

一、课程说明

（一）课程名称、所属专业、课程性质、学分；

课程名称：综合实验

适合专业：功能材料专业，本科

课程性质：必选课

开设学期学时分配及学分：第七学期，72 学时，2 学分

（二）课程简介、目标与任务、先修课与后续相关课程；

课程简介：

本课程是以高分子材料实验为主，无机和有机材料化学实验为辅的一门实验课程，它作为化学化工学院功能材料专业本科生的必修课，与高分子化学、高分子物理、有机化学和无机化学理论课相辅相成，又自成一体。高分子材料化学实验内容包括不同反应类型和聚合反应的实施方法（本体聚合、溶液聚合、悬浮聚合等）；功能高分子材料的合成及应用；高分子官能团反应和材料实际应用方面知识的内容。在实验过程中，对有关的理论基础做简要的介绍，加深学生对课堂讲授知识的理解，实验内容的选择上本着理论联系实际的原则，注意与实际应用紧密结合，使实验具有一定的趣味性和实践性，设置了一些合成、性能测试与应用相结合的综合实验，使学生在得到基本技能训练的基础上，掌握功能材料实验的基本实验方法和操作要点，培养学生理论联系实际、分析问题和解决问题的能力，使学生获得一些实际应用的感性认识。

目标与任务：

首先由指导老师讲解实验的目的、基本要求、操作要领及注意事项。其次学生必须完成预习报告后才能进入实验室进行实验。实验过程中以学生独

立操作为主，教师指导为辅开展实验教学，教师对实验中的一些关键性环节、仪器的使用进行具体的讲解和示范。通过实验课的学习，学生要达到如下基本要求：

1. 进一步加深理解功能材料合成的科学原理；
2. 能掌握功能材料合成具体的实施方法及其控制因素；
3. 掌握功能材料合成常用的一些研究方法和实验技能，如测试原理、高分子的各种特性等；
4. 掌握功能材料的常用性能表征方法，如电化学、荧光性能、电导率、动态模量等的表征测试。
5. 学会独立分析问题和解决问题的方法，具有一定的创新能力。
6. 养成严谨的科学态度，科学思维方法和具有较强的实际动手能力。

先修课与后续相关课程：

先修课： 高分子化学，高分子物理，无机化学，有机化学，材料科学基础，功能高分子材料，功能无机材料，功能材料表征原理及方法，稀土材料，固体发光材料

后续相关课程： 功能有机材料，聚合物基复合材料，环境材料导论，纳米材料导论，新型分离材料

（三）教材与主要参考书

教材：

参考书：

1. 邱建辉主编，《高分子合成化学实验》，国防工业出版社；
2. 梁晖，卢江主编 《高分子化学实验/高等学校教材》，化学工业出版社；
3. 杜奕主编，《高分子化学实验与技术》，清华大学出版社；
4. 刘承美，《现代高分子化学实验与技术》，华中科技大学出版社。
5. 武汉大学化学系编，《仪器分析》，高等教育教育出版社。

6. 张华, 《现代有机波谱分析》, 化学工业出版社。
7. 赵建平, 邓玉斌, 《高分子科学与材料工程试验》, 化学工业出版社, 2012.
8. 殷勤俭, 周歌, 江波, 《现代高分子科学试验》, 化学工业出版社, 2012.

二、课程内容与安排

(一) 实验名称及学时分配

| 序号 | 实 验 名 称 | 学时分配 |
|----|---|------|
| 1 | 甲基丙烯酸甲酯的本体聚合制备有机玻璃板 | 4 |
| 2 | 脲醛树脂及其层压板的制备 | 6 |
| 3 | 苯乙烯悬浮聚合及磺化反应(阳离子交换树脂)与阳离子交换树脂官能团含量的测定 | 8 |
| 4 | 醋酸乙烯酯溶液聚合及聚乙烯醇制备及缩醛化反应 | 8 |
| 5 | 中空纤维膜分离(实验设备) | 6 |
| 6 | 超临界干燥制备纳米 SiO ₂ -Al ₂ O ₃ (实验设备) | 6 |
| 7 | 高聚物熔融指数和表观流动活化能的测定 | 4 |
| 8 | 丙烯酸聚氨酯预聚体的合成及光固化涂层的制备 | 6 |
| 9 | 聚合物动态热机械分析仪实验 | 4 |
| 10 | 稀溶液法测试发光材料的荧光性能 | 4 |
| 11 | 循环伏安法测定电源材料的氧化还原电位 | 4 |
| 12 | 四探针法测量半导体的电阻率 | 4 |
| 13 | 化学共沉淀法制备 Fe ₃ O ₄ 磁性纳米粒子 | 4 |
| 14 | 生胶门尼粘度的测定 | 4 |

(二) 实验内容及实验目的(各个实验分别介绍!)

一、甲基丙烯酸甲酯本体聚合

实验内容: 1. 预聚合; 2. 浇注灌模; 3. 后聚合。取出所得有机玻璃板, 观察其透明性, 是否有气泡。

- 实验目的：1. 了解加聚反应及本体聚合的方法及特点。
2. 了解并掌握本实验中单体的预聚、灌浆、成型聚合操作。

二、脲醛树脂及其层压板的制备

实验内容：脲醛树脂是由尿素和甲醛经加成、缩合反应制得的热固性树脂。尿素和甲醛在中性或微碱性条件下反应。根据所得物质的量比可形成一羟甲基脲或二羟甲基脲，其分子间缩合在酸性介质中主要发生羟甲基的羟基与氨基上的氢失水缩合成高分子。脲醛树脂的合成，直接受两种原料的摩尔比、反应体系的酸碱度、反应温度、时间等因素影响，所得产物的结构比较复杂。

1. 脲醛树脂的成：将甲醛水溶液，用 10% 的 NaOH 调节甲醛水溶液 pH=8.5-9,称取尿素三分，在三口瓶中先加入尿素和已调好的甲醛水溶液，搅拌溶解，升温后分批加入尿素，并随时去脲醛胶滴入冷水中，观察在冷水中的溶解情况。当温水中出现乳化后，立即降温停止反应，用氨水调节酸碱度，正常情况下得到澄清透明的脲醛胶。
2. 层压板的制备：取脲醛液 40g，加入氯化铵 0.2g，搅拌均匀，滤纸条分段浸渍胶液 1min 左右，用电吹风干燥至滤纸条即不粘手又不脆折的程度，放入热压机中，120 度固化 15 分钟，可得半透明板。

- 实验目的：1. 了解缩聚反应的机理；了解脲醛树脂的合成方法。
2. 了解一般层压板的制备。

三、苯乙烯悬浮聚合及磺化反应（阳离子交换树脂）与阳离子交换树脂官能团含量的测定

- 实验内容：1. 将单体、引发剂、分散剂和分散介质按要求分别加入到反应瓶中，加热熟化，反应完后过滤干燥。
2. 先将苯乙烯和二乙烯苯反应制得白球，然后进行磺化反应制得阳离子交换树脂。
3. 体积交换量和溶胀系数的测定。

- 实验目的：1. 了解苯乙烯的悬浮聚合的方法及特点。
2. 了解阳离子交换树脂合成的方法。

3. 阳离子交换树脂官能团含量的测定。

四、醋酸乙烯酯溶液聚合及聚乙烯醇制备及缩醛化反应

- 实验内容：
1. PVAc 的制备：将醋酸乙烯酯单体常压蒸馏，在反应瓶中依次加入引发剂、单体和溶剂甲醇，在 65℃ 左右反应制得 PVAc；
 2. 测单体转化率；
 3. 减压蒸馏除去未反应的单体以及溶剂。
 4. 将合成的 PVAc 在碱性条件下进行醇解，制得聚乙烯醇；
 5. PVA 在搅拌下升温溶解，于 90℃ 左右滴加一定量的盐酸溶液；
 6. 保持反应温度 90℃ 左右，用滴液漏斗缓慢滴加入甲醛；
 7. 当体系中出现气泡或有白色絮状物产生时，继续反应 50 分钟，降温并调节 pH 值至 8~9，冷却出料。

- 实验目的：
1. 了解自由基溶液聚合的一般方法；
 2. 掌握高分子反应转化率的计算。
 3. 了解高分子官能团反应的意义及用途。
 4. 掌握高分子反应转化率的计算。

五、中空纤维膜分离

实验内容：

膜分离法是用天然或人工合成的高分子薄膜，以外界能量或化学位差为推动力，对双组分或多组分的溶质与溶剂进行分离、分级、提纯和富集的方法。膜分离过程具有无相态变化、设备简单、分离效率高、占地面积小、操作方便、能耗少、适应性强等优点。目前，在海水淡化、食品加工工业的浓缩分离、工业超纯水制备、工业废水处理等领域的应用越来越多。超过滤是膜分离技术的一个重要分支，通过实验掌握这项技术具有重要的意义。

本实验将料液——聚乙烯醇水溶液（PVA）——浓缩料液经泵输送至过滤器，将料液分为：①透过液——透过膜的稀溶液，该液由流量计计量后回料液贮槽；②浓缩液——未透过膜的 PVA 溶液（浓度高于料液）。浓缩液经转子流量计后回料液贮槽。流程中，有机玻璃罐为膜组件加保护液（用 5% 甲醛溶液）；过滤器——聚丙烯酰胺蜂房式过滤器，浓度为 $<5\ \mu$ ，作用是拦截料液中的不溶性杂质，以保

护膜不受阻塞。

- 实验目的：
1. 熟悉和掌握超过滤膜分离的工艺过程；
 2. 了解膜分离技术的特点；
 3. 培养学生的实验操作技能。

六、超临界干燥制备纳米 $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$

实验内容：

溶胶-凝胶法制备纳米多孔材料干燥过程的一种工艺。超临界干燥旨在通过压力和温度的控制，使溶剂在干燥过程中达到其本身的临界点，完成液相至气相的超临界转变。过程中溶剂无明显表面张力，在维持骨架结构的前提下完成湿凝胶向气凝胶的转变。超临界干燥使用的器具为高压釜，高压釜的密闭性要求高。通常超临界干燥工艺需要的实验周期相对较长、产量较低、成本较高，用来制备要求较严格的产品。本试验以正硅酸乙酯和异丙醇铝为主要原料，用 sol-gel 法和超临界流体干燥法制备了 $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 纳米复合粉体材料，了解 $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 系纳米粉体材料的制备原理及方法。

- 实验目的：
1. 掌握溶胶-凝胶法制备纳米多孔材料的原理及方法
 2. 正确使用高压釜

七、高聚物熔融指数和表观流动活化能的测定

- 实验内容：
1. 使用熔融指数仪测定聚乙烯样品的熔融指数；
 2. 计算 PE 熔体的表观粘度 η ；
 3. 计算试样的分子量。

- 实验目的：
1. 了解 MI 的意义及作为加工性能指标的前提。
 2. 掌握 MI 和表观流动活化能 (E_η) 的测定方法。

八、丙烯酸聚氨酯预聚体的合成及光固化涂层的制备

- 实验内容：
1. 制备线形聚酯树脂；

2. 制备丙烯酸聚氨酯预聚体;
3. 配制光固化涂料.

实验目的: 1. 学习溶液缩聚合成线形聚酯树脂的基本方法。
2. 掌握光固化聚合反应的基本原理。

九、聚合物动态热机械分析仪实验

实验内容: 1. 测量物质在振荡负荷下的动态模量;
2. 以温度为横坐标, 以模量为纵坐标绘出 D M A 温度谱.

实验目的: 1. 了解动态热机械分析仪的原理和仪器装置;
2. 学会动态热机械分析仪操作流程;
3. 通过对聚合物材料的动态热机械分析, 初步会用其测定玻璃化转变以及次级转变。

十、稀溶液法测试发光材料的荧光性能

实验内容: 1. 配制样品的稀溶液;
2. 测定稀溶液的荧光发射光谱;
3. 测定样品固体的荧光发射光谱。

实验目的: 1. 了解化合物的荧光发射和荧光检测原理;
2. 掌握荧光光谱仪和 Origin 软件的使用方法。

十一、循环伏安法测定电源材料的氧化还原电位

实验内容: 1. 预处理溶剂;
2. 重结晶四丁基六氟磷酸铵及配制电解液;
3. 准备样品和电极;
4. 测试样品的循环伏安曲线;
5. 处理数据, 找出氧化还原电位。

实验目的: 1. 了解循环伏安法的原理;
2. 掌握电化学工作站的基本操作。

十二、四探针法测量半导体的电阻率

实验内容: 1. 测量并记录试样的厚度和直径

2. 测试半导体薄片电导率;
3. 处理数据。

实验目的: 1. 了解四探针电阻率仪组成、原理和使用方法;
2. 能对给定的物质进行实验, 并对实验结果进行分析、处理。

十三、化学共沉淀法制备 Fe_3O_4 磁性纳米粒子

实验内容: 将二价铁盐和三价铁盐按一定比例混合, 加入一定浓度的沉淀剂, 调节体系的 pH 值, 氮气保护下恒温水浴搅拌。反应结束后, 洗涤、干燥产物, 即得 Fe_3O_4 磁性纳米粒子。

实验目的: 了解化学共沉淀法的反应原理;
掌握各组分配比的计算和在反应体系中的作用;
学习共沉淀法制备磁性纳米粒子的方法和特点。

十四、生胶门尼粘度的测定

试验内容: 将胶料制备两块两块 45mm, 厚度约 8mm 的橡胶试样, 其中一块中心打 10 mm 的圆孔, 将门尼粘度计电源打开升温预热至 100 摄氏度, 启动电机, 装试样, 将试样预热 1min 打开记录仪, 把测量开关与记录开关拨至通处, 并调节合适的走纸速度, 电机正反转开关拨至正转处, 开始测试, 记录仪指针开始移动并记录, 待 4min 后, 停电机和记录测试开关, 启摸拿出试样。

实验目的: 1. 深刻理解门尼粘度的物理意义;
2. 了解门尼粘度计的结构和工作原理;
3. 熟练掌握门尼粘度仪的操作。

(三) 难点及注意事项 (各个实验分别介绍!)

一、甲基丙烯酸甲酯本体聚合

难点: 本体聚合容易出现自动加速现象, 要及时使反应得到很好的散热, 散热不均匀会引起爆聚现象的产生, 轻则导致聚合物分子量分布过宽, 重则使聚合反应失败, 造成冲料。因此, 掌握控制其自动加速现象产生的方法是关

键。

注意事项：控制反应温度，随时做好聚合体系的散热问题。

二、脲醛树脂及其层压板的制备

难点：脲醛树脂的合成中两种原料的摩尔比的控制，反应体系的酸碱度，反应温度的及时间因素的影响，得到合适粘度的澄清透明的脲醛胶。层压板的制备，控制好温度及压力进行固化，以及固化时间的掌握。

注意事项：控制脲醛树脂合成中的温度，反应体系的酸碱度；热压机的正确使用。

三、苯乙烯悬浮聚合及磺化反应（阳离子交换树脂）

难点：(1) 选择合适的搅拌器和搅拌速度。颗粒的大小、形状，树脂的透明性和成膜性能等，取决于分散剂的种类以及搅拌器的转速、水与单体比等。

(2) 要在低温下进行磺化反应，使磺酸基团在树脂中分布比较均匀，树脂也比较坚韧，不易破裂。

注意事项：(1) 在安装搅拌器时，应小心轻放，注意不要使搅拌头将三口瓶底捣破。同时仪器安装端正是十分重要的。

(2) 搅拌速度开始适中，当1—1.5/小时后珠子变粘，并逐渐变硬时，可稍稍调节加大搅拌速度，以免珠子相互粘结。

(3) 树脂干燥的温度不能高于100℃，否则会使树脂焦化发黑，影响外观和使用效果。

四、滴定法测定阳离子交换树脂官能团含量的测定

难点及注意事项：在测定树脂交换容量时，树脂与氯化钠要有充分的反应时间，否则会造成数据偏差。

五、醋酸乙烯酯溶液聚合及转化率计算

难点：溶液聚合的链转移反应较多，聚合反应速率较慢，因此在选择溶剂方面非常重要。

注意事项：要保证反应体系的纯净，否则聚合反应速率过慢，甚至会导致聚合失败。通常的补救措施是通过补加引发剂的方法来使聚合反应顺利进行，

也是一种有效的办法。

六、聚乙烯醇制备及缩醛化反应

难点：在制备聚乙烯醇时要注意加碱的速度，不要过快，防止团聚；同样在缩醛化反应中要注意加入正丁醛的速度。因为聚乙烯醇缩丁醛是粘接性较高的粘合剂，正丁醛的加料速度过快，会造成粘结，所以要尽量以较慢的速度来控制反应速度。

注意事项：控制加料速度，加大搅拌速度，防止粘结。

七、高聚物维卡软化点温度的测定

难点：试样的选择，应选取厚度大于 2mm，宽和长大于 10mm X 10mm 的试样，并要求试样表面平整，没有裂纹，没有气泡。安放试样时在室温下将试样支架从浴槽内提出固定在浴槽上面，把试样放在针下近似中心的位置，使针近似的靠近试样表面并固定好，然后将温度计插入支架上两侧孔内，使其球部近似的接近试样并固定好。记录时必须仔细作穿透 1mm 深度时的温度记录。

注意事项：试验结果所得两个试样间的差别如高于 2 摄氏度，则必须重复试验。

八、聚物流变行为的测定

难点：试样的制备，首先将聚合物材料破碎成 0.5mm 直径大小的颗粒状，干燥准确称量聚合物试样，测试时要求温度达到试验设置的温度并稳定 10min 后，开始进行试验。先对仪器转矩进行矫正，观察转子是否旋转，转子不旋转不能进行下面的试验，当转子旋转正常时，可进行下一步试验。将原料加入密炼机中，并将压杆锁紧，仔细观察转矩和熔体温度随时间的变化。

注意事项：每次加入的样品质量要相同或适当。装入量是根据容积和物料的密度计算得到，一般为总容量的 65-80%。这样使物料便于混炼均匀，转矩值易于稳定。一般来讲，随着物料加入量的增多，其粘滞阻力会增加。所以为方便对试样的测试结果进行比较，每次应称取相同质量的样品。

九、热塑性高聚物熔融指数和表观流动活化能的测定

难点：试样的制备，首先将聚合物材料破碎成 0.5mm 直径大小的颗粒状，检查熔融指数仪料筒、活塞杆、活塞、毛细管口模是否清洁；如果不清洁，可用

脱脂棉用少量清洗溶剂擦拭干净。要根据待测试样的结构，预先选定测试温度，外加负荷大小和切割时间间隔。

注意事项：由于测试过程中部件的温度较高，必须戴棉质隔热手套操作，注意不要被烫伤。待压料杆，料筒和毛细管温度降低后，放入清洗溶剂中浸泡，将粘附的聚合物试样清除干净。

十、丙烯酸聚氨酯预聚体的合成及光固化涂层的制备

难点：预聚体的制备，根据样品的性能要求，确定几种材料的配方，可以调整配方比例，得到不同性能的产品。首先得到预聚体溶液，置于培养皿中加入引发剂利用紫外光固化机进行光固化，引发剂的用量以及光固化的时间是重要的控制因素。

十一、动态热机械分析仪实验

难点：根据仪器要求，切割制样器将样品切割成标准大小的长条形试样，将待测样品编号，用游标卡尺准确测量出样品尺寸。按要求将试样安装放到仪器夹具上，然后放入测试炉内，调整好试样和上下夹具、测试探头之间的距离，按要求的操作规程，调整，设置仪器测试参数。达到预定温度后，停止升温，打开冷却系统，待加热炉温降低到室温后，取出待测样品。

注意事项：影响试验结果的因素 1) 形变模式，材料的刚度越大，形变模式对 E' 影响越大，2) 试样厚度，同一试样，试样越厚，测得的 E' 越小。升温速率越大，特征温度值越高，不同材料的升温速率的影响程度不同。

十二、循环伏安法测定电源材料的氧化还原电位

难点：1、所有的溶剂在使用前必须经过无水无氧处理。具体操作过程查阅相关参考书。2、电极预处理过程中，玻碳电极应适度打磨，避免过度磨损减少使用寿命；制作银电极时要缓慢安装防止损坏石英管。电极使用完毕后必须立即清洗，尤其是银电极，否则分解沉积的物质会降低电极测试效率，甚至损坏。3、电压设置范围不能过大，否则过大的工作电流会烧损电化学工作站。

十三、四探针法测量半导体的电阻率

难点：1、压下探头时,压力要适中,以免损坏探针

2、由于样品表面电阻可能分布不均,测量时应对一个样品多测几个点,然后取平均值

3、样品的实际电阻率还与其厚度有关,还需查附录中的厚度修正系数,进行修正。

十四、化学共沉淀法制备 Fe_3O_4 磁性纳米粒子

难点：用沉淀剂引发反应时，沉淀剂的加入量和加入速度是调控 Fe_3O_4 磁性纳米粒子晶体生长的关键步骤。此外，反应温度、反应时间和搅拌速度也是重要的影响因素。

注意事项：安装机械搅拌器时，应小心轻放，防止搅拌头捣破三口瓶底；正确安装氮气保护装置和加热装置。加入沉淀剂前应保证铁源在溶剂中充分溶解；在匀速搅拌下小心滴加沉淀剂到反应体系中；体系稳定后可适当调大搅拌速度。

十五、生胶门尼粘度的测定

难点：理解门尼粘度的物理意义，门尼粘度计的结构和工作原理；试验样品的准备，要求不能有气泡和杂质；门尼粘度计的预热及正确使用，试验记录的时机及记录曲线的分析。

注意事项：(1) 温度：不同温度对胶料焦烧时间的影响随试验温度的升高，焦烧时间越短。

(2) 湿度：对以碳酸钙为填充剂的胶料焦烧时间的影响为湿度越大，焦烧时间越短，因此试样必须放在干燥器中是非常必要的。

(3) 转子打滑：焦烧试验经常遇到转子打滑问题，这时在记录仪上会画出不规则的曲线，如有条件可用低转速进行试验，可延迟打滑时间。

制定人：刘兴好

审定人：

批准人：

日期：