苯磺酸为催化剂、乙醇—甲苯(1:1)混合物为溶剂所组成的;以酚酞作指示剂、KOH 水溶液为滴定液测定反应体系的酸值;通过缩聚反应合成端羟基聚己二酸乙二醇酯,并且计算反应程度和平均聚合度。

### 三、实验材料和仪器

#### 1. 主要实验材料

己二酸、乙二醇、对甲苯磺酸、乙醇—甲苯(1:1)混合溶剂、酚酞、KOH 水溶液(0.1mol/L)、工业酒精。

#### 2. 主要实验仪器

聚合装置一套如图 1-1(a) 所示,包括 250mL 的三口烧瓶一个、电动搅拌器一套、冷凝管一支、0 ~ 300℃ 温度计一支、锅式电炉一套、分水器、毛细管、干燥管;真空抽排装置一套,包括水泵一台、安全瓶一个、250mL 锥形瓶、20 mL 移液管、碱式滴定管、量筒。

#### 四、实验步骤

(1) 按图 1-1(a) 所示安装好实验装置,为保证搅拌速度均匀,整套装置安装要规范。

(2) 向三口烧瓶中按配方顺序加入己二酸 36.5g、乙二醇 14mL 和对甲苯磺酸 60mg,充

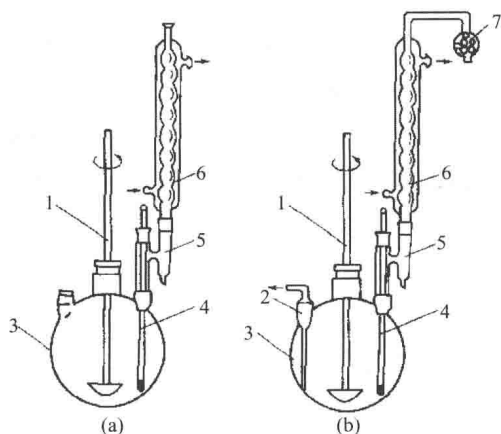


图 1-1 聚己二酸乙二醇酯的制备装置

1—搅拌器 2—毛细管 3—三口烧瓶 4—温度计 5—分水器  
6—冷凝管 7—干燥管



分搅拌后, 取约 0.5g 样品 (第一个样) 用分析天平准确称量, 加入 250mL 锥形瓶中, 再加入 15mL 乙醇—甲苯 (1 : 1) 混合溶剂, 样品溶解后, 以酚酞作指示剂, 用 KOH 水溶液滴定至终点, 记录所耗碱液体积, 计算酸值。

(3) 用电炉开始加热, 当物料熔融后在 15min 内升温至  $160^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  反应 1h。在此段共取 5 个样测定酸值: 在物料全部熔融时取第二个样, 达到  $160^{\circ}\text{C}$  时取第三个样, 此温度下反应 15min 后取第四个样, 至 30min 时取第五个样, 至第 45min 取第六个样。取第六个样后再反应 15min。

(4) 然后于 15min 内将体系温度升至  $200^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , 此时取第七个样, 并在此温度下反应 0.5h 后取第八个样, 继续再反应 0.5h。

(5) 将反应装置改成减压系统, 如图 1-1 (b) 所示, 即再加上毛细管, 并在其上和冷凝管上各接一只硅胶干燥管, 继续保持  $200^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , 真空度为  $0.133 \times 10^5 \text{Pa}$  (100mmHg) 反应 15min 后取第九个样, 至此结束反应。

(6) 在反应过程中从开始出水时, 每析出 0.5 ~ 1mL 水, 测定一次析水量, 直至反应结束, 应不少于 10 个水样。

(7) 反应停止后, 趁热将产物倒入回收盒内, 冷却后为白色蜡状物。用 20mL 工业酒精洗瓶, 洗瓶液倒入回收瓶中。

## 五、实验结果分析与讨论

(1) 按下式计算酸值。

$$\text{酸值 (mgKOH/g 样品)} = \frac{V \times c \times 0.056 \times 1000}{\text{样品质量}}$$

式中:  $V$  为滴定样品所消耗的 KOH 水溶液的体积 (mL);  $c$  为 KOH 水溶液的浓度 (mol/L); 0.056 为 KOH 毫摩尔质量 (g/mmol)。

(2) 按表 1-1 记录酸值, 计算反应程度和平均聚合度, 绘出  $p-t$  和  $x_n-t$  图。

表 1-1 实验记录 (一)

反应时间 (min)	样品质量 (g)	消耗的 KOH 溶液的体积 (mL)	酸值 (mgKOH/g 样品)	反应程度	平均聚合度

(3) 按表 1-2 记录出水量, 计算反应程度和平均聚合度, 绘出  $p-t$  和  $x_n-t$  图。

表 1-2 实验记录 (二)

反应时间 (min)	出水量 (mL)	反应程度	平均聚合度

(4) 说明本缩聚反应实验装置有几种功能? 并结合  $p-t$  和  $x_n-t$  图分析熔融缩聚反应的