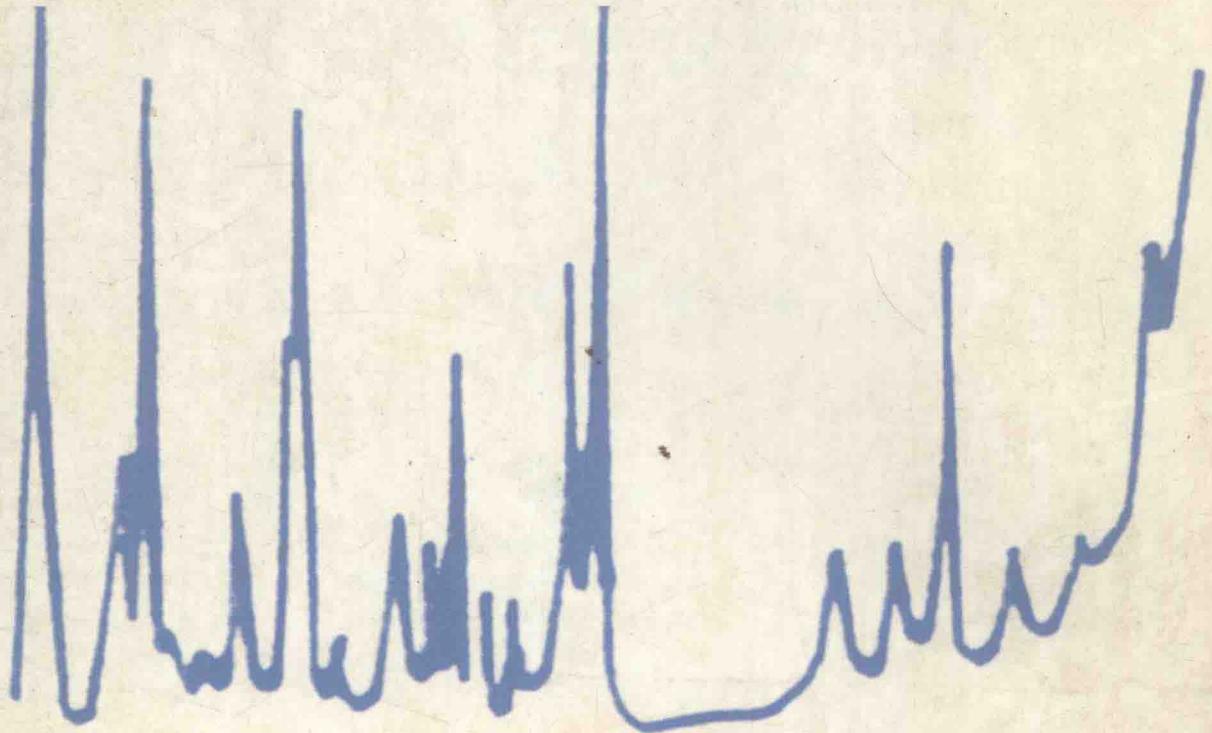


汪昆华 罗传秋 周 嘣 编著

清华大学出版社
<http://www.tup.tsinghua.edu.cn>



聚合物
近代仪器分析
(第二版)

聚合物近代仪器分析

(第二版)

汪昆华 罗传秋 周 喷 编著

清华大学出版社

(京)新登字 158 号

内 容 简 介

本书作者长期在清华大学和北京大学从事聚合物仪器分析的教学和研究工作,积累了丰富的经验。他们针对高分子化学、化工和材料等专业的本科生和研究生编写了这本教材。

本书第一版于 1991 年由清华大学出版社出版后,被不少高等院校作为本科生和研究生教材,并荣获 1996 年化工部全国高等学校优秀教材二等奖。

随着仪器分析的发展,其在聚合物研究和分析中的应用日益广泛和深入,为了反映这些方面的进展,本书作者精心地撰写了第二版。

在第二版中,作者对第一版的各章进行了调整、补充和更新,增设了复习题。此外,新增加了第 11 章——电子衍射及其在聚合物结构研究中的应用和第 12 章——高分子材料近代研究方法,使本书更能满足相关专业学生,特别是研究生的需要。

读者对象:高等院校化学、化工、材料等专业的本科生和研究生,从事高分子研究和分析的科技人员。

书 名: 聚合物近代仪器分析(第二版)

作 者: 汪昆华 罗传秋 周啸 编著

出版者: 清华大学出版社(北京清华大学学研楼,邮编 100084)

<http://www.tup.tsinghua.edu.cn>

印刷者: 北京市清华园胶印厂

发行者: 新华书店总店北京发行所

开 本: 787×1092 1/16 印张: 21 字数: 480 千字

版 次: 2000 年 5 月第 2 版 2000 年 5 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 7-302-03912-7/O · 241

印 数: 0001~4000

定 价: 24.00 元

前　　言

近 20 年来,由于近代仪器分析技术的迅速发展,使其越来越成为高聚物研究和生产中不可缺少的工具。从事高分子材料的研究、分析和生产的工作人员,有必要了解近代仪器分析的基本原理,掌握谱图解析的一般方法,学会如何运用这些近代仪器分析手段进行高分子材料的研究。

目前国内虽然有多种仪器分析和有机谱图解析方面的教材,也有高聚物剖析方面的专著,但缺乏高分子专业学生学习高聚物近代仪器分析方法的教材。本书是在清华大学、北京大学高分子专业近 10 年开设的高分子分析和研究方法课程教学经验的基础上,对原有的讲义进行了修改扩充而编写成的。编者从教学和高分子科技工作者需要的角度出发,围绕高分子研究领域中所涉及到的最常用的近代分析仪器,就分析方法的基本原理、仪器的简单构成、对分析样品的要求、谱图所能提供的信息和其基本解析方法以及各种仪器在高聚物领域中的应用等方面做了简明的阐述。本书力图深入浅出,尽可能避免繁琐的数学推导和复杂的谱图解析。在实际工作中,往往一项课题,如高聚物链结构的研究,需要有多种近代仪器分析手段配合进行。如果按高聚物研究系统来编写就会使许多未接触过仪器分析的人员感到很乱,因此在本书中仍以仪器分析方法分类,一种一种仪器加以讲授。讨论每种方法的基本内容时,又以最基础的高聚物组成分析为主。一些更深一层的内容,如高分子结构单元的立体构型的空间排列、高聚物的表面分析能谱等内容,则未编入。

本书主要作为高等院校高分子化学、化工、材料等有关专业本科生教材使用,也可供从事高分子科技工作的人员及有关分析工作者参考。

本书是在上述两校教学及科研工作的实践经验基础上编写的,特别是曾参与本课程教学的阮竹、顾世英、王艳芬、王盈康、曹维孝、邓卓、丁有骏、张广利、段晓青、郭新秋、卢英先等老师给予了大力的支持和帮助,因此从某种意义上讲,本书也是集体经验的总结。

本书第 9,10 章由周啸执笔;第 6,7 章及第 2 章紫外、荧光分析部分,第 3 章电子顺磁共振部分及第 4 章反相气相色谱部分由罗传秋执笔,其余各部分为汪昆华执笔。特别要感谢王艳芬、顾世英两位老师,做了大量的绘图及抄写工作。

由于高聚物近代仪器分析方法涉及的面很广,发展又很快,而编者水平有限,错误难免,希望得到读者的批评指正。

编　　者

1989 年 12 月

第二版前言

本书自 1991 年 9 月出版以来,承蒙清华大学、北京大学、中国科技大学研究生院和各地多所高校高分子专业广大师生的厚爱,多年被选作本科生、研究生的教材或教学参考书。由于本书的内容深入浅出,结合聚合物的研究介绍分析方法,实用易懂,因此获得了好评,并于 1996 年获得了化工部颁发的全国高等学校化工类优秀教材二等奖。

本书第二版,除对各章进行了修改外,另增加了第 11 章电子衍射和第 12 章聚合物近代研究方法。电子衍射一章的增加出于两方面的原因,一是使学生能深入了解透射电镜图像衬度(也就是图像反差)的形成原理,二是有助于深入研究聚合物单晶体(或单晶晶粒)的结晶结构。第 12 章是综合利用各种近代仪器分析方法解决高分子材料研究中所遇到的问题。增加内容以后,本书会更加适于作为研究生教材。

这次再版时,我们依据各校教师和学生的建议,在各章后面附加了复习题,并在书末的附录中增加了参考书目。

本书第 11 章由周啸执笔;第 12 章由汪昆华、杨睿执笔。

尽管第二版对原有内容进行了修改,并增加了新的内容,但受编者水平和时间的限制,来不及大篇幅的重写,所以缺陷和疏漏在所难免,恳请读者批评指正。

编 者
1999 年 3 月

目 录

前言	I
第二版前言	III
第1章 绪论	1
1.1 高聚物近代仪器分析方法的研究对象	1
1.2 高聚物近代仪器分析方法所用仪器简介	2
1.3 高聚物研究和分析	2
1.4 高聚物的表征	9
第2章 光谱分析	12
2.1 概述.....	12
2.2 紫外光谱.....	15
2.3 荧光光谱.....	22
2.4 红外光谱.....	26
2.5 激光拉曼光谱简介.....	55
复习题	60
第3章 核磁共振与电子顺磁共振波谱法	61
3.1 核磁共振波谱.....	61
3.2 ^1H -核磁共振波谱	66
3.3 ^{13}C -核磁共振波谱	75
3.4 NMR 在高聚物研究中的应用	78
3.5 NMR 的经验计算关系式	83
3.6 电子顺磁共振谱.....	88
3.7 电子顺磁共振谱在高分子研究中的应用.....	95
复习题.....	100
第4章 气相色谱法与反气相色谱法	101
4.1 色谱分离原理及其分类	101
4.2 气相色谱仪简介	102
4.3 色谱谱图解析	106
4.4 定性与定量分析	111
4.5 微处理机在色谱数据处理中的应用	112
4.6 反气相色谱法	117
4.7 气相色谱法与反气相色谱法在高分子研究中的应用	118
复习题.....	122
第5章 高聚物的热解分析	124

5.1 高聚物热解分析的特点	124
5.2 高聚物热裂解的一般模式	124
5.3 有机质谱	128
5.4 有机质谱谱图解析	132
5.5 裂解气相色谱分析	149
5.6 PGC-MS 联用技术	153
5.7 热解分析在高分子材料研究中的应用	160
复习题	168
第6章 热分析	170
6.1 热分析的定义与分类	170
6.2 差热分析和示差扫描量热分析	171
6.3 热重分析	173
6.4 DTA,DSC,TG 在聚合物研究中的应用	174
复习题	178
第7章 聚合物的热-力分析	179
7.1 概述	179
7.2 主要测试方法的原理与装置	180
7.3 热-力分析中应注意的问题	184
7.4 热-力分析在聚合物研究中的应用	185
复习题	187
第8章 分子量分布的测定	188
8.1 概述	188
8.2 凝胶色谱	192
8.3 凝胶色谱的数据处理	199
8.4 凝胶色谱在高分子研究中的应用	205
8.5 场流分离技术	212
复习题	213
第9章 高分子材料的透射电子显微术	214
9.1 光学和电子光学基础	214
9.2 透射电镜的结构及其成像机制	222
9.3 透射电镜用聚合物试样的制备技术	231
复习题	238
第10章 聚合物的扫描电子显微术	240
10.1 高能电子束与固体样品的相互作用	241
10.2 扫描电镜的结构	243
10.3 扫描电镜的放大倍数和分辨本领	247
10.4 扫描电子显微像的衬度及其调节	249
复习题	253

第 11 章 电子衍射及其在聚合物结构研究中的应用	254
11.1 晶体学基础知识	254
11.2 Bragg 衍射条件及其矢量表示法	257
11.3 倒易点阵和 Ewald 球作图法	258
11.4 电子衍射基本公式和相机常数	261
11.5 电子衍射和 X 衍射的比较	263
11.6 振幅周相图	264
11.7 电子衍射的强度问题	270
11.8 倒易阵点的权重	271
11.9 晶带定律	275
11.10 电子显微镜中的电子衍射	275
11.11 单晶衍射花样及其几何特征	281
11.12 用电子衍射研究聚合物结构的实例	282
复习题	286
第 12 章 高分子材料的近代研究方法	288
12.1 高分子材料近代研究方法的一般特点	288
12.2 链结构的研究	295
12.3 聚集态结构的研究	303
12.4 高分子材料反应过程的研究	312
参考书目	316
附录 1 各种仪器分析原理及谱图表示方法	318
附录 2 各种仪器分析方法对样品的要求及在聚合物中的应用	320
附录 3 英文缩写	322

第1章 绪论

1.1 高聚物近代仪器分析方法的研究对象

高聚物近代仪器分析方法是指应用近代实验技术,特别是各种近代仪器分析方法,分析测试高分子材料的组成、微观结构、微观结构和宏观性能之间的内在联系以及高聚物的合成反应及在加工过程中结构的变化等。

随着现代科学技术的迅速发展,对于新材料之一的高分子材料,提出了更新更高的要求。以前那种仅仅停留在研究合成方法,测试其物理、化学性质,改善加工技术,开发新的应用途径的模式,已不能适应当今的要求,代之而来的技术是:以通过合成反应与结构、结构与性能、性能与材料加工之间的各种关系,得出大量的实验分析数据,从而找出其内在的基本规律,按照事先指定的性能进行材料设计,并提出所需的合成方法与加工条件。在这样的研究循环中,高聚物近代仪器分析方法所起的作用是越来越重要了。另一方面,随着现代科学的发展,精密仪器的制造技术迅速提高,再加上计算机技术的引入,使近代分析仪器的功能和精度不断提高,为开辟高分子材料近代分析方法的新领域创造了很好的条件。

高分子材料一般是指高聚物或以高聚物为主要成分,加入各种有机或无机添加剂,再经过加工成型的材料,其中所含高聚物的结构和性能是决定该材料结构和性能的主要因素。当然,在某些情况下,即使是同一种高聚物,由于加入的助剂或加工成型条件不同,也能得到不同结构和性能的材料,而且可以有不同的用途。仅仅依靠一般化学分析方法来研究高分子材料是很困难的,只有采用近代仪器分析的方法才能完成下述分析任务:

1.1.1 聚合物链结构的表征

(1) 高分子的化学结构,包括结构单元的化学组成、序列结构、支化与交联、结构单元的立体构型和空间排布等。

(2) 高分子的平均分子量及其分布。

通过这二项表征可确定高分子链中原子和基团之间的几何排列及其链的长短。它们是决定高聚物基本性质的主要因素。

1.1.2 高分子的聚集态结构

包括晶态、非晶态、液晶态、高聚物的取向及共混或共聚高聚物的多相结构等。这是决定高分子材料使用性能的重要因素。

1.1.3 高分子材料的力学状态和热转变温度

高分子材料的宏观物理性质几乎都是由此而决定的。通过这种研究可以了解材料内

部分子的运动,揭示高聚物的微观结构与宏观性能之间的内在联系。

1.1.4 高聚物的反应和变化过程

上述研究对象,特别是前两种,只是研究高分子材料的已有状态,而在实际中往往需要进行过程研究,即研究在特定外界条件下高分子材料结构的变化规律。例如对高分子反应过程(包括聚合反应过程、固化过程、各种老化过程和成型加工过程等)中不同阶段进行分析,掌握变化过程的规律。随着近代仪器分析方法的发展,不仅加快了分析速度而且分析灵敏度也有了很大的提高,因此可进行在线的(即原位)连续测定,为了解高分子反应与结构之间的关系提供了强有力手段。

1.2 高聚物近代仪器分析方法所用仪器简介

高分子材料分析的各种近代仪器的基本原理和这些分析方法所能提供的主要信息是高分子材料近代分析方法的基础。一些常用的仪器分析方法的原理及其应用列在附录1和2中。

除附录1中所列仪器外,在高聚物分析中还经常使用X射线衍射和散射及表面分析能谱,包括化学分析电子能谱(electron spectroscopy for chemical analysis,简称ESCA),也称为X射线光电子能谱(X-Ray photoelectron spectroscopy,XPS)、俄歇电子能谱(Auger electron spectroscopy,AES)等,由于篇幅所限,本书对此未做介绍。

1.3 高聚物研究和分析

1.3.1 问题的提出

从事高聚物研究和生产的工作人员在实际工作中经常会遇到下列几类问题:

(1) 工艺条件的选择

要了解不同的工艺条件与材料的结构和性能之间的关系,需预测反应进行程度及最终反应结果等,这些都需要随时对高分子材料的合成和加工过程进行分析测定,通过分析得到信息,了解工艺过程,选择最佳工艺条件。

(2) 老化问题

老化是在材料使用过程中出现的问题。有些材料在开始使用时,能满足使用要求,但很快就失效了。而有的材料在一般条件下能用,使用环境发生变化后,性能就下降。要防止上述老化过程的发生,只有测定材料在使用过程中结构的变化规律,才能采取相应措施加以解决。

(3) 材料结构和性能的关系

不同的材料具有不同的性能。但在有些情况下,同一种类的材料其性能也不同。例如聚氨酯,可制成橡胶和纤维,也可做涂料和胶粘剂。这说明材料的性能不仅与其组成有关,更重要的是与其结构有关。这就需要采用近代仪器分析的方法研究高分子的结构。

表 1-1 各种聚合物在燃烧时的特点

试 样 的 燃 烧 特 点						聚合物类别
燃 烧 性	试样的外 形变化	分解出的气 体的酸碱性	火 焰 的 外 表	分 解 出 的 气 体 的 气 味	其 它	
不燃烧	无变化				在烈火中生成白色 SiO_2	有机硅
		强酸性		在烈火中生成氟化氢		聚四氟乙烯
	变 软	强酸性		在烈火中生成氯化氢和氯化氢		聚三氟氯乙 烯
在火焰中很难 燃烧, 离开火 焰后自灭	保持原形, 然后开裂 和分解	中 性	发亮; 冒烟	酚与甲醛味		酚醛树脂
		碱 性	淡黄, 边缘发白	氨、胺(鱼腥)、甲醛味	焦 化	尿醛树脂 三聚氰胺树脂
	分解	强酸性	边缘发绿	氯化氢与焚纸味		氯化橡胶
	首先变软, 然后分解; 样品变为褐色或黑色	强酸性	黄橙, 边缘发绿	氯化氢味		聚氯乙烯 聚偏氯乙烯
	变软, 不淌滴	中性	绿; 起炱(冒黑烟子)			氯化聚醚
	收缩, 变软, 熔化	酸性	黄橙, 边缘发绿	氯化氢味		氯乙烯-丙烯腈共聚物
	变软	酸性	黄, 边缘发绿	氯化氢味		氯 乙 烯-乙 酸 乙 烯 酯 共 聚 物
	熔化, 分解, 焦化	中性, 开始时为弱酸性	明亮; 起炱	无特殊气味		聚碳酸酯
在火焰中能燃 烧, 不太容易 点燃, 离开火 焰后自灭	熔化, 滴淌, 然后分解	碱性	黄橙, 边缘蓝色	烧头发、羊毛的气味		聚酰胺
	分解, 焦化	碱性	黄, 光亮	烧头发、羊毛的气味		酪素塑料
在火焰中能燃 烧, 容易点燃, 离开火 焰后自灭	熔化, 成滴	酸性	暗黄; 起炱	乙酸味		三乙酸纤维 素
	胀大, 变软 分解	中性	黄; 冒烟	苯胺、甲醛味		苯 胺-甲 醛 树脂

续表

试样的燃烧特点						聚合物类别
燃烧性	试样的外形变化	分解出的气体的酸碱性	火焰的外表	分解出的气体的气味	其它	
在火焰中能燃烧,离开火焰后慢慢自灭	通常会焦化	中性	黄	苯酚、焚纸味		层压酚醛树脂
	熔化,焦化	中性	明亮;冒烟	苯甲醛(苦杏仁)味		苄基纤维素
	熔化,变软,变褐色,分解	中性	明亮	刺激味		聚乙烯醇
在火焰中能燃烧,不容易点燃,点燃后能继续燃烧	熔化,缩成滴	变软,熔化淌滴		黄橙;起炱	甜香,芳香味	聚对苯二甲酸乙二醇酯
		熔化,分解	中性	明亮	刺激味(丙烯醛)	醇酸树脂
		酸性	蓝,边缘发黄	油■味		聚乙烯醇缩丁醛
		酸性	边缘发紫	乙酸味	不像聚乙稀醇那样会淌滴	聚乙烯醇缩乙醛
		酸性	黄白	稍有甜味	不像聚乙稀醇缩丁醛那样会淌滴	聚乙烯醇缩甲醛
		中性	明亮(中间发蓝)	石蜡(蜡烛吹熄)味	淌下小滴继续燃烧	聚乙烯
		中性	明亮(中间发蓝)	石蜡(蜡烛吹熄)味	淌下小滴继续燃烧	聚丙烯
		中性	黄,明亮;起炱	辛辣味		聚酯(玻璃粉填料)
			黄,边缘发蓝	酯味		丙烯酸酯树脂
在火焰中能燃烧,很容易点燃,离开火焰后继续燃烧	变软	中性	明亮;起炱	甜味(苯乙烯)		聚苯乙烯 聚甲基苯乙烯
		酸性	深黄,明亮;稍起炱	乙酸味		聚乙酸乙烯酯
	变软,燃烧过的部分发粘	中性	深黄;起炱	烧橡皮味		天然橡胶
	变软,稍有焦化	中性	黄,边缘发蓝,明亮;稍起炱;有破裂声	水果甜味(甲基丙烯酸甲酯)		聚甲基丙烯酸甲酯

续表

试 样 的 燃 烧 特 点						聚合物类别
燃 烧 性	试样的外 形变化	分解出的气 体的酸碱性	火 焰 的 外 表	分 解 出 的 气 体 的 气 味	其 它	
在火焰中能燃烧,很容易点燃,离开火焰后继续燃烧	变软	中性	黄;起炱	烧橡皮味		硫化的丁腈橡胶
	熔化与分 解	中性	明亮;起炱	刺鼻味		聚丙烯酸酯
		中性	蓝	甲醛味		聚甲醛
		中性	明亮	类似焚纸味		聚异丁烯
	熔化,熔化 后形成的小滴继续 燃烧	酸性	深黄;稍起 炱	丙酸和焚 纸味		丙酸纤维素
		酸性	深黄;稍起 炱	丙酸和乙 酸味		乙酸-丙酸 纤维素
		酸性	深黄;稍起 炱	乙酸和丁 酸味		乙酸-丁酸 纤维素
	熔化、焦化	中性	黄绿	稍有甜味, 焚纸味		甲基纤维素
	熔化,淌 滴,燃烧迅 速,焦化		黄橙;冒灰 烟	辛辣刺激 味		聚氨酯
在火焰中能燃烧,非常容易点燃,离开火焰后继续燃烧	燃 烧 剧 烈 和 完 全	强酸性	发 光;褐 色 气 体	二 氧 化 氮 味	如含樟脑 作为增塑 剂时,燃烧 时有樟脑 味	硝酸纤维素

(4) 高分子材料的剖析

测定未知材料的组成和结构。

(5) 高分子材料的设计

高分子材料是当前三大高技术领域之一的新材料中很重要的一部分。正如本章 1.1 节中所述,新材料的合成必须改变旧的模式,根据对材料性能的要求,进行材料的分子设计,然后提出合成方法与加工条件。这一过程,离不开高分子材料的近代分析方法。

1.3.2 高分子材料样品的准备

高分子材料的成分可以是纯聚合物或以聚合物为主体,聚合物包括均聚物、共聚物、共混物和齐聚物。另外,在高分子材料中还可能有低分子物质,如未反应的单体、残留催化剂、添加剂(包括调节剂、链转移剂、终止剂和乳化剂等)、助剂(包括增塑剂、稳定剂、填充剂、着色剂等)以及其它不纯物。

在进行高分子材料样品分析时,应根据分析要求,对样品进行预处理。预处理的方法包括高分子材料的分离和初步检查等。

表 1-2

将样品放在火焰的边缘(如果不燃烧, 将样品移入火焰中, 不超过10s)

在火焰中燃烧		样品移出火焰后继续燃烧 (在燃娆时立即观察火色)	
样品移出火焰后熄灭	样品继续燃烧	黄色火焰	黄色火焰有蓝色边缘
样品燃烧时呈黄色; 稍能燃烧 喷绿色火星; 辛辣味 聚氯乙烯	样品燃烧时能熔融并淌滴; 烧羊毛味与烧头发味; 样品慢溶于50%的HCl 样品从火焰中喷出火星; 乙酸纤维素 含有有机填料的酚醛树脂	样品缓慢燃烧 (甚至自行熄灭); 冒黑烟; 辛辣味与酚的气味有些相似(样品一般都是浅色的) 样品猛烈燃烧; 鲜明的白烟 硝酸纤维素	样品熔融并淌滴; 可能会燃烧; 乙酸味 煤气味 聚苯乙烯 聚丙烯
样品燃烧时呈黄色; 有粪纸味 乙酸味	样品慢溶于50%的HCl 样品从火焰中喷出火星; 尼龙66	样品缓慢燃烧; 样品为黄色	样品熔融并淌滴; 可能会燃烧; 乙酸味 聚丙烯
样品不燃烧	样品不变形 样品慢变形 样品不被 $HNO_3 + HCl$ (1:3)浓溶液破坏	样品不熔融 苯酚味 烧羊毛和头发味; 慢慢地溶于50%的HCl 丙烯酸类树脂 尼龙66 含无机填料的酚醛树脂	样品熔融并淌滴; 可能会燃烧 掉下的淌滴总是 样品浮于水面 燃烧; 燃烧 刺鼻味 油船味 样品柔软 样品相当硬 样品较耐刻划 高密度聚丙烯 低密度聚丙烯 丙酸纤维素 乙酸-丁酸纤维素 乙基纤维素 乙酸-丁酸纤维素 黄油变哈喇味

分离高分子材料的常用方法有蒸馏、溶剂萃取、溶解沉淀和色谱分离等方法。必要时，还要对获得的聚合物进行初步检查，如燃烧性检查（表 1-1 和表 1-2）和溶解性实验（表 1-3）。

表 1-3 聚合物的溶解性

塑 料	溶 剂	
	可 溶	不 溶
醇酸树脂	氯代烃类、低级醇类、酯类	烃类
固化的氨基-甲醛树脂	苯胺(160℃)氨	
纤维素、再生纤维素醚类	Schweizer 试剂	有机溶剂
甲基纤维素	水、稀的氢氧化钠、2-氯乙醇，二氯甲烷、甲醇	丙酮、乙醇等
乙基纤维素	甲醇、二氯甲烷、甲酸、乙酸、吡啶	脂肪烃及芳香烃，水
苄基纤维素	丙酮、乙酸乙酯、苯、丁醇	脂肪烃，低级醇，水
纤维素酯类	酮类、酯类	脂肪烃类、水
硝化纤维素	低级醇类、乙酸酯类、酮类、醚-醇(3:1)	醚、苯、氯代烃类
含氯聚合物类		
氯化橡胶	酯类、酮类、四氯化碳、亚麻籽油(在 80—100℃)、四氢呋喃	脂肪烃
氯丁橡胶	甲苯、氯代烃类	醇类
橡胶盐酸盐	酮类	脂肪烃、四氯化碳
氯化聚醚	环己酮	乙酸乙酯，二甲基甲酰胺，甲苯
聚三氟氯乙烯	热的氟代溶剂(例如, 2,5-二氯- α -三氟甲苯, 于 130℃)	所有常用溶剂
聚氯乙烯	二甲基甲酰胺、四氢呋喃、环己酮	醇类、乙酸丁酯、烃类、二氧六环
氯化聚氯乙烯	二氯甲烷、环己烷、苯、四氯乙烯	
聚偏氯乙烯	四氢呋喃、酮类、乙酸丁酯、二甲基甲酰胺(热的)、氯苯(热的)	醇类、烃类
共聚物类		
丙烯腈-丁二烯-苯乙烯	二氯甲烷	醇类、脂肪烃、水
苯乙烯-丁二烯	乙酸乙酯、苯、二氯甲烷	醇类、水
氯乙烯-乙酸乙烯酯	二氯甲烷、环己酮、四氢呋喃	醇类、烃类
氧茚-茚树脂	芳香烃、氯代烃、酮类、酯类、吡啶、干性油	醇类、水
环氧树脂		
中间体类	醇类、二氧六环、酮类、酯类	烃类、水
固化的含氟聚合物	实际上不溶	
聚四氟乙烯	碳氟化合物油, 例如热的 C ₂₁ F ₄₄	所有溶剂、沸腾的浓硫酸

续表

塑 料	溶 剂	
	可 溶	不 溶
聚氟乙烯	在 110℃以上: 环己酮、碳酸丙烯酯、二甲基亚砜、二甲基甲酰胺	
聚偏氟乙烯	二甲基亚砜, 二氧六环	
天然橡胶	氯代烃及芳烃类	醇类、丙酮、乙酸乙酯
固化酚醛树脂	苯胺(200℃)、热碱	氯代烃、脂肪烃
未固化酚醛树脂	醇、酮类	
聚丙烯酸衍生物		
聚丙烯酰胺	水	醇类、酯类、烃类
聚丙烯腈	二甲基甲酰胺、丁内酯、硝基苯酚、无机酸、二甲基亚砜、某些无机盐的水溶液	醇类、酯类、酮类、甲酸、烃类
聚丙烯酸酯类	芳香烃、酯类、氯代烃、丙酮、四氢呋喃	脂肪烃类
聚甲基丙烯酸酯类	芳香烃、二氧六环、氯代烃、酯类、酮类	乙醚、醇类、脂肪烃类
聚酰胺类	酚类、甲酸、四氟丙醇、浓无机酸	醇类、酯类、烃类
聚丁二烯	芳香烃类、环己烷、二丁基醚	醇类、酯类
聚碳酸酯类	氯代烃类、二氧六环、环己酮	醇类、脂肪烃类、水
聚酯类(不饱和、未固化的)	酮类、丙烯酸酯类	脂肪烃类
聚对苯二甲酸乙二醇酯	甲酚、浓硫酸、氯苯酚	
聚乙烯	二氯乙烯、1,2,3,4-四氢萘、热的烃类	极性溶剂: 醇类、酯类等
聚乙二醇	氯代烃类、醇类、水	脂肪烃类
缩甲醛	热溶剂: 酚类、苄醇、二甲基甲酰胺	醇类、酮类、芳香烃
聚异戊二烯	苯	醇类、聚类、酯类
聚甲醛	二甲基甲酰胺(150℃)、二甲基亚砜	醇类、醇类
聚丙烯	在高温下: 芳香烃、氯代烃、四氢萘	醇类、酮类、环己酮
聚苯乙烯	芳香烃、氯代烃、吡啶、乙酸乙酯、甲乙酮、二氧六环、四氢萘	醇类、水、脂肪烃
聚氨酯	四氢呋喃、吡啶、二甲基甲酰胺、甲酸、二甲基亚砜	乙醚、醇类、苯、水、盐酸(6N)
聚乙烯醇缩乙醛	醚类、酮类、四氢呋喃	脂肪烃类、甲醇
聚乙烯醇缩甲醛	二氯乙烷、二氧六环、冰醋酸、酚类	脂肪烃类

续表

塑 料	溶 剂	
	可 溶	不 溶
聚乙酸乙烯酯	芳香烃、氯代烃、丙酮、甲醇、醚类	脂肪烃类
聚乙烯基醚类		
聚乙烯基甲醚	甲醇、水、苯	碱、可溶性盐类、脂肪烃类
聚乙烯基乙醚	芳香烃、氯代烃、酯类、醇类、酮类	水
聚乙烯基丁醚	脂肪烃、芳香烃、氯代烃、酮类	醇类
聚乙烯醇	甲酰胺、水	乙醚、醇类、脂肪烃及芳香烃、酯类、酮类
聚乙烯咔唑	芳香烃、氯代烃、四氢呋喃	乙醚、醇类、酯类、脂肪烃类、酮类、四氯化碳

对于高分子反应过程的研究,可按照原位测定(或称为在线测定)或间断取样测定等不同的分析方案准备分析样品。

当然,高分子材料也可以不经过预处理直接分析。

1.3.3 近代仪器分析工作对高分子工作人员的要求

(1) 通过对近代仪器分析方法基本原理的了解,能正确选择分析方法和提出合理的分析要求,既能达到分析的目的,又经济合理。

(2) 了解各种近代仪器分析技术对高分子样品的要求,提供合适的样品。

(3) 判断分析结果的准确性和掌握谱图所能提供的信息。分析结果的判断,往往需要分析人员和高分子工作者的共同讨论。例如随着近代分析的发展,使用的样品量越来越少,由于高分子材料本身的不均匀性,会导致分析结果的重复性不好,这就要求从高分子和分析两个方面来研究分析结果的准确性。高分子工作者由于掌握谱图解析的一般方法,可从分析反应过程谱图的微小变化捕捉有用的高分子材料变化的信息。例如,在红外光谱图中,在不同温度下测试样品,通过谱带中几个波数(cm^{-1})的微小变化,就可以观察到高分子聚集态结构的变化。

总而言之,高分子材料的近代仪器分析方法的特点是具有广泛性、综合性和灵活性。也就是说,近代仪器分析涉及面广,因而要求工作人员有广博的基础知识,并能综合运用各种仪器分析方法,解决高分子材料研究中的课题。在解决每个课题时,都没有固定的模式,工作人员应根据实际情况灵活运用不同方法,这样才能不断地发展和创新。

1.4 高聚物的表征

研究高聚物结构和性能的关系,不仅要了解链结构单元的化学组成,而且要了解结构单元的键接方式,立体构型和空间排布,支化与交联以及结构单元的键接序列等,同