

密度法测定聚合物结晶度

一. 实验目的

1. 学习密度法测定聚合物结晶度的原理和方法。
2. 区别和理解用体积百分数和重量百分数表示的结晶度。
2. 掌握比重瓶的正确使用方法。

二. 实验原理

在聚合物的聚集态结构中, 分子链排列的有序状态不同, 其密度就不同。有序程度愈高, 分子堆积愈紧密, 聚合物密度就愈大, 或者说比容愈小。聚合物在结晶时, 分子链在晶体中作有序密堆积, 使晶区的密度 ρ_c 高于非晶区的密度 ρ_a 。如果采用两相结构模型, 即假定结晶聚合物由晶区和非晶区两部分组成, 且聚合物晶区密度与非晶区密度具有线性加和性, 则:

$$\rho = f_c^V \rho_c + (1 - f_c^V) \rho_a \quad (23-1)$$

进而可得:

$$f_c^V = \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \quad (23-2)$$

若假定晶区和非晶区的比容具有加和性, 则:

$$v = f_c^W v_c + (1 - f_c^W) v_a \quad (23-3)$$

得:

$$f_c^W = \frac{v_a - v}{v_a - v_c} = \frac{\frac{1}{\rho_a} - \frac{1}{\rho}}{\frac{1}{\rho_a} - \frac{1}{\rho_c}} \quad (23-4)$$

式中:

ρ , ρ_c , ρ_a 分别为聚合物、晶区和非晶区的密度;

v , v_c , v_a 分别为聚合物、晶区和非晶区的比容;

f_c^v : 用体积百分数表示的结晶度;

f_c^w : 用重量百分数表示的结晶度。

由式 (23-3) 和式 (23-4) 可知, 若已知聚合物试样完全结晶体的密度 ρ_c 和聚合物试样完全非结晶体的密度 ρ_a , 只要测定聚合物试样的密度 ρ , 即可求得其结晶度。

本实验采用悬浮法, 测定聚合物试样的密度, 即在恒温条件下, 在加有聚合物试样的试管中, 调节能完全互溶的两种液体的比例, 待聚合物试样不沉也不浮, 而是悬浮在混合液体中部时, 根据阿基米德定律可知, 此时混合液体的密度与聚合物试样的密度相等, 用比重瓶测定该混合液体的密度, 即可得聚合物试样的密度。

三. 仪器和试剂

1. 25 ml 比重瓶一只; 50ml 试管一支; 玻璃搅拌棒一根; 滴管 2 支; 卷筒纸和电子天平。

2. 聚乙烯试样 A (粒状); 聚乙烯试样 B (片装); 蒸馏水; 95%乙醇 (CP)。

四. 准备工作

1. 筛选聚合物试样。
2. 洗净并烘干比重瓶。
3. 开启电子天平预热。

(为了节约时间, 以上准备工作可由指导教师事先做好)

五. 实验步骤

1. 在试管中加入 95%乙醇 15ml, 然后加入一至二粒聚乙烯试样, 用滴管加入蒸馏水, 同时上下搅拌, 使液体混合均匀, 直至样品不沉也不浮, 悬浮在混合液中部, 保持数分钟, 此时混合液体的密度即为该聚合物样品的密度。试验装置如图 23-1 所示。

2. 混合液体密度的测定。先用电子天平称得干燥的空比重瓶的重量 W_0 (图 23-2 为比重瓶示意图), 然后取下瓶塞, 灌满被测混合液体, 盖上瓶塞, 多余液体从毛细管溢

出。然后用卷筒纸擦去溢出的液体，称得装满混合液体后比重瓶的重量 W_1 。之后倒出瓶中液体，用蒸馏水洗涤数次后再装满蒸馏水，擦干瓶体，称得装满蒸馏水后比重瓶的重量 $W_{\text{水}}$ ，若已知实验温度下蒸馏水的密度 $\rho_{\text{水}}$ ，则混合液体的密度可按式求得：

$$\rho = \frac{W_1 - W_0}{W_{\text{水}} - W_0} \rho_{\text{水}} \quad (23-5)$$

3. 取另外一只干燥的比重瓶，换一种聚乙烯试样，重复步骤 1 和 2。

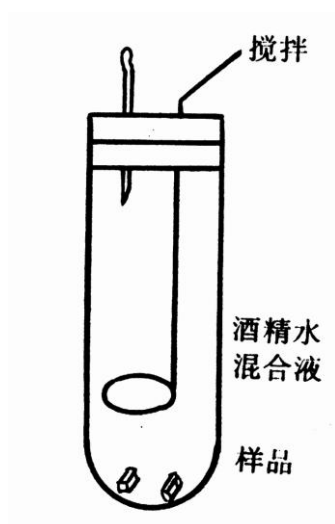


图 23-1 实验装置示意图

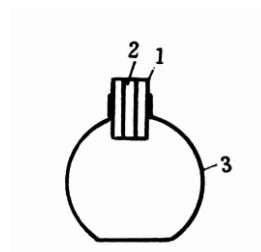


图 23-2 比重瓶示意图

1—瓶塞；2—毛细管；3—瓶体

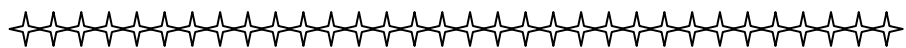
六. 数据处理

1. 按式(23-5)计算两种待测样品的密度。
2. 从有关手册上查出聚乙烯完全结晶体的密度和完全非晶体的密度，并按式(23-2)和（式 23-4）计算两种聚乙烯试样的结晶度。

七. 注意事项

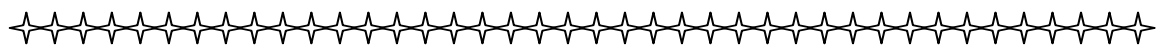
1. 两种液体应充分搅拌均匀。
2. 比重瓶的液体要加满，不能有气泡。
3. 先称空瓶的重量，再称装满混合液体的重量，最后称装满蒸馏水的重量。

实验记录及报告



实验 23

密度法测定聚合物结晶度



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. 实验过程及数据记录

1. 实验条件

样品名称：_____ 实验温度：_____

2. 称重记录

样品编号	空比重瓶重量 W_0 (g)	装满混合液体后重量 W_1 (g)	装满蒸馏水后重量 $W_{\text{水}}$ (g)
A			
B			

二. 数据处理

1. 待测样品密度的计算

从有关手册上查出实验温度下蒸馏水的密度，并按式（23-5）计算待测样品的密度。

实验温度 T (℃)	蒸馏水密度 $\rho_{\text{水}}$ (g/cm ³)	待测样品 A 密度 ρ (g/cm ³)	待测样品 B 密度 ρ (g/cm ³)

2. 结晶度的计算

从有关手册上查出聚乙烯完全结晶体的密度和完全非晶体的密度，并按式(23-2)和（式 23-4）计算两种聚乙烯试样的结晶度，请列出某一样品的计算过程。

样品编号	样品密度 ρ (g/cm ³)	结晶度 (%)	
		体积百分数 (%)	重量百分数 (%)
A			
B			

三. 问题回答及讨论

1. 组成混合液体的各组分应该满足什么条件？

2. 体积结晶度和重量结晶度的物理意思是什么？密度法测得是哪一种？

3. 影响测量结果的因素有哪些？