

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания
по выполнению лабораторных занятий
по дисциплине «Высокомолекулярные материалы и наноструктуры» для
студентов направления подготовки
28.03.02 Наноинженерия
направленность (профиль) «Нанотехнологии и наноматериалы»

Ставрополь, 2026

Предисловие

Изучение дисциплины формирует фундаментальное понимание взаимосвязи между химическим строением, молекулярной организацией и физико-химическими свойствами полимеров и наноразмерных систем. Эти знания являются критически важными для направленного синтеза материалов с заданными характеристиками — от биосовместимых покрытий и систем доставки лекарств до стабилизации наночастиц полисахаридами, что непосредственно применимо в разработке функциональных напитков и биоактивных добавок. Понимание механизмов самоорганизации, структурообразования и стабильности наноструктур позволяет прогнозировать поведение материалов в реальных условиях эксплуатации, что открывает пути к созданию инновационных продуктов с улучшенными потребительскими свойствами.

Цель освоения дисциплины: формирование набора универсальных компетенций будущего бакалавра и специалиста, формирование у бакалавров и специалистов представления о методах получения, переработки и исследования высокомолекулярных соединений и наноструктур.

Задачи освоения дисциплины

- изучение основного содержания всех разделов программы, включающих направления получения высокомолекулярных соединений и наноструктур;
- овладение методами получения и исследования высокомолекулярных соединений и наноструктур.

ПЛАНЫ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

№ Темы	Наименование тем дисциплины, их краткое содержание	Объём часов	Интерактивная форма проведения
7 семестр			
1	Лабораторная работа № 1 ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ	2	
2	Лабораторная работа № 2 «Синтез полимера методом полимеризации и изучение его свойств»	2	
3	Лабораторная работа № 3 «Синтез полимера методом радикальной сополимеризации»	2	
4	Лабораторная работа № 4 «Синтез полимера методом поликонденсации и изучение его свойств»	2	
5	Лабораторная работа № 5 Получение сополимера метилметакрилата со стиролом полимеризацией с персульфатом аммония	2	
6	Лабораторная работа № 6 Поликонденсация фенола с формальдегидом в щелочной среде (получение резолы)	2	
7	Лабораторная работа № 7 Поликонденсация фенола с формальдегидом в кислой среде (получение новолака)	2	
8	Лабораторная работа № 8 Получение сложного полиэфира поликонденсацией адипиновой кислоты и этиленгликоля	2	
9	Лабораторная работа № 9 Поликонденсация карбамида с формальдегидом	2	
10	Лабораторная работа № 10 Получение нейлона-6,6 поликонденсацией адипиновой кислоты	2	

	и гексаметилендиамина (равновесный процесс)		
11	Лабораторная работа № 11 Алкоголиз поливинилацетата	2	
12	Лабораторная работа № 12 Прививка винилацетата к полиметилметакрилату	2	
13	Лабораторная работа № 13 «Определение молекулярной массы полимера вискозиметрическим методом»	2	
14	Лабораторная работа № 14 «Набухание полимеров. Пластификация»	2	
15	Лабораторная работа № 15 «Идентификация полимеров»	2	
16	Лабораторная работа № 16 Определение состава сополимера этилена с пропиленом	2	
17	Лабораторная работа № 17 Определение температур физических и химических превращений полимера	2	
18	Лабораторная работа № 18 Определение истинной температуры плавления кристаллического полимера и И Определение теплоты плавления и степени кристалличности полиэтилена	2	
	Итого в 7 семестре	36	
	Итого	36	

Лабораторная работа № 1

ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Общие правила работы в химической лаборатории

К работе в лаборатории допускаются только лица, прошедшие инструктаж и знающие правила техники безопасности.

Химическая лаборатория должна быть обеспечена вентиляционным устройством (вытяжные шкафы).

В лаборатории обязательно должны находиться: огнетушитель, асбестовое одеяло, ящик с сухим песком и совком. Каждый работающий в лаборатории должен знать местонахождение средств пожаротушения и номер телефона, по которому следует сообщить о пожаре в случае его возникновения.

В каждой лаборатории должен иметься специальный шкаф-аптечка.

По окончании работы в лаборатории необходимо выключить подачу воды, сжатого воздуха, а также применяющиеся электроприборы.

Правила работы со стеклянной химической посудой

1. Во избежание травмирования рук при резании стеклянных трубок, сборке и разборке стеклянных приборов следует соблюдать меры предосторожности;

а) при резании стеклянных трубок следует предварительно на-резать их напильником и переломить в месте надреза, защитив руки полотенцем;

б) вставляя стеклянную трубку в резиновую пробку или надевая резиновую трубку на стеклянную посуду, необходимо защитить руки полотенцем во избежание ранения от поломки стекла, концы трубки рекомендуется смочить водой, глицерином.

2. Перенося сосуд с горячей жидкостью, следует пользоваться полотенцем и держать сосуд обеими руками.

3. Работа на установке из стекла в условиях, когда имеется вероятность аварии и разрыва сосуда (давление, вакуум, перегрев и т. д.), должна проводиться в вытяжном шкафу при закрытых дверцах. При вакуумном фильтровании горячих жидкостей колбу следует обернуть полотенцем.

Правила работы с кислотами и щелочами

1. Кислоты и щелочи, попадая на кожу, вызывают ожоги. Особую опасность представляет поражение глаз, поэтому при работе с кислотами и щелочами необходимо пользоваться защитными очками и резиновыми перчатками.

2. Для приготовления растворов кислоты ее следует приливать в воду при непрерывном перемешивании. Запрещается приливать воду в кислоту.

3. Растворять щелочи следует медленно, прибавляя к воде небольшие кусочки при непрерывном перемешивании. Куски щелочи брать шпателем или ложкой.

4. Отработанные кислоты и щелочи следует собирать отдельно в специальные емкости. В раковину не сливать!

5. Пролитые кислоты и щелочи необходимо засыпать песком, нейтрализовать и лишь после этого проводить уборку.

6. Растворы кислот и щелочей воспрещается набирать в пипетки ртом — для этого служит резиновая груша.

7. Хромовая смесь (хромпик) вызывает сильные ожоги, поэтому при мытье посуды необходимо остерегаться попадания смеси на кожу, одежду и обувь.

Правила работы с огне- и взрывоопасными веществами

1. Все работы с легковоспламеняющимися и горючими веществами

должны проводиться в вытяжном шкафу при работающей вентиляции.

2. Перегонять и нагревать огнеопасные вещества (ацетон, стирол, эфиры, спирты и т. п.) следует в круглодонных колбах на банях, заполненных водой или маслом. Запрещается нагревание сосудов с находящимися в них огнеопасными жидкостями непосредственно на открытом огне.

3. Запрещается выливать горючие жидкости в канализацию. Отработанные горючие жидкости следует собирать в специальные закрытые емкости, находящиеся в вытяжном шкафу.

4. Если случайно пролита огнеопасная жидкость, необходимо немедленно выключить все газовые горелки, нагревательные приборы и рубильник электросети, пролитую жидкость засыпать песком и убрать.

5. В лаборатории часто приходится работать с перекисями. Перекиси являются неустойчивыми веществами, многие из них способны разлагаться со взрывом. Взрыв перекисей может быть вызван сотрясением, трением, нагреванием. При работе с перекисями необходимо строго выполнять определенные правила и применять средства защиты (щиток на лицо, толстые резиновые перчатки, защитный экран из оргстекла).

6. Пары многих веществ оказывают вредное действие на человеческий организм. Из них следует особо отметить пары брома, ртути, а также метилового спирта, бензола, дихлорэтана и других ароматических углеводородов.

Особенно опасны пары ртути. Пролитую ртуть (даже в минимальных количествах) необходимо сразу же убрать при помощи стеклянной ловушки с резиновой грушей. Место, где была пролита ртуть, обрабатывают 3%-ным раствором перманганата калия или 20%-ным водным раствором хлористого железа.

Правила работы со сжатыми газами и электроприборами

Баллоны со сжатыми, сжиженными и растворенными газами широко используются в химических лабораториях. Их следует устанавливать в вертикальном положении в стойке и прочно прикреплять к рабочему столу с помощью хомутов. При этом штуцер и редуктор направляют в сторону, где нет людей. Баллоны устанавливаются вдали от источника тепла и в местах, закрытых от попадания прямых солнечных лучей. Кислородные баллоны устанавливают в местах, исключающих попадание на них масла, жира и промасленных тряпок. Газ из баллона расходуется только через редуктор. Открывать и закрывать вентили баллонов нужно плавно и медленно. Сначала открывается вентиль, а затем – редукторный клапан. При закрывании порядок обратный.

При работе с электрооборудованием и электроприборами возможны случаи поражения людей электрическим током и возникновения пожара или взрыва, причинами которых могут быть работы при неисправном электрооборудовании. Во избежание этого необходимо соблюдать следующие правила:

- 1) работа в лаборатории должна проводиться только при исправном

электрооборудовании;

2) запрещается переносить включенные приборы;

3) в случае перерыва в подаче тока все электроприборы должны быть выключены;

4) в помещениях, где проводятся работы с горючими веществами, допускается применение электронагревательных приборов только с закрытым обогревом.

При несчастных случаях в химических лабораториях необходимо принять следующие меры.

1. При отравлении пострадавшего необходимо быстро вывести из загазованной атмосферы на свежий воздух. При потере сознания сделать искусственное дыхание.

2. При термических ожогах обожженное место смочить этиловым спиртом или раствором марганцовокислого калия либо наложить повязку с мазью от ожогов.

3. При химических ожогах нужно удалить с кожи химическое вещество, а затем пораженный участок тела обработать этиловым спиртом.

4. При ожогах кислотами или щелочами нужно быстро промыть обожженное место сильной струей воды, а затем обработать его нейтрализующими средствами. При ожогах глаз следует промыть их большим количеством воды.

5. При поражении электрическим током, если пострадавший остался под ним, следует выключить ток. Если нет возможности отключить ток, то оказывающий помощь должен изолировать свои руки и отделить пострадавшего от токоведущих частей. Нельзя прикасаться к человеку, находящемуся под током, голыми руками. Если пораженный электротоком потерял сознание, ему следует сделать искусственное дыхание.

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 иницирование. В этом случае в систему вместе с инициатором вводят восстановитель – промотор. Окислительно-восстановительное иницирование 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), перегнаный; 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 (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 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 свободно-радикальной полимеризации. Способы инициирования.

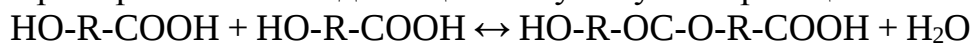
Лабораторная работа № 4

«Синтез полимера методом поликонденсации и изучение его свойств»

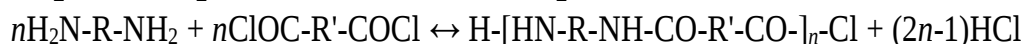
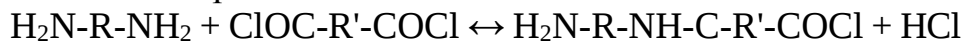
Цель работы: провести синтез полимеров методом поликонденсации.

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 реакционную 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:

$$KЧ = \frac{(V_1 * V_2) F * 0,00561 * 1000}{\quad},$$

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.
- Классификация полимеров по методу синтеза полимеров, по отношению к нагреванию, по полярности

Лабораторная работа № 5

Получение сополимера метилметакрилата со стиролом полимеризацией с персульфатом аммония

Цель работы: ознакомиться с одним из вариантов осуществления реакции сополимеризации и анализом сополимера.

Исходные вещества: метилметакрилат – 15 г; стирол – 15 г; персульфат аммония – 0,5 г; вода дистиллированная – 100 г.

Оборудование: трехгорлая колба с механической мешалкой; термометр; воронка Бюхнера; обратный холодильник; водяная баня; насос Комовского.

Порядок выполнения работы

Растворяют персульфат аммония в воде и помещают в трехгорлую колбу вместимостью 0,5 л, снабженную мешалкой с герметическим затвором, обратным холодильником и термометром (рис. 1).

Затем вносят указанное количество метилметакрилата и стирола, пускают в ход мешалку, включают в холодильник и нагревают смесь на водяной бане при температуре 80°C. Через некоторое время содержимое колбы эмульгируется, приобретая молочно-белый цвет.

Нагревание при указанной температуре продолжают в течение 4–5 ч, после чего в колбу добавляют 10–15 мл концентрированной соляной кислоты и продолжают перемешивание при нагревании до полной коагуляции сополимера.

Полученный порошкообразный продукт частями фильтруют на воронке Бюхнера, промывают несколько раз водой до нейтральной реакции промывных вод, высушивают при температуре 40–50°C и

взвешивают. Для каждого образца полимера определяют эфирное число и по нему рассчитывают состав сополимера.

Определение эфирного числа. Эфирное число – это количество мг КОН, необходимое для омыления 1 г сложного эфира (при омылении полимеров, содержащих эфирную группу в боковой цепи, образуются соль полимерной кислоты и спирт). В две конические колбы вместимостью 100 мл отвешивают 0,2–0,5 г исследуемого вещества, добавляют пипеткой по 12 мл 0,5н спиртового раствора КОН. В третью колбу наливают такое же количество раствора (контрольный опыт). К колбам присоединяют обратные холодильники. Колбы нагревают на водяной бане в течение трех часов. По истечении указанного срока содержимое колбы, не охлаждая, титруют 0,5н раствором НСl в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски. Эфирное число вычисляют по формуле

$$\text{Э. Ч.} = \frac{(a - b) * T * 100}{g},$$

где a – количество 0,5н раствора НСl, израсходованного на титрование контрольной пробы, мл; b – количество 0,5н раствора НСl, израсходованного на титрование пробы с навеской, мл; T – титр кислоты, выраженный в мг КОН; g – навеска полимера, г.

Задания

- 1) написать механизм сополимеризации стирола и метилметакрилата;
- 2) определить состав сополимера по эфирному числу.

Лабораторная работа № 6

Поликонденсация фенола с формальдегидом в щелочной среде (получение резолы)

Цель работы: ознакомиться с технологией и механизмом получения феноло-формальдегидных смол.

Исходные вещества: фенол – 17,5 г; формалин 40%-ный (36%-ный) – 17,75 г (19,72 г); аммиак 25%-ный – 3,0 мл.

Оборудование: колба трехгорлая круглодонная вместимостью 300 мл; обратный холодильник; водяная баня; термометр; фарфоровая чашка; жестяная форма.

Порядок выполнения работы

В трехгорлую колбу помещают 17,5 г фенола, 17,75 г (19,72 г) формалина и 3,0 мл 25%-ного аммиака. Смесь нагревают с обратным холодильником на водяной бане, поддерживая температуру 363 К. Примерно через 1–2 ч содержимое колбы мутнеет и разделяется на два слоя – водный и нижний смоляной. Нагревание продолжают еще 1 ч, переливают содержимое колбы в фарфоровую чашку, охлаждают и сливают верхний надсмольный слой.

Полученный продукт промывают теплой водой до нейтральной реакции (рН промывных вод проверяют универсальной индикаторной бумагой). Промытую смолу сливают в заранее приготовленную жестяную форму.

Задания

- 1) получить полимер, который в дальнейшем будет использован для исследования его свойств;
- 2) описать механизм получения и отверждения резольной смолы.

Лабораторная работа № 7

Поликонденсация фенола с формальдегидом в кислой среде (получение новолака)

Цель работы: освоить методику получения новолачной фенолоформальдегидной смолы и изучить механизм синтеза смолы в кислой среде.

Исходные вещества:

- фенол – 20 г;
- формалин 37%-ный – 14,2 г;
- соляная кислота (плотность 1,19 г/см³) – 0,4 мл.

Фенол и его производные ядовиты, они вызывают ожоги или раздражение кожи. При работе с фенолом необходимо надевать резиновые перчатки. Работу с фенолом и его производными следует проводить в вытяжном шкафу. При попадании их на кожу смыть тампоном, смоченным спиртом.

Формальдегид сильно действует на слизистую оболочку и дыхательные пути, вызывает раздражение кожи. Присутствие в формалине метилового спирта может оказать вредное действие на центральную нервную систему и зрение. Работу с формальдегидом следует проводить только в вытяжном шкафу. При попадании формалина на кожу и слизистую оболочку следует промыть пораженное место водой, 2%-ным раствором соды и снова водой.

Высококонцентрированная соляная кислота – едкое вещество, при попадании на кожу вызывает сильные химические ожоги. Особенно опасно попадание в глаза. Для нейтрализации ожогов применяют раствор слабой щелочи, обычно пищевой соды. При открывании сосудов с концентрированной соляной кислотой пары хлороводорода, притягивая влагу воздуха, образуют туман, раздражающий глаза и дыхательные пути человека.

Оборудование: круглодонная колба емкостью 100 мл; термометр; обратный холодильник; водяная баня; фарфоровая чашка; термометр на 250°C; пипетка; мерный цилиндр на 10 мл; стаканы химические на 50 мл и 250 мл; индикаторная бумага; стеклянная палочка; форма из жести для готовой смолы; плитка электрическая; аналитические весы.

Порядок выполнения работы

1. В стаканах взвесить указанное выше количество фенола и 37%-ного формалина.
2. В стакан с фенолом прилить формалин, добавить 5 мл воды и

перемешать до полного растворения фенола.

3. После растворения фенола с помощью пипетки добавить 0,4 мл концентрированной соляной кислоты.

4. Аккуратно перенести смесь в колбу 1. Соединить колбу 1 с обратным холодильником 2 (рис. 2.) и нагреть на водяной бане 3 при температуре 90°C до резкого разделения смоляного и водного слоев.

5. Содержимое колбы слить через час после разделения слоев в фарфоровую чашку (под тягой), дать отстояться и слить верхний водный слой.

Оставшуюся в чашке жидкую смолу промыть теплой водой (30°C) до нейтральной реакции (проверить pH универсальной индикаторной бумагой), затем высушить смолу при обычном давлении на электрической плитке с асбестовой сеткой, постепенно повышая температуру смолы до 150°C. Готовую смолу слить из фарфоровой чашки в заранее приготовленную жестяную форму.

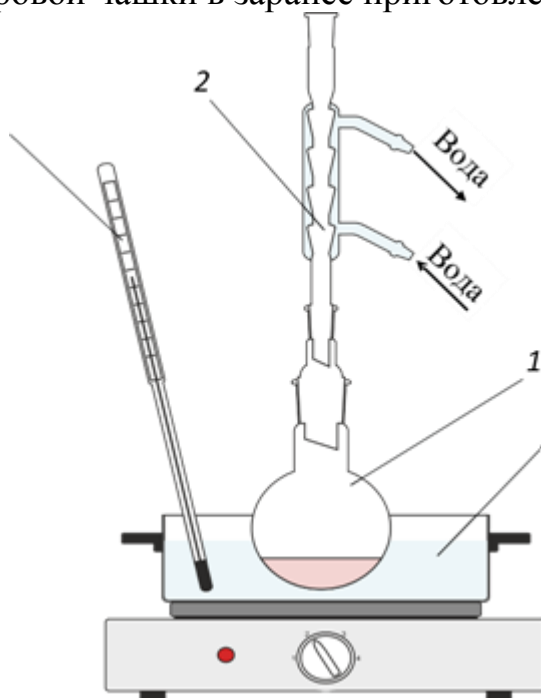


Рис. 2.29. Схема установки:
1 – колба; 2 – обратный холодильник;
3 – водяная баня; 4 – термометр

Полученный продукт конденсации представляет собой смесь растворимых и плавких полиметилфенолов линейной структуры, который можно превратить в полимер трехмерного строения путем введения специальных добавок, играющих роль агентов, «сшивающих» линейные макромолекулы. В качестве таких добавок можно применять полимеры формальдегида и гексаметиленetetрамин.

Задание

1. Написать все стадии протекания реакции поликонденсации фенола с формальдегидом в кислой среде.

2. Определить выход олигомерной смолы (в граммах и процентах от фенола).

Лабораторная работа № 8

Получение сложного полиэфира поликонденсацией адипиновой кислоты и этиленгликоля

Цель работы: изучить механизм и кинетику поликонденсации на примере получения полиэфира из адипиновой кислоты и этиленгликоля.

Исходные вещества:

- адипиновая кислота (рис. 2.26) – 29,2 г;
- этиленгликоль (рис. 2.27) – 12,4 г;
- ацетон.

Адипиновая кислота – белое кристаллическое вещество. Она малотоксична. Пыль и аэрозоли адипиновой кислоты вызывают раздражение слизистых верхних дыхательных путей.

Этиленгликоль – маслянистая бесцветная прозрачная горючая жидкость. Температура вспышки паров 120°C. Этиленгликоль обладает наркотическим действием. При попадании внутрь может вызвать хроническое отравление с поражением жизненно важных органов (действует на сосуды, почки, нервную систему). Этиленгликоль может проникать через кожные покровы.

Оборудование: трехгорлая колба с обратным холодильником; мешалка с гидравлическим затвором; колбонагреватель; ловушка Дина и Старка; термометр на 250°C; жестяная форма для готовой смолы; химический стакан емкостью 50 мл – 2 шт.; воронка; аналитические весы.

Поликонденсация адипиновой кислоты и этиленгликоля

Порядок выполнения работы

1. Взвесить 29,2 г адипиновой кислоты и 12,4 г этиленгликоля и поместить в трехгорлую колбу 1, снабженную термометром 2, мешалкой с гидравлическим затвором 3, ловушкой Дина и Старка (для улавливания образующейся воды) 4 и обратным холодильником 5 (рис. 2.).

2. Включить колбонагреватель и провести реакцию при температуре в реакционной массе 175–185°C.

3. Тотчас после образования расплава и через 1, 2, 3, 4 ч отобрать пробы реакционной массы и определить кислотные числа.

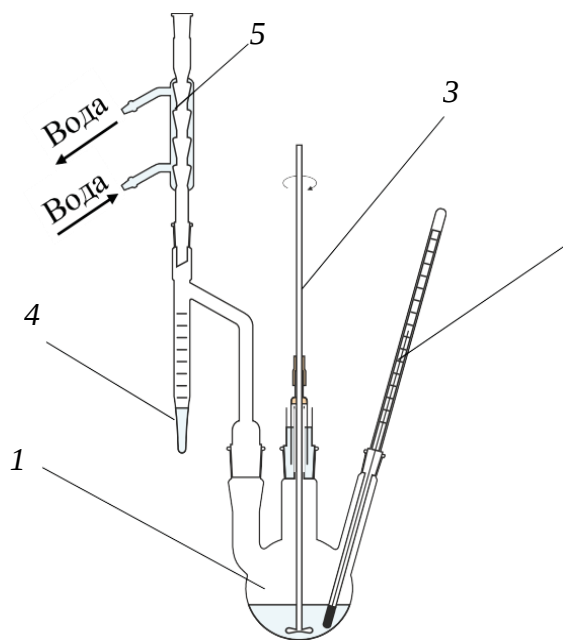


Рис. 2. Схема установки:

1 – трехгорлая колба; 2 – термометр; 3 – мешалка; 4 – ловушка Дина и Старка; 5 – обратный холодильник

Образовавшуюся вязкую жидкость вылить в горячем виде в жестяную форму, где она при остывании превращается в воскообразную массу.

Определение кислотного числа

Оборудование: стакан вместимостью 50 мл или коническая колба 250 мл с пришлифованными холодильниками – 2 шт.; водяная баня; аналитические весы.

Порядок выполнения работы

1. В стаканчики или конические колбы поместить навески полимера 0,5 г и растворить их в нейтральном растворителе (10 мл ацетона). При медленном растворении полимера колбы соединить с обратным холодильником и выдержать в водяной бане при температуре кипения растворителя до растворения смеси.

2. Затем раствор полимера оттитровать 0,5 н. раствором КОН в этиловом спирте в присутствии индикатора (фенолфталеина) до появления розовой окраски.

Кислотное число, КЧ, мг КОН/г, рассчитать по формуле

$$KЧ = \frac{K * a * T * 1000}{g}$$

где K – поправочный коэффициент к титру 0,5 н. раствора КОН; a – количество 0,5 н. раствора КОН, израсходованного на титрование, мл; T – количество КОН в граммах в 1 мл 0,5 н. раствора КОН (для 0,5 н. раствора КОН $T = 0,0281$ г/мл); g – навеска полимера, г.

Задание

1. Изучить механизм поликонденсации на примере адипиновой кислоты и этиленгликоля.

2. Вычислить молекулярную массу полученного полиэфира, используя формулу

$$M = \frac{56 * 1000}{KЧ}.$$

Привести графическую зависимость величины молекулярной массы от продолжительности поликонденсации.

3. Привести графическую зависимость количества воды, выделившейся при синтезе, от продолжительности поликонденсации.

Предположить, какие побочные процессы могут протекать в рассматриваемой реакционной системе.

Лабораторная работа № 9

Поликонденсация карбамида с формальдегидом

Цель работы: изучить процесс получения карбамидоформальдегидной смолы, определить ее жизнеспособность и время отверждения.

Исходные вещества:

- карбамид – 30 г;
- формалин 40%-ный – 106 г;
- аммиак 25%-ный – 2,6 г; спирт этиловый – 10 мл.

Аммиак в жидком или газообразном состоянии оказывает раздражающее действие на дыхательные пути и кожу. Попадание водного раствора аммиака на кожу вызывает химические ожоги с последующим отравлением всего организма продуктами распада; безводный жидкий аммиак помимо тяжелых ожогов вызывает еще обморожение. В этом случае необходимо промыть пораженное место проточной водой, с последующей нейтрализацией 2%-ным раствором борной кислоты. При попадании в глаза возможна полная потеря зрения в результате разрушения глазного яблока; при попадании внутрь – смертельный исход. Все работы с водным раствором аммиака необходимо вести только в вытяжном шкафу.

Оборудование: трехгорлая колба вместимостью 250 мл, снабженная обратным холодильником и мешалкой (рис. 3); термометр со шкалой на 150 °С; стакан химический емкостью 50 мл – 2 шт.; индикаторная бумага; стеклянная палочка; водяная баня.

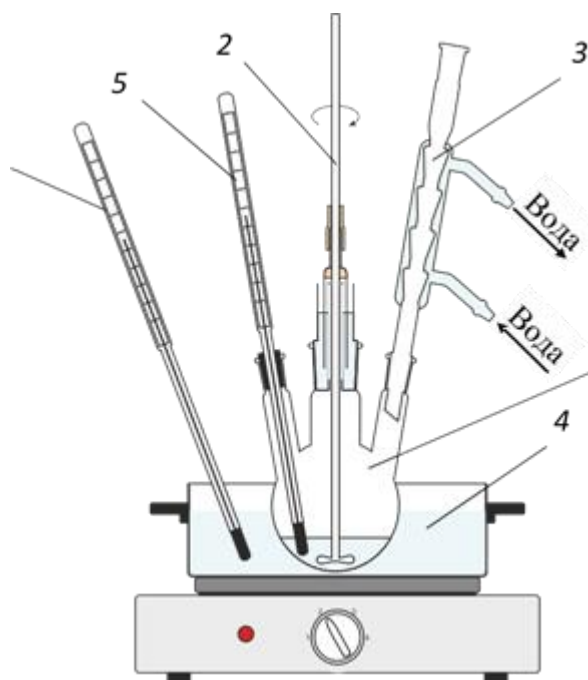


Рис. 3. Схема лабораторной установки:

1 – трехгорлая колба; 2 – мешалка;
3 – обратный холодильник; 4 – водяная баня; 5 – термометр

Порядок выполнения работы

1. В трехгорлую колбу 1, снабженную мешалкой 2 и обратным холодильником 3, поместить 106 г формалина, прибавить 2,6 г аммиачной воды и нагреть на водяной бане 4 в течение получаса при 50°C.

2. Горячий раствор отфильтровать (если он помутнел) через бумажный фильтр и проверить концентрацию водородных ионов (рН) в растворе; если рН ниже 7,6–7,8, то добавить аммиачную воду каплями.

3. Затем к фильтрату прибавить 15 г карбамида, нагреть смесь в течение получаса при 80°C, после чего в колбу прилить 10 мл спирта и добавить остальной карбамид.

4. Смесь нагревать при 80°C до тех пор, пока концентрация водородных ионов не достигнет величины 4,5, что происходит обычно спустя 3 ч.

5. Продукт конденсации представляет собой жидкий прозрачный сироп. Его переносят в фарфоровую чашку и упаривают в сушильном шкафу при температуре 70–80°C до консистенции густого сиропа.

6. Полимер высушивается при комнатной температуре 5–8 сут.

Определение «жизнеспособности» смолы

Порядок выполнения работы

1. В фарфоровом стакане или чашке взвесить 5 г смолы, добавить 0,05 г (1%) тонкоизмельченного хлористого аммония и тщательно перемешать.

2. Приготовленный раствор при периодическом перемешивании выдержать при температуре $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ до начала желатинизации. Время от момента добавления хлористого аммония до начала желатинизации раствора определяет его жизнеспособность.

Определение времени отверждения

Порядок выполнения работы

1. В стакан поместить 5 г смолы при температуре $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$, добавить 0,05 г (1%) тонкоизмельченного хлористого аммония и тщательно перемешать стеклянной палочкой в течение 5 мин.

2. В пробирку диаметром 16 мм перенести 2 г раствора и опустить ее в кипящую водяную баню так, чтобы уровень раствора в пробирке был на 10–20 мм ниже уровня воды в водяной бане, и включить секундомер.

3. Раствор непрерывно перемешивать стеклянной палочкой до начала его желатинизации. Время от момента погружения пробирки в кипящую воду до момента желатинизации раствора принимается за время отверждения смолы.

Задание

1. Описать с помощью уравнений реакций механизм получения и отверждения карбамидной смолы.

2. Определить жизнеспособность смолы и время ее отверждения.

Лабораторная работа № 10

Получение нейлона-6,6 поликонденсацией адипиновой кислоты и гексаметилендиамина (равновесный процесс)

Цель работы: получить полигексаметиленадипинамид (нейлон-6,6) и определить его характеристики.

Исходные вещества: адипиновая кислота – 21,9 г; гексаметилендиамин – 17,4 г; этиловый спирт – 170 см³; дистиллированная вода.

Оборудование: стеклянные стаканы (3 шт.); воронка Бюхнера; капельная воронка; трехгорлая колба емкостью 100 см³ с механической мешалкой; трехгорлая колба емкостью 250 см³; термометр на 300°C; баня со сплавом Вуда; шпатель; часовое стекло.

Порядок выполнения работы

Навеску 21,9 г (0,192 моль) адипиновой кислоты растворяют в 170 см³ этилового спирта, раствор отфильтровывают на воронке Бюхнера и переливают в трехгорлую колбу емкостью 250 см³, снабженную механической мешалкой.

Одновременно 17,4 г гексаметилендиамина (0,15 моль) растворяют в смеси из 45 см³ этилового спирта и 16,5 см³ дистиллированной воды. Полученный раствор диамина отфильтровывают и постепенно в течение 15 мин вводят при интенсивном перемешивании в раствор кислоты. После этого перемешивание продолжают в течение 2 ч (при комнатной температуре). Образовавшийся осадок фильтруют на воронке Бюхнера, промывают дважды этиловым спиртом и сушат на воздухе. Полученный продукт – полигексаметиленадипинамид (соль АГ) – представляет собой бесцветные кристаллы с температурой плавления 183°C.

В круглодонную трехгорлую колбу емкостью 100 см³ помещают 33 г соли АГ, 5 см³ дистиллированной воды и 0,75 г адипиновой кислоты – регулятора длины полимерных цепей. Через раствор в колбе пропускают ток инертного газа и содержимое колбы нагревают на бане со сплавом Вуда до 250–270°С при непрерывном перемешивании. Поликонденсацию при этой температуре проводят в течение 4 ч. По окончании поликонденсации расплав полимера выливают в чашку.

Задание

Написать схемы реакции образования полиамида и объяснить ее механизм.

Контрольные вопросы

1. Какие реакции называются реакциями поликонденсации?
2. В чем отличие и сходство реакций поликонденсации и полимеризации?
3. Какие мономеры могут использоваться при указанных процессах?
4. Назовите виды реакций поликонденсации.
5. Как зависит структура образующихся продуктов от природы исходных мономеров?
6. Как влияют концентрация мономера и температура на процесс поликонденсации?
7. Охарактеризуйте элементарные стадии процесса поликонденсации. Приведите примеры реакций.
8. Какие факторы влияют на поликонденсационное равновесие?
9. Какие побочные процессы могут происходить при поликонденсации (реакции деструкции, циклизации, сшивания)?
10. Почему молекулярная масса поликонденсационных полимеров значительно меньше, чем полимеризационных?
11. Способы проведения процессов поликонденсации. Перечислите преимущества и недостатки каждого способа.
12. Из каких мономеров получают феноло- и аминокальдегидные смолы?
13. Назовите условия получения фенолоальдегидных смол новолачного и резольного типов.
14. Чем отличаются свойства новолачных смол от резольных? Какие полимеры относятся к термопластичным, а какие к термореактивным? Назовите условия отверждения феноло- и аминокальдегидных смол.

Лабораторная работа № 11

Алкоголиз поливинилацетата

Цель работы: получить поливиниловый спирт щелочным или кислотным алкоголизом поливинилацетата.

Реактивы: поливинилацетат, этиловый спирт, 20 %-ный спиртовой раствор гидроксида натрия (щелочной метод) или серная кислота с $\rho = 1,84$ г/см³ (кислотный метод), ацетон, тетрахлорид углерода. Приборы и посуда: термометр на 100 °С, водяная баня, трехгорлая колба вместимостью 250 см³, обратный холодильник, капельная воронка, воронка Бюхнера, склянка Бунзена, стаканы вместимостью 500 см³ (2 шт.), колба коническая вместимостью 250 см³, шпатель, часовое стекло, пробирки (6 шт.).

Этиловый спирт и ацетон обладают наркотическим действием, легко воспламеняются. Работу следует проводить в вытяжном шкафу в отсутствие огня. Концентрированные кислоты ядовиты и вызывают сильные ожоги — работать с ними необходимо в защитных очках, резиновых перчатках и в вытяжном шкафу.

Порядок работы:

1. Проведение щелочного (или кислотного) алкоголиза поливинилацетата.
2. Определение состава полученного сополимера по содержанию гидроксильных групп.
3. Определение растворимости исходного полимера и полученного сополимера.

Методика работы

Щелочной метод. В трехгорлую колбу вместимостью 250 см³, снабженную мешалкой с глицериновым затвором, обратным холодильником и капельной воронкой, помещают 15 г поливинилацетата в 100 г этилового спирта и растворяют при перемешивании при 60–70 °С. Полученный раствор охлаждают до 30–35 °С и постоянно при интенсивном перемешивании добавляют 20 %-ный спиртовой раствор гидроксида натрия. Количество щелочи рассчитывают в мольном отношении к поливинилацетату 1:5. По мере омыления поливинилацетата образующийся сополимер осаждается из раствора в виде геля. Продолжительность реакции 2–3 ч. Гелеобразный продукт разрушают интенсивным перемешиванием и добавлением 30 см³ холодного этилового спирта, в результате чего образуется порошкообразный продукт. После этого смесь нагревают до кипения и реакцию омыления продолжают при кипении в течение 20–30 мин.

Полученный полимер отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают несколько раз небольшими порциями ацетона или этилового спирта до нейтральной реакции по индикатору, отфильтровывают и сушат в вакуум-сушильном шкафу при 50–60 °С. Для более тщательной очистки отфильтрованный полимер растворяют в горячей дистиллированной воде (60–

70 °С) и осаждают при перемешивании в 5–7-кратный (по объему) избыток ацетона или этилового спирта.

Осажденный полимер отфильтровывают и сушат до постоянной массы в вакуум-сушильном шкафу.

Кислотный метод. В трехгорлую реакционную колбу, снабженную мешалкой с глицериновым затвором, обратным холодильником и термометром, помещают 10 г поливинилацетата в 100 г этилового спирта и растворяют при перемешивании при 60–70 °С. После полного растворения полимера раствор охлаждают до 30 °С и при перемешивании в колбу вводят из капельной воронки 5,5 г серной кислоты, предварительно разбавленной 15 см³ этилового спирта. Затем колбу нагревают при интенсивном перемешивании смеси на кипящей водяной бане в течение 4–5 ч. По окончании реакции содержимое колбы охлаждают. Выпавший в процессе омыления полимер отфильтровывают и обрабатывают по методике, описанной выше для щелочного омыления.

Далее определяют выход полимера, а затем растворимость исходного поливинилацетата и полученного полимера в ацетоне, воде и тетрахлориде углерода. Для определения растворимости небольшое количество полимера (0,1–0,2 г) помещают в пробирки и добавляют в каждую пробирку соответствующий растворитель (по 5 см³). Затем в течение 0,5–1 ч наблюдают за изменениями, происходящими с полимерами. Результаты сводят в табл.

Таблица 4.1

Форма записи результатов

Полимер	Вода	Ацетон	Тетрахлорид углерода

Примечание: Н — нерастворим, М — малорастворим, Н — набухает, Р — растворим.

На основании анализа содержания гидроксильных групп в полученном полимере рассчитывают состав сополимера.

Определение содержания гидроксильных групп и гидроксильного числа. Метод основан на способности гидроксилсодержащих соединений взаимодействовать с уксусным ангидридом с образованием сложного эфира:



Для ацетилирования применяют смесь уксусного ангидрида и пиридина. Пиридин связывает выделяющуюся уксусную кислоту с образованием соли, которая разлагается при добавлении воды; выделившуюся уксусную кислоту оттитровывают щелочью.

В колбу помещают 0,2–0,5 г измельченного и высушенного гидроксилсодержащего соединения, взвешенного с точностью до 0,0002 г, добавляют пипеткой 20 см³ ацетилирующей смеси, присоединяют колбу к воздушному холодильнику, закрытому сверху пробкой с хлоркальциевой трубкой, и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1–2 ч. После охлаждения в колбу через верх холодильника добавляют 50 см³ дистиллированной воды и смесь выдерживают при комнатной температуре 2–3

ч или нагревают на водяной бане 10 мин. Охлажденную смесь титруют щелочью в присутствии фенолфталеина до появления розовой окраски. По результатам анализа двух проб принимают среднее значение. Параллельно проводят контрольный опыт.

Содержание гидроксильных групп X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot f \cdot 0,0085 \cdot 100}{g},$$

где V_1 и V_2 — объем 0,5 н раствора NaOH, израсходованного на титрование контрольной и анализируемой проб соответственно, см³; f — поправочный коэффициент 0,5 н раствора NaOH; 0,0085 — количество OH-групп, соответствующее 1 см³ точно 0,5 н раствора NaOH, г; g — навеска, г. Гидроксильное число (Г. Ч.) условно выражают числом миллиграммов KOH, необходимым для нейтрализации ангидрида, прореагировавшего с гидроксильными группами, которые содержатся в 1 г вещества.

Для определения гидроксильного числа полиэфир ацетируют по методике, описанной выше. Навеска гидроксилсодержащего полимера обычно составляет 1–2 г. Нагревание проводят при 60 °С в течение 2 ч.

Гидроксильное число (Г. Ч., мг KOH/г) рассчитывают по формуле

$$\text{Г. Ч.} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot f \cdot 0,0028 \cdot 100}{g} - \frac{(V_1 - V_2) \cdot f \cdot 5,61}{g},$$

где V_1 и V_2 — объем 0,5 н раствора KOH, израсходованного на титрование контрольной и анализируемой проб соответственно, см³; f — поправочный коэффициент 0,5 н раствора KOH; 0,028 — титр 0,5 н раствора KOH, г/см³; g — навеска, г.

Содержание отчета:

1. Записать схему реакции образования поливинилового спирта.
2. Охарактеризовать состав образующегося сополимера.
3. Сравнить растворимость исходного и полученного полимеров.

Лабораторная работа № 12

Прививка винилацетата к полиметилметакрилату

Цель работы: получить привитой сополимер на основе полиметилметакрилата и винилацетата.

Реактивы: полиметилметакрилат, винилацетат, пероксид бензоила, ацетон, этиловый спирт, инертный газ.

Приборы и посуда: термостаты (3 шт.), ампулы стеклянные (3 шт.), стаканы стеклянные (4 шт.), воронка Бюхнера, колбы Бунзена, шпатель, часовое стекло.

Порядок работы:

1. Проведение реакции прививки винилацетата к полиметилметакрилату.

2. Определение изменения массы образца в результате прививки.

Методика работы

Винилацетат токсичен и образует с воздухом взрывоопасные смеси. Ацетон и этиловый спирт — наркотики и легко воспламеняются. Работу следует проводить в вытяжном шкафу в отсутствие огня.

В стакане вместимостью 100 см³ растворяют 2,5 г полиметилметакрилата в 10 г винилацетата. После растворения полимера добавляют 0,05 г пероксида бензоила и смесь тщательно перемешивают. Полученный раствор разливают в три ампулы. Ампулы продувают инертным газом в течение 5 мин и после запаивания помещают в термостаты, в которых выдерживают при заданной температуре в течение 5 ч (первую ампулу при 70 °С, вторую — при 80 и третью — при 90 °С).

По окончании реакции ампулы извлекают из термостатов, охлаждают водой до комнатной температуры и осторожно вскрывают. Содержимое ампул растворяют в ацетоне (4–5 см³) и осаждают при непрерывном перемешивании в 5-кратный избыток этилового спирта.

Полученный осадок полимера декантируют, промывают свежей порцией осадителя, отфильтровывают на воронке Бюхнера и сушат в вакуум-сушильном шкафу при 20–30 °С до постоянной массы.

Гомополимер (поливинилацетат) остается в растворе, и его выделяют осаждением водой.

Полученные данные вносят в табл.

Таблица

Навеска, г			Время, ч	Температура, °С	Выход, г		X, %
Полимер	Мономер	Инициатор			Сополимер	Гомополимер	

Изменение массы образца в результате прививки X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\Delta m_{\text{пр}}}{\Delta m_{\text{исх}}} \cdot 100,$$

где $\Delta m_{\text{пр}}$ — изменение массы образца в результате прививки; $\Delta m_{\text{исх}}$ — масса исходного образца до прививки.

Затем определяют растворимость полиметилметакрилата и привитого сополимера в ацетоне, спирте, этилацетате, тетрахлориде углерода, диметилформамиде. Полученные данные вносят в таблицу (см. табл.).

Содержание отчета:

1. Написать уравнение реакции получения привитого сополимера на основе полиметилметакрилата и винилацетата.

2. Сравнить растворимость полученного сополимера и исходного полимера.

Лабораторная работа № 13

«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

где N_i , n_i , ω_i –соответственно число молекул, мольная и массовая доля

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

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.

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

Среднемассовую молекулярную массу определяют как

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

$$M_v = \left[\frac{\sum_i N_i \cdot M_i^2}{\sum_i N_i \cdot M_i} \right]^{1/a} = \left(\sum_i \omega_i \cdot M_i \right)^{1/a}$$

где a – эмпирическая постоянная для данной системы полимер-растворитель (обычно $0,5 < a < 1$).

Значение средневязкостной молекулярной массой полимера является промежуточным между M_n и M_w . Для большинства ли-нейных 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	$\eta_{\text{отн}} = \frac{t}{t_0}$	$\eta_{\text{уд}} = \frac{t - t_0}{t_0}$	$\eta_{\text{пр}} = \frac{\eta_{\text{уд}}}{\frac{c}{100}}$

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	$T, ^\circ\text{C}$	$K \cdot 10^4$	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

Поливинилпирро- лидон	Вода	25	1,40	0,70
--------------------------	------	----	------	------

Контрольные вопросы:

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 № 15 **«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 золы (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 $^\circ\text{C}$ соответственно.

3. Расположите полимеры в порядке возрастания устойчивости к окислению: полиизобутилен, полибутадиен, полиэтилентерефталат.

Лабораторная работа № 16

Определение состава сополимера этилена с пропиленом

Для определения содержания пропилена в сополимере методом ИК-спектроскопии в качестве аналитической можно использовать полосу 1380 см^{-1} , характеризующую симметричное деформационное колебание групп CH_3 , входящих в состав только пропиленового звена сополимера. Интенсивность указанной полосы очень высока, поэтому лучше исследовать раствор сополимера, который получают кипячением образцов в тетрахлориде углерода. Аналитической может служить и полоса 1150 см^{-1} , обусловленная присутствием звеньев $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-$, имеющая умеренную интенсивность. В этом случае для исследования используют образец в виде пленки, полученной прессованием. Чтобы исключить измерение толщины образца, пользуются отношением интенсивностей полос поглощения 1150 и $730-720\text{ см}^{-1}$ (маятниковые колебания последовательно соединенных трех и пяти метиленовых групп).

Цель работы: провести количественный ИК-анализ сополимера этилена с пропиленом.

Исходные вещества: атактический полипропилен (0,1%-ный раствор в CCl_4); сополимер этилена с пропиленом (0,5%-ный раствор в CCl_4); тетрахлорид углерода.

Оборудование: двухлучевой спектрофотометр; кюветы разборные (2 шт.); держатели; прокладки; пипетки.

Порядок выполнения работы

Снимают спектр 0,1%-ного раствора атактического полипропилена в CCl_4 в области $1200\text{--}1500\text{ см}^{-1}$ ($8,35\text{--}6,65\text{ мкм}$) в кювете с толщиной поглощающего слоя 0,4 см и призмой из NaCl. Порядок снятия спектра аналогичен описанному выше. Оптическую плотность раствора измеряют в максимуме полосы поглощения 1380 см^{-1} по методу базовой линии. Коэффициент поглощения полипропилена K рассчитывают по формуле

$$K = D_{1380} / (cd),$$

где c – концентрация полипропилена в растворе, г/л; d – толщина поглощающего слоя, см.

Аналогичным способом снимают спектр 0,5%-ного раствора со-полимера этилена с пропиленом в CCl_4 . Затем измеряют оптическую плотность раствора при 1380 см^{-1} в кювете с толщиной поглощающего слоя 0,2 см и рассчитывают содержание полипропилена $C_{\text{п}}$ (мас. %) по формуле

$$C_{\text{п}} = (D_{1380} \cdot 100) / (Kcd).$$

Задание

Проанализировать ИК-спектр исследуемого образца сополимера этилена с пропиленом и на основании рассчитанного состава сделать вывод о строении его макромолекул.

Лабораторная работа № 17

Определение температур физических и химических превращений полимера

Цель работы: определить температуры физических и химических превращений полимера (температуры плавления, стеклования, окисления и деструкции) по кривой ДТА и ТГ.

Исходные вещества: образец полиэфира; полиамида или полио-лефина; оксид алюминия; проявитель; закрепитель (для фотобумаги).

Оборудование: дериватограф; тигли (2 шт.); фотобумага; ванночки для обработки фотобумаги.

Порядок выполнения работы

Навеску исследуемого полимера ($\sim 0,1\text{ г}$) помещают в один платиновый тигель, а в другой – такую же навеску эталонного вещества. Оба тигля помещают в дериватограф на термопары, накрывают кварцевым стаканом, опускают печь и образцы подвергают анализу, согласно инструкции к прибору.

На дериватографе записывают кривые ДТА, ДТГ, ТГ и Т в виде функции определяемой величины от времени (рис. 6). Для их обработки осуществляют

перевод в кривые зависимости от температуры. Это осуществляется при помощи кривой T , показывающей изменение температуры исследуемого образца во времени. Для нанесения на ось абсцисс температурной шкалы через точки пересечения горизонтальных калибровочных линий температуры (ab , cd ...) и кривой T (точки a' , c' ...) опускают перпендикуляры ($a'b'$, $c'd'$...) на ось абсцисс и наносят соответствующие значения температур. На основании полученной температурной шкалы определяют температуры переходов на кривых ДТА, ДТГ, ТГ, проектируя характерные точки перегибов на ось абсцисс. Кроме того, проектируя минимумы кривой ДТГ на кривую ТГ, можно определить изменение массы, вызванное какими-либо переходами.

Потерю массы образца (в %) находят на кривой ТГ, пользуясь штриховальной сеткой. Определяют температуру начала термодеструкции T_n , а также температуры, соответствующие потере 10, 20 и 50% массы образца полимера – T_{10} , T_{20} и T_{50} .

Задание

Проанализировать кривые ДТА, ДТГ и ТГ и объяснить изменения, происходящие при нагревании исследуемого образца полимера.

Лабораторная работа № 18

Определение истинной температуры плавления кристаллического полимера

Цель работы: провести ДТА полимера при различных скоростях нагрева и определить истинную температуру плавления полимера.

Исходные вещества: изотактический полипропилен; оксид алю-миния (эталон); проявитель; закрепитель для фотобумаги.

Оборудование: дериватограф; тигли (5 шт.); ванночки для обработки фотобумаги.

Порядок выполнения работы

Четыре навески полипропилена (по 0,1 г) помещают в тигли и проводят анализ в одинаковых условиях при скоростях нагрева 5, 10, 15 и 20°C/мин в соответствии с инструкцией к дериватографу. Обработка экспериментальных кривых аналогична приведенной в предыдущей работе. На кривых ДТА отмечают температуры начала плавления полимера $T_{пл}$, °C. Затем строят график зависимости $T_{пл}$, °C от скорости нагрева. Экстраполяцией $T_{пл}$, °C на нулевую скорость нагрева определяют истинную температуру плавления полимера.

Задание

Проанализировать высоту и форму эндотермических пиков плавления, рассчитать площади пиков и объяснить причину их изменения в зависимости от скорости нагрева.

Лабораторная работа № 19

Определение теплоты плавления и степени кристалличности полиэтилена

Цель работы: провести ДТА полиэтилена и определить его теплоту плавления и степень кристалличности.

Исходные вещества: полиэтилен низкой и высокой плотности; оксид алюминия (эталон); проявитель; закрепитель (для фотобумаги).

Оборудование: дериватограф; тигли (3 шт.); ванночки для обработки фотобумаги.

Порядок выполнения работы

В тигли помещают навески исследуемых полимеров и эталона (по 0,1 г) и анализируют на дериватографе, согласно инструкции к прибору. Экспериментальные кривые обрабатывают так же, как в предыдущих работах.

По кривым ДТА определяют температуры плавления исследуемых образцов и по уравнению

$$\Delta H = \frac{\Delta H_{\text{эт}} \cdot A_{\text{мэт}}}{A_{\text{эт}} \cdot m}$$

где ΔH – теплота плавления полимера, Дж/г; $\Delta H_{\text{эт}}$ – теплота плавления эталона, Дж/г; $m_{\text{эт}}$ и m – масса образца эталона и полимера, г; A и $A_{\text{эт}}$ – площади пиков полимера и эталонного вещества. определяют теплоты плавления по отношению к бензойной кислоте. Затем рассчитывают степень кристалличности полимеров по уравнению $a = (\Delta H / \Delta H^*) \cdot 100$.

В качестве ΔH^* для полиэтилена принята теплота плавления кристаллического додекантана $C_{12}H_{26}$, равная 271,3 Дж/г.

Задание

Объяснить различие в степени кристалличности образцов полиэтилена низкой и высокой плотности.

Контрольные вопросы

1. Что понимают под надмолекулярной структурой полимеров?
2. Охарактеризуйте основные типы кристаллических структур полимеров.
3. Каковы современные представления о надмолекулярной структуре аморфных полимеров?
4. Назовите основные методы исследования структуры полимеров.
5. Назовите физические состояния аморфных линейных полимеров.
6. Дайте характеристику стеклообразного состояния полимеров.
7. Дайте определение температуре стеклования полимера и объясните ее зависимость от полярности и гибкости макромолекул.
8. Охарактеризуйте особенности высокоэластического состояния полимеров.
9. Поясните механизм высокоэластичности полимеров.

10. Охарактеризуйте особенности вязкотекучего состояния полимеров.
11. Дайте определение температуре текучести полимера и объясните ее зависимость от полярности, молекулярной массы и полидисперсности макромолекул.
12. Дайте определение температурам кристаллизации и плавления кристаллического полимера.
13. Охарактеризуйте особенности кристаллического состояния полимеров.
14. Какие показатели характеризуют механические свойства полимеров?
15. Какие показатели характеризуют деформационные свойства полимеров?
16. Назовите составляющие общей деформации полимеров.
17. Какие процессы протекают в полимере при растяжении?
18. В чем различие упругой и высокоэластической деформации?
19. Какие факторы определяют скорость перестройки структуры полимеров при деформации?
20. Как влияет температура и скорость деформирования на деформационные свойства полимеров?
21. Что характеризуют температуры стеклования и хрупкости полимеров, и какими методами они определяются?
22. Каковы различия в кривых течения ньютоновских и неньютоновских жидкостей?
23. Каково практическое значение растворов полимеров, какую роль они играют в технологических процессах синтеза и переработки полимеров?
24. Перечислите признаки истинных растворов полимеров.
25. Дайте определение ограниченному и неограниченному набуханию полимеров.
26. Охарактеризуйте основные особенности процесса растворения полимеров.
27. Чем отличается молекулярная масса полимеров от молекулярной массы низкомолекулярных веществ?
28. Каким законом описывается поглощение света веществом, и что такое спектр поглощения?
29. Какова сущность качественного и количественного ИК-спектроскопического анализа вещества?
30. Поясните принцип работы и принципиальную схему двухлучевого спектрофотометра.
31. Каковы способы приготовления образцов твердых веществ для ИК-спектроскопии?
32. Какую информацию можно получить при исследовании полимеров методом ИК-спектроскопии?

33. В чем сущность ИК-спектроскопического метода анализа полимеров?
34. Каковы особенности поглощения света веществом, и какие виды колебаний вы знаете?
35. Какую группу методов объединяет термический анализ?
36. В чем сущность дифференциально-термического анализа (ДТА)?
37. Какие физические и фазовые переходы в полимерах можно исследовать методом ДТА?
38. Охарактеризуйте возможности ДТА в исследовании химических превращений полимеров.
39. Какую информацию можно получить в результате термогравиметрического анализа (ТГА) полимеров?

ЛИТЕРАТУРА

1. Прокопчук, Н. Р. Химия и физика полимеров. учеб.-метод. пособие по одноименному курсу для студентов специальности 1-48 01 02 «Химическая технология органических веществ, материалов и изделий» / Н. Р. Прокопчук, О. М. Касперович, Е. З. Хрол. – Минск: БГТУ, 2015. – 324 с.
2. Тугов, И. И. Химия и физика полимеров / И. И. Тугов, Г. И. Кастрыкина. – М.: Химия, 1989. – 432 с.
3. Кулезнев, В. В. Смеси и сплавы полимеров / В. В. Кулезнев. – СПб.: Науч. основы и технологии, 2013. – 216 с.
4. Кулезнев, В. Н. Химия и физика полимеров / В. Н. Кулезнев, В. А. Шершнев. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: КолосС, 2007. – 367 с.
5. Минченко, Т. В. Основы химии и физики полимеров: учеб. пособие / Т. В. Минченко. – Витебск: ВГТУ, 2005. – 252 с.
6. Ревяко, М. М. Теоретические основы переработки полимеров / М. М. Ревяко, Н. Р. Прокопчук. – Минск: БГТУ, 2009. – 305 с.
7. Пол, Д. Р. Полимерные смеси: в 2 т. / Д. Р. Пол, К. Б. Бакнелл; пер. с англ. под ред. В. Н. Кулезнева. – СПб.: Науч. основы и технологии, 2009. – Т. 1: Систематика. – 618 с.
8. Пол, Д. Р. Полимерные смеси: в 2 т. / Д. Р. Пол, К. Б. Бакнелл; пер. с англ. под ред. В. Н. Кулезнева. – СПб.: Науч. основы и технологии, 2009. – Т. 2: Функциональные свойства. – 606 с.
9. Практикум по химии и физике полимеров: учеб. пособие / Н. И. Аввакумов [и др.]; под ред. В. Ф. Куренкова. – М.: Химия, 1990. – 304 с.
10. Прокопчук, Н. Р. Химическая технология полимеров и композитов / Н. Р. Прокопчук, Э. Т. Крутько. – Минск: БГТУ, 2013. – 507 с.
11. Прокопчук, Н. Р. Химия и физика полимеров. Лабораторный практикум / Н. Р. Прокопчук, О. М. Касперович. – Минск: БГТУ, 2010. – 98 с.
12. Шишонок, М. В. Высокомолекулярные соединения / М. В. Шишонок. – Минск: Выш. шк., 2012. – 535 с.

13. Шевченко, А. А. Физикохимия и механика композиционных материалов / А. А. Шевченко. – СПб.: ЦОП «Профессия», 2010. – 224 с.
14. Тагер, А. А. Физико-химия полимеров: учеб. пособие для хим. фак. ун-тов / А. А. Тагер. – М.: Химия, 1978. – 544 с.
15. Семчиков, Ю. Д. Высокомолекулярные соединения: учеб. для ВУЗов / Ю. Д. Семчиков. – 2-е изд. – М.: Изд. центр «Академия», 2005. – 368 с.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания
по организации самостоятельной работы обучающихся по дисциплине
«Высокомолекулярные материалы и наноструктуры»
для студентов направления подготовки
28.03.02 Наноинженерия
направленность (профиль) «Нанотехнологии и наноматериалы»

Ставрополь, 2026

Содержание

Пояснительная записка

Технологическая карта самостоятельной работы студента

Контрольные точки и виды отчетности по ним

Методические рекомендации по выполнению заданий

Список литературы, рекомендуемый к использованию в
самостоятельной работе студентов

Пояснительная записка

Изучение дисциплины формирует фундаментальное понимание взаимосвязи между химическим строением, молекулярной организацией и физико-химическими свойствами полимеров и наноразмерных систем. Эти знания являются критически важными для направленного синтеза материалов с заданными характеристиками — от биосовместимых покрытий и систем доставки лекарств до стабилизации наночастиц полисахаридами, что непосредственно применимо в разработке функциональных напитков и биоактивных добавок. Понимание механизмов самоорганизации, структурообразования и стабильности наноструктур позволяет прогнозировать поведение материалов в реальных условиях эксплуатации, что открывает пути к созданию инновационных продуктов с улучшенными потребительскими свойствами.

Цель освоения дисциплины: формирование набора универсальных компетенций будущего бакалавра и специалиста, формирование у бакалавров и специалистов представления о методах получения, переработки и исследования высокомолекулярных соединений и наноструктур.

Задачи освоения дисциплины

- изучение основного содержания всех разделов программы, включающих направления получения высокомолекулярных соединений и наноструктур;
- овладение методами получения и исследования высокомолекулярных соединений и наноструктур.

Самостоятельная работа студентов может осуществляться как в аудитории, так и вне ее, обычно это в основном внеаудиторная деятельность студента. Для активного владения знаниями в процессе аудиторной работы необходимо не только понимание учебного материала, но и творческое его восприятие.

Основные формы реализации самостоятельной работы и контроля знаний являются:

Комплект разноуровневых задач и заданий – индивидуальное решение репродуктивных, реконструктивных и творческих заданий, позволяющих оценивать и диагностировать уровень обученности, уровень умений и навыков студентов по темам дисциплины. Процедура проведения этой формы учебной деятельности студента включает в себя письменное выполнение заданий трех уровней и защиту их на практическом занятии. При проверке задания, оцениваются полнота и самостоятельность выполнения заданий, оригинальность решения.

Опорный конспект темы – письменный текст, в котором кратко и последовательно изложено содержание основного источника информации. Конспектировать – значит приводить к некоему порядку сведения, почерпнутые из оригинала. В основе процесса лежит систематизация

прочитанного или услышанного. Записи могут делаться как в виде точных выдержек, цитат, так и в форме свободной подачи смысла. Данный вид самостоятельной работы направлен на формирование представлений о конфликтах.

Творческий проект – в творческий проект могут входить рисунки, аудио- и видеозаписи, различные тексты, т.е. разные виды информации, для обработки которых необходимо научиться работать с новыми программными продуктами. Для успешной реализации проекта, необходимо обратить внимание на выбор темы и на цели, которые решаются учащимися самостоятельно.

Собеседование – средство контроля, организованное как специальная беседа преподавателя со студентом на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, и рассчитанное на выяснение объема знаний обучающегося по определенному разделу, теме, проблеме и т.п.

Деловая игра - совместная деятельность группы обучающихся и педагогического работника под управлением педагогического работника с целью решения учебных и профессионально-ориентированных задач путем игрового моделирования реальной проблемной ситуации. Позволяет оценивать умение анализировать и решать типичные профессиональные задачи.

«Круглый стол» – рассмотрение проблемы во взаимосвязи отдельных ее аспектов. Это требует от студентов не только более тщательной подготовки, но и овладения навыками ведения дискуссии, аргументации собственной точки зрения, а также наличия достаточно высокого уровня толерантности. Задачами «круглого стола» является обобщение данного опыта; выработка умения выделять наиболее важные аспекты проблемы, не отрываясь при этом от общего ее контекста.

Их содержание должно сформировать умение анализировать философско-методологические и научные тексты, обосновывать своё отношение к изложенным в них оценкам, составлять краткие конспекты, тезисы прочитанного, умение применять полученные знания для постановки и решения исследовательских задач, связанных с изучением студентами той или иной области природы и культуры. Разнообразие заданий позволяет учитывать индивидуальные особенности студентов при организации самостоятельной работы.

Четкое выполнение самостоятельной работы студентами обеспечит заблаговременную подготовку к занятию, высокое качество усвоения материала, возможность применения теоретических знаний на практике.

1. Технологическая карта самостоятельной работы обучающегося

Коды	Вид	Средства и	Объем часов, в том числе
------	-----	------------	--------------------------

реализуемых компетенций, индикатора(ов)	деятельности студентов	технологии оценки	СРС	Контактная работа с преподавателем	Всего
7 семестр					
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельное изучение темы № 1		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельное изучение темы № 2		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельное изучение темы № 3		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1	Самостоятельное изучение темы №4		2,6	0,4	3

1 ИД-3 УК-1					
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №5		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №6		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы № 7		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы № 8		2,6	0,4	3
ИД-1	Самостоятельно		2,6	0,4	3

ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	е изучение темы №9				
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №10		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №11		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №12		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-	Самостоятельно е изучение темы №13		2,6	0,4	3

1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1					
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №14		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №15		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №16		2,6	0,4	3
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №17		2,6	0,4	3

1					
ИД-1 ОПК-3 ИД-2 ОПК-3 ИД-1 УК-1 ИД-2 УК-1 ИД-3 УК-1	Самостоятельно е изучение темы №18		2,6	0,4	3
Итого за 7 семестр			46,8	7,2	54
Итого			46,8	7,2	54

Список литературы, рекомендуемый к использованию в самостоятельной работе студентов

Основная

1. Нейн, Ю. И. Химия и технология высокомолекулярных соединений : учебно-методическое пособие / Ю. И. Нейн, О. С. Ельцов, М. Ф. Костерина ; науч. ред. Т. В. Глухарева ; М-во образования и науки Рос. Федерации, Урал. федер. ун-т. - Екатеринбург : Изд-во Уральского ун-та, 2018. - 116 с. - ISBN 978-5-7996-2399-9. - Текст : электронный. - URL: <https://znanium.com/catalog/product/1951247> (дата обращения: 20.04.2026). – Режим доступа: по подписке.

2. Шишенок, М. В. Высокомолекулярные соединения / М. В. Шишенок. - Минск : Вышэйшая школа, 2012. - 535 с. - ISBN 978-985-06-2155-9. - Текст : электронный. - URL: <https://znanium.ru/catalog/product/508624> (дата обращения: 20.04.2026). – Режим доступа: по подписке.

Дополнительная

1. Шишенок, М. В. Химия высокомолекулярных соединений : учебное пособие / М. В. Шишенок. - Минск : Вышэйшая школа, 2021. - 624 с. - ISBN 978-985-06-3385-9. - Текст : электронный. - URL: <https://znanium.com/catalog/product/2128897> (дата обращения: 20.04.2026). – Режим доступа: по подписке.

Интернет – ресурсы

электронно-библиотечная система «Университетская библиотека онлайн» <https://www.biblioclub.ru/>;
электронно-библиотечная система Znanium <https://znanium.com/site/signup>
электронная-библиотечная система IPRbooks – <http://iprbooks.ru/> ;
электронная-библиотечная система Лань – <https://e.lanbook.com/>