

上课时间: 周二下午

華東理工大學

# 实验报告本

课程名称	高分子化学实验
专 业	复合材料与工程
班 级	复材222
姓 名	黄 俊
学 号	22010283

材料科学与工程学院

2024 年 10~11月

# 目 录

8/10	实验一	聚乙烯醇缩甲醛的制备
15/10	实验二	聚乙烯醇乙醚的制备
29/10	实验三	苯乙烯自由基悬浮聚合
5/11	实验四	丙烯酸酯的乳液聚合
12/11	实验五	甲基丙烯酸甲酯本体聚合制有机玻璃
19/11	实验六	$\epsilon$ -己内酯的开环聚合

# 学 生 预 习 报 告

实验名称 聚己二醇缩甲醛的制备

指导教师签字：\_\_\_\_\_ 评分：\_\_\_\_\_

(简要说明实验目的、原理、主要试剂或原料、试剂的安全性、实验装置或流程图、实验的关键点)

## 一、实验目的

1. 了解高聚合化合物与反应的原理
2. 通过聚乙烯醇(PVA)的缩醛化制备胶木, 掌握 PVA 缩醛化的实验技术和反应原理

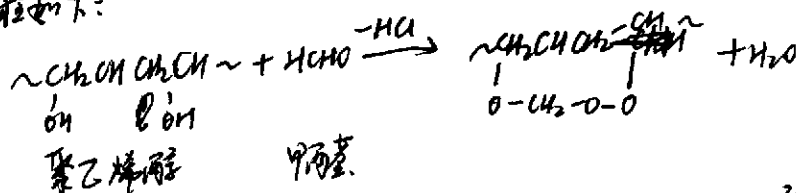
## 二、实验原理

实验原理  
PVA有亲水性，实际应用价值小。利用“缩醛化”减少水溶性，PVA可具有亲油性应用价值。用甲醛进行缩醛化反应得到聚乙烯醇缩甲醛PVF。  
缩醛化程度不同，性质和用途有所不同。控制缩醛化程度左右，可得到“纤维纸”

价值。水解进行缩醛化反应得到不同结构的缩醛化产物。  
 PVE随缩醛化程度不同，性质和用途有所不同。按缩醛基对号左右，可得到“维纶”  
 (维尼龙)的纤维。维纶的强度是棉花的1.5~2.0倍，吸湿性5%，接近天然纤维，又  
 称为“合成棉花”。

称为“合成棉花”。  
 PVF 水杨制缩醛度特低水平，PVF 和 胺有羟基、乙酰基、丙基，具有较强粘接性能，  
 可作胶水用于粘合金属、木、玻璃、陶瓷、橡胶等。

反应过程如下:



反应过程中会有杂质残留。反应后用碱水清洗PVF胎水。反应时需控制较低的温度，使产物保持水溶性。反应过于激烈会导致局部结块，影响胶中质量。反应时需注意催化剂用量、反应温度、反应时间、反应物比例等因素。

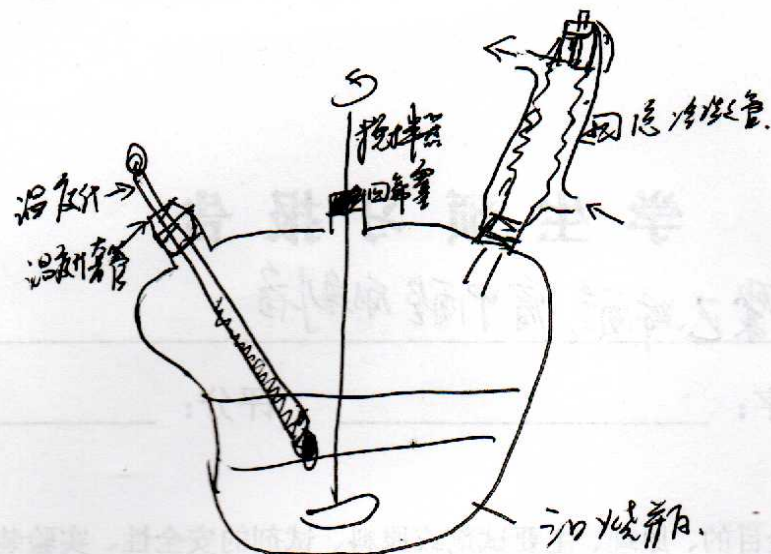
### 三、主要试剂和仪器

实验仪器: 恒温水浴锅 x1, 机械搅拌器 x1, 温度计 x1, 250mL 乙醇 x1, 球形冷凝管 x1, 10mL 量筒 x1, 培养皿 x1.

主要试剂: 聚乙烯醇1799(PVA), 丙烯酸水溶液(40%工业用)、盐酸、NaOH、苯酚水



#### 四、实验装置



#### 五、实验步骤

1. 按照图搭好装置

2. 在烧瓶中加入 90 mL 去离子水和 17 g PVA, 搅拌并升温溶解

3. 升温至 90°C, PVA 溶解后, 降温至 85°C, 加入 3 mL HClO<sub>4</sub> 搅拌 15 min

滴加 1:4 的 HCl(aq), pH 调到 ~3, 反应温度 90°C

4. 反应体系变稠 且有气泡或絮状物产生时, 迅速加入 1.5 mL 8% NaOH(aq), 调节 pH 8~9, 冷却, 出料, 所得无色透明粘稠液体即为胶体。

#### MSDS

聚乙烯醇(PVA)

白色/无色固体

150°C 左右失水分解

安全性: 健康危害 (GHS08)

甲醛 (Mr = 30.02)

$\rho = 0.791 \pm 0.001 \text{ g/cm}^3$

沸点: 97°C (闭口) = 60°C

沸点:  $-19.5 \pm 9.0^\circ\text{C}$  (760 mmHg)

安全性: 腐蚀 (GHS05)

急性毒性 (GHS06)

健康危害 (GHS08)

聚乙烯醇缩甲醛

沸点: 82~84°C (1013 mmHg)

无色澄清液体

安全性: 易燃物 (GHS02)

急性毒性 (GHS06)

健康危害 (GHS08)

# 实验一 聚乙烯醇缩甲醛的制备

同组实验者: 闫笑铭 实验日期: 8/10

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

聚乙烯醇: 32.05 g; 去离子水: 200 ml;

40%甲醛溶液: 6.00 ml; 1:4 盐酸溶液: 2.50 ml;

8%NaOH 溶液: (X) ml.

## 二、实验过程记录

① 13:45 开始加热, 温度逐渐升高有刺鼻气味.  
13:56 温度首次超过  $90^{\circ}\text{C}$ .  
14:06 仍有少量晶体未溶解.  
14:17 开始降温 (从  $93^{\circ}\text{C}$  左右降至  $78^{\circ}\text{C}$  左右).  
14:27 加入 6.00 mL 40% HCHO(aq)  
分批加入 2.5 mL 1:4 HCl(aq)  
14:42 加入 1 批次加入 2.5 mL 1:4 HCl(aq)  
重新加热使温度上升至  $85 \sim 90^{\circ}\text{C}$  区间  
14:48 温度达到要求, 有刺鼻气味  
16:51 停止加热.

蔡日正

### 三、问题与讨论

1. 为什么缩醛度增加，水溶性会下降？

缩醛度增加，链中暴露的羟基逐渐减少，使分子链的亲水性下降，表现为水溶性下降。  
(已知  $-OH$  为亲水基团)

2. 缩醛化反应能否达到 100%？为什么？

不能

原因：① 副反应同时发生，改变了分子链  
② 已缩醛化形成的缩醛基团阻碍后面的反应发生 PVA 链中  $-CH_2-$  直接相连形成长链，缩醛化时缩醛基团间距较近，同时分子链呈卷曲状态，试剂难以接近  
③ PVA 具有聚合度，分子链在反应体系中运动受到限制。在反应后期，未反应活性点位容易被已反应基团内部或被已形成的缩醛结构屏蔽。

3. 产物最终为什么要把 pH 值调到 8-9？

① 终止反应。中和掉催化用的酸，使反应停止  
② 防止产物分解。缩醛在酸性条件下易水解，调节 pH 以减缓水解  
③ 防止产物凝胶化。过高酸度会使分子间进一步缩醛化，使产物凝胶化。调节 pH 可保证产品的性能和质量。

# 学生预习报告

实验名称 聚己二酸乙二酯的制备

指导教师签字: \_\_\_\_\_

评分: \_\_\_\_\_

(简要说明实验目的、原理、主要试剂或原料、试剂的安全性、实验装置或流程图、实验的关键点)

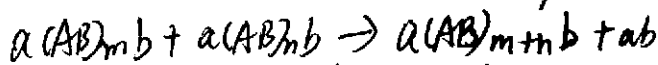
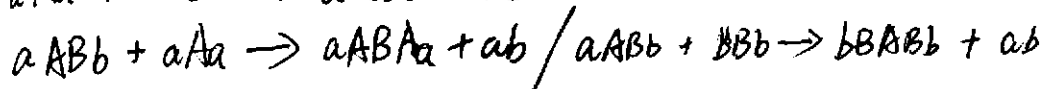
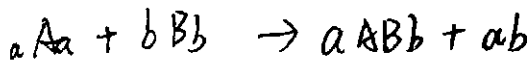
## 一、实验目的

1. 通过改变己二酸乙二酯制备的反应条件, 了解其对反应程度的影响因素
2. 观察与分析副反应产物的析出情况, 进一步解释聚酯类缩聚物特征。

## 二、实验原理

### 1. 线性缩聚反应

定义: 单体的双官能团间相互反应, 同时析出副产物



整个线性缩聚是可逆平衡反应, 缩聚物平均相对分子量受平衡常数影响, 利用官能团等活性假设, 可近似用同一平衡常数来表征反应平衡特征。

### 2. 配料比

对反应程度和聚酯的相对分子量影响很大

催化剂/提高温度可加快反应速度。

严格控制配料比为1:1, 产物平均聚合度  $X_n$  与反应程度  $p$  有:

$$X_n = \frac{1}{1-p}$$

要获得较高分子量的产物, 必须提高反应程度。反应程度可借助析出的

副产物计算:

$$p = \frac{n}{n_0}$$

$n$  为收集到的副产物

$n_0$  为理论副产物量。

通过测定副产物量, 判断反应过程进行的程度。

### 三、主要仪器和试剂

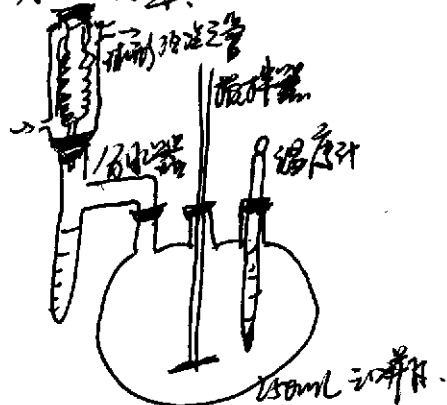
1. 仪器:

250mL 三口瓶 x1    搅拌器 x1    分水器 x1    温度计 x1  
球形冷凝管 x1    100mL 量筒 x1    250mL 烧杯 x1    培养基 x1

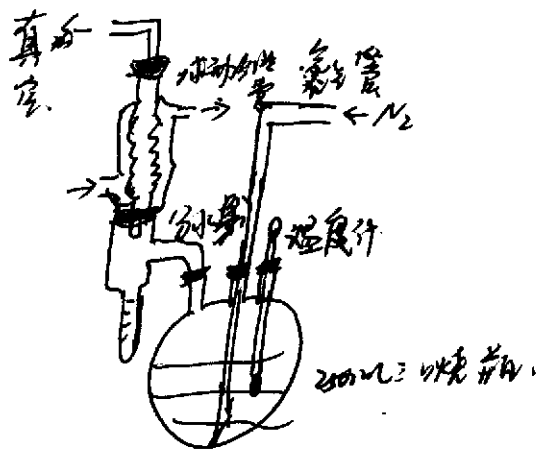
2. 试剂

己二酸、乙二醇、+ 培养基、对甲苯磺酸。

### 四、实验装置



常压装置



减压装置

### 2. 实验步骤

1. 按图组装实验装置。

2. 向三口瓶中先后加入 55g 己二酸, 2mL 乙二醇, 0.3g 对甲苯磺酸, 15mL 培养基。分水器中加入 15mL 培养基。

3. 电热锅加热, 搅拌。15min 内升至  $160^{\circ}\text{C}$ , 保持  $(160 \pm 2)^{\circ}\text{C}$  1.5h, 每隔 15min 记录一次出水量。

4. 升温至  $(200 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ , 保持 1.5h, 每隔 15min 记录一次出水量。



## 实验二 聚己二酸乙二酯的制备

同组实验者: 刘俊毅 实验日期: 2024.10.15

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

己二酸用量: 55.01 g; 乙二醇用量: 21 ml;

十氢萘用量: <sup>15ml</sup>~~15~~ g; 聚合时间: ~~1.7~~ 1.7 h;

聚合温度: ~~200~~ 210 °C; 聚合物质量: (X) g;

产率: (X) %。

### 二、实验过程记录

13:20	完成组装, 开始加热	
13:40	温度达到 160°C, 分水层 4.5 ml	累计水量: 4.5 ml
13:55	分水层 6.9 ml, 水层体积为 2.4 ml	6.9 ml
14:10	分水层 7.7 ml, 水层体积为 0.8 ml	7.7 ml
14:25	分水层 7.7 ml, 水层体积为 0 ml	7.7 ml
14:40	提高加热效率, 温度上升	7.7 ml
14:52	温度达到 200°C 后, 分水层 10.7 ml	10.7 ml
14:57	分水层 12.2 ml, 水层 1.5 ml	12.2 ml
15:02	分水层 13.0 ml, 水层 0.8 ml	13.0 ml

洪家艺

### 三、问题与讨论

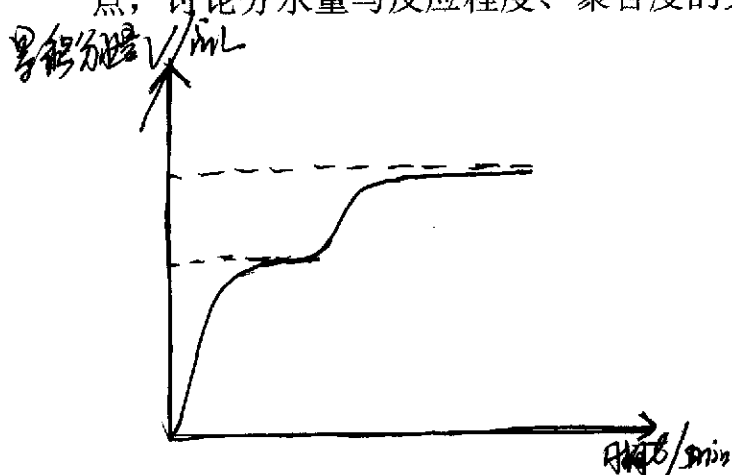
1. 本实验起始条件的选择原则是什么？说明采取实验步骤和装置的原因。

原则：① 单体纯度高，减少杂质  
② 引发剂活性与反应温度和时间相  
匹配  
③ 溶剂选择水和单体的亲和性  
④ 温度适中，兼顾活性及反应速率

原因：① 搅拌：均分散混合物，确保温  
度均匀。  
② 冷却和加热：精确控制温度  
③ 冷凝管：防止溶剂挥发，保持反应体  
系稳定  
④ 回流瓶：方便操作。  
⑤ PVA 聚水型：确保悬液剂均匀分布，  
保持反应体系稳定。  
⑥ ~~干燥剂~~

2. 根据实验结果画出累积水量与反应时间的关系图，并讨论反应特

点，讨论分水量与反应程度、聚合度的关系。



一般说来，分水量越大，反应程度越  
彻底，聚合度可能会相对更高。

3. 如何保证投料配比的等摩尔数？

- ① 精确计算，并考虑试剂纯度纳入考虑
- ② 调整精确称量工具。
- ③ 充分混合。
- ④ 适当延长反应时间，确保反应时间和强度足够。

# 学生预习报告

实验名称 苯乙烯的悬浮聚合

指导教师签字: 徐洁 评分: \_\_\_\_\_

(简要说明实验目的、<sup>2</sup>原理、<sup>2</sup>主要试剂或原料、<sup>6</sup>试剂的安全性、<sup>5</sup>实验装置或流程图、实验的关键点<sup>6</sup>)

## 一、目的

1. 合成苯乙烯, 了解自由基聚合之原理。
2. 学习悬浮聚合操作
3. 控制聚合物颗粒的性大小, 了解分散剂升温速度、搅拌形式、搅拌速度的重要性。

## 二、原理

悬浮聚合: 借较强烈搅拌和悬浮剂作用

单体 (不溶于水)  $\xrightarrow[\text{(悬浮剂)}]{\text{分散}}$  分散水  $\xrightarrow[\text{分散剂(热稳定剂)}]{\text{机械搅拌}}$  0.1~5mm 水滴  $\xrightarrow{\text{引发剂}}$  悬浮聚合

~ 调节表面张力、粘度, 避免单体水中析出。  
可溶于水溶性好, 难溶无机物, 可溶电解质。

## 三、试剂和原料

1. 仪器:
  - 三口瓶 (250ml) x1
  - 温度计 (100℃) x1
  - 布氏漏斗 x1
  - 球形冷凝管 x1
  - 量筒 (100ml) x1
  - 抽滤瓶 x1
  - 电热锅 x1
  - 搅拌棒 x1
  - 锥形瓶 (100ml) x1

## 2. 试剂

苯乙烯单体, 过氧化二苯甲酰 (BPO), 苯乙烯磺酸钠 (PSA), 去离子水

## 四、安全性 (GHS DSD)

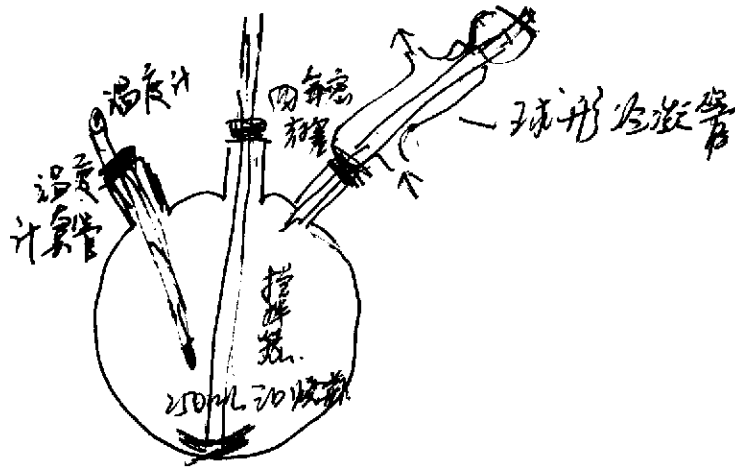
1. 苯乙烯单体: 化学性质稳定, 对人体有害, 易燃, 遇热源及明火, 不可扑灭。

2. 过氧化苯甲酰(BPO): 干燥状态易燃, 与强碱金属等剧烈反应, 对人体有危害, 要按通风。

3. 聚乙烯醇(PVA): 水溶性高聚物, 对人体危害较低, 毒性较低。

4. 苯乙烯: 易燃, 对人体有危害, 闪点高, 不可水灭火。

## 2. 装置



## 六. 流程:

组装仪器  $\rightarrow$  0.3g BPO, 16mL 苯乙烯 (溶于维瓶)  $\xrightarrow[\text{溶解}]{\text{搅拌}}$  转入三颈瓶  $\xrightarrow[130\text{mL 去离子水}]{7\sim 8\text{mL } 0.3\% \text{ PVA}}$  冲洗维瓶并加入  $\rightarrow$  加入  $\rightarrow$  搅拌 30min 内 温度达  $85\sim 90^\circ\text{C}$   $\rightarrow$  聚合水  $\rightarrow$  吸管  $\rightarrow$  吸取少量反应液滴入带冷水培养皿, 观察能否凝成硬块  $\rightarrow$  待反应  $\rightarrow$  冷却至室温  $\rightarrow$  过滤, 反洗水, 80°C 以下烘干  $\rightarrow$  干燥称重。

## 七. 实验关键点

1. PVA 难溶于水, 须完全溶解后方可开始加热。

2. 搅拌要适中。若激烈反应形成颗粒状聚物, 未提会很快附着在三颈瓶内部。

### 实验三 苯乙烯自由基悬浮聚合

同组实验者: 闫笑铭 实验日期: 29/10

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: 20 mL g;

水的用量: 100 ml;

过氧化二苯甲酰质量: 0.29 g;

聚乙烯醇质量: 5 mL (1:4) g;

聚合时间: 1 h;

聚合温度: 85~90 °C;

聚合物质量: ⊗ g;

产率: ⊗ %。

#### 二、实验过程记录

1:06 开始搅拌, 251 r/min,

1:14 开始加热, 目标温度 85~90 °C

1:21 温度达到 86 °C, 开始升温

2:21 取样, 发现乳液较稠 (对苯白色)

2:29 开始升温



## 二、问题与讨论

### 1. 影响粒径大小的因素有哪些？

- 因素：① 引发剂用量。引发剂用量多，聚合速率快，粒径增大。若过大，会使温度难以控制，粒径过大。
- ② 搅拌速度。速度过大会使粒径变小甚至无法观察到。
- ③ 悬浮剂用量（浓度）。悬浮剂会阻止颗粒的聚结。
- ④ 反应温度。温度会影响聚合速率。
- ⑤ 单体纯度和浓度。杂质会影响产品聚合。
- ⑥ 水油相比例。水油比越小，反应体系中单体相对越多，易团聚，粒径增大。
- ⑦ 反应时间。反应时间过短，聚合不完全，颗粒可能未形成。

### 2. 搅拌速度的大小和变化，对粒径的影响如何？

- 影响：① 大小：过慢，单体分散不均，成核速率更快，颗粒更容易长大，粒径比较大。
- 过快，搅拌产生的剪切力过大，会将聚合物颗粒打碎，粒径变小。
- ② 变化：搅拌速度变化会造成生成物的颗粒大小不均。

# 学生预习报告

实验名称 丙烯酸酯的乳液聚合

指导教师签字: 曾洁

评分: \_\_\_\_\_

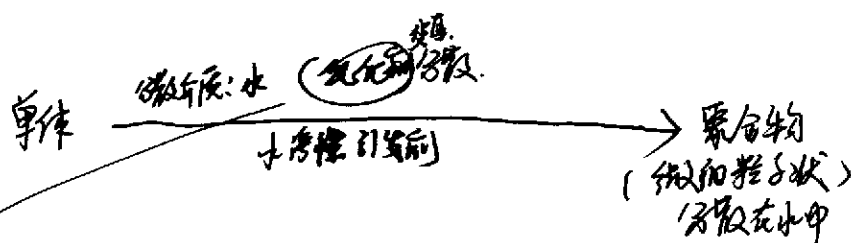
(简要说明实验目的、原理、主要试剂或原料、试剂的安全性、实验装置或流程图、实验的关键点)

## 一、实验目的

1. 学习乳液聚合方法, 制备聚丙烯酸酯乳液
2. 了解乳液聚合机理及乳化剂作用

## 二、实验原理

乳液聚合:



乳化剂对乳液聚合重要  $\Delta$

降低溶液表面张力, 单体易分散成小液滴, 并阻止乳胶粒凝聚。

分类  $\left\{ \begin{array}{l} \text{阴离子型} \\ \text{阳离子型} \\ \text{非离子型} \end{array} \right\}$  常配合使用。

丙烯酸酯乳液聚合放热大, 利用分散剂加入单体及引发剂。

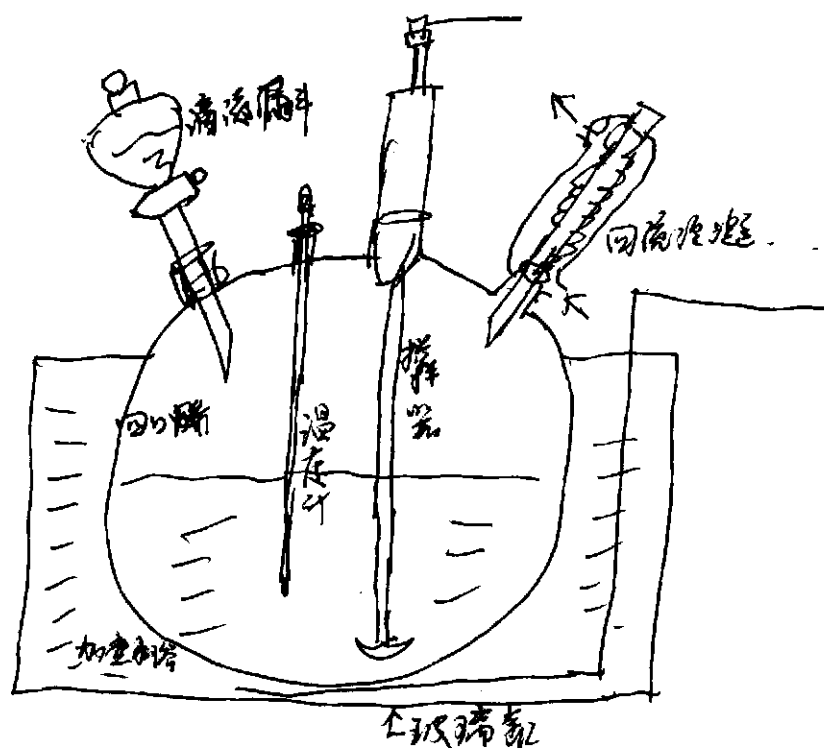
## 三、仪器和试剂

仪器: 机械搅拌器  $\times 1$  球形冷凝管  $\times 1$  500mL 三口烧瓶  $\times 1$   
 恒温水槽  $\times 1$  磁力棒  $\times 1$  温度计  $\times 1$   
 量筒、烧杯、圆底夹 广泛 pH 试纸 NDJ-79 型 数显粘度计  
 烤箱

试剂: 甲基丙烯酸丁酯 (78mL, 用作聚合单体)  
 丙烯酸 (2mL 用作反应单位)  
 水 (120mL 用作反应介质)  
 十二烷基磺酸钠 (4g, 用作阴离子表面活性剂)

OP-10 (1g, 用作非离子表面活性剂)  
 过硫酸胺 (0.65g, 用作引发剂)  
 碳酸氢钠 (0.3g, 用作缓冲剂)

#### 四、实验装置



1. 组装仪器
2. 预乳液制备, 按比例混合各物质, 搅拌均匀 (搅拌 10 min), 倒入烧杯中
3. 聚合: ① 加入聚合底料入三口烧瓶, 搅拌, 加热至 80℃.  
 ② 加入 20 mL 预乳液 (有蓝光作引发剂), 保持温度 80~85℃.  
 ③ 10 min 后, 加入余下预乳液, 升温 85~90℃, 保温 30℃
4. 保持反应液恒温槽, 搅拌至冷却至 45℃ 以下, 出料
5. 将产物过滤并洗涤, 物理测试
6. 调节乳液 pH > 7

**MSDS**

① 丙烯酸: 无色液体, 刺激性, 有腐蚀性, 对人体有害。  
 ② 甲基丙烯酸丁酯: 易燃液体, 有毒, 对人体有害 (吸入、食入、皮肤吸收)。  
 ③ 十二烷基硫酸钠: 白色 (或黄色) 晶体 (粉末), 易溶于水, 溶于乙醇, 不溶于石油醚。  
 有刺激性, 对人体有害。

## 实验四 丙烯酸酯的乳液聚合

同组实验者: 闫笑银 实验日期: 5/11

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

#### 1. 乳液聚合试剂使用量

试剂	用量
甲基丙烯酸丁酯	78ml
丙烯酸	2ml
水	42+80ml
十二烷基磺酸钠	4+1g
OP-10	(X)
过硫酸胺	0.1g+0.2g
碳酸氢钠	(X)

### 二、实验过程记录

#### 1. 乳液聚合期间, 乳液观察记录

(1) 乳液颜色如何变化?

预乳液: 透明 乳液: 透明 → 有淡蓝色光晕出现 → 有蓝色液体 → 乳白色液体

(2) 聚合过程中乳液的粘度如何变化?

反应前期粘度变化不大。升温后粘度逐渐开始有增大。

(3) 聚合时乳液中是否有凝胶生成?

有少量生成

② 聚合物乳液的物性测定

(1) 粘度 \_\_\_\_\_ Cp; (2) pH 值 \_\_\_\_\_;

(3)  $m_0$  \_\_\_\_\_;  $m_1$  \_\_\_\_\_;  $m_2$  \_\_\_\_\_;

固含量 \_\_\_\_\_ 质量%;

### 三、问题与讨论

1. 为什么要采用预乳化聚合工艺?

丙烯酸酯聚合时放热量大, 如果一次性投料, 不能  
获得较高浓度、较稳定的产品, 反应过程难控制, 故采用预乳化  
后再聚合的工艺, 便于控制。

2. 丙烯酸酯乳液有何用途?

- ① 涂料
- ② 乳胶漆
- ③ 皮革涂层
- ④ 黏合剂 等

3. 反应结束后, 为何需要将乳液的 pH 值调节至大于 7?

实验所用乳化剂为十二烷基硫酸钠, 为阴  
离子型乳化剂, 在碱性环境中较为稳定。若在酸性环  
境中, 乳化剂易失效, 引起破乳。



# 学生预习报告

实验名称 甲基丙烯酸甲酯本体聚合制备有机玻璃板

指导教师签字: 张仰 评分: \_\_\_\_\_

(简要说明实验目的、原理、主要试剂或原料、试剂的安全性、实验装置或流程图、实验的关键点)

## 一、实验目的

1. 了解有机玻璃本体聚合的特点实验方法
2. 掌握有机玻璃板制造和操作技术的关键, 并测定产品的透光率。

## 二、实验原理

本体聚合: 单体在微量引发剂下(热、光、辐射作用下)进行的聚合反应

- 特点: 产品纯度高、无需后处理、可制得透明样品。
- 缺点: 散热困难、易产生凝胶效应, 工业上常采用分段聚合。

聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA): 光学性能优良、密度小、机械性能、耐候性。

MMA: 含饱和双键, 结构不对称, 易聚合反应, 聚合热  $56.5 \text{ kJ/mol}$

本体聚合突出特点: “凝胶效应” → 在聚合过程中, 当转化率达 10% ~ 20% 时, 聚合速率突然加快。物料粘度骤然上升, 以致发生局部过热甚至使聚合物颗粒成爆米花状。

分段聚合: 先在聚合釜内进行预聚合, 再将预聚物浇注到制品型模内, 再开始缓慢聚合成型。

→ 好处: ① 缩短聚合反应诱导期, 使“凝胶效应”提前到来, 以便缓慢前段为聚合反应, 以利于保证产品质量。

② 减少聚合时的体积收缩。用 MMA 本体聚合后体积收缩 20 ~ 22%, 预聚合可使收缩率好 12%。另外, 凝胶粘度大, 可减少缓慢渗透损失。

## 三、试剂和仪器

试剂: 甲基丙烯酸甲酯 MMA 99.9; 过氧化二苯甲酰(BPO) 0.03g

仪器: 滴烧杯 X1 滴烧瓶 X1 搅拌装置 X1 球形冷凝管 X1

75/2 型分度皮尺、游标卡尺、玻璃片 X3

## 四、安全性:

1. MMA: 无色液体, 易挥发, 易燃, 与空气形成爆炸性混合物。溶于乙醇、乙醚溶剂。毒性较小, 有刺激性。

2. BPO: 白色粉末, 透明液体, 对皮肤有刺激, 对呼吸道有刺激, 皮肤有刺激, 接触皮肤  
易燃, 易爆, 强刺激性, 致敏。

五、裝置或行程圖。

制成流程图

制模 取  $40 \times 70$  玻璃板  $\times 3$ , 两块玻璃片重叠, 中间一块 <sup>做向</sup> 玻璃片  $50\text{mm}$ , 其余切断  
而用涤纶绝缘纸密封, 抽气中间玻璃板, 作灌浆用型模。

↓  
预聚合. 100ml 滴流瓶加入 MMA 50g, BPO 0.03g. 轻轻震荡. 倒入 20  
℃ 烧瓶. 搅拌均匀后加入 9.0g 水浴加热预聚合, 观察反应程度变化至形成粘  
性薄膜. 迅速冷却至室温.

↓ 性腺腺 烟碱性刺激至旺。  
灌 浆 在冷即粘液 潮 横具，重有感 10 min 起出多泡，粘膜泡装密封。

↓  
聚合/分. 溶解后模具 50℃ 焙烘 6h, 聚物基本成型因体系升温到 100℃, 保持 2h.

↓  
脱模。  
横身冷却至 50-60°C, 接开玻璃片得有机玻璃板。(制模前可在玻璃表面涂一层薄砒油以便于脱模)。

## 六、实验关键点

实验关键点

1、预聚合粘度要适中，不能过稀，过稀，过稀说明预聚合不充分，聚合时容易出现暴聚；也不能过大，过大的话，灌注模具中时产生气泡很难赶出。

2. 为了产品脱模方便,可在硅玻璃片表面涂一层硅油,但量一定要少,否则影响产品透光度。

## 实验五 甲基丙烯酸甲酯本体聚合制有机玻璃

同组实验者: 闫笑铭 实验日期: 12/11

指导教师签字: 张行 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

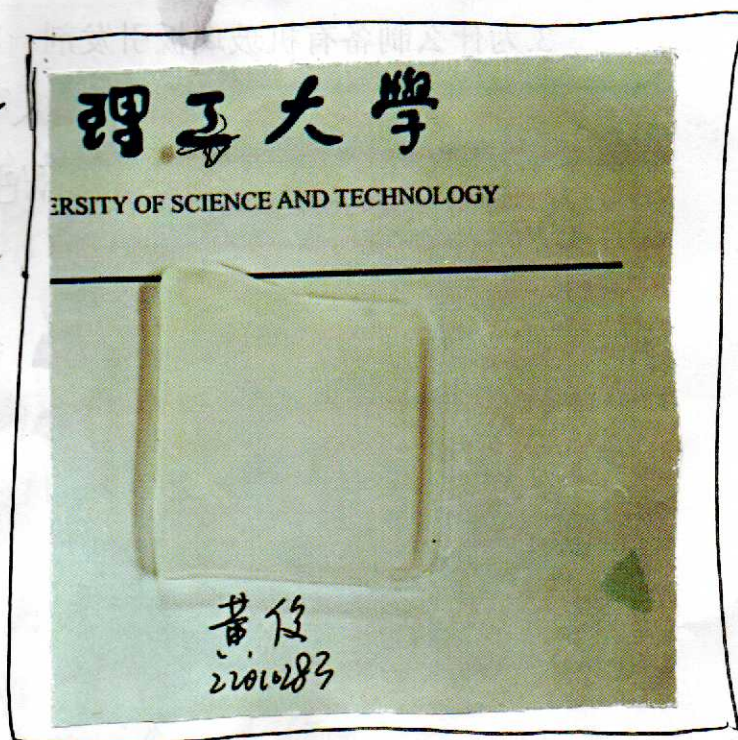
甲基丙烯酸甲酯: 40 ml 过氧化二苯甲酰: 0.12 g;

预聚合温度: 85~90 °C; 灌注聚合浆液: ~~0.12~~ g。

### 二、实验过程记录

13:13 开始加热 (搅拌)  
13:19 温度超过 85°C, 开始控温。  
13:49 第一次取样, 液体流动呈水样  
14:09 第二次取样, 液体开始出油状质感, 但无黏性  
14:29 第三次取样, 液体呈油状, 黏性增强, 但在称量纸上无法拉丝  
14:34 第四次取样, 液体呈油状, 黏性进一步增强。  
14:37 停止加热

产  
品





### 三、问题与讨论

1. 本体聚合的主要缺点是什么？如何克服本体聚合中的“凝胶效应”？

• 缺点：散热困难，容易产生“凝胶效应”。

• 如何克服：

对于本体聚合没有稀释剂存在，聚合热排散困难。为克服“凝胶效应”放出大量反应热，采用两段聚合（先预聚合，再聚合成型），并且预聚合时必须严格控制温度，不可过高。

2. 本实验的关键是预聚合，如果预聚合反应进行不完全会出现什么问题？

若预聚合反应进行不完全，无法使“凝胶效应”提前到来，在后续灌模、聚合的过程中会大量放出反应热，使产品有大量气泡，质量严重降低，另外体积收缩率也比较大。

3. 为什么制备有机玻璃板引发剂一般使用 BPO 而不用 AIBN？

AIBN 作引发剂，极大几率会分解产生 N<sub>2</sub>，在灌模混在有机玻璃板中有气泡，影响有机玻璃板产品质量。

# 学生预习报告

实验名称  $\epsilon$ -己内酯的开环聚合

指导教师签字: 李秋 评分: \_\_\_\_\_

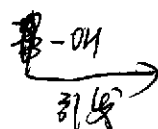
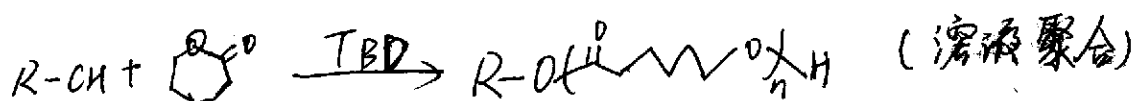
(简要说明实验目的、原理、主要试剂或原料、试剂的安全性、实验装置或流程图、实验的关键点)

## 一、实验目的:

1. 了解开环聚合反应, 制备聚己内酯材料。
2. 了解溶液聚合度和开环聚合的生成和实验现象。

## 二、实验原理

聚 $\epsilon$ -己内酯: PCL,  $\epsilon$ -己内酯单体 + 引发剂 + 催化剂 + 特定温度。  
己内酯具有强极性, 溶解性, 稳定性。



酯键断裂开环, 末端形成羟基-OH。

## 三、仪器和试剂

### 1. 仪器

500mL 四口圆底烧瓶 X1    加热锅 X1    搅拌器 X1    温度计 X1  
磁力型回形搅拌器 X1    条形回形搅拌器 X1    50mL 烧杯 X1    100 烧杯 X2  
塑料滴管 X3

### 2. 试剂:

$\epsilon$ -己内酯(单体) 50g    水(引发剂)    TBDL(催化剂) 0.6g  
 $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ (溶剂) 50mL    乙醇(沉淀剂) 50mL

## 四、安全性

1. PCL: 对生物相容性有一定腐蚀性, 对人体有危害。

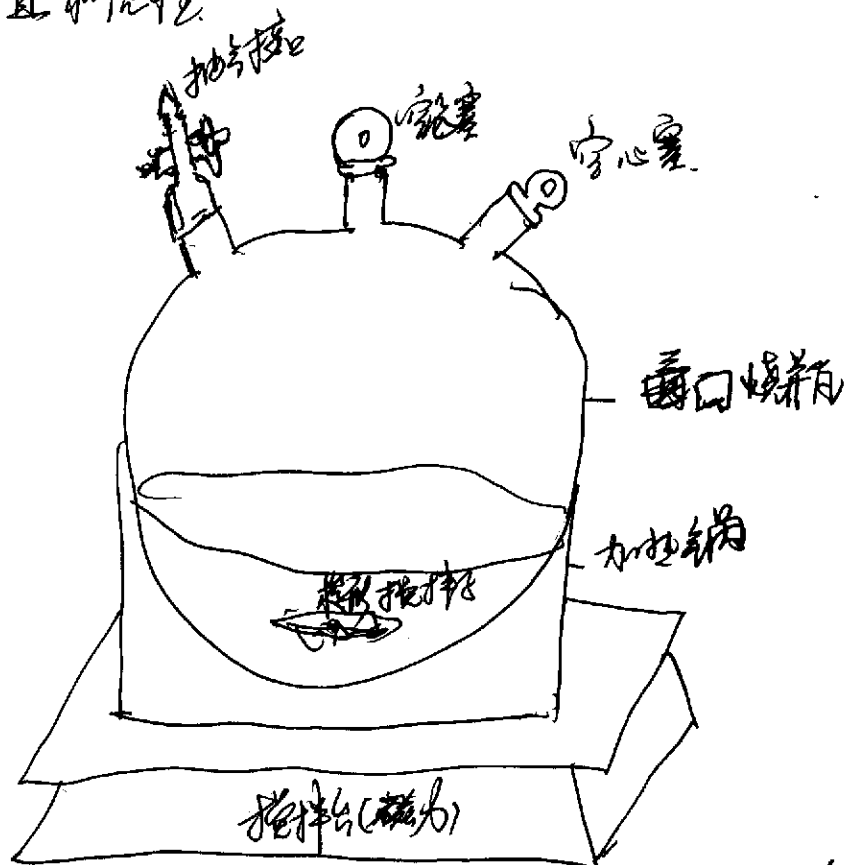
2. TBD: 无色到浅黄色, 有腐蚀性。

3.  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ : 对人体有危害(急性中毒) 无臭, 有甜味。



4. 乙内酯: 对人体有害(可致肝肾损害), 易燃、刺激性易挥发, 无色, 有苦杏仁味

## 五、实验装置和流程



组装 → 加  $\epsilon$ -CL → 抽真空 → 充氮气 → 加 TBP,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  → 搅拌 → 反应结束 → 反应后处理

## 六、实验关键点:

· 反应后处理:

称量 100mL 烧杯重量  $m_1$  → 100mL 烧杯加 50mL 乙内酯, 磁力搅拌子, 浸床  
搅拌 → 滴加 5mL 反应液, 静置 0.5h, 倒去未反应物 → 烘干, 称烧杯 + 产物  $m_2$   
→ 算产率

## 实验六 $\epsilon$ -己内酯的开环聚合

同组实验者: 闫笑铭 实验日期: 19/11  
指导教师签字: [Signature] 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

$\epsilon$ -己内酯: 50 ml TBD: 0.61 g  
二氯甲烷: 50 ml 乙醚: 50 ml  
 $m_1$ : 66.77 g  $m_2$ : (X) g  
聚合时间: 4.83 h 聚合温度: 21.5  $^{\circ}\text{C}$ ;  
聚合物质量: (X) g 产率: (X) %。

### 二、实验过程记录

12:00 组装加料 ( $\epsilon$ -己内酯)  
12:30 抽真空  
12:45 通氮气, 如  
12:40 金属钠加料 (TBD,  $\text{Et}_2\text{O}$ )  
4:40 停反应, 后处理

实验成功; 原因分析:

- ① 抽真空 强度不够
- ② 反应时 温度控制不当, 波动过大
- ③ 加料比例失调 (配比不准)
- ④ 搅拌不充分

### 三、问题与讨论

1. 本实验采用溶液聚合，溶液聚合中溶剂的选择原则是什么？

- ① 溶解性。良好地溶解单体和引发剂
- ② 稳定性。聚合压力、温度条件下不分解或挥发
- ③ 对聚合反应的影响。影响应尽可能小
- ④ 安全性和环境友好性满足要求
- ⑤ 成本低，回收利用方便。

2.  $\epsilon$ -己内酯的聚合除了溶液聚合外，还可以采用哪种聚合方式进行聚合？这种聚合方式的定义和特点是什么？

- 方式：微波辅助开环聚合
- 定义：利用微波能量辐照加热反应体系，加速聚合反应进行。
- 特点：反应快、效率高、温度控制精确方便、环境友好。

3. 如何提高该实验中聚己内酯的分子量？

- ① 换用金属阴离子络合半开环化剂
- ② 调控温度。较低温下，分子量小；温度越高，链增长越快，有助于提高分子量。
- ③ 延长聚合时间。
- ④ 引入路易斯酸碱协同催化。
- ⑤ 优化单体和引发剂摩尔比。主要是考虑纯度。