

高等院校制药化工材料类专业实验系列教材

# 综合实验 B

(材料类专业)

Comprehensive  
Experiment

浙江台州学院医药化工学院组编

主 编 何冰晶 王庆丰 闫瑞强



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

高等院校制药化工材料类专业实验系列教材

# 综合实验 B

## (材料类专业)

浙江台州学院医药化工学院组编

主 编 何冰晶 王庆丰 闫瑞强



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

## 图书在版编目(CIP)数据

综合实验 / 何冰晶, 王庆丰, 闫瑞强主编; 浙江台州学院医药化工学院组编. —杭州: 浙江大学出版社, 2013. 8

材料类专业使用

ISBN 978-7-308-10778-5

I. ①综… II. ①何… ②王… ③闫… ④浙… III. ①工程材料—实验—高等学校—教材 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 255382 号

## 综合实验 B(材料类专业)

何冰晶 王庆丰 闫瑞强 主编

浙江台州学院医药化工学院 组编

---

丛书策划 季 峥

责任编辑 季 峥

封面设计 六@联合视务

出版发行 浙江大学出版社

(杭州天目山路 148 号 邮政编码 310007)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 浙江时代出版服务有限公司

印 刷 富阳市育才印刷有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 10.25

字 数 243 千

版 印 次 2013 年 8 月第 1 版 2013 年 8 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-10778-5

定 价 23.00 元

---

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行联系方式: (0571) 88925591; <http://zjdxcbbs.tmall.com>

# 序

近年来,各高等院校为提高实验教学质量,以创建国家、省、市级实验教学中心为契机,通过以创新实验教学体系为突破口,努力探索构建实验教学和理论课程紧密衔接、理论运用与实践能力相互促进的实验教学体系,并取得了成效。为适应高等教育的发展,浙江台州学院于2004年将原归属于医药化工学院的化学、制药、化工、材料类各基础实验室和专业实验室进行多学科合并重组,建立了校级制药化工实验教学中心。此实验中心于2007年获得了省级实验教学示范中心立项。经过几年的探索和实践,实验中心建立了以“基础实验—专业技能实验—综合应用实验—设计研究实验”四个层次为实验主体模块的实验教学体系。

在新建立的实验教学体系中,基础实验模块含“基础实验Ⅰ(无机化学实验)”、“基础实验Ⅱ(有机化学实验)”、“基础实验Ⅲ(分析化学实验)”三门课程,主要包括“基本操作”、“物质的制备及基本性质”、“物质的分离与提纯”、“物质的分析”四部分内容,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生通过基础实验来理解和掌握必备的基础理论知识和基本操作技能;专业技能实验模块含“中级实验Ⅰ(物理化学实验)”、“中级实验Ⅱ(现代分析测试技术实验)”、“中级实验Ⅲ(化学工程实验)”三门课程,主要包括“物理量及参数测定”、“化工过程参数测定”及“仪器仪表的实验技术及应用”三部分有关测量技术和应用的实验内容,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生通过实验来理解和掌握必备的专业理论知识和实验技能,然后在此基础上提升各专业学生的专业基本技能;综合应用实验模块含“综合实验A(化学、化工、制药类专业)”、“综合实验B(材料类)”两门课程,该实验模块根据各专业的人才培养方案来设置相应的专业大实验和综合性实验,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生能在教师的指导和帮助下自主运用多学科知识来设计实验方案,完成实验内容,科学表征实验结果,进一步提高其专业基本技能、应用知识与技术的能力、综合应用能力;设计研究实验模块包括课程设计、毕业设计及毕业论文、学生科研等,该模块的实验属于研究设计性实验,学生将设计性实验与毕业论文、科研课题相结合,在教师的指导下进行阶段性系统研究,提高其综合应用能力和科学研究能力,着重培养创业创新意识和能力。

上述以四个实验模块为主体构建的实验教学体系经过几年的教学实践已取得了初步成效。为此,在浙江大学出版社的支持下,我们组织编写了这套适用于高等本科院校化



学、化学工程与工艺、制药工程、环境工程、生物工程、材料化学、高分子材料与工程等专业使用的系列实验教材。

本系列实验教材以国家教学指导委员会提出的《普通高等学校本科化学专业规范》中的“化学专业实验教学基本内容”为依据,按照应用型本科院校对人才素质和能力的培养要求,以培养应用型、创新型人才为目标,结合各专业特点,参阅相关教材及大多数高等院校的实验条件编写。编写时注重实验教材的独立性、系统性、逻辑性,力求将实验基本理论、基础知识和基本技能进行系统的整合,以利于构建全面、系统、完整、精炼的实验课程教学体系和内容;在具体实验项目选择上除注意单元操作技术和安排部分综合实验外,更加注重实验在化工、制药、能源、材料、信息、环境及生命科学等领域上的应用,结合生产生活实际;同时注重了实验习题的编写,以体现习题的多样性、新颖性,充分发挥其在巩固知识和拓展思维方面的多种功能。

浙江台州学院医药化工学院

# 前 言

本教材是“高等院校制药化工材料类专业实验系列教材”之一。本教材共分 2 篇 7 章:第 1 篇主要介绍材料实验基本知识和基本操作技术;第 2 篇包括高分子化学实验、高分子物理实验、高分子成型加工实验、无机材料专业实验和高分子材料专业实验 5 类共 46 个实验项目。

参加本教材编写工作的有何冰晶(第 1、2 章,实验 1、36 和部分附录)、王庆丰(实验 2~5、8~11、39、46 和部分附录)、闫瑞强(实验 21~23、25~27、31、32)、刘维均(实验 6、7、43、44)、郑睿(实验 14~19)、黄国波(实验 12、13)、陈桂华(实验 20、29、33、34)、黄微雅(实验 24、28、30、35)、何志才(实验 38、40、41、45)、张惠珍(实验 37、42)。王庆丰和闫瑞强老师参加了大纲的制定和部分书稿的审定,王芳、侯娜等老师则参加本书部分实验的预试。本书由何冰晶统稿并担任主编。

由于编者水平有限,书中难免会有不当之处,敬请读者指正。

编 者

2013 年 5 月



# 目 录

## 第 1 篇 材料实验基本知识

|                 |       |
|-----------------|-------|
| 第 1 章 实验室基本常识   | ( 1 ) |
| 1.1 实验室中的安全和防范  | ( 1 ) |
| 1.2 实验室一般安全守则   | ( 1 ) |
| 1.3 材料实验的学习方法   | ( 2 ) |
| 第 2 章 高分子实验技术   | ( 5 ) |
| 2.1 常用单体的性质及精制  | ( 5 ) |
| 2.2 常用引发剂的性质及精制 | ( 6 ) |
| 2.3 常见溶剂的处理     | ( 8 ) |
| 2.4 聚合物的分离与提纯   | ( 9 ) |

## 第 2 篇 材料专业实验汇编

|                         |        |
|-------------------------|--------|
| 第 3 章 高分子化学实验           | ( 12 ) |
| 实验 1 膨胀计法测定苯乙烯本体聚合反应速率  | ( 12 ) |
| 实验 2 甲基丙烯酸甲酯的悬浮聚合       | ( 17 ) |
| 实验 3 醋酸乙烯酯的溶液聚合         | ( 18 ) |
| 实验 4 聚乙烯醇的制备            | ( 20 ) |
| 实验 5 聚乙烯醇缩甲醛的制备         | ( 22 ) |
| 实验 6 界面缩聚制备尼龙-610       | ( 23 ) |
| 实验 7 丙烯酸酯类乳胶漆的制备        | ( 25 ) |
| 第 4 章 高分子物理实验           | ( 27 ) |
| 实验 8 偏光显微镜观察聚合物结晶形态     | ( 27 ) |
| 实验 9 黏度法测定聚合物的相对分子质量    | ( 31 ) |
| 实验 10 聚合物熔融指数的测定        | ( 36 ) |
| 实验 11 聚合物的拉伸应力-应变曲线的测定  | ( 40 ) |
| 实验 12 聚合物的差热分析及应用       | ( 43 ) |
| 实验 13 聚合物体积电阻和表面电阻系数的测定 | ( 46 ) |



|                                                                            |         |
|----------------------------------------------------------------------------|---------|
| 第 5 章 高分子成型加工实验 .....                                                      | ( 52 )  |
| 实验 14 天然橡胶的开炼 .....                                                        | ( 52 )  |
| 实验 15 聚氯乙烯的密炼 .....                                                        | ( 54 )  |
| 实验 16 酚醛树脂的模压 .....                                                        | ( 55 )  |
| 实验 17 聚乙烯的挤出成型 .....                                                       | ( 57 )  |
| 实验 18 塑料的注射成型 .....                                                        | ( 58 )  |
| 实验 19 聚乙烯的熔融流变性能 .....                                                     | ( 60 )  |
| 第 6 章 无机材料专业实验 .....                                                       | ( 64 )  |
| 实验 20 溶胶-凝胶法合成莫来石( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ )微粉 .....  | ( 64 )  |
| 实验 21 固相反应法制备钛酸钡材料 .....                                                   | ( 69 )  |
| 实验 22 水热法制备 $\text{ZnO}$ 纳米粒子 .....                                        | ( 71 )  |
| 实验 23 共沉淀法制备 $\text{Ce}_{0.8}\text{Sm}_{0.2}\text{O}_{1.9}$ (SDC) 粉体 ..... | ( 72 )  |
| 实验 24 BET 吸附法测定粉体比表面积 .....                                                | ( 74 )  |
| 实验 25 材料的成型与烧结 .....                                                       | ( 77 )  |
| 实验 26 气孔率、吸水率及体积密度的测定 .....                                                | ( 80 )  |
| 实验 27 $\text{CeO}_2$ 基电解质材料电导率的测定 .....                                    | ( 82 )  |
| 实验 28 玻璃的化学稳定性的测定 .....                                                    | ( 85 )  |
| 实验 29 材料电性能的测试 .....                                                       | ( 88 )  |
| 实验 30 材料线膨胀系数的测定(示差法) .....                                                | ( 91 )  |
| 实验 31 纳米 $\text{BaTiO}_3$ 粉体的制备及其表征 .....                                  | ( 95 )  |
| 实验 32 纳米铈锆固溶体的制备、表征及催化性能测试 .....                                           | ( 97 )  |
| 实验 33 $\text{TiO}_2$ 粉体的制备及其光催化性能测试 .....                                  | ( 100 ) |
| 实验 34 溶胶-凝胶法制备 $\text{ZnO}$ 薄膜及光催化性能表征 .....                               | ( 103 ) |
| 实验 35 超微粉体的液相法合成 .....                                                     | ( 105 ) |
| 第 7 章 高分子材料专业实验 .....                                                      | ( 112 ) |
| 实验 36 双酚 A 环氧树脂的制备、表征与性能测试 .....                                           | ( 112 ) |
| 实验 37 聚合物的溶解与纯化 .....                                                      | ( 118 ) |
| 实验 38 聚合物的定性鉴定 .....                                                       | ( 119 ) |
| 实验 39 苯乙烯与马来酸酐共聚合 .....                                                    | ( 123 ) |
| 实验 40 天然橡胶的硫化成型 .....                                                      | ( 125 ) |
| 实验 41 聚合物共混物综合制备 .....                                                     | ( 128 ) |
| 实验 42 彩色超吸水性凝胶微球的合成 .....                                                  | ( 130 ) |
| 实验 43 ABS 树脂的制备及性能测定 .....                                                 | ( 132 ) |
| 实验 44 软质聚氨酯泡沫塑料的制备 .....                                                   | ( 135 ) |



|       |                                                |       |
|-------|------------------------------------------------|-------|
| 实验 45 | PP/PE/CaCO <sub>3</sub> 三元复合材料的制备及力学性能测定 ..... | (138) |
| 实验 46 | 有机玻璃板的制备 .....                                 | (140) |
| 附 录   | .....                                          | (145) |
| 附录 1  | 聚合物分级用的溶剂和沉淀剂 .....                            | (145) |
| 附录 2  | 常用加热介质的沸点 .....                                | (146) |
| 附录 3  | 常用冷却介质的配制 .....                                | (146) |
| 附录 4  | 常用干燥剂的性质 .....                                 | (147) |
| 附录 5  | 常用溶剂的性质及精制 .....                               | (148) |
| 附录 6  | 常见聚合物的精制 .....                                 | (149) |
| 附录 7  | 聚合物的玻璃化温度 .....                                | (150) |
| 附录 8  | 结晶聚合物的熔点 .....                                 | (151) |
| 附录 9  | 聚合物的 $\theta$ 溶剂和 $\theta$ 温度 .....            | (152) |
| 附录 10 | 聚合物特性黏数-相对分子质量关系 $[\eta] = KM_r^a$ 参数表 .....   | (153) |



## 第1章 实验室基本常识

### 1.1 实验室中的安全和防范

高分子化学实验中所用到的大多数单体和溶剂都是有毒的。许多聚合物尽管无毒,但是合成这些聚合物所用的单体,以及这些聚合物的分解产物常常是有毒的,如单体顺丁烯二酸酐、丙烯腈、丙烯酰胺、氟碳聚合物的热解产物等。有机溶剂均是脂溶性的,对皮肤和黏膜有强烈的刺激作用。

实验室内应保持良好的通风;禁止在实验室内进食;离开实验室时要洗手;转移大量有毒试剂时应戴防护眼镜和手套,万一有试剂溅到皮肤上,应立即清洗掉;使用的仪器及沾污的台面都应及时清洗干净。

作为引发剂使用的过氧化物(烯类单体暴露在空气中或日光下也会有过氧化物产生)都是容易分解爆炸的,处理和使用要特别小心,应置于阴凉干燥处储存,防止受热、受光照、受研磨。过氧化物需干燥时,应在较低温度下真空干燥。

作为离子型聚合催化剂使用的若干金属和有机金属化合物,遇水会猛烈分解,对其残渣的处理需十分小心,不能随便乱丢。

总之,在实验室中使用试剂必须十分小心,实验前要了解所用试剂的性能和毒性,掌握使用注意事项。

### 1.2 实验室一般安全守则

1. 实验前应充分预习实验内容及教材中的有关部分内容,做到明确实验的目的、内容及原理,充分了解可能发生的危险,准备好防范措施。经检查合格后方能进行实验。

2. 实验时操作仔细,认真观察实验现象,并随时如实记录实验现象和数据,以培养严谨的科学作风。

3. 爱护实验室仪器设备,遵守试剂、仪器使用规则;实验时必须注意基本操作,仪器安装准确安全,实验台保持整齐清洁,避免乱放。

4. 实验中要集中精神,操作时不能随意离开实验室。

5. 公用仪器、药品、工具等使用完毕应立即放回原处,整齐排好,不得随便动用实验以外的仪器、药品、工具等。

6. 实验时应严格遵守操作规程、安全制度,以防发生事故。一旦发生事故,应立即向指导教师报告,并及时、冷静、正确地处理。

7. 实验完毕后要及时清洗仪器,关好水电,收拾桌面,做好清洁卫生工作,检查记录,



并在规定时间内完成实验报告。

8. 注意节约水电、药品,杜绝一切浪费。

### 1.3 材料实验的学习方法

#### 1. 预习报告

预习报告是在实验开始前,在对实验讲义及有关的操作技术认真预习的基础上写出的提纲性小结,应包括实验目的、基本原理、操作步骤、大致的时间安排,以及预习中有疑问的地方。预习报告在实验前需交给指导教师检查。

#### 2. 实验记录

实验记录是实验工作的第一手资料,是写出实验报告的基本依据。实验数据要记录在专用的数据记录纸或记录本上。实验记录要简明扼要,大体应包括实验日期、实验题目、原料的规格和用料、简单的操作步骤、详细的实验现象及数据。记录要求完全、准确、整洁。要尽量用表格形式记录数据。

实验完全结束后,应将实验记录交指导教师批阅后方可离开实验室。

#### 3. 实验数据处理和实验报告

完成整个实验后,要及时处理实验数据,完成实验报告。实验报告的内容应包括实验题目、实验者、日期、简明的目的和原理、实验内容、数据处理结果(或图表)、对思考题的回答,以及讨论和建议。对多人合作进行的实验,应各自独立进行数据处理,分别写出实验报告。

## 附 实验报告示例

### 双酚 A 环氧树脂的制备、表征与性能测试

#### 一、实验目的

#### 二、实验原理

写出主反应、副反应(用反应式表示)。

#### 三、主要试剂

| 试剂名称 | 规格 | 相对分子质量 | 相对密度 | 生产厂家 | 投料量 | 物质的量 | 物质的量之比 |
|------|----|--------|------|------|-----|------|--------|
|      |    |        |      |      |     |      |        |

#### 四、实验装置图

用铅笔画出实验装置图,要求正确、美观。

#### 五、实验内容

##### 1. 双酚 A 制备(包括重结晶)

| 实验步骤 | 现 象 |
|------|-----|
|      |     |
|      |     |

##### 2. 环氧树脂制备

| 实验步骤 | 现 象 |
|------|-----|
|      |     |
|      |     |

#### 六、数据记录与处理

##### 1. 产品产量和产率

###### (1)双酚 A

产品性能:颜色、晶形、测出的熔点(说明用什么方法测得)

产量:

产率:(用反应式来计算)

###### (2)环氧树脂

产品性能:颜色、性状

产量:

产率:

##### 2. 双酚 A 的红外光谱

用岛津 FTIR-800 红外分光光度计测得红外光谱(实验报告后附红外光谱图)。

红外光谱显示:

写法举例:  $1700\text{cm}^{-1}$  处有中等程度吸收(是  $\text{C}=\text{N}$  伸缩吸收),  $3300\text{cm}^{-1}$  处有强吸收(是  $-\text{NH}_2$  伸缩吸收)



## 3. 环氧树脂的环氧值测定

## (1) NaOH/乙醇溶液浓度的标定

## ① 标定步骤

## ② 数据记录及处理

| 实验序号 | 邻苯二甲酸氢钾量 | 用去 NaOH/乙醇量 |
|------|----------|-------------|
| (1)  |          |             |
| (2)  |          |             |

列式计算 NaOH/乙醇溶液的浓度。

## (2) 环氧值的测定

## ① 测定步骤

## ② 数据记录及处理

| 实验序号    | 环氧树脂量 | 丙酮/盐酸溶液量 | 用去 NaOH/乙醇溶液量 |
|---------|-------|----------|---------------|
| (1)     |       |          |               |
| (2)     |       |          |               |
| 空白实验(1) |       |          |               |
| 空白实验(2) |       |          |               |

## ③ 环氧值的计算

## 4. 环氧树脂固化试验

实验过程：

固化情况：

## 七、讨论

包括思考题、自己在实验中遇到的问题的总结、实验成败的原因的分析、实验改进建议或实验关键点等。

## 第2章 高分子实验技术

### 2.1 常用单体的性质及精制

在实际应用中,未经处理的单体一般不能直接用于聚合,因为除了存在于单体中的各种杂质外,为了保证单体在储存、运输过程中不发生自聚和其他的副反应,还往往加入少量阻聚剂,这些杂质和阻聚剂在使用前必须仔细地除去。另外,单体的纯度各不相同,不同的聚合反应对单体所含杂质的种类、浓度等均有不同的要求。因此,在聚合前对单体进行纯化、精制是必不可少的。一时未用完的单体,可暂时放入冰箱内,最好同时充  $N_2$  避光保存。在精制后短期内还不准备使用的烯类单体,需要加入 0.1%~1% 的阻聚剂(常用对苯二酚)再保存。

#### 1. 甲基丙烯酸甲酯的精制

甲基丙烯酸甲酯是无色透明的液体,沸点  $100.3 \sim 100.6^\circ\text{C}$ ,熔点  $-48.2^\circ\text{C}$ ,密度  $0.936\text{g}/\text{cm}^3$ ,折光率 1.4136,微溶于水,易溶于乙醇和乙醚等有机溶剂。

在市售的甲基丙烯酸甲酯中,一般都含有阻聚剂,常用的阻聚剂是对苯二酚,可用碱溶液洗去,进行纯化处理的具体方法如下:在 500mL 分液漏斗中加入 250mL 甲基丙烯酸甲酯,用 50mL 5% 的 NaOH 水溶液洗涤数次至无色,然后用蒸馏水洗(每次 50~80mL)至中性,分尽水层后加入单体量 5% 左右的无水硫酸钠,充分摇动,放置干燥 24h 以上,减压蒸馏收集  $50^\circ\text{C}$  (165kPa) 的馏分。甲基丙烯酸甲酯的沸点和压强的关系见表 2-1。

表 2-1 甲基丙烯酸甲酯沸点和压强的关系

| 沸点/ $^\circ\text{C}$ | 20   | 30   | 40   | 50   | 60   | 70   | 80   | 90   |
|----------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 压强/kPa               | 4.67 | 7.07 | 10.8 | 16.5 | 25.3 | 37.2 | 52.9 | 72.9 |

#### 2. 苯乙烯的精制

苯乙烯为无色(或略带浅黄色)的透明液体,沸点  $145.2^\circ\text{C}$ ,熔点  $-30.6^\circ\text{C}$ ,折光率 1.5468,密度  $0.9060\text{g}/\text{cm}^3$ 。

苯乙烯的精制方法和精制甲基丙烯酸甲酯的方法基本相同:在 500mL 分液漏斗中加入 250mL 苯乙烯,每次用约 50mL 5% 的 NaOH 水溶液洗涤数次,至无色后再用蒸馏水洗至水层呈中性,然后加入适量的无水硫酸钠放置干燥,对干燥后的苯乙烯再进行减压蒸馏,收集  $60^\circ\text{C}$  (5.33kPa) 的馏分,测定其纯度。苯乙烯在不同压强下的沸点见表 2-2。

表 2-2 苯乙烯沸点与压强的关系

| 沸点/ $^\circ\text{C}$ | 18   | 30.8 | 44.6 | 59.8 | 69.5 | 82.1 | 101  |
|----------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| 压强/kPa               | 0.67 | 1.33 | 2.67 | 5.33 | 8.00 | 13.3 | 26.7 |



### 3. 丙烯腈的精制

丙烯腈为无色透明液体,沸点  $77.3^{\circ}\text{C}$ ,折光率 1.3911,密度  $0.8660\text{g}/\text{cm}^3$ ,常温下在水中的溶解度为 7.3%。

丙烯腈的精制方法为:量取 200mL 丙烯腈于 500mL 蒸馏瓶中进行常压蒸馏,收集  $76\sim 78^{\circ}\text{C}$  的馏分,将该馏分用无水  $\text{CaCl}_2$  干燥 3h,经过过滤后移入装有分馏柱的蒸馏瓶中,加入几滴  $\text{KMnO}_4$  溶液进行分馏,收集  $77\sim 77.5^{\circ}\text{C}$  的馏分。

若仅要求去除丙烯腈单体中的阻聚剂,则常用离子交换法而不宜采用碱洗法,这是因为丙烯腈在水中的溶解度比较大,一系列的碱洗和水洗将造成相当多的单体损失。离子交换法的具体方法为:将待处理的丙烯腈单体以  $1\sim 2\text{cm}/\text{min}$  的线速率流过强碱性阴离子交换树脂柱,收集流出的丙烯腈,倒入蒸馏瓶中,在水泵的减压下进行减压蒸馏(蒸馏时需放入少量的  $\text{FeCl}_3$ ),在接引管与水泵缓冲瓶之间装一个干燥塔,收集主馏分备用。

用于离子聚合的丙烯腈,临用前还需要用新活化的 4A 型分子筛干燥 2h 以上。

### 4. 丙烯酰胺的精制

丙烯酰胺的精制方法为:将 55g 丙烯酰胺于  $40^{\circ}\text{C}$  溶解于 20mL 蒸馏水中,立即用保温漏斗过滤。滤液冷却至室温时,有结晶析出。用布氏漏斗抽滤,母液中加入 6g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ,充分搅拌后置于低温水浴或冰箱中冷却至  $-5^{\circ}\text{C}$  左右。待结晶完全后取出,迅速用布氏漏斗抽滤。合并两部分结晶,自然晾干后于  $20\sim 30^{\circ}\text{C}$  下在真空烘箱中干燥 24h 以上。

### 5. 环氧丙烷的精制

环氧丙烷的精制方法为:将待精制的环氧丙烷放入蒸馏瓶中,加入适量  $\text{CaH}_2$ ,磁力搅拌  $2\sim 3\text{h}$ ,在  $\text{CaH}_2$  存在下蒸出。

若蒸出后存放了一段时间,则在临用前还需用在  $500^{\circ}\text{C}$  下新活化的 4A 分子筛干燥。

### 6. 乙酸乙烯酯的精制

乙酸乙烯酯的精制方法为:量取 300mL 乙酸乙烯酯(VAc)放入 500mL 的分液漏斗中,加入 60mL 饱和  $\text{NaHSO}_3$  溶液,充分振摇后,放尽水层。如此重复  $2\sim 3$  次,再用 100mL 蒸馏水洗 1 次,用 60mL 10% 的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液洗 2 次,最后用蒸馏水洗至中性。将洗净的乙酸乙烯酯倒入干净的瓶内,加入无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  干燥,存放在冰箱内。干燥过的乙酸乙烯酯置于蒸馏瓶中,在水泵减压下进行减压蒸馏。乙酸乙烯酯在不同压强下的沸点见表 2-3。

表 2-3 乙酸乙烯酯沸点与压强的关系

|                        |      |       |       |       |       |       |       |        |
|------------------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 沸点/ $^{\circ}\text{C}$ | 7.80 | 21.07 | 32.21 | 40.05 | 48.42 | 55.63 | 61.32 | 72.50  |
| 压强/kPa                 | 6.17 | 12.61 | 21.20 | 29.42 | 42.30 | 54.76 | 67.95 | 101.32 |

## 2.2 常用引发剂的性质及精制

聚合物的制备大都使用引发剂来引发聚合,为控制相对分子质量和聚合反应速率,必须准确地计算引发剂的用量。但由于其性质通常比较活泼,在储运中易氧化、潮解,这对其纯度影响较大,因此,聚合前要对使用的引发剂进行提纯。

### 1. 过氧化苯甲酰的精制

过氧化苯甲酰(BPO)为白色结晶性粉末,熔点  $103\sim 106^{\circ}\text{C}$ ,溶于乙醚、丙酮、三氯甲烷和苯,易燃烧,受撞击、热、摩擦时会爆炸。BPO 在不同溶剂中的溶解度见表 2-4。

表 2-4 过氧化苯甲酰在不同溶剂中的溶解度( $20^{\circ}\text{C}$ )

| 溶 剂 | 溶解度/(g/100mL) |
|-----|---------------|
| 石油醚 | 0.5           |
| 甲 醇 | 1.0           |
| 乙 醇 | 1.5           |
| 甲 苯 | 11.0          |
| 丙 酮 | 14.6          |
| 苯   | 16.4          |
| 氯 仿 | 31.6          |

过氧化苯甲酰常采用重结晶法提纯,通常用氯仿作溶剂,以甲醇作沉淀剂进行精制。过氧化苯甲酰只能在室温下处理,不能加热,否则容易爆炸。

过氧化苯甲酰的纯化方法为:在 100mL 杯中加入 5g 过氧化苯甲酰和 20mL 氯仿,搅拌,使之溶解,过滤,滤液直接滴入 50mL 甲醇中,得白色针状结晶,过滤,用冷甲醇洗涤,抽干,重结晶两次,置干燥器中干燥,称重,产品放在棕色瓶中保存备用。

### 2. 偶氮二异丁腈的精制

偶氮二异丁腈(AIBN)的熔点为  $102\sim 103^{\circ}\text{C}$ (分解)。

偶氮二异丁腈的精制主要是用低级醇作溶剂,如乙醇、水-乙醇混合物、甲醇、乙醚、甲苯、石油醚等也有应用。

偶氮二异丁腈的纯化方法为:在装有回流冷凝管的 150mL 三角瓶中,加入 50mL 95%乙醇,在水浴上加热至接近沸腾,迅速加入 5g 偶氮二异丁腈,摇荡使其全部溶解,趁热过滤,冷却滤液,得白色晶体,用布氏漏斗过滤,晶体置干燥器中干燥,称重,产品置棕色瓶中备用,在阴凉处存放。

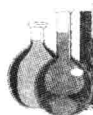
### 3. 过硫酸钾或过硫酸铵的精制

过硫酸钾为白色晶体,密度( $20^{\circ}\text{C}$ )为  $2.477\text{g}/\text{cm}^3$ , $100^{\circ}\text{C}$  下分解,溶于水,有强氧化性。

过硫酸铵为无色单斜晶体,有时略带浅绿色,密度( $20^{\circ}\text{C}$ )为  $1.982\text{g}/\text{cm}^3$ ,在  $120^{\circ}\text{C}$  下分解,溶于水,有强氧化性。

在过硫酸盐中,主要杂质是硫酸氢钾(或铵)和硫酸钾(或铵),可用少量水反复重结晶。

过硫酸钾或过硫酸铵的纯化方法为:将过硫酸盐在  $40^{\circ}\text{C}$  溶解过滤,滤液用冰水混合物冷却结晶,滤出结晶并以冰水洗涤,用  $\text{BaCl}_2$  溶液检验至无  $\text{SO}_4^{2-}$  或无  $\text{HSO}_4^{-}$  为止,将白色柱状或板状结晶置于真空干燥器中干燥,在纯净干燥状态下过硫酸盐能保存很久,但在湿气状态下则逐渐分解出氧气。过硫酸钾和过硫酸铵可以用碘量法测定其纯度。





#### 4. 四氯化钛的精制

四氯化钛为无色或淡黄色液体,相对密度 1.726,熔点  $-30^{\circ}\text{C}$ ,沸点  $136.4^{\circ}\text{C}$ 。在潮湿空气中分解为二氧化钛和氯化氢,并有烟雾生成。

四氯化钛可由二氯化钛、碳粉和淀粉调和后,在  $600^{\circ}\text{C}$  时通入氯气制得。

四氯化钛中常含  $\text{FeCl}_2$ ,可加入少量铜粉,加热与之作用,过滤,滤液减压蒸馏。

#### 5. 三氟化硼乙醚络合物

三氟化硼乙醚络合物为无色透明液体,沸点  $46^{\circ}\text{C}/10\text{mmHg}$ ,接触空气易被氧化,使色泽变深。

可用减压蒸馏精制,具体方法为:在 500mL 商品三氟化硼乙醚液中加入 10mL 乙醚和 2g 氢化钙进行减压蒸馏。

## 2.3 常用溶剂的处理

通常情况下,溶剂由于在其制备与贮存过程中难免会引入一些杂质,而且有些溶剂在贮存过程中还需加入各种稳定剂,因此,必要时需在聚合反应前进行预处理。以下是几类常见溶剂的通用处理方法:

#### 1. 醇类

醇类溶剂中常见的杂质是醛、酮和水。可加少量金属钠回流 2h 后蒸馏,以除去其中的醛和酮。水也可用类似的方法除去,但通常用金属镁来代替金属钠,因为镁反应后生成的是不溶性的氢氧化镁,更有利于反应完全。金属镁最好先用碘活化。

#### 2. 酯类

酯类溶剂中常见的杂质是对应的酸、醇和水。可先用 10% 左右的碳酸钠或氢氧化钠溶液洗涤,除去酸性杂质,再加氯化钙充分搅拌除去醇,然后加碳酸钾或硫酸镁干燥蒸馏。

#### 3. 醚类

醚类溶剂中常见的杂质是对应的醇类及其氧化产物、过氧化物和水。可加入碱性高锰酸钾溶液搅拌数小时以除去过氧化物、醛类和醇类,然后分别用水和浓硫酸洗涤,水洗至中性,用氯化钙干燥,过滤,加金属钠或氢氧化铝锂回流蒸馏。在蒸馏醚类溶剂时特别要注意不能蒸干,以防止因过氧化物去除不彻底而发生爆炸,一般留下的残留液需占总体积的  $1/4$  左右。

#### 4. 卤代烃

脂肪族卤代烃中常见的杂质是其制备原料氢卤酸和醇;芳香族卤代烃中常见的杂质是对应的芳香烃、胺或酚类。其处理方法是依次用浓盐酸、水、5% 碳酸钠或碳酸氢钠溶液洗涤,再用水洗至中性,氯化钙干燥后蒸馏,若需进一步除水,可加氢化钙回流蒸馏,注意不能用金属钠。

#### 5. 烃类

脂肪烃类溶剂先加浓硫酸摇动洗涤至硫酸层几小时内不变色为止,再依次用水、10% 氢氧化钠溶液和水洗涤,无水氯化钙或硫酸钠干燥,过滤后加金属钠或五氧化二磷或氢化钙回流蒸馏。

芳香烃溶剂中最常见的杂质是对应的噻吩及一些含硫杂质。其处理方法是先用浓硫