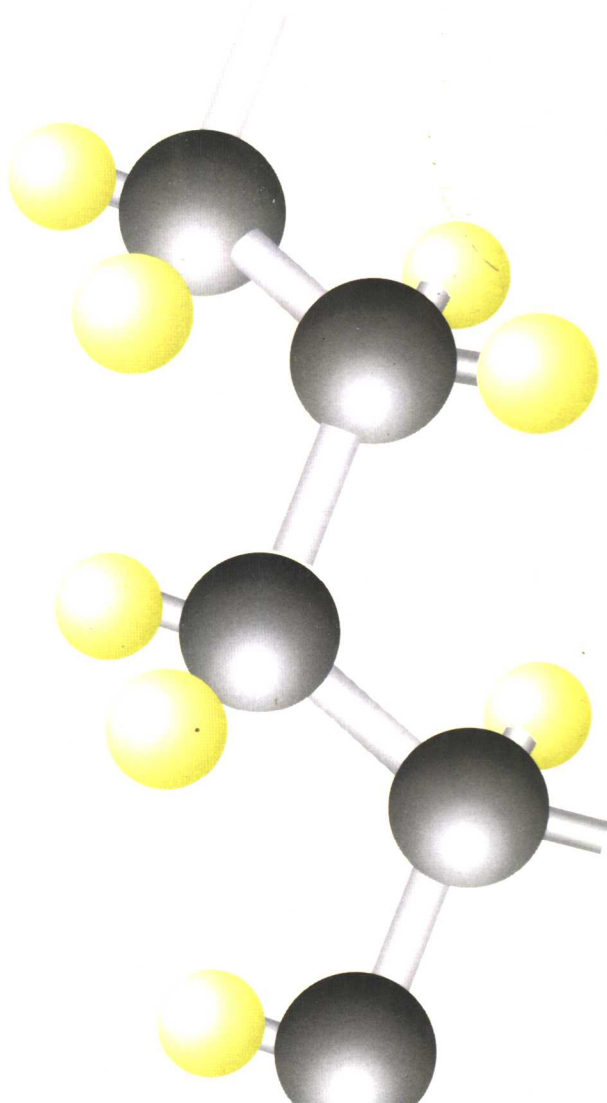
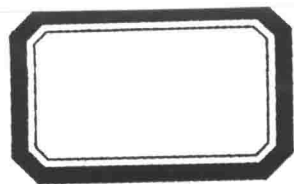


高分子科学 EXPERIMENTS 实验 OF POLYMER SCIENCE

韩哲文 主编



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS



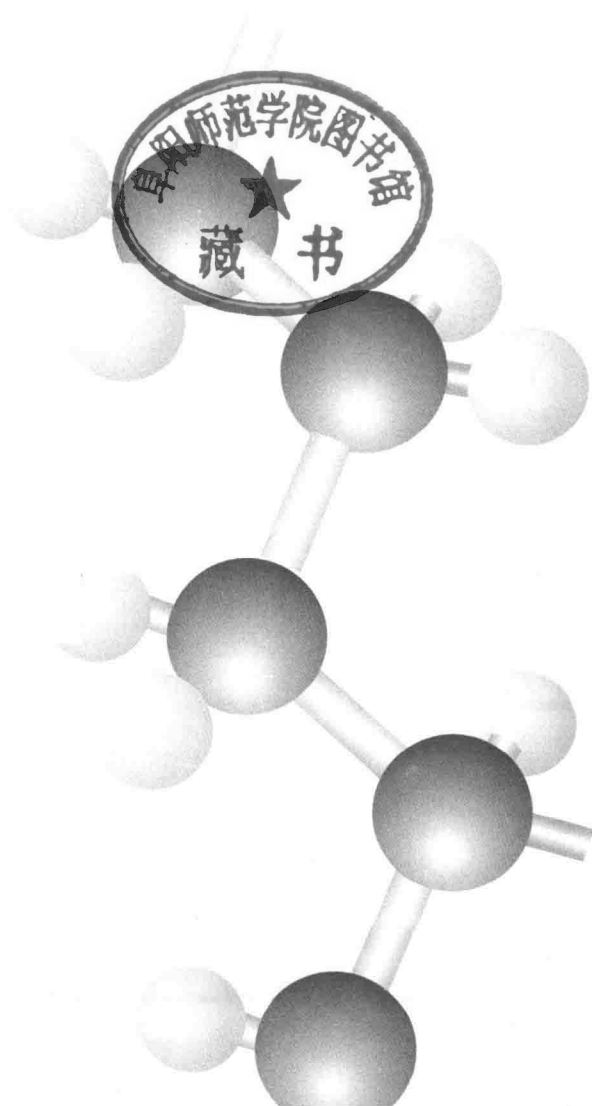
高分子科学 EXPERIMENTS 实验 OF POLYMER SCIENCE

韩哲文 主编



华东理工大学出版社

EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS



图书在版编目(CIP)数据

高分子科学实验/韩哲文主编.

上海:华东理工大学出版社,2005.2

ISBN 7-5628-1652-2

I. 高... II. 韩... III. 高聚物—科学实验—高等学校—教材 IV. 063-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 001896 号

高分子科学实验

韩哲文 主编

出版	华东理工大学出版社	开本	787×1092 1/16
社址	上海市梅陇路 130 号	印张	16.75
邮编	200237 电话 (021)64250306	字数	384 千字
网址	www.hdlgpress.com.cn	版次	2005 年 2 月第 1 版
发行	新华书店上海发行所	印次	2005 年 2 月第 1 次
印刷	江苏通州市印刷总厂有限公司	印数	1-3050 册
ISBN 7-5628-1652-2/O·127		定价: 25.00 元	

内 容 提 要

本书是配合高分子科学(包括高分子化学、高分子物理和高分子材料成型加工等)课程教学的实验用书。本书是根据教育部高等学校高分子材料与工程教学指导分委员会制订的专业规范要求而编写。全书包括四部分,其中高分子化学实验 12 个,高分子物理实验 12 个,高分子材料工程实验 11 个,综合和设计实验 4 个,合计共 39 个实验。本书突出的特点是实用,为减轻学生负担和便于教师批阅,每个实验后均附有设计简洁明晰的“实验记录与报告”。

本书可作为理工院校高分子学科各专业的基础高分子科学实验教材。各学校可视教学时间长短、学生学习的程度以及实验设备的条件自行酌量删减。

前 言

本书是大专院校高分子专业本科生实验用书,是根据教育部高等学校高分子材料与工程专业教学指导分委员会制定的专业规范要求编写的,主要配合高分子科学,包括高分子化学、高分子物理和高分子材料成型加工课程的教学。使学生通过实验操作来了解高分子化合物的制备、结构表征、物性测定以及高分子材料成型加工原理及工艺,加强学生对高分子科学基础知识的理解,提高学生的高分子专业实验技术。

本书为促进学生对实验研究的兴趣以及活用科学原理的能力,实验中所引用的相关知识和原理均详加论述,对实验的操作步骤与技巧亦有详细的叙述,实验应注意事项均有注解提示。排版宽松合理,适合学生阅读和标注。其特点是实用,每个实验后附有实验记录与报告,设计简洁明晰,便于书写和总结,减轻学生负担。同时加深学生对实验内容的了解,提高学习效率,并且便于教师的批阅。

本书包括常规的实验项目,并增加较有趣味、时间较短且简单易行的实验,同时新增了综合实验和设计实验两部分。综合实验是模拟高分子材料生产全过程的实验,学生可以在高分子合成、物性表征、材料加工各个环节上亲自动手,体验和真正理解理论课程所讲的高分子化学、高分子物理以及高分子材料成型加工的知识;设计实验是给学生一个机会,能自己进行实验设计、实验实施、观察和总结。各学校可视教学学时之长短、学生学习的程度,以及实验设备的条件等,自行酌量删减或增加。

本书题材之取舍、难易程度的选择、章节之顺序等均由几位老师根据多年的实验教学经验及学习各种版本的参考书,经过了慎重斟酌和苦心安排,力求能使学生循序渐进,充分理解。本教材由韩哲文教授主编,第一部分(实验 01~12),第四部分(综合设计实验 36~38)由李欣欣博士、庄启昕博士撰写;第二部分(实验 13~24)由徐世爱教授、张德震副教授、郭卫红副教授撰写;第三部分(实验 25~33)由唐颂超教授撰写;实验 34 和实验 35 由王婷兰讲师撰写。全书由韩哲文教授统稿。

限于编者的水平,在编写过程中,难免会出现错误,仍希望同行专家及使用本书的老师和学生随时给予建议和指正,以便改进,不胜感谢之至。

作者

2004 年 12 月

目 录

第一部分 高分子化学实验	(1)
实验 01 苯乙烯自由基悬浮聚合	(3)
实验 02 聚醋酸乙烯酯的溶液聚合与聚乙烯醇的制备	(7)
实验 03 醋酸乙烯酯的乳液聚合	(11)
实验 04 甲基丙烯酸甲酯本体聚合制有机玻璃板	(15)
实验 05 膨胀计法测定甲基丙烯酸甲酯本体聚合反应速率	(19)
实验 06 界面缩聚法制备尼龙-66	(23)
实验 07 聚己二酸乙二酯的制备	(27)
实验 08 苯乙烯的正离子聚合	(31)
实验 09 甲基丙烯酸丁酯的原子转移自由基聚合	(35)
实验 10 聚乙烯醇缩甲醛的制备	(39)
实验 11 苯乙烯-顺丁烯二酸酐的交替共聚	(43)
实验 12 甲基丙烯酸甲酯对纤维素的接枝聚合	(47)
第二部分 高分子物理实验	(53)
实验 13 粘度法测定聚合物的粘均相对分子质量	(55)
实验 14 聚合物溶液粘度的测定	(63)
实验 15 落球法测聚合物熔体零切粘度	(69)
实验 16 凝胶渗透色谱演示	(73)
实验 17 溶胀法测定交联聚合物的溶度参数和交联度	(81)
实验 18 聚合物薄膜透气性的测定	(89)
实验 19 差示扫描量热法	(97)
实验 20 聚合物温度-形变曲线的测定	(103)
实验 21 偏光显微镜法观察聚合物球晶形态	(109)
实验 22 光学解偏振光法测定聚合物的结晶速率	(115)
实验 23 密度法测定聚合物结晶度	(119)
实验 24 用计算机模拟 PP、PE 大分子的性质	(123)
第三部分 高分子材料成型加工实验	(131)
实验 25 热塑性塑料熔体流动速率的测定	(133)
实验 26 热塑性塑料注射成型	(139)
实验 27 橡胶制品的成型加工	(147)

实验 28	橡胶硫化特性实验	(159)
实验 29	硬聚氯乙烯的成型加工	(165)
实验 30	塑料薄膜吹塑实验	(175)
实验 31	塑料管材挤出成型实验	(183)
实验 32	塑料板材挤出实验	(191)
实验 33	聚合物加工流变性能测试	(197)
实验 34	聚合物拉伸性能测试	(203)
实验 35	聚合物冲击性能测试	(211)
第四部分	综合和设计实验	(221)
实验 36	甲基丙烯酸甲酯聚合物的综合实验	(223)
实验 36-1	单体甲基丙烯酸甲酯精制	(223)
实验 36-2	偶氮二异丁腈的精制	(227)
实验 36-3	本体聚合及成型	(231)
实验 36-4	粘度法测定相对分子质量	(233)
实验 36-5	温度—形变曲线的测定	(235)
实验 37	丙烯酸酯乳液压敏胶制备的综合实验	(237)
实验 37-1	过硫酸胺的精制	(237)
实验 37-2	单体丙烯酸丁酯的精制	(241)
实验 37-3	乳液压敏胶的制备	(245)
实验 37-4	压敏胶性能测试	(251)
实验 38	丙烯酸酯类乳胶漆制备的实验设计	(255)
实验 39	高分子合金制备的实验设计	(259)

第一部分

高分子化学实验

实验 01

苯乙烯自由基悬浮聚合

一、实验目的

- (1) 通过对苯乙烯单体的悬浮聚合实验,了解自由基悬浮聚合的方法和配方中各组分的作用;
- (2) 学习悬浮聚合的操作方法;
- (3) 通过对聚合物颗粒均匀性和大小的控制,了解分散剂、升温速度、搅拌形式与搅拌速度对悬浮聚合的重要性。

二、实验原理

悬浮聚合实质上是借助于较强烈的搅拌和悬浮剂的作用,通常是将不溶于水的单体分散在介质水中,利用机械搅拌,将单体打散成直径为 0.01~5 mm 的小液滴的形式进行本体聚合。在每个小液滴内,单体的聚合过程和机理与本体聚合相似。悬浮聚合解决了本体聚合中不易散热的问题,产物容易分离,清洗可以得到纯度较高的颗粒状聚合物。

其主要组分有四种:单体、分散介质(水)、悬浮剂、引发剂。

1. 单体

单体不溶于水,如:苯乙烯(styrene)、醋酸乙烯酯(vinyl acetate)、甲基丙烯酸酯(methyl methacrylate)等。

2. 分散介质

分散介质大多为水,作为热传导介质。

3. 悬浮剂

调节聚合体系的表面张力、粘度、避免单体液滴在水相中粘结。

(1) 水溶性高分子,如天然物:明胶(gelatin),淀粉(starch);合成物:聚乙烯醇(PVA)等。

(2) 难溶性无机物,如: BaSO_4 , BaCO_3 , CaCO_3 , 滑石粉,粘土等。

(3) 可溶性电介质: NaCl , KCl , Na_2SO_4 等。

4. 引发剂

主要为油溶性引发剂,如:过氧化二苯甲酰(benzoyl peroxide, BPO),偶氮二异丁腈(azobisisobutyronitrile, AIBN)等。

三、主要仪器和试剂

1. 实验仪器:

三口瓶(250mL)×1,球形冷凝管×1,电热锅×1,搅拌马达与搅拌棒×1,温度计

(100℃)×1, 量筒(100mL)×1, 锥形瓶(100mL)×1, 布氏漏斗×1 和抽滤瓶×1。

2. 实验试剂

苯乙烯单体, 过氧化二苯甲酰(BPO), 聚乙烯醇(PVA), 去离子水。

四、实验步骤

- (1) 架好带有冷凝管、温度计、三口烧瓶的搅拌装置, 如图 1-1 所示;
- (2) 分别将 0.3g BPO 和 16mL 苯乙烯加入 100mL 锥形瓶中, 轻轻摇动至溶解后加入 250mL 三口烧瓶中;
- (3) 再将 7~8 mL 0.3% PVA 溶液和 130mL 去离子水冲洗锥形瓶及量筒后加入 250mL 三口烧瓶中开始搅拌和加热;
- (4) 在半小时内, 将温度慢慢加热至 85℃~90℃, 并保持此温度聚合反应 2h 后, 用吸管吸少量反应液于含冷水的表面皿中观察, 若聚合物颗粒变硬可结束反应;
- (5) 将反应液冷却至室温后, 过滤分离, 反复水洗后, 用 50℃以下的温风干燥后, 称重。

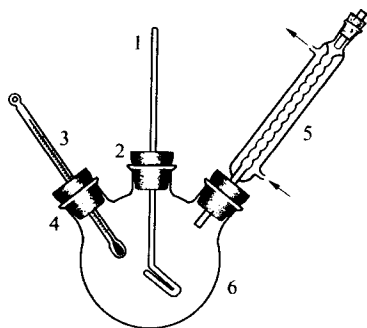


图 1-1 通用聚合装置图

1—搅拌器; 2—四氟密封塞; 3—温度计; 4—温度计套管;

5—球形冷凝管; 6—250mL 三口烧瓶

五、注意事项

- (1) 除苯乙烯外, 其他可进行悬浮聚合的单体, 还有氯乙烯(vinyl chloride), 甲基丙烯酸甲酯(MMA), 醋酸乙烯酯(VAc)等;
- (2) 搅拌太激烈时, 易生成砂粒状聚合物; 搅拌太慢时, 易产生结块, 附着在反应器内壁或搅拌棒上;
- (3) PVA 难溶于水, 必须待 PVA 完全溶解后, 才可以开始加热;
- (4) 称量 BPO 采用塑料匙或竹匙, 避免使用金属匙;
- (5) 是否能获得均匀的细珠状聚合物与搅拌速度的确定有密切的关系。聚合过程中, 不宜随意改变搅拌速度。

实验 01 实验记录及报告

苯乙烯自由基悬浮聚合

班 级：_____ 姓 名：_____ 学 号：_____

同组实验者：_____ 实验日期：_____

指导教师签字：_____ 评 分：_____

(实验过程中,认真记录并填写本实验数据,实验结束后,送交指导教师签字)

一、实验数据记录

苯乙烯单体质量：_____ g； 水的用量：_____ mL；

过氧化二苯甲酰质量：_____ g； 聚乙烯醇质量：_____ g；

聚 合 时 间：_____ h； 聚 合 温 度：_____ °C；

聚合物质量：_____ g； 产 率：_____ %。

二、实验过程记录

三、讨论与问题

1. 影响粒径大小的因素有哪些？

2. 搅拌速度的大小和变化,对粒径的影响如何?

实验 02

聚醋酸乙烯酯的溶液聚合 与聚乙烯醇的制备

一、实验目的

- (1) 通过本实验掌握聚醋酸乙烯酯 PVAc 溶液聚合方法；
- (2) 了解聚醋酸乙烯酯制备聚乙烯醇(PVA)方法；
- (3) 通过高分子转化反应了解溶液聚合、高分子侧基反应原理及醇解度测定方法。

二、实验原理

本实验采用自由基溶液聚合反应。之所以选用乙醇作溶剂,是由于 PVAc 能溶于乙醇,而且聚合反应中活性链对乙醇的链转移常数较小。而且在醇解制取 PVA 时,加入催化剂后在乙醇中经侧基转化反应即可直接进行醇解。

PVAc 的醇解反应可以在酸性或碱性催化下进行,目前工业上都采用碱性醇解法。

乙醇中过量的水对醇解反应会产生阻碍作用,因为水的存在使反应体系内产生 CH_3COONa ,消耗了 NaOH ,而 NaOH 在此是用作催化剂的,因此要严格控制乙醇中水的含量。

三、主要仪器和试剂

1. 实验仪器

250mL 三口瓶一个,回流冷凝管一个,搅拌器一个,100mL 滴液漏斗一个。

2. 实验试剂

醋酸乙烯酯,氢氧化钠(NaOH),乙醇,偶氮二异丁腈(AIBN)。

四、实验步骤

- (1) 聚醋酸乙烯酯(PVAc)的制备:如图 1-1 搭好装置,在 250mL 三口烧瓶中加入 20g 乙醇、40g 醋酸乙烯酯和 0.05g 偶氮二异丁腈,开始搅拌。当偶氮二异丁腈完全溶解后,升温至 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$,在此温度下反应 3h,加入 40g 乙醇,起稀释作用,下一步参加醇解反应。
- (2) 将大部分聚合物溶液倒入回收瓶中,反应瓶内留下约 15g。用 15mL 乙醇将瓶口处的溶液冲净。
- (3) 醇解反应:如图 2-1 改装好装置,在反应瓶中加入 85mL 乙醇。开动搅拌,使聚合物混合均匀后,在 25°C 下慢慢滴加 5% 的氢氧化钠/乙醇溶液 2.8mL(约 2 秒/滴)。仔细观察反应体系,约 1~1.5h 发生相转变。这时再滴加 1.2mL 的氢氧化钠/乙醇溶液,继续反应 1h,用布氏漏斗抽滤,所得聚醋酸乙烯酯(PVA)为白色沉淀,分别用 15mL 乙醇洗涤 3 次。产物放在表面皿上,捣碎并尽量散开,自然干燥后放入真空

烘箱中,在 50℃ 下干燥 1h,再称重。

五、注意事项

为避免醇解过程中出现冻胶甚至产物结块,添加催化剂的速度要慢,并分两次加入。如反应过程中发现可能出现冻胶时,应加快搅拌速度,并适当补加一些乙醇。

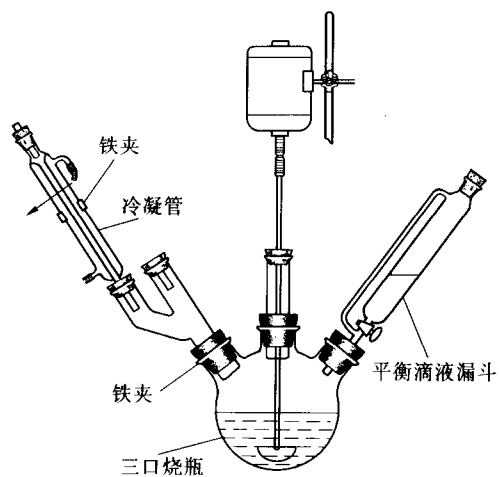


图 2-1 聚醋酸乙烯酯醇解装置

实验 02 实验记录及报告

聚醋酸乙烯酯的溶液聚合 与聚乙烯醇的制备

班 级：_____ 姓 名：_____ 学 号：_____

同组实验者：_____ 实验日期：_____

指导教师签字：_____ 评 分：_____

(实验过程中,认真记录并填写本实验数据,实验结束后,送交指导教师签字)

一、实验数据记录

空三口瓶质量：_____ g;

聚醋酸乙烯酯质量：_____ g;

第一次乙醇的用量：_____ mL;

第二次醇解乙醇的用量：_____ mL;

AIBN 的用量：_____ g;

聚 合 时 间：_____ h;

聚 合 温 度：_____ °C;

装有聚醋酸乙烯酯聚合物的三口瓶质量：_____ g;

氢氧化钠/乙醇溶液的用量：_____ g;

聚合物质量：_____ g;

产 率：_____ %。

二、实验过程记录

三、讨论与问题

1. 聚合过程中,哪些因素会导致聚合物支化度的增加?
2. 降低反应温度及反应物浓度,可减少支化的发生,但聚合速度减慢,应如何设计工艺条件,使之既可保证产品质量又能取得较快的聚合速率?