

“十三五”普通高等教育本科规划教材

# 高分子材料与 工程专业实验

周春华 主编 张 献 滕谋勇 副主编

普通高等教育本科规划教材

# 高分子材料与 工程专业实验

周春华 主编 张 献 滕谋勇 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本教材是山东省精品课程群“高分子材料与工程专业系列课程”(包括高分子化学、高分子物理、聚合物合成工艺学、聚合物成型工艺学和功能高分子)的配套教材,是根据我国高分子材料行业需求现状、国家新工科建设和工程教育专业认证的要求编写的。全书包括4部分,其中高分子化学实验24个、高分子物理实验21个、高分子材料成型加工实验15个、综合实验1个,并附有相关的高分子材料与工程专业实验的一些基本数据、实验报告模板和综合实验报告模板。本实验教材的主要特点是理论与实际紧密结合,对提高工科院校学生的理论学习能力、基本实验操作能力、动手能力和解决复杂工程问题的能力有较大的指导意义。

本教材可作为应用型大专院校的高分子材料与工程等专业的实验教材,也可供从事高分子科学研究、设计、生产和应用的人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

高分子材料与工程专业实验/周春华主编. —北京:  
化学工业出版社, 2017.12

“十三五”普通高等教育本科规划教材

ISBN 978-7-122-30916-7

I. ①高… II. ①周… III. ①高分子材料-实验-高等学校-教材 IV. ①TB324.02

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第261857号

---

责任编辑:王婧 杨菁  
责任校对:王静

装帧设计:张辉

---

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:三河市延风印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张11 字数276千字 2018年9月北京第1版第1次印刷

---

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

---

定 价: 49.00 元

版权所有 违者必究

# 前言

本书是大专院校高分子材料与工程等专业的实验教材，是根据我国高分子材料行业需求现状、国家新工科建设和高分子材料与工程专业工程教育专业认证的要求在多年实践教学的基础上编写的，是山东省精品课程群“高分子材料与工程专业系列课程”的配套教材。

本书将高分子材料与工程专业开设的专业实验模块编于一书，便于教学使用，包括高分子化学实验、高分子物理实验、高分子材料成型加工实验和综合实验四部分内容。高分子化学实验包含实验室制度及安全规则、基本常识和实验仪器操作，符合国家工程教育专业认证对学生安全教育的要求。实验包括基础实验、设计实验和综合实验。根据当下高分子材料学科和行业的发展需求，增加了相关的工业产品性能测试实验，并将最新的实验仪器和大型科研仪器应用到本科生实验中，以适应新工科建设需求和专业工程认证要求。本实验教材增加了大型综合实验，这是以往的实验教材中没有的，以涂料生产和可口可乐瓶子生产为例，学生可完成完整的高分子材料加工的工业产品的生产与性能测试，目的是培养学生动手能力、创新创业能力和解决复杂工程问题能力。每部分内容后附有相关的高分子材料与工程专业实验的一些基本数据、实验报告模板和综合实验报告模板。

本书由周春华教授主编，张献教授和滕谋勇教授副主编。具体编写分工如下。

第一部分高分子化学实验：基础实验（实验一~四）、设计实验（实验一~十四）和综合实验由褚国红、姜绪宝、宋传洪编写，设计实验（实验十五~十八）由何福岩编写，设计实验（实验十九）由滕谋勇编写。

第二部分高分子物理实验：实验五、九、十、十二由周春华编写，实验十六由李学编写，实验一、七由李辉编写，实验十四、十五由胡丽华编写，实验二、三、四、六、八、十一、十三由解竹柏编写，实验十七~二十一由乔从德编写。

第三部分高分子材料成型加工实验：实验一、二、九、十一由解竹柏编写，实验三由李辉编写，实验四、七由李学编写，实验六、十、十四由刘继涛编写，实验五由褚国红编写，实验十五由胡丽华编写，实验八、十二、十三由张献编写。

第四部分综合实验由周春华编写。

本书得到济南大学、齐鲁工业大学和聊城大学的共同支持，在此表示感谢。

由于编写者水平有限，书中不足之处难免，恳请读者斧正，不胜感激。

编者

2017年9月

# 目 录

## 第一部分 高分子化学实验

第一章 实验室制度及安全规则.....	2
第二章 高分子化学实验基础.....	4
第一节 基本常识.....	4
第二节 高分子化学实验的基本操作.....	8
第三章 实验.....	24
第一节 基础实验.....	24
实验一 常用单体及引发剂的精制.....	24
实验二 甲基丙烯酸甲酯本体聚合.....	26
实验三 醋酸乙烯溶液聚合.....	27
实验四 丙烯酰胺水溶液聚合.....	29
第二节 设计实验.....	31
实验一 醋酸乙烯酯的乳液聚合.....	31
实验二 苯丙乳液聚合.....	33
实验三 苯乙烯珠状聚合.....	34
实验四 聚乙烯醇缩甲醛的制备.....	36
实验五 三聚氰胺-甲醛树脂的合成.....	37
实验六 脲醛树脂的制备.....	38
实验七 聚醚型聚氨酯泡沫塑料的制备.....	40
实验八 高抗冲聚苯乙烯的制备.....	42
实验九 淀粉接枝聚丙烯腈的制备及其水解.....	43
实验十 溶剂链转移常数的测定.....	45
实验十一 反相乳液聚合法制备高吸水性树脂.....	47
实验十二 阴离子活性聚合制备 SBS 嵌段共聚物.....	48

实验十三	膨胀计法测定自由基聚合动力学 .....	51
实验十四	紫外法测定甲基丙烯酸甲酯和苯乙烯的竞聚率 .....	54
实验十五	对苯二甲酰氯与己二胺的界面缩聚 .....	57
实验十六	强酸离子交换树脂的合成及性能测定 .....	58
实验十七	$\alpha$ -氰基丙烯酸酯的阴离子聚合 .....	62
实验十八	植物废弃物中提取果胶 .....	63
实验十九	甲基丙烯酸甲酯的悬浮聚合 .....	65
第三节	综合实验 .....	67
	有机硅改性苯丙乳液的制备与性能研究 .....	67
附录	.....	70
附录一	常见聚合物的溶剂和沉淀剂 .....	70
附录二	几种单体的竞聚率 .....	71
附录三	单体、聚合物的密度和聚合反应中的体积变化 .....	72
附录四	常用冷却剂的配方 .....	73
附录五	聚合物的特性黏数-分子量关系相关的常数 .....	73
附录六	乳化剂及其临界浓度 .....	75
附录七	常用氧化还原引发剂及其分解活化能 .....	75
附录八	常用的链转移常数 .....	75
附录九	常用引发剂分解速率常数、活化能及半衰期 .....	76
附录十	实验报告模板 .....	78

## 第二部分 高分子物理实验

实验一	偏光显微镜法测高聚物球晶形态 .....	80
实验二	小角激光光散射法观察聚合物球晶 .....	81
实验三	橡胶表面电阻率与体积电阻率的测定 .....	86
实验四	塑料熔体质量流动速率的测定 .....	88
实验五	塑料冲击性能测试 .....	90
实验六	涂料的性能测试 .....	92
实验七	聚合物拉伸性能测试实验 .....	96
实验八	塑料耐热性能测试 .....	98
实验九	保温材料导热系数的测试 .....	100
实验十	高分子材料阻燃性能测试 .....	102

实验十一	橡胶应力松弛实验	103
实验十二	DMA 动态力学性能测试实验	104
实验十三	聚合物温度形变曲线的测定	108
实验十四	热重分析法 (TGA) 测定聚合物的热稳定性	109
实验十五	差示扫描量热法 (DSC) 测定聚合物的热性能	111
实验十六	转矩流变仪实验	113
实验十七	黏度法测定聚合物的黏均分子量	115
实验十八	凝胶渗透色谱-激光光散射仪联用测聚合物分子量及其分布	117
实验十九	聚合物的红外光谱分析	120
实验二十	聚合物硬度的测定	123
实验二十一	溶胀法测定天然橡胶的交联度	124
附录		127
附录一	常用溶剂的物理参数	127
附录二	某些聚合物的特性黏度-分子量关系参数表	128
附录三	某些聚合物 $\theta$ 溶剂表	129
附录四	一些常用溶剂的溶解度参数	131
附录五	聚合物的溶解度参数	132
附录六	一些常见聚合物的密度	132
附录七	一些具有代表性的聚合物的结晶系数	133
附录八	实验报告模板	134

### 第三部分 高分子材料成型加工实验

实验一	橡塑共混实验	136
实验二	塑料注射成型实验	138
实验三	挤出造粒实验	139
实验四	薄膜的吹塑成型实验	140
实验五	纺丝机熔体纺丝实验	142
实验六	电线包覆成型实验	143
实验七	PVC 材料配方设计实验	144
实验八	橡胶制品成型加工及性能测试实验	146
实验九	橡胶硫化性能测试实验	150
实验十	片材/板材成型实验	151

实验十一	聚物流变性能实验	153
实验十二	塑料的简易鉴别实验	155
实验十三	手糊成型制备玻璃钢实验	157
实验十四	PET 塑料瓶吹塑成型实验	158
实验十五	塑料瓶盖的注射成型实验	160
附录	实验报告模板	163

## 第四部分 综合实验

参考文献	168
------	-----



# 第一部分 高分子化学实验



# 第一章

# 实验室制度及安全规则

## 一、实验室制度

① 进行实验前必须了解实验室的各项规章制度，尤其要明确实验室的安全制度。

② 实验前，应充分预习，掌握实验目的、基本原理，熟悉有关仪器、药品的使用方法。

③ 实验课不迟到、不早退，不在实验室高声谈笑，不随便离开操作岗位，不携出实验室任何物品。

④ 实验时要专心一致，认真仔细进行操作，注意观察，并随时记录实验现象和数据，及时完成实验报告，以养成严谨的科学作风，坚决反对弄虚作假和拼凑数据的不良行为。

⑤ 实验中应严格遵守操作规程、安全制度。实验中发现意外情况应及时报告指导教师，以防发生事故。

⑥ 实验时要求做到桌面、地面、水槽整洁。公用仪器、药品、工具等使用完毕后应立即放回原处，并不得随便动用实验以外的仪器、药品、工具等。

⑦ 注意节约水、电、药品，爱护实验仪器，若有损坏，必须向老师说明原因并登记，杜绝一切浪费。

⑧ 实验结束后，应洗净仪器，做好清洁卫生工作，同时要关闭水、电，经老师同意后方能离开实验室。

## 二、实验室安全制度

高分子化学实验中，经常用到易燃溶剂、易燃易爆气体、腐蚀性强及有毒的药品，当使用这些物品时，稍不注意就有可能发生事故，引起着火、爆炸和中毒等，但只要我们了解它们的理化性质，思想上重视，操作认真仔细，并有一定的防范措施，完全可以有效避免事故发生，使实验顺利进行。为了杜绝事故发生，必须遵守以下规则。

① 进实验室，应熟悉电源开关、总开关，未经老师同意不得擅自拆装和改装电器设备。要熟悉灭火器、沙箱等消防器材的存放地点及其使用方法，平时不得随意搬动。

② 实验前必须弄清操作要点，了解有关仪器的使用方法，实验时要严格遵守操作规程，不能随意离开操作岗位。

③ 蒸馏有机溶剂时，要注意塞子是否漏气，以防蒸气逸出着火。不能直接使用明火加

热,要用水浴或油浴加热,减压蒸馏要戴好防护眼镜,以防爆炸。

④ 有毒、易燃试剂要有专人负责,在专门地方保管,不随意乱放。

⑤ 搬运气体钢瓶要轻轻移动,开关阀门要缓慢,钢瓶应放在墙角阴凉处,防止倒翻,明火切勿接近。钢瓶使用后,要把总开关旋紧,减压器表压应恢复至零。

⑥ 实验室严禁吸烟,不得在实验室就餐,如实验时间长,中途需要就餐,须在指定地点进行。

⑦ 实验中的残留废液,应根据废液的性质倒入指定器皿中(注意:有些废液不能混倒!),切勿随意倒入水槽中。

⑧ 中途停水或无水时,一定要随手关好水龙头,切勿开着水龙头等水,同时应采取措  
施,保证实验顺利进行。

⑨ 实验结束后,要检查水、电、钢瓶是否关紧,严防渗漏,酿成事故。

⑩ 力求避免事故,一旦发生事故既要冷静沉着,又要积极采取措施,按事故性质妥善  
处理,事故后必须查清原因,对严重失责的行为等按情节轻重予以处理。

### 三、事故处理

#### 1. 着火

一旦着火,必须保持镇静,立即切断电源,移去易燃、易爆物,同时采取正确的灭火方  
法迅速将火扑灭。小火可用石棉布、玻璃布盖住,以隔绝空气;较大的火可用灭火器等灭  
火。若衣服着火,不要奔跑,用玻璃布、石棉布、厚的毯子包裹使之熄灭或急速拍打,或就  
地打滚使之熄灭。

#### 2. 割伤

取出伤口内的玻璃或其他固体物,用蒸馏水冲洗后涂红药水或碘酒于伤口。若伤口较  
大,则先按紧主血管,以防止大量出血,并急送医院。

#### 3. 烫伤

轻伤涂鞣酸油膏、兰油烃;重伤涂油膏后急送医院。

#### 4. 试剂灼伤

(1) 酸 立即用大量水冲洗,再用 3%~5%  $\text{NaHCO}_3$  溶液洗,严重者急送医院。

(2) 碱 立即用大量水冲洗,再用 2% 醋酸溶液洗,再水洗,严重者急送医院。

(3) 苯酚、 $\text{TiCl}_2$ 、有机金属化合物等 可腐蚀皮肤和黏膜,用大量汽油冲洗,后再用  
酒精冲洗,严重者可急送医院。

(4) 眼部灼伤 立即用大量清水或生理盐水冲洗,冲洗时间一般不少于 10~15min。

(5) 乙烯、丙烯和乙炔等气体以及各种溶剂蒸气中毒 应将中毒者移至室外,解开衣领  
和扣子,必要时做人工呼吸,打开门窗,使空气畅通。

# 第二章

# 高分子化学实验基础

高分子化学衍生于有机化学，因此高分子化学实验与有机化学实验有着许多共同之处。学好有机化学实验，掌握基本有机化学实验操作，再做高分子化学实验就会驾轻就熟。高分子化学还具有自身的特点，许多应用于高分子合成的方法和手段在有机化学实验中并不常见，高分子化合物的结构和组成分析也有其独特之处，需要学生们领会和掌握。本章将分别介绍高分子化学实验的相关常识、操作和技能，其中，第一节描述高分子化学实验的基本常识，包括实验室的安全、化学试剂的保管和废弃药品的处置、常见玻璃仪器及其清洗、实验记录和文献的查阅；第二节介绍化学试剂的提纯，包括单体和引发剂的精制、溶剂的纯化及干燥和聚合物的提纯与分级；第三节介绍高分子化学实验操作和实验技巧，着重于特殊的聚合反应方法；第四节介绍高分子组成和结构分析以及分子量的测定。

## 第一节 基本常识

### 一、实验室的安全

圆满地完成千项高分子化学实验，不仅仅意味着顺利地获得了预期的产物并对其结构进行了充分的表征，更为重要且往往被忽视的是避免事故的发生。在分子化学实验中，经常会使用易燃溶剂，如苯、丙酮、乙醇和烷烃；易燃和易爆的试剂，如碱金属、金属有机化合物和过氧化物；有毒的试剂，如硝基苯、甲醇和多卤代烃；有腐蚀性的试剂，如浓硫酸、浓硝酸及溴等。化学试剂使用不当，就可能引起着火、爆炸、中毒和烧伤等事故。玻璃仪器和电器设备的使用不当也会引发事故。以下为高分子化学实验中常遇到的几类安全事故。

#### 1. 火警和火灾

高分子化学实验常常使用许多易燃有机溶剂，有时还会使用碱金属和金属有机化合物，操作不当就可能引发火警和火灾。实验室出现火警的常见原因如下。

- ① 使用明火（如电炉、煤气）直接加热有机溶剂进行重结晶或溶液浓缩操作，而且不使用冷凝装置，导致溶剂溅出和大量挥发。
- ② 在使用挥发性易燃溶剂时，同伴正在使用明火。
- ③ 随意抛弃易燃、易氧化化学品，如将回流干燥溶剂的钠连同残余溶剂倒入水池。

④ 电器质量存在问题，长时间通电使用引起过热着火。

因此，应尽可能使用水浴、油浴或加热套进行加热操作，避免使用明火。长时间加热溶剂时，应使用冷凝装置。浓缩有机溶液，不得在敞口容器中进行，使用旋转蒸发仪等装置，避免溶剂挥发并扩散。必须使用明火时（如进行封管和玻璃加工），应使明火远离易燃有机溶剂和药品。按常规处理废弃溶剂和药品，经常检查电器是否正常工作，及时更换和修理。要熟悉安全用具（灭火器、石棉布等）的放置地点和使用方法，并妥善保管，不要挪作他用。

如果出现了火警，可以根据不同的情况采取相应对策。

① 容器中溶剂发生燃烧：移去或关闭明火，缓慢地将笔记本或书夹等物件盖于容器之上，隔绝空气使火焰自熄。

② 溶剂溅出并燃烧：移去或关闭明火，尽快移去临近的其他溶剂，使用石棉布盖于火焰上或者使用二氧化碳灭火器。

③ 碱金属引起的着火：移去临近溶剂，使用石棉布。由于大多数有机溶剂密度小于水，并且烃类溶剂与水不互溶，因此不要使用水灭火，以免火势随水四处蔓延。

## 2. 爆炸

进行放热反应，有时会因反应失控而导致玻璃反应器炸裂，使实验人员受到伤害。在进行减压操作时，玻璃仪器由于存在瑕疵也会发生炸裂。在这种情况下应特别注意对眼睛的保护，防护眼镜等保护眼睛的用品应成为实验室的必备品。高分子化学实验中所用到的易爆物有偶氮类引发剂和有机过氧化物，在进行纯化过程时，应避免高浓度高温操作，尽可能在防护玻璃后进行操作。进行真空减压实验时，应仔细检查玻璃仪器是否存在缺陷，必要时在装置和人员之间放置保护屏。有些有机化合物遇氧化剂会发生猛烈爆炸或燃烧，操作时应特别小心。卤代烃和碱金属应分开存放，以免两者接触发生反应。

## 3. 中毒

过多吸入常规有机溶剂会使人产生诸多不适，有些毒害性物质如苯胺、硝基苯和苯酚等可很快通过皮肤和呼吸道被人体吸收，造成伤害。在不经意时，手会粘有毒害性物质，经口腔而进入人体。因此在使用有毒试剂时应认真操作，妥善保管；残留物不得乱扔，必须做有效处理。在接触有毒和腐蚀性试剂时，必须带橡胶等材质的防护手套，操作完毕后应立即洗手，切勿让有毒试剂粘及五官和伤口。在进行产生有毒气体和腐蚀性气体反应的实验时，应在通风柜中操作，并尽可能在排到大气之前做适当处理，使用过的器具应及时清洗。在实验室内不得饮食，养成工作完毕、离开实验室之前洗手的习惯。皮肤上溅有毒害性物质，应根据其性质，采取适当方法进行处理。

## 4. 外伤

除玻璃仪器破裂会造成意外伤害外，将玻璃棒（管）或温度计插入橡皮塞或将橡皮管套入冷凝管或三通时也会引起玻璃的断裂，造成事故。因此，在进行操作时，应检查橡皮塞和橡皮管的孔径是否合适，并将玻璃切口熔光，涂少许润滑剂后再缓缓旋转而入，切勿用力过猛。如果造成机械伤害，应取出伤口中的玻璃或固体物，用水洗涤后涂上药水，用绷带扎住伤口或贴上创可贴；大伤口则应先按住主血管以防大量出血，稍加处理后去就医诊治。

发生化学试剂灼伤皮肤和眼睛的事故时，应根据试剂的类型，在用大量水冲洗后，再用弱酸或弱碱溶液清洗。

为了处理意外事故，实验室应备有灭火器、石棉布、硫磺和急救箱等用具。同时需要严格遵守实验室安全规则，养成良好的实验习惯，在从事不熟悉和危险的实验时更应该小心谨慎，防止因操作不当而造成实验事故。

## 二、试剂的存放和废弃试剂的处理

### 1. 化学试剂的保管

实验室所用试剂，不得随意散失、遗弃。有些有机化合物遇氧化剂会发生猛烈爆炸或燃烧，操作时应特别小心。卤代烃遇到碱金属时，会发生剧烈反应，伴随大量热产生，也会引起爆炸。因此化学试剂应根据它们的化学性质分门别类，妥善存放在适当场所。如烯类单体和自由基引发剂应保存在阴凉处（如冰箱），光敏引发剂和其他光敏物质应保存在避光处，强还原剂和强氧化剂、卤代烃和碱金属应分开放置，离子型引发剂和其他吸水易分解的试剂应密封保存（充氮的保干器），易燃溶剂的放置场所应远离热源。

### 2. 废弃试剂的处理

高分子化学实验中产生的废弃试剂大多来源于聚合物的纯化过程，如聚合物的沉淀、分级和抽提。废弃的化学试剂不可倒入下水道中，应分类加以收集、回收再利用。有机溶剂通常按含卤溶剂和非卤溶剂分类收集，非卤溶剂还可进一步分为烃类、醇类、酮类等。无机液体往往分为酸类和碱类废弃物，中性的盐可以经稀释后倒入下水道，但是含重金属的废液不属此类。无害的固体废弃物可以作为垃圾倒掉，如色谱填料和干燥用的无机盐；有害的化学药品则进行适当处理。对反应过程中产生的有害气体，应按规定进行处理，以免污染环境，影响身体健康。

在回流干燥溶剂过程中，往往会使用钠、镁和氢化钙。后两者反应活性较低，加入醇类使其缓慢反应完毕即可。钠的反应活性较高，加入无水乙醇使其转变成醇钠，但是不溶的产物会导致钠粒反应不完全，需加入更多的醇稀释后继续反应。经常需要使用无水溶剂时，这样处理钠会造成浪费，可以使用高沸点的二甲苯来回收。收集每次回流溶剂残留的钠，置于干燥的二甲苯中（20g 钠/100mL 二甲苯），在开口较大的烧瓶中用加热套使钠缓慢融化。轻轻晃动烧瓶，分散的钠球逐渐聚集成较大的球，趁热将钠和二甲苯倒入一个干燥的烧杯中，冷却后取出钠块，保存于煤油中。切记，操作过程要十分小心，不可接触水。

## 三、常用实验仪器

化学反应的进行、溶液的配制、物质的纯化以及许多分析测试都是在玻璃仪器中进行的，另外还需要一些辅助设施，如金属用具和电学仪器等。

### 1. 玻璃仪器

玻璃仪器按接口的不同可以分为普通玻璃仪器和磨口玻璃仪器。普通玻璃仪器之间的连接是通过橡皮塞进行的，需要在橡皮塞上打出适当大小的孔，有时孔道不直，和橡皮塞不配套，给实验装置的搭置带来许多不便。磨口玻璃仪器的接口标准化，分为内磨接口和外磨接口，烧瓶的接口基本是内磨的，而回流冷凝管的下端为外磨口。为了方便接口大小不同的玻璃仪器之间的连接，还有多种转换口可以选择。

使用磨口玻璃仪器，由于接口处已经细致打磨和聚合物溶液的渗入，有时会发生黏结，难以分开不同的组件。为了防止出现这种麻烦，仪器使用完毕后应立即将装置拆开；较长时间使用，可以在磨口上涂敷少量硅脂等润滑脂，但是要避免污染反应物。润滑脂的用量越少越好，实验结束后，用吸水纸或脱脂棉沾少量丙酮擦拭接口，然后再将容器中的液体倒出。

大部分高分子化学实验是在搅拌、回流和通惰性气体的条件下进行的，有时还需附加温度计（测温）、滴液漏斗（加液体反应物）和取样装置，因此反应最好在多口反应瓶中进行。下图为几种常见的磨口反应烧瓶，高分子化学实验中多用三口和四口烧瓶（图 1-1），容量

大小根据反应液的体积决定，烧瓶的容量一般为反应液总体积的 1.5~3 倍。

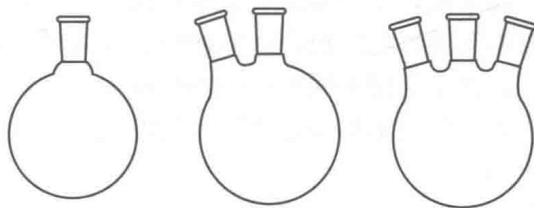


图 1-1 磨口烧瓶

可拆卸的反应釜用于聚合反应，可以很方便地清除粘在壁上的坚韧聚合物或者高黏度的聚合物凝胶，尤其适用于缩合聚合反应，如聚酯和不饱和树脂的合成。为了保持高真空条件，可在两部分之间加密封垫，并用旋夹拧紧。

进行聚合反应动力学研究时，特别是本体自由基聚合反应，膨胀计是非常合适的反应器，如图 1-2 所示。它是由反应容器和标有刻度的毛细管组成，好的毛细管应具有操作方便、不易泄露和易于清洗的特点。通过标定，毛细管可以直接测定聚合反应过程中体系的体积收缩，从而获得反应动力学方面的数据。

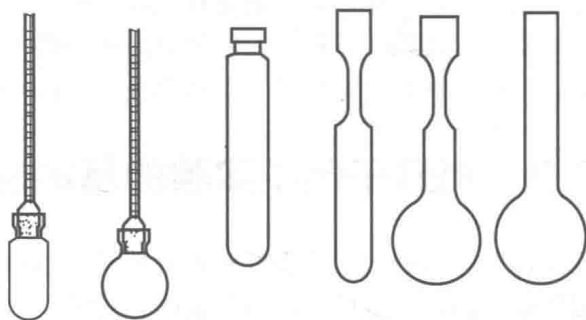


图 1-2 膨胀计、带橡皮塞的聚合管和封管

一些聚合反应需要在隔绝空气的条件下进行，使用封管或聚合管比较方便，如图 1-2 所示。封管宜选用硬质、壁厚均匀的玻璃管制作，下部为球形，可以盛放较多的样品，并有利于搅拌；上部应拉出细颈，以利于烧结密闭。封管适用于高温、高压下的聚合反应。带翻口橡皮塞的聚合管，适用于温和条件下的聚合反应，单体、引发剂和溶剂的加入可以通过干燥的注射器进行的。

除了上述反应器以外，高分子化学实验经常使用到冷凝管、蒸馏头、接液管和漏斗等玻璃仪器（如图 1-3），大家在有机化学实验中已经接触到这些仪器，在此不多加叙述。进行离子聚合反应，对实验条件的要求很高，往往需要根据聚合反应设计和制作特殊的玻璃反应装置。

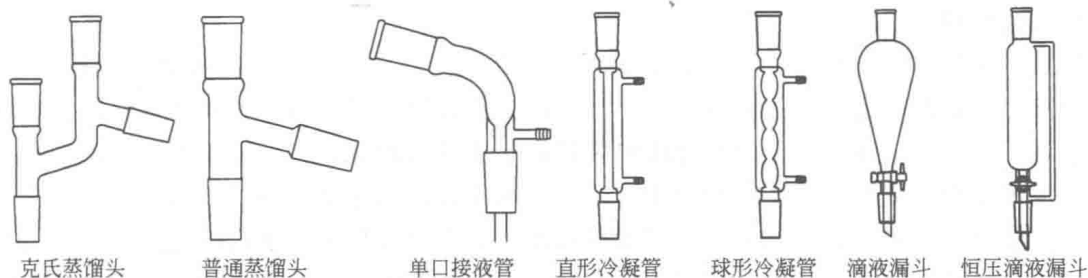


图 1-3 其他常用玻璃仪器

## 2. 辅助器件

进行高分子化学实验，需要用铁架台和铁夹将玻璃仪器固定并适当连接，实验过程中经常需要进行加热、温度控制和搅拌，应选择合适的加热、控温和搅拌设备。液体单体的精制往往需要在真空状态下进行，需要使用不同类型的减压设备，如真空油泵和水泵。许多聚合反应在无氧的条件下进行，需要氮气钢瓶和管道等通气设施，在以下章节中将陆续介绍。

## 3. 玻璃仪器的清洗和干燥

玻璃仪器的清洁干燥是避免引入杂质的关键。清洗玻璃仪器最常用的方法是使用毛刷和清洁剂，清除玻璃表面的污物，然后用水反复冲洗，直至器壁不挂水珠，烘干后可供一般实验需用。盛放聚合物的容器往往难以清洗，搁置时间过长则清洗更加困难，因而要养成实验完毕立即清洗的习惯。除去容器中残留聚合物的最常用方法是使用少量溶剂来清洗，最好使用回收的溶剂或废溶剂。带酯键的聚合物（如聚酯、聚甲基丙烯酸甲酯）和环氧树脂残留于容器中，将容器浸泡于乙醇-氢氧化钠洗液之中，可起到很好的清除效果。含少量聚合物而不易清洗的容器，如膨胀计和容量瓶，可用铬酸洗液来洗涤，热的洗液效果会更好，但是要注意安全。总之，应根据残留物的性质，选择适当的方法使其溶解或分解而达到除去的效果。离子聚合反应所使用的反应器要求更加严格，清洗时应避免杂质的引入。

洗净后的仪器可以晾干或烘干，干燥仪器有烘箱和气流干燥器。临时急用，可以加入少量乙醇或丙酮冲刷水洗过的盛皿加速烘干过程，电吹风更能加快烘干过程。对于离子聚合反应，实验装置需绝对干燥，往往仪器装配完毕后，于高真空下加热除去玻璃仪器的水气。

# 第二节 高分子化学实验的基本操作

进行高分子化学实验，首先应根据反应的类型和用量选择大小和类型合适的反应器，根据反应的要求选择其他的玻璃仪器，并使用辅助器具装配实验装置，将不同仪器良好、稳固地连接起来。高分子化学实验常常在加热、搅拌和通惰性气体的条件下进行，单体和溶剂的精制离不开蒸馏操作，有时还需要减压条件。以下介绍高分子化学实验的基本实验操作。

## 一、聚合反应的温度控制

温度对聚合反应的影响，除了和有机化学实验一样表现在聚合反应速率和产物收率方面以外，还表现在对聚合物的分子量及其分布上，因此准确控制聚合反应的温度十分必要。室温以上聚合反应可使用电加热套、加热圈和加热块等加热装置，对于室温以下的聚合反应，可使用低温浴或采用适当的冷却剂冷却。如果需要准确控制聚合反应的温度，超级恒温水槽则是首选。

### （一）加热方式

#### 1. 水浴加热

当实验需要的温度在 80℃ 以下时，使用水浴对反应体系进行加热和温度控制最为合适，水浴加热具有方便、清洁和完全等优点。加热时，将容器浸于水浴中，利用加热圈来加热水介质，间接加热反应体系。加热圈是由电阻丝贯穿于硬质玻璃管中，并根据浴槽的形状加工制成，也可使用金属材料。长时间使用水浴，会因水分的大量蒸发而导致水的散失，需要及时补充；过夜反应时可在水面上盖一层液体石蜡。对于温度控制要求高的实验，可以直接使用超级恒温水槽，还可通过它对外输送恒温水达到所需温度，其温差可控制在 0.5℃ 范围内。由于水管等的热量散失，反应器的温度低于超级恒温槽的设定温度，需要进行纠正。



## 2. 油浴加热

水浴不能适用于温度较高的场合，此时需要使用不同的油作为加热介质，采用加热圈等浸入式加热器间接加热。油浴不存在加热介质的挥发问题，但是玻璃仪器的清洗稍为困难，操作不当还会污染实验台面及其他设施。使用油浴加热，还需要注意加热介质的热稳定性和可燃性，最高加热温度不能超过此限。常见加热介质及其性质见表 1-1。

表 1-1 常见加热介质及其性质

加热介质	沸点/°C	特点
水	100	洁净、透明，易挥发
甘油	140~150	洁净、透明，难挥发
植物油	170~180	难清洗，难挥发，高温有油烟
硅油	250	耐高温，透明，价格高
泵油	250	回收泵油多含杂质，不透明

## 3. 电加热套

电加热套是一种外热式加热器，电热元件封闭于玻璃等绝缘层内，并制成内凹的半球状，非常适用于圆底烧瓶的加热，外部为铝质的外壳。电热元件可直接与电源相通，也可以通过调压器等调压装置连接于电源，最高使用温度可达 450°C。功能较齐全的电加热套带有调节装置，可以对加热功率和温度进行准确的调节。某些国产的电加热套，将加热和电磁搅拌功能融为一体，使用更加方便。电加热套具有安全、方便和不易损坏玻璃仪器的特点。由于玻璃仪器与电加热套紧密接触，保温性能好，根据烧瓶的大小，可以选用不同规格的电加热套。

## 4. 加热块

通常为铝质的块材，按照需要加工出圆柱孔或内凹半球洞，分别适用于聚合管和圆底烧瓶的加热，加热元件外缠于铝块或置于铝块中，并与控温元件相连。为了能准确控制温度，需要进行温度的校正；某些需要在高温下进行的封管聚合，存在爆裂的隐患，使用加热块较为安全。

### (二) 冷却

离子聚合往往需要在低于室温的条件下进行，因此冷却是离子聚合常常需要采取的实验操作。例如甲基丙烯酸甲酯阴离子聚合为避免副反应的发生，聚合温度在 -60°C 以下；环氧乙烷的聚合反应在低温下进行，可以减少环低聚体的生成，并提高聚合物收率（液氮、干冰和乙醇、乙醚等混合，温度可降至 -70°C，通常使用温度在 -40~-50°C 范围内；液氮与乙醇、丙酮混合使用，冷却温度可稳定在有机溶剂的凝固点附近）。

表 1-2 列出不同制冷剂的配制方法和使用温度范围。配制冰盐冷浴时，应使用碎冰和颗粒状盐，并按比例混合。干冰和液氮作为制冷剂时，应置于浅口保温瓶等隔热溶剂中，以防止制冷剂的过度损耗。

表 1-2 常用制冷剂

制冷剂组成	冷却最低温度/°C
冰-水	0
冰 100 份 + 氯化钠 33 份	-21
冰 100 份 + 氯化钙(含结晶水)100 份	-31