

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна

Должность: проректор по учебной работе

Дата подписания: 31.12.2020 13:36:44

Уникальный программный ключ:

0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра физической химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор-

проректор по учебной работе

Е.А. Кудряшов

2013 г.



ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ФИЗИКЕ И ХИМИИ ПОЛИМЕРОВ

Методические указания
для студентов специальности 240202.65
и направления подготовки 240100.62

Курск 2013

УДК 541.6

Составитель Е.В. Агеева

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *Н.А. Борщ*

Лабораторный практикум по физике и химии полимеров : методические указания по выполнению лабораторных работ по физике и химии полимеров / Юго-Зап. гос. ун-т; сост. Е.В. Агеева. Курск, 2013. 20 с.: табл.3. Библиогр.: с. 19.

Приведены методические указания по выполнению лабораторных работ по физике и химии полимеров.

Методические указания соответствуют требованиям программы по дисциплине «Физика и химия полимеров».

Предназначены для студентов специальности 240202.65 и направления подготовки 240100.62.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать

Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. Уч.-изд.л Тираж 50 экз. Заказ. Бесплатно

Юго–Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 1. « <i>Определение молекулярной массы полимера вискозиметрическим методом</i> »	4
Лабораторная работа № 2. « <i>Синтез полимера методом полимеризации и изучение его свойств</i> »	7
Лабораторная работа № 3. « <i>Синтез полимера методом радикальной сополимеризации</i> »	9
Лабораторная работа № 4. « <i>Синтез полимера методом поликонденсации и изучение его свойств</i> »	11
Лабораторная работа № 5. « <i>Набухание полимеров. Пластификация</i> »	14
Лабораторная работа № 6. « <i>Идентификация полимеров</i> »	16
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	19

Лабораторная работа № 1.
«Определение молекулярной массы полимера
вискозиметрическим методом»

Цель работы: определение молекулярной массы полимера вискозиметрическим методом.

В силу особенностей процесса синтеза макромолекул и возможности их случайной деструкции большинство синтетических полимеров являются полимолекулярными (полидисперсными), т.е. состоят из молекул с различной молекулярной массой. В зависимости от типа усреднения различают среднечисловую M_n , среднемассовую M_w , средневязкостную M_v , среднеседиментационную M_z и другие виды молекулярных масс полимеров.

Среднечисловую молекулярную массу, выражаемую соотношением

$$M_n = \frac{\sum_i N_i \cdot M_i}{\sum_i N_i} = \sum_i n_i \cdot M_i = \frac{1}{\sum_i \frac{\omega_i}{M_i}}$$

где N_i , n_i , ω_i –соответственно число молекул, мольная и массовая доля молекул с молекулярной массой M_i , определяют с помощью методов, в основе которых лежат коллигативные (зависящие от числа частиц) свойства растворов. Это химический (метод концевых групп) и термодинамические (эбуллиоскопия, криоскопия, осмометрия) методы.

Среднемассовую молекулярную массу определяют как

$$M_w = \frac{\sum_i N_i \cdot M_i^2}{\sum_i N_i \cdot M_i} = \sum_i \omega_i \cdot M_i$$

и измеряю тогда, когда вклад каждой группы молекул, обладающей определенной молекулярной массой, пропорционален массе молекул этой группы. Экспериментально измеряю методом светорассеяния.

Для характеристики молекулярных масс молекул полимеров используются также средневязкостная молекулярная масса

$$M_v = \left[\frac{\sum_i N_i \cdot M_i^3}{\sum_i N_i \cdot M_i} \right]^{1/a} = \left(\sum_i \omega_i \cdot M_i \right)^{1/a}$$

где a – эмпирическая постоянная для данной системы поли-

мер-растворитель (обычно $0,5 < a < 1$).

Значение средневязкостной молекулярной массой полимера является промежуточным между M_n и M_w . Для большинства линейных полимеров значение M_v близко к M_w .

Для однородных по молекулярной массе полимеров $M_n = M_v = M_w$, а для полидисперсных образцов $M_n < M_v < M_w$. Отношение M_w/M_n может служить мерой полидисперсности образца (U):

$$U = \frac{M_w}{M_n} - 1$$

Для мономолекулярных полимеров $M_w/M_n = 1$, $U = 0$, а для реальных полимеров $M_w/M_n > 1$, $U > 0$.

Реактивы: полимеры и растворители по указанию преподавателя.

Оборудование: капиллярный вискозиметр; термостат; секундомер; пипетки 5 и 10 мл; конические колбы.

Порядок выполнения работы:

Измерения выполняют при определенной температуре с помощью капиллярного вискозиметра. Сначала измеряют время истечения чистого растворителя от верхней до нижней метки измерительного шарика (t_0). Время истечения измеряют не менее трех раз, причем результаты параллельных измерений не должны отличаться более, чем на 0,4 с. Затем выливают растворитель из вискозиметра, помещают в него 10мл исходного раствора полимера и измеряют его время истечения. Последующие измерения вязкости проводят с разбавленными растворами, добавляя по 5мл чистого растворителя. Всего выполняют не менее трех разбавлений и измерений t для разбавленных растворов. В конце работы снова измеряют время t_0 . Полученные данные заносят в табл. 1.

Таблица 1.

Объем раствора, мл	Концентрация раствора, г/100мл	Время истечения раствора t , с	$\eta_{отн} = \frac{t}{t_0}$	$\eta_{уд} = \frac{t - t_0}{t_0}$	$\eta_{пр} = \frac{\eta_{уд}}{t_0}$

На основании полученных данных строят зависимость приведенной вязкости от концентрации раствора полимера. Экстраполяцией полученных прямых к нулевой концентрации находят значение характеристической вязкости $[\eta]$. По уравнению $[\eta]=K \cdot M^a$ рассчитывают средневязкостную молекулярную массу. Значения K и a для некоторых полимеров приведены в табл.2.

Таблица 2.

Полимер	Растворитель	$T, ^\circ C$	$K \cdot 10^4$	a
Полистирол	Толуол	25	1,18	0,72
Полиметилметакрилат	Хлороформ	25	0,47	0,78
	Ацетон	25	0,96	0,69
Ацетат целлюлозы	Ацетон	25	1,60	0,82
Полиакрилонитрил	Диметилформамид	25	3,35	0,72
Поливиниловый спирт	Вода	25	5,95	0,63
Поливинилпирролидон	Вода	25	1,40	0,70

Контрольные вопросы:

1. Дайте краткую характеристику методов определения среднечисловой молекулярной массы полимеров.
2. Дайте краткую характеристику методов определения среднемассовой молекулярной массы полимеров.
3. Определение относительной, удельной и приведенной вязкости.
4. Методы определения констант в уравнении Марка-Хувинка.
5. Способы определения плотности полимера.

Лабораторная работа № 2. «Синтез полимера методом полимеризации и изучение его свойств»

Цель работы: провести синтез полимера методом полимеризации.

Полимеризация – процесс получения высокомолекулярных соединений, при котором макромолекула образуется путем последовательного присоединения молекул низкомолекулярных веществ (мономеров) к растущему активному центру.

В реакциях полимеризации могут участвовать одинаковые или разные мономеры, поэтому выделяют соответственно гомополимеризацию и сополимеризацию.

Реакция полимеризации – цепной процесс, состоящий из трех основных стадий: образования активного центра (инициирование), роста и обрыва цепи. В зависимости от природы активного центра различают радикальную полимеризацию, при которой активным центром является свободный радикал и рост цепи протекает гомолитически, и ионную полимеризацию, при которой активные центры – ионы или поляризованные молекулы, а рост цепи протекает по гетеролитическому механизму.

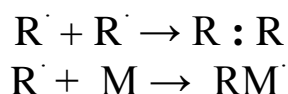
Свободные радикалы, начинающие цепь в случае радикальной полимеризации могут генерироваться под действием тепла, света, ионизирующих излучений, окислительно-восстановительных систем, а также в результате гомолитического распада инициаторов. Возбуждение реакции полимеризации и введении инициаторов получило широкое применение при синтезе волокнообразующих полимеров, т.к. при этом облегчается регулирование процесса. К инициаторам относятся неорганические и органические пероксиды, гидропероксиды, азо- и diaзосоединения и т.д.

Распад молекул таких веществ на два свободных радикала происходит в результате достаточно интенсивного теплового движения.

Применяется также окислительно-восстановительное инициирование. В этом случае в систему вместе с инициатором вводят восстановитель – промотр. Окислительно-восстановительное инициирование

отличается слабой зависимостью от температуры реакции.

Таким образом, под воздействием физических или химических факторов в системе появляются свободные радикалы, имеющие, например, неспаренные p -электроны и обладающие вследствие этого высокой химической активностью. Соударения свободных радикалов приводят к возникновению ковалентной связи с образованием неактивной молекулы. При взаимодействии свободного радикала с мономером образуется продукт реакции присоединения, имеющий на конце неспаренный электрон:



Реактивы: стирол (метилметакрилат), перегнанный; инициатор; гексан; ацетон; толуол; хлороформ; этанол.

Оборудование: пробирки; водяная баня; термометр; пипетки на 5 мл; фарфоровая чашка или тигель; аналитические весы.

Порядок выполнения работы:

1. Получение полистирола (полиметилметакрилата)

В пробирку по заданию преподавателя помещают инициатор и приливают мономер, перемешивают до растворения инициатора, пробирку закрывают пробкой и помещают в кипящую водяную баню. Полимеризацию стирола (метилметакрилата) проводят до степени конверсии 5–10%, которую определяют визуально по увеличению вязкости системы (сиропообразное состояние). Пробирку быстро охлаждают до комнатной температуры и ее содержимое медленно при перемешивании выливают в чашку (тигель) с осадителем (гексаном). Пустую пробирку ополаскивают небольшим количеством осадителя, который также выливают в чашку с осажденным полимером.

Осадок полимера декантируют, промывают водой, снова гексаном и сушат до постоянной массы под тягой.

2. Изучение свойств синтезированного полимера

После высушивания проверяют растворимость полученного полимера в следующих растворителях: ацетоне, толуоле, этаноле и хлороформе. С помощью термометра и электроплитки определяют примерные значения температур стеклования и текучести полученного

полимера. Оценивают внешний вид, твердость и прочность полученного образца. На основании проведенных опытов приводят схемы реакций, делают выводы о свойствах синтезированного полимера.

Контрольные вопросы:

1. Можно ли по составу полимера определить механизм его получения? Ответ поясните, приведите примеры.
2. Каково влияние растворителя на радикальную полимеризацию и свойства полученного полимера?
3. Дайте краткую характеристику способам проведения полимеризации.

Лабораторная работа № 3.

«Синтез полимера методом радикальной сополимеризации»

Цель работы: провести синтез полимеров методом радикальной сополимеризации.

Сополимеризация - это совместная полимеризация двух или более мономеров с образованием макромолекул, содержащих в основной цепи звенья различных исходных мономеров. Соответствующим их подбором полимерным материалам придаются определенные физико-механические свойства. Соотношение компонентов в составе сополимера зависит от реакционной способности мономеров, активных центров роста, условий проведения процесса.

Сополимеризация может протекать по ионному и радикальному механизмам. В большинстве случаев реакционная способность активных центров на концах растущих цепей при сополимеризации определяется природой последнего звена.

Реактивы: стирол и метилметакрилат, перегнанные; инициатор; гексан; ацетон; толуол; хлороформ; этанол.

Оборудование: пробирки; водяная баня; термометр; пипетки на 5 мл; фарфоровая чашка или тигель; аналитические весы.

Порядок выполнения работы:

1. Получение сополимера стирола и метилметакрилата.

В пробирку по заданию преподавателя помещают инициатор и смесь стирола и метилметакрилата одного из следующих мольных составов:

I) 1:3; II) 1:1;. III) 3:1; IV) 2:1; V) 1:2 (вариант задается преподавателем). Смесь перемешивают до растворения инициатора, пробирку закрывают пробкой и помещают в кипящую водяную баню. Полимеризацию мономерной смеси проводят до степени конверсии 5-10%, которую определяют визуально по увеличению вязкости системы (сиропобразное состояние). Пробирку быстро охлаждают до комнатной температуры и ее содержимое медленно при перемешивании выливают в чашку (тигель) с осадителем (гексаном). Пустую пробирку ополаскивают небольшим количеством осадителя, который также выливают в чашку с осажденным полимером. Осадок полимера декантируют, промывают водой, снова гексаном и сушат до постоянной массы под тягой.

2. Изучение свойств синтезированного сополимера

После высушивания проверяют растворимость полученного сополимера в следующих растворителях: ацетоне, толуоле, этаноле и хлороформе. С помощью термометра и электроплитки определяют примерные значения температур стеклования и текучести полученного сополимера. Сравнивают полученные результаты со свойствами гомополимеров. Оценивают внешний вид, твердость и прочность полученного образца.

На основании проведенных опытов приводят схемы реакций, делают выводы о свойствах синтезированного полимера.

Контрольные вопросы:

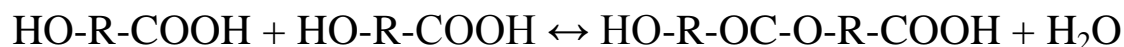
1. Влияние различных факторов на скорость полимеризации.
2. Отличия цепных и ступенчатых процессов синтеза полимеров
3. Свободнорадикальная полимеризация. Стадии свободнорадикальной полимеризации. Способы инициирования.

Лабораторная работа № 4.
«Синтез полимера методом поликонденсации и изучение его свойств»

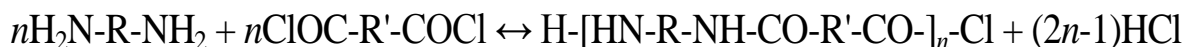
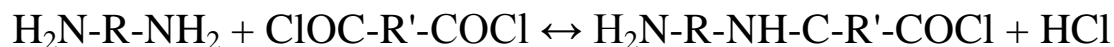
Цель работы: провести синтез полимеров методом поликонденсации.

Поликонденсация - это процесс образования макромолекул, при котором рост полимерных цепей происходит путем химического взаимодействия как исходных, так и образовавшихся в ходе реакции би- и полифункциональных соединений друг с другом, и сопровождающийся выделением низкомолекулярного продукта.

Примерами поликонденсации могут служить реакции полиэтерификации:



и полиамидирования:



В отличие от полимеризации элементный состав полимеров не совпадает с составом мономерных соединений. Различие определяется составом выделяющегося низкомолекулярного продукта (вода, спирт, аммиак и др.).

Различают линейную и трехмерную поликонденсацию. В линейной поликонденсации участвуют бифункциональные мономеры, приводящие к получению линейных полимеров. Для проведения трехмерной поликонденсации используют мономеры с тремя или большим числом функциональных групп. В этом случае вначале образуются разветвленные полимеры, а при глубоких степенях превращения - пространственно-сшитые (сетчатые).

В зависимости от абсолютного значения константы равновесия реакций между макромолекулами образующихся линейных полимеров и низкомолекулярным продуктом, выделяющимся в ходе реакции, различают равновесную (обратимую, $K=5\div 100$) и неравновесную (необратимую, $K>10^3$) поликонденсацию.

При равновесной (обратимой) поликонденсации степень превращения и молекулярная масса полимеров определяются равновесными концентрациями реагентов и продуктов реакции. В этом случае для получения полимера высокой молекулярной массы из системы необходимо постоянно удалять низкомолекулярный продукт. Напротив, при неравновесной (необратимой) поликонденсации реакции, обратные росту, практически несущественны и степень превращения функциональных групп, молекулярная масса полимера лимитируется не термодинамическими, а кинетическими факторами. Как равновесная, так и неравновесная поликонденсация приводят к получению полимеров, неоднородных по молекулярным массам.

Реактивы: глицерин; фталевый ангидрид; ацетон; спиртовой раствор КОН, 0,5 н.; раствор фенолфталеина, 1%.

Оборудование: фарфоровый стакан (тигель); фарфоровая чашка; бюретка; термометр до 350 °С; колбы конические 50 мл; цилиндр или градуированная пробирка; аналитические весы; электроплитка.

Порядок выполнения работы:

1. Получение полиэфира на основе глицерина и фталевого ангидрида.

В фарфоровый стакан помещают по заданию преподавателя фталевый ангидрид и глицерин, прикрывают фарфоровой чашкой. Смесь нагревают до 180 °С, поддерживая эту температуру в течение часа. В процессе синтеза полиэфира фталевый ангидрид при нагревании возгоняется и кристаллизуется на холодных стенках стакана и чашки. Периодически его очищают в стакан и тщательно перемешивают реакцию смесь. По окончании синтеза определяют молекулярную массу полученного полимера.

2. Определение молекулярной массы полиэфира.

Определение кислотного числа проводят следующим образом: в предварительно взвешенную на аналитических весах колбу помещают 0,1-0,3 г пробы, взвешенной с точностью до 0,0002 г, добавляют 5-7 мл ацетона и после растворения навески титруют раствором щелочи в присутствии фенолфталеина до появления розовой окраски. Параллельно проводят контрольный опыт с тем же количеством растворителя.

Кислотное число (КЧ), означающее количество мг КОН, необходимое для нейтрализации карбоксильных групп, содержащихся в 1 г анализируемого вещества, рассчитывают по формуле:

$$KЧ = \frac{(V_1 - V_2)F \cdot 0,00561 \cdot 1000}{q},$$

где V_1 - объем 0,1н. раствора щелочи, пошедшего на титрование рабочей пробы, мл;

V_2 - объем 0,1н. раствора щелочи, пошедшего на титрование контрольной пробы, мл;

F - поправка к титру 0,1н. раствора КОН;

0,00561 - титр 0,1н. раствора щелочи, г/мл;

q - навеска вещества, г.

Молекулярную массу полиэфира рассчитывают по формуле:

$$M = \frac{56,11 \cdot 1000}{KЧ},$$

где $KЧ$ - кислотное число реакционной смеси, мг КОН/г полимера.

Контрольные вопросы:

1. Приведите примеры реакций гомо-, гетеро- и совместной поликонденсации.
2. Приведите примеры реакций линейной и трехмерной поликонденсации.
3. Классификация полимеров по методу синтеза полимеров, по отношению к нагреванию, по полярности.

Лабораторная работа № 5. «Набухание полимеров. Пластификация»

Цель работы: определить способность полимеров к набуханию и пластификации.

Первой стадией растворения любого полимера является его набухание. **Набухание** — это процесс поглощения полимером низкомолекулярной жидкости, сопровождающийся увеличением объема полимера и изменением конформаций его макромолекул. Большие по размерам молекулы полимера характеризуются низкими значениями коэффициента диффузии. Поэтому смещение осуществляется медленно и его промежуточные стадии легко фиксируются.

Набухание не всегда заканчивается растворением (*неограниченное набухание*). Часто набухание идет до какого-то определенного (максимального) значения и дальнейший контакт с растворителем не изменяет ни массы, ни объема полимера (*ограниченное набухание*).

Набухание зависит от:

- природы полимера и растворителя («подобное растворяется в подобном»);
- молекулярной массы полимера (с ростом молекулярной массы возрастает энергия межмолекулярного взаимодействия, что замедляет проникновение растворителя в полимер);
- гибкости цепей (гибкие цепи набухают быстрее жестких);
- структуры полимерных цепей (линейные полимеры набухают быстрее разветвленных, поперечные связи между цепями уменьшают способность полимера к набуханию);
- надмолекулярная структура полимера (кристаллические полимеры набухают хуже аморфных).

Состояние набухания характеризуют степенью набухания α , которую определяют как количество поглощенной полимером жидкости, отнесенное к единице массы или объема полимера.

$$\alpha = \frac{m_t - m_0}{m_0} = \frac{V_t - V_0}{V_0}$$

где m_0 и V_0 — масса и объем исходного полимера;

m_t и V_t — масса и объем набухшего полимера к моменту времени t .

Таким образом, за процессом набухания можно наблюдать либо периодически взвешивая набухающее вещество (гравиметрический метод), либо измеряя объем жидкости, оставшейся после набухания (объемный метод).

Пластификация - процесс повышения подвижности структурных элементов макромолекул путем введения в полимер специальных добавок - пластификаторов. Введение пластификаторов понижает температуры стеклования и текучести полимера, уменьшает модуль упругости, делает полимер более деформируемым и способным к переработке.

В качестве пластификаторов используют эфиры фосфорной, ароматических и алифатических дикарбоновых кислот; олигомерные молекулы, а также камфору, глицерин, воду, минеральные масла и др.

Реактивы: желатин пищевой и желатин, обработанный 40%-ым раствором формальдегида; раствор желатина, 15%; глицерин.

Оборудование: пипетки 5 и 10 мл; пробирки; чашки Петри; стаканы; часовое стекло; весы аналитические.

Порядок выполнения работы:

Взвешивают на весах по 0,1 г обычного желатина и желатина, предварительно обработанного формалином. Навески помещают в стаканы, приливают по 10 мл дистиллированной воды и оставляют набухать в течение 30 мин. Затем желатин извлекают из воды, промакивают фильтровальной бумагой, снова взвешивают на часовом стекле. Рассчитывают степень набухания обычного желатина и обработанного формалином.

Далее берут небольшое количество набухшего желатина из каждой навески, переносят в пробирки, приливают по 5 мл дистиллированной воды и нагревают на водяной бане до полного растворения полимера в одной из пробирок.

Объясняют различия в степени набухания и растворимости обычного и обработанного формалином желатина. Приводят уравнение реакции между двумя молекулами белка и молекулой

формальдегида.

2. Пластификация желатиновых гелей

В три чашки Петри, стенки и дно которых смазаны вазелином или парафином, наливают по 10 мл 15%-го раствора желатина. Во вторую и третью чашки добавляют глицерин: в одну 0,25 г, в другую - 0,5 г и тщательно перемешивают палочкой. Полученные растворы высушивают в сушильном шкафу. Затем пленки вынимают из чашек и описывают их внешний вид и механические свойства. Пленку, не содержащую глицерина, опускают в воду и наблюдают за изменением ее деформационных свойств.

Объясняют влияние глицерина и воды на механические свойства желатиновых пленок.

Контрольные вопросы:

1. Сравните набухание и растворение каучука, резины и эбонита.
2. Укажите, какие полимеры будут устойчивы к действию:
а) масел и бензинов; б) воды:
1) поливиниловый спирт; 2) полибутадиен;
3) АБС-пластик; 4) целлюлоза

Лабораторная работа № 6 **«Идентификация полимеров»**

Цель работы: изучить методики идентификации полимеров.

Реактивы и оборудование: образцы полимеров; сухое горючее или спиртовка.

Порядок выполнения работы:

1. Поведение полимеров при горении

Проба на сжигание является одним из предварительных испытаний полимеров. Кусочек полимера, зажав пинцетом, осторожно вносят в пламя горелки. Сразу после начала горения образец убирают из пламени. Отмечают поведение полимера при

поднесении к пламени, при внесении в пламя и удалении из него, вид остатка (зола) после сжигания и запах при его горении. Результаты заносят в табл. 3

Таблица 3

Полимер	Способность к воспламенению	Цвет пламени	Характер горения	Запах	Вид остатка	Реакция паров

По характеру горения полимеры можно разделить на 3 группы:

I - Вещество не воспламеняется, сохраняет форму, при горении издает запах аммиака (мочевино-формальдегидный полимер), фенола (фенолоформ-альдегидный полимер) и т.п.

II - Полимер горит в пламени, гаснет при удалении из него, издает запах жженой резины (хлоркаучук), иной резкий запах (поливинилхлорид), сладковатый запах и много черной зола (поливинилиденхлорид), запах уксусной кислоты и искрение (ацетилцеллюлоза).

III - При поднесении к пламени плавится, при удалении из пламени продолжает гореть ярким пламенем:

3.1. очень быстрое горение (с взрывом) - нитроцеллюлоза;

3.2. голубое пламя и запах:

- сильный сладковатый (полиметакрилат)

- запах горелого волоса, овощей или аммиака, остаток после горения - твердый круглый шарик (полиамид)

- слабый сладковатый (поливинилформаль)

- прогорклого масла и искрение (ацетобутират целлюлозы), без искрения (поливинилбутираль)

3.3. пламя яркое, светящееся и запах:

- парафина (полиэтилен)

- резкий неприятный, полимер течет по каплям, остаток бело-коричневого цвета (полиуретан)

- жженой резины, пламя с зеленой каймой, возможны белые вспышки (хлоропрен)

3.4. пламя светлое, коптящее

- сладковатый запах цветов (полистирол)

- сладковатый запах, обугливается, остаток бело-коричневого цвета (полиэфир).

3.5. пламя окружено желто-зеленой каймой; смола, воспламенившись, долго горит, издавая сладковатый запах (этилцеллюлоза).

2. Проверка растворимости (кроме галогенсодержащих полимеров)

1. Проверяют растворимость в ацетоне. Если не растворяется, проверяют растворимость в дихлорэтане:

Р - поливинилхлорид, НР - поливинилиденхлорид.

2. Проверяют растворимость в эфире:

Р - проводят качественную реакцию на полиэфир, затем на фталат; НР - проверяют растворимость в ацетоне: Р - проверяют растворимость в спирте, анализируют запах и продукты горения; НР - анализируют запах и продукты горения.

3. Растворимость в уксусной кислоте:

Р - полиметилметакрилат (анализ продуктов пиролиза и растворимость в CCl_4); НР - проверяют растворимость в диоксане: Р - полистирол (НР в ацетоне); НР - проверяют растворимость в бензоле: Р - полиизобутилен; НР - сополимер стирола и бутадиена (НР в CCl_4).

3. Качественные реакции на отдельные группы полимеров

1. Качественная реакция на галогенсодержащие полимеры

1.1. Небольшой кусочек полимера помещают в петельку предварительно прокаленной в пламени медной проволоки и вносят в пламя. Положительная реакция - наличие зеленой каймы пламени.

1.2. В сухую пробирку помещают образец полимера и нагревают до разложения. Когда начинается обильное выделение паров, к отверстию пробирки подносят смоченную йодкрахмальную бумагу. Ее посинение свидетельствует о наличии в парах свободного хлора. Йодкрахмальная бумага пропитана раствором крахмала, к которому добавлен иодид калия.

2. Обнаружение полиэфиров

Кусочек полимера помещают в пробирку и приливают 1 мл 0,1-

0,2 н. спиртового раствора щелочи, добавляют одну каплю насыщенного спиртового раствора гидроксиламина солянокислого, встряхивают. Содержимое пробирки доводят до кипения, прибавляют одну каплю 1%-го раствора FeCl_3 . Выпавший осадок растворяют в 10%-ной HCl (избыток кислоты нежелателен!). Положительная реакция - фиолетовое окрашивание.

3. Обнаружение фталатов и фталевого ангидрида

Кусочек полимера смешивают с таким же количеством резорцина, добавляют 1 мл концентрированной серной кислоты, нагревают смесь до кипения. Полученный сплав охлаждают, разбавляют водой и выливают в водный раствор щелочи. По желто-зеленой окраске флуоресцеина обнаруживают фталат.

4. Качественная реакция на полиакрилонитрил

Кусочек полимера помещают в пробирку и приливают концентрированный раствор NaOH , нагревают смесь до кипения. Положительная реакция - оранжевый или красно-бурый цвет.

Контрольные вопросы:

1. Каковы основные особенности теплового старения поливинилхлорида (ПВХ)? Какие изменения в структуре молекул ПВХ при этом происходят?
2. Почему термостойкость полиарилата ($-\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_5-\text{CO}-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5-\text{O}-$) выше, чем полиэтилентерефталата ($\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_5-\text{CO}-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$)? Температуры плавления 500 и 265 °С соответственно.
3. Расположите полимеры в порядке возрастания устойчивости к окислению: полиизобутилен, полибутадиен, полиэтилентерефталат.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Семчиков Ю. Д. Высокомолекулярные соединения [Текст] : учебник / Ю. Д. Семчиков. - 3-е изд., стер. - М. : Академия, 2006. - 368 с.
2. Куренков В. Ф. Практикум по химии и физике высокомолекулярных соединений [Текст] : учебное пособие / В. Ф. Куренков, Л. А. Бударина, А. Е. Заикин. - М. : КолосС, 2008. - 395 с.

3. Семчиков Ю. Д. Высокомолекулярные соединения : Учебник для студ. вуз. / Ю. Д. Семчиков. - М. : Академия, 2003. - 366 с.
4. Аввакумова Н. И. Практикум по химии и физике полимеров : учеб. пособие для вузов / Н. И. Аввакумова ; под ред. В. Ф. Куренкова. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Химия, 1990.
5. Тугов И. И. Химия и физика полимеров : учебное пособие / И. И. Тугов, Г. И. Кострыкина. - М. : Химия, 1989.
6. Технические свойства полимерных материалов [Текст] : учебно-справочное пособие / под ред. В. К. Крыжановского. - 2-е изд., испр. и доп. - СПб. : Профессия, 2005. - 248 с.