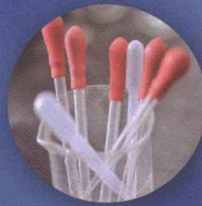


高 · 等 · 学 · 校 · 教 · 材

AOFENZI  
HUAXUE SHIYAN

# 高分子 化学实验

孙汉文 王丽梅 董建 主编



化学工业出版社

高等学校教材

# 高分子化学实验

孙汉文 王丽梅 董建 主编



化学工业出版社

·北京·

本书共分三篇。第一篇介绍了高分子化学实验技术，内容包括高分子化学实验基础操作、实验装置、聚合方法、原料的制备和精制、聚合物的分离和纯化。第二篇为高分子化学实验，内容涉及逐步聚合、自由基聚合、离子聚合、开环聚合、高分子化学反应。第三篇为高分子材料基本性能与测试。

本书可作为材料化学、应用化学、化学、化工及相关专业本、专科生的实验教学用书，也可供从事高分子材料开发、研究和应用的工程技术人员参考。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

高分子化学实验/孙汉文, 王丽梅, 董建主编. —北京:  
化学工业出版社, 2012. 4  
高等学校教材  
ISBN 978-7-122-13722-7

I. 高… II. ①孙…②王…③董… III. 高分子化学-  
化学实验-高等学校-教材 IV. O63-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 038177 号

---

责任编辑: 宋林青  
责任校对: 陈 静

文字编辑: 孙凤英  
装帧设计: 关 飞

---

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: 三河市延风印装厂  
710mm×1000mm 1/16 印张 8 字数 186 千字 2012 年 4 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: 18.00 元

版权所有 违者必究

# 前 言

高分子化学是高分子材料与工程、应用化学、材料化学等高分子相关专业学生必修的专业基础课，也被列为化工、化学、轻工等众多系科学生的必修课或选修课。高分子化学实验是一门专业实验课，是学生在学完高分子化学理论后所进行的实验训练。

化学实验的目的不只是完成实验项目，更重要的是掌握相应的实验技术，使学生具备相关的实验技能。为此，本书第一部分详细介绍了高分子化学实验技术基础，内容包括高分子化学实验室安全与防护、化学试剂的精制、配制标准溶液、基本物理常数的测定、聚合反应温度的控制、聚合反应的搅拌、常用装置简介、聚合方法、常用原料的制备和精制、聚合物的分离和纯化。

本教材共引入实验项目 30 个，每个实验项目除包括必要的实验目的、实验原理、仪器设备、实验步骤及思考题外，从培养创新性综合型人才的角度考虑，还针对性地增设了实验扩展部分、知识扩展部分、可替换实验项目等。

本教材不仅包括高分子材料合成，还包括必要的高分子材料测试方法。在教材的第三部分，加入了部分必要的高分子材料测试实验；在有些实验项目中也增设了针对性的性能测试内容。

本书由德州学院孙汉文、王丽梅、孙建之、顾相伶、付春华、王敦青、魏荣敏，泰山医学院董建、郑超编写，全书由孙汉文、王丽梅、董建三位主编进行增删、修改，最后由孙汉文主编统稿定稿。

编者根据高分子化学实验教学的实际经验，参阅国内外相关教材及文献资料，编写了此教材，在此对相关兄弟院校的同行、专家表示诚挚的谢意。

本书在编写过程中，得到德州学院教材建设基金项目的资助，并得到化学工业出版社的支持与帮助，在此深表衷心的感谢。感谢万纪玲、李义伟、李建同学对部分实验的校阅。

编 者

2012 年 1 月于德州学院

# 目 录

## 第一篇 高分子化学实验技术基础

<b>第 1 章 绪论</b> .....	1
1.1 开设高分子化学实验课程的目的 .....	1
1.2 高分子化学实验课程的学习要求 .....	1
1.2.1 实验预习 .....	1
1.2.2 实验操作 .....	2
1.2.3 实验报告 .....	2
1.3 高分子化学实验室安全与防护 .....	2
1.3.1 高分子化学实验室安全规则 .....	3
1.3.2 化学试剂的使用安全 .....	3
1.3.3 化学实验意外事故的紧急处理 .....	5
1.3.4 消防常识 .....	5
1.3.5 “三废”处理 .....	6
<b>第 2 章 高分子化学实验基础操作</b> .....	7
2.1 化学试剂的精制 .....	7
2.1.1 蒸馏 .....	7
2.1.2 重结晶 .....	11
2.1.3 萃取和洗涤 .....	13
2.1.4 试剂的除水干燥 .....	14
2.2 配制标准溶液 .....	15
2.3 基本物理常数的测定 .....	16
2.3.1 熔点 .....	16
2.3.2 密度 .....	16
2.3.3 折射率 .....	17
2.4 聚合反应温度的控制 .....	17
2.4.1 水浴 .....	17
2.4.2 油浴 .....	18
2.4.3 电热套 .....	18
2.4.4 自制加热装置 .....	18

2.5	聚合反应的搅拌 .....	18
2.5.1	电磁搅拌器 .....	19
2.5.2	机械搅拌器 .....	19
2.5.3	其他分散设备 .....	20
2.6	高分子化学实验中的常用装置简介 .....	21
2.6.1	聚合反应中的动态减压 .....	21
2.6.2	封管聚合 .....	22
2.6.3	双排管除氧除水系统 .....	22
2.6.4	气体的通入 .....	24
<b>第3章</b>	<b>聚合方法 .....</b>	<b>25</b>
3.1	概述 .....	25
3.2	本体聚合 .....	26
3.3	溶液聚合 .....	27
3.4	悬浮聚合 .....	28
3.5	乳液聚合 .....	29
3.6	熔融缩聚 .....	29
3.7	溶液缩聚 .....	30
3.8	界面缩聚 .....	31
3.9	固相缩聚 .....	31
3.10	聚合方法的选择 .....	32
<b>第4章</b>	<b>高分子合成常用原料的制备和精制 .....</b>	<b>34</b>
4.1	常用单体、助剂、溶剂的制备和精制 .....	34
4.2	单体的精制 .....	34
4.2.1	苯乙烯单体的精制 .....	34
4.2.2	丙烯腈单体的精制 .....	37
4.2.3	甲基丙烯酸甲酯单体的精制 .....	38
4.2.4	乙酸乙烯酯单体的精制 .....	38
4.3	引发剂的精制 .....	38
4.3.1	过氧化二苯甲酰引发剂的精制 .....	38
4.3.2	偶氮二异丁腈引发剂的精制 .....	39
4.3.3	过硫酸铵、过硫酸钾引发剂的精制 .....	40
4.4	常用溶剂的制备与提纯 .....	40
4.4.1	乙酸正丁酯的制备 .....	40
4.4.2	乙酸乙酯的制备 .....	42
4.4.3	邻苯二甲酸二丁酯的制备 .....	43
<b>第5章</b>	<b>聚合物的分离和纯化 .....</b>	<b>45</b>
5.1	洗涤法 .....	45

5.2	溶解沉淀法 .....	45
5.3	抽提法 .....	46
5.4	旋转蒸发法 .....	46
5.5	色谱法 .....	47
5.5.1	薄层色谱法 .....	48
5.5.2	柱色谱法 .....	48
5.6	聚合物胶乳的分离和纯化 .....	50
5.7	聚合物的分级 .....	50
5.7.1	沉淀分级 .....	50
5.7.2	柱状淋洗分级 .....	51
5.7.3	制备凝胶色谱 .....	51
5.8	聚合物的干燥 .....	51

## 第二篇 高分子化学实验

实验 1	甲基丙烯酸甲酯的单体聚合——有机玻璃的制备 .....	53
实验 2	苯乙烯悬浮聚合——苯乙烯珠状聚合 .....	55
实验 3	醋酸乙烯酯乳液聚合——白乳胶的制备 .....	58
实验 4	醋酸乙烯酯的溶液聚合 .....	61
实验 5	苯乙烯的阳离子聚合 .....	62
实验 6	苯乙烯的阴离子聚合 .....	64
实验 7	聚乙烯醇的制备——聚醋酸乙烯 (PVAc) 的醇解 .....	66
实验 8	聚乙烯醇缩甲醛的制备——红旗牌胶水的制备 .....	69
实验 9	环氧氯丙烷交联淀粉的制备 .....	70
实验 10	PET 的醇解反应 .....	72
实验 11	有机玻璃的解聚 .....	74
实验 12	苯乙烯-二乙烯基苯的交联聚合物的制备 .....	77
实验 13	阳离子交换树脂的制备 .....	78
实验 14	线型聚苯乙烯的磺化 .....	80
实验 15	低分子量聚丙烯酸 (钠盐) 的合成——水质稳定剂的制备 .....	82
实验 16	界面缩聚制备尼龙-610 .....	84
实验 17	聚己二酸乙二醇酯的制备 .....	86
实验 18	线型酚醛树脂的制备 .....	89
实验 19	三聚氰胺-甲醛树脂的合成及层压板的制备 .....	90
实验 20	脲醛树脂的制备 .....	92
实验 21	环氧树脂的制备 .....	94
实验 22	聚醚型聚氨酯弹性体的合成 .....	96

实验 23	苯乙烯与马来酸酐的交替共聚合	99
-------	----------------	----

### 第三篇 高分子材料性能与测试

实验 24	偏光显微镜观察聚合物结晶形态	101
实验 25	高分子熔程、熔融指数的测定	103
实验 26	聚丙烯等规度的测定	108
实验 27	浊度滴定法测定高聚物溶度参数	110
实验 28	高分子溶液黏度法测定溶度参数	111
实验 29	黏度法测定高聚物的分子量	113
实验 30	凝胶渗透色谱法测定聚合物的分子量及分子量分布	116
<b>参考文献</b>		120



# 第一篇 高分子化学实验技术基础

## 第1章 绪 论

### 1.1 开设高分子化学实验课程的目的

通过高分子化学实验,可以获得许多感性认识,加深对高分子化学基础知识和基本原理的理解;通过高分子化学实验课程的学习,能够熟练和规范地进行高分子化学实验的基本操作,掌握实验技术和基本技能,了解高分子化学中采用的特殊实验技术,为以后的科学研究工作打下坚实的实验基础。

在实验过程中,学生需要提出问题、查阅资料、设计实验方案、动手操作、观察现象、收集数据、分析结果和提炼结论,这也是一个进行课题研究的锻炼过程。

进行高分子化学实验,除了知识基础和能力因素以外,严谨务实的工作态度、乐于吃苦的工作精神、存疑求真的科学品德和团结合作的工作风格也是必不可少的。

因此,高分子化学实验过程的教学重点是传授高分子化学的知识和实验方法,然而训练科学研究的方法和思维、培养科学品德和科学精神更为重要。

### 1.2 高分子化学实验课程的学习要求

高分子化学实验课程的学习以学生动手操作为主,辅以教师必要的指导和监督。一个完整的高分子化学实验课由实验预习、实验操作和实验报告三部分组成。

#### 1.2.1 实验预习

无论是现在做普通实验还是以后从事科学研究,在进行一项高分子化学实验之前,首先要对整个实验过程有所了解,对于新的高分子合成化学反应更要有充分的准备。要带着问题做实验预习,如为什么要做这个实验?怎样顺利完成这个实验?做这个实验得到什么收获?预习过程要做到看(实验教材和相关资料)、查(重要数据)、问(提出疑问)和写(预习报告和注意事项)。通过预习需要了解以下方面的内容:

- (1) 实验目的和要求；
- (2) 实验所涉及的基础知识、实验原理；
- (3) 实验的具体过程；
- (4) 实验所需要的化学试剂、实验仪器和设备以及实验操作；
- (5) 实验过程中可能会出现的问题和解决方法。

在高年级学生做毕业论文时，会接触到新的实验，预习过程还包括文献的查阅、实验方案的拟定和实验过程的设想。自己做实验时，玻璃仪器和电器皆需要自己准备，切不要事到临头缺三少四，影响实验的正常进行。

### 1.2.2 实验操作

高分子化学实验一般需要很长时间，过程进行中需要仔细操作、认真观察和真实记录，做到以下几点。

- (1) 认真听实验老师的讲解，进一步明确实验进行过程、操作要点和注意事项。
- (2) 搭建实验装置、加入化学试剂和调节实验条件，按照拟定的步骤进行实验，既要细心又要大胆操作，如实记录化学试剂的加入量和实验条件。
- (3) 认真观察实验过程发生的现象，获得实验必需的数据（如反应时间、馏分的沸点等），并如实记录到实验报告本上。
- (4) 实验过程中应该勤于思考，认真分析实验现象和相关数据，并与理论结果相比较。遇到疑难问题，及时向实验指导老师和他人请教；发现实验结果与理论不符，仔细查阅实验记录，分析原因。
- (5) 实验结束，拆除实验装置、清理实验台面、清洗玻璃仪器和处置废弃化学试剂，实验记录经指导老师查阅后，方可离开实验室。

### 1.2.3 实验报告

做完实验后，需要整理实验记录和数据，把实验中的感性认识转化为理性知识，做到以下各点。

- (1) 根据理论知识分析和解释实验现象，对实验数据进行必要处理，得出实验结论，完成实验思考题。
- (2) 将实验结果和理论预测进行比较，分析出现的特殊现象，提出自己的见解和对实验的改进。
- (3) 独立完成实验报告。实验报告应字迹工整、叙述简明扼要、结论清楚了。完整的实验报告包括：实验题目、实验目的、实验原理（自己的理解）、实验记录、数据处理、结果和讨论。

## 1.3 高分子化学实验室安全与防护

进入高分子化学实验室首先要了解实验室安全与防护的知识，这是顺利地进行高分子化学实验的重要保证。要遵守所在实验室的安全规则，正确规范地存放和使

用化学试剂，了解紧急事故的处理方法和消防知识。

### 1.3.1 高分子化学实验室安全规则

(1) 准时上课，提前预习好实验。

(2) 熟悉实验室的安全设施和安全防护的方法，实验仪器设备的安装和运行要按有关的规定和操作规程进行。

(3) 对所用的化学试剂必须了解其物性和毒性，正确使用和防护。使用时看好标签，严禁将试剂混合或挪作他用，严禁将药品携带出实验室。

(4) 实验公用的仪器、试剂使用后要放回原处，遗洒的试剂要及时清理。

(5) 实验态度认真，操作中要仔细，实事求是。实验条件要严格控制，并在实验时仔细思考。实验中不要做与实验无关的事，不得擅自离开。

(6) 严禁将所合成的聚合物、不溶的凝胶、杂物等倒入水池，以免堵塞下水道。实验中使用过的废溶剂严禁随意倒入水池，应收集在分类的回收瓶中。

(7) 实验室应保持干净、整洁，实验完毕安排值日生进行清扫。

(8) 在离开实验室之前，必须仔细检查，断水、断电（除冰箱外），关窗锁门。

(9) 了解和掌握各种灭火器的使用方法，以备必要时可正确使用。

### 1.3.2 化学试剂的使用安全

正确规范地存放和使用化学试剂是化学实验顺利进行的前提，也是实验室财产和人身安全的重要保证。下面介绍化学试剂存放和使用的基本常识。

所有试剂在存放时都应具备明确的标签，包括名称、含量或纯度、生产日期和毒性。

一般常用溶剂要分类存放，按有机物和无机物分成两大类，有机试剂再按照醇、醛、酮、酸、胺、盐类等细分为几类存放；特殊试剂的存放要注意以下几方面原则：

(1) 活泼金属必须浸泡在煤油中；

(2) 单体、生物试剂等需要在冰箱中存放，并密封好；

(3) 引发剂、催化剂等需要在干燥器中避光存放；

(4) 易挥发、易升华试剂必须保证密封，存放在通风处或干燥器内；

(5) 易燃的有机物和还原剂不能与强氧化剂放在一起；

(6) 惰性气体的压力气瓶不能放在过道，并注意检查气瓶出口是否有泄漏；

(7) 可燃性气体和有毒气体必须存放在室外专用的气柜中，并严格管理；

(8) 剧毒药品应由专人管理，购买和使用必须严格遵守相关规定。

许多化合物对人体都有不同程度的毒害，一切有挥发性的物质，其蒸气长时间、高浓度与人体接触总是有毒的。随着中毒情况的加深和持续性的影响会出现急性中毒和慢性中毒。急性中毒是在高浓度、短时间的暴露情况下发生的，并表现出全身的中毒症状；慢性中毒也可在同一条件下发生，但通常是在较低浓度、长时间暴露情况下发生的，毒性侵入人体后发生积累性中毒。急性中毒除造成致命的危险

外，一般危险性较小，比慢性中毒容易得到恢复，而且症状明显，容易辨认。但无论是何种中毒情况，对人体都是不利的。

化学试剂使人中毒的主要途径有吸入、经皮肤接触和经口三种。支配毒性的最重要因素之一是溶剂的挥发性，高挥发性溶剂在空气中的浓度较高，因此达到致命浓度的可能性就高。低挥发性溶剂相对比较安全，但要注意经皮肤和经口的中毒。化学试剂的毒性各不相同，在使用时应特别注意了解试剂的毒性，以便正确使用和防护。

经过长期的实践和研究，人们总结了常用试剂的毒性，并加以分类。如果按对人体的损害程度分类，可以大致分为低毒性、中等毒性和高毒性三类。如果所用的试剂属于中等或以上毒性，就必须进行防护。以下列出一些常见强毒性试剂，另有国家颁布的剧毒化学品目录可以通过各种渠道查询。

(1) 有毒气体：氯气、氨气、氯化氢、二氧化硫、光气、一氧化碳、硫化氢、甲烷等。

(2) 重金属：铅、铊、汞等。

(3) 芳香烃类化合物：苯、氯苯、苯胺、硝基苯、苯肼、4-氨基联苯、多环芳烃等。

(4) 其他含氮化合物：乙腈、氰化物、亚硝基化合物等。

(5) 含卤素的化合物：氯仿、四氯化碳、碘甲烷、碘乙烷、氯化亚砷、六氟丙烯、二氯乙烷、氯乙醇、溴甲烷、溴乙烷等。

(6) 含硫的化合物：二硫化碳、硫酸二甲酯等。

(7) 高度致癌物：苯、铍及其化合物、镉及其化合物、六价铬化合物、镍及其化合物、环氧乙烷、砷及其化合物、煤焦沥青、石棉纤维、氯甲醚、甲苯-2,4-二异氰酸酯等。

对于有毒化学试剂在使用中的防护，应做到了解试剂物性和毒性以及必要的防护措施，以便安全存放和使用；实验室应具备必要的防护措施，具有良好的自然通风和通风效果达标的通风柜，试剂的称量和进行有机化学反应时应尽量在通风柜中进行，尽量减少接触有毒化学物质的蒸气；养成良好的药品使用习惯，应避免有毒化学物质接触五官或伤口，使用化学试剂要戴橡胶手套和防护眼镜，必要时佩戴防毒面具。

正确规范地操作是安全的重要保证。例如，不使用明火直接加热有机溶剂，做带加热的实验时要根据反应温度加装冷凝管，切不可将整个装置处于密闭状态进行反应；常压蒸馏时装置亦不可完全密闭，蒸馏低沸点易燃溶剂时，支管处可用橡皮管接到窗外或吸收剂中，切勿忘记打开冷凝水；做任何回流实验时不要忘记加入沸石或安装其他安全装置。

使用易燃易爆气体或有毒气体应保证气体管路无泄漏，并避免任何火星产生。实验室中的煤气管路要经常检查有无泄漏，煤气灯和连接橡皮管在使用前也要检

查，及时更换老化的橡皮管；使用时发现有泄漏情况，应首先关闭气瓶总阀，立即熄灭室内所有火源，关闭高温设备，开窗通风。大量泄漏事故要首先自救，并通知火警。

使用活泼金属时要特别注意防潮防水，不可直接用于干燥含水较多的乙醚。活泼金属在转移时应动作迅速，表面的煤油用干燥的滤纸沾干。使用剩余的金属要马上泡在煤油中，不准备保留的金属碎屑切不可随意丢弃，应往反应瓶中缓慢滴加乙醇，使金属完全反应完毕，再作为废液处理。

### 1.3.3 化学实验意外事故的紧急处理

在实验过程中遇到紧急情况，要了解处理和急救方法，争取减少损失和伤害。

(1) 皮肤接触：如遇有毒化学试剂接触皮肤，要立即用大量清水冲洗；酸碱灼伤时可再用质量分数低于5%的碳酸氢钠和醋酸清洗。若接触硝基化合物、含磷有机物等，应先用酒精擦洗，再用清水冲洗。

(2) 吸入气体中毒：立即转移到通风处或室外，解开衣领，必要时应进行人工呼吸并送医院急救。吸入少量溴、氯、氯化氢气体者，可先用碳酸氢钠溶液漱口。

(3) 毒物入口：若遇毒物溅入口中，应立即吐出并用大量水清洗口腔。若已吞下，可立即催吐，无法催吐时还可马上服用鸡蛋白、牛奶，并到医院做进一步治疗；若吞下强酸、强碱类化合物，则不可催吐，而要立即饮用大量水，再服用一些可中和酸碱的食品。

(4) 化学试剂溅入眼中：立即用大量水清洗（有条件的可立即用洗眼器进行清洗），清洗后仍觉不适，要马上到医院做进一步治疗。

(5) 触电急救：立即关闭电源，用不导电物将触电者脱离，对触电者进行人工呼吸并立即送医院抢救。

(6) 割伤处理：实验室中最常见的就是玻璃割伤，如小伤口中有玻璃碎屑，应小心取出（或到医院做此项处理），用蒸馏水清洗伤口。为防止有化学试剂污染伤口，可挤出少许血液清创，并用消毒绷带扎好。大伤口应先用力按住主血管止血，并立即到医院处理。

### 1.3.4 消防常识

防火对于化学实验室是非常重要的。实验中的正确操作可以避免火灾的发生。要学会使用灭火器，及时更换到期的灭火器，并了解灭火器的灭火种类和使用方法。一般实验室常用干粉灭火器、二氧化碳灭火器，仪器分析实验室常用1211灭火器。

要熟悉实验室的布局和逃生路线，了解发生火灾的紧急处理方法。实验室一旦发生着火事故，首先不要惊慌，应保持沉着镇静，先移开附近的易燃物，切断电源，视情况做相应处理。

(1) 瓶内溶剂着火或油浴内导热油起火，且火势较小，可立即用石棉网或湿布盖住瓶口，隔氧熄火。若洒在地上的少量溶剂着火，可用湿布或黄沙盖住熄火。极

少量活泼金属起火可以使用干黄砂灭火，也可使用灭火器。

(2) 实验室中可扑救的火势，一般不用水灭火，应用灭火器，在一定的安全距离内，从周围向中间喷射；无法自救的火势要立即逃生到安全处拨打火警电话 119。

(3) 衣服着火切勿惊慌，不要奔跑，应用湿布盖住着火处，或直接用水冲灭，严重的情况要马上躺在地上打滚熄火。

(4) 逃生过程中不要贪恋财务，烟雾较大时应用湿布捂住口鼻，贴地面爬行；不能乘坐电梯，不能轻易从高层跳下；及时呼救并采取一切降温措施以保全生命。

### 1.3.5 “三废”处理

在化学实验中经常会产生有毒的废气、废液和废渣，若随意丢弃不仅污染环境，危害健康，还可能造成不必要的浪费。正确处理“三废”是每个人都应该具备的环保意识和知识。

(1) 有毒废气的处理：在实验中如产生有毒气体，应在通风橱内进行操作，并加装气体接收装置。如产生二氧化硫等酸性气体，可通入氢氧化钠水溶液吸收；碱性气体用酸溶液吸收。还要注意一些有害的化合物由于沸点低，反应中来不及冷却以气态排出，应将其通入吸收装置，还可加装冷阱。

(2) 一般的废溶剂要分类倒入回收瓶中，废酸废碱要分开放置，有机废溶剂分为含卤素有机废液和不含卤素有机废液，应由专业回收有机废液的单位进行处理。

(3) 无机重金属化合物严禁随意丢弃，应进一步处理后，作为废液交专业回收单位处理。含镉、铅废液加入碱性试剂使其转化为氢氧化物沉淀；含六价铬化合物要先加入还原剂还原为三价铬，再加入碱性试剂使其沉淀；含氰化物废液可加入硫酸亚铁使其沉淀；含少量汞、砷的废液可加入硫化钠使其沉淀。

(4) 千万不能将反应剩余的活泼金属（不要认为表面氧化的剩余金属不危险）倒入水池，以免引起火灾。废金属也不可随便掩埋，可向有废金属的烧瓶中缓慢滴加乙醇，直到金属反应完毕。此期间产生的废液仍应作为有机废液处理。

(5) 无毒的聚合物尽量回收，直接丢弃会由于难以降解而造成白色污染；有一定流动性的聚合物切记不能直接倒入下水道，以免堵塞；自己合成的聚合物需保留的要标明成分，不需保留的应及时处理。

(6) 切记不可将乳液倒入下水道。无论是小分子乳液还是聚合物乳液都可能会污染水质或破乳沉淀堵塞下水管道。正确的处理方法是将乳液破乳后分离出有机物再进一步处理。

## 第 2 章 高分子化学实验基础操作

在进行高分子化学合成实验过程中，离不开一些基本的化学实验操作，例如，实验前对原料的精制、简单实验装置的搭建和对实验条件的控制等。这些基础的实验操作是进行高分子化学研究所必备的基本功。

### 2.1 化学试剂的精制

#### 2.1.1 蒸馏

蒸馏是提纯化合物和分离混合物的一种十分重要的方法。高分子化学实验中经常会用到蒸馏的场合是单体的精制、溶剂的提纯以及聚合物溶液的浓缩等，根据被蒸馏物的沸点和实验的需要，可使用不同的蒸馏方法。

##### 2.2.1.1 普通蒸馏

普通蒸馏在分子化学实验中一般用于溶剂的提纯，被蒸馏物的沸点不仅与外界压力有关，还与其纯度有关，因此不能简单地认为文献中查到的沸点就一定是馏出液的沸点。蒸馏装置由烧瓶、蒸馏头、温度计、冷凝管、接收管和收集瓶组成（如图 2-1 所示），切记整套装置不可完全密闭，必须使尾接管支管与大气相通。在蒸馏操作时，特别要注意液体沸腾过程是围绕汽化中心进行的。如果液体中几乎不存在空气，烧瓶壁又十分洁净光滑，很难形成汽化中心，就会发生“过热”现象，进而出现“暴沸”，不仅危险，也失去了蒸馏的意义。为了防止液体暴沸，需要加入少量沸石，磁力搅拌也可以起到相同的效果。在任何情况下，切勿将助沸物加到已受热并可能沸腾的液体中，这样很容易导致暴沸，应待被蒸馏液体冷却下来再加。如果沸腾一度中止，在重新加热前应放入新的沸石，原来的沸石很可能由于加热而使细孔中的空气跑掉，而冷却时又吸附了液体而失效。蒸馏时还要注意蒸馏速度不可过快，尤其在液体即将沸腾的时候，要减小加热量使其平稳地馏出，此后再调节加热量，控制馏出速度在每秒 1~2 滴为宜。蒸馏速度过快，沸腾比较剧烈，有可能会将被蒸馏液体中的一些重组分杂质带出，而影响接收馏分的纯度。此外，在使用蒸馏操作分离混合物时，要注意被分离组分之间的沸点差应在 40℃ 以上，应用此方法才能达到分离效果。

##### 2.1.1.2 分馏

如果要分离的混合物各组分间沸点比较接近，用简单蒸馏难以分离，可以使用分馏柱进行分离，称为分馏。分馏装置就是在普通蒸馏装置中的蒸馏头和烧瓶之间

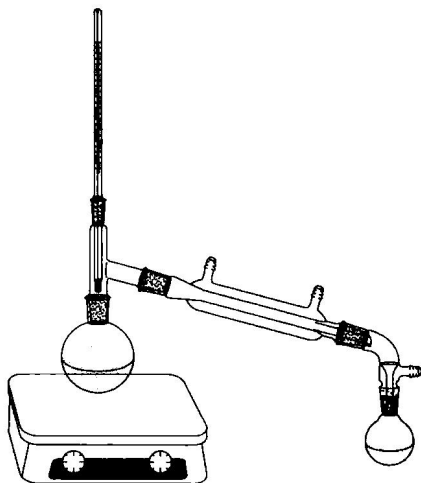


图 2-1 普通蒸馏装置

加上分馏柱，分馏柱的基本原理是利用气液平衡，相当于进行多次的简单蒸馏，达到分离的目的。因此分馏柱的选择就相当重要，通常分馏柱越长或者分馏柱内装有可供气液接触的填料时，分馏效果越好。分馏要缓慢进行，不可过快，在分馏过程中，通常会在分馏柱外加一层保温材料，以减少分馏柱的热量损失。

### 2.1.1.3 减压蒸馏

减压蒸馏特别适用于在常压蒸馏时未达沸点即已受热分解、氧化或聚合的液体的分离提纯。在 高分子化学实验中，常用的烯类单体沸点比较高，如苯乙烯的沸点为  $145^{\circ}\text{C}$ 、甲基丙烯酸甲酯为  $100.5^{\circ}\text{C}$ 、丙烯酸丁酯为  $145^{\circ}\text{C}$ ，这些单体在较高温度下容易发生热聚合，因此不宜进行常压蒸馏。高沸点溶剂的常压蒸馏也很困难，要耗费较多能源，减压后溶剂的沸点下降，可以在较低的温度下得到馏分。在缩聚反应过程中，为了提高反应程度、加快聚合反应进行，需要将反应产生的小分子产物从反应体系中脱除，减压脱除小分子避免了聚合物在高温下长时间受热而氧化发黄甚至分解。被蒸馏物的沸点不同，对减压蒸馏的真空度要求也各异。实际操作中可按需要配置不同的真空设备，例如较低真空度 ( $1\sim 100\text{kPa}$ ) 可使用水泵，较高真空度 (小于  $1\text{kPa}$ ) 必须使用油泵。

真空泵是减压蒸馏的核心部分，应根据待蒸馏化合物的沸点选用适当的真空泵。循环式水泵结构简单，使用方便，维护容易，使用水泵一般可以获得  $1\sim 2\text{kPa}$  的真空度，由于水的蒸气压为水泵所能达到的最低压力，所以实际的真空度与水泵的水温也有关，使用循环水泵保持水温较低就可以获得相应较高的真空度。在 高分子化学实验中，烯类单体的纯化，如苯乙烯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸、丙烯酸丁酯等的减压蒸馏可以使用循环式水泵。循环式水泵与真空装置的连接之间最好加上安全瓶，必要时要加上干燥塔，以防止由于操作失误时馏分抽到泵中。为了维持循



环式水泵良好的工作状态和延长它的使用寿命，最好每使用一次就更换水箱中的水。

真空油泵是一种比较精密的设备，它的工作介质是特制的高沸点、低挥发的泵油，它的效能取决于油泵的机械结构和泵油的质量。合格油泵使用质量好的真空泵油，可以达到 $0.2\sim 0.5\text{Pa}$ 的工作压力。用油泵减压、要达到较高的真空度，首先要确保系统所有连接处的气密性；其次真空油泵使用时需要净化干燥等保护装置，以除去可能进入泵中的低沸点溶剂、酸碱腐蚀性气体和固体微粒，因为固体杂质和腐蚀性气体进入泵体都可能损伤泵的内部、降低真空泵内部构件的密合性，低沸点的液体与真空泵油混合后，会使工作介质的蒸气压升高，从而降低真空泵的最高真空度。净化干燥装置中的干燥塔又称吸收塔，一般在连接真空泵之后顺序填充氯化钙以吸收水汽、氢氧化钠以吸收酸性气体和石蜡片以吸收烃类蒸气，还可根据实际情况填充干燥剂或吸收剂。为更有效地防止腐蚀气体进入真空泵，还可在干燥塔后连接以液氮充分冷却的冷阱和安全瓶。因此在使用油泵的减压蒸馏系统中，接收瓶与油泵之间应依次安装安全瓶、冷阱、水银压力计和干燥塔（如图2-2所示）。在首次使用三相电机驱动的油泵时，应检查电机的转动方向是否正确，及时更换电线的相位，避免因反转而导致喷油。除了上述保护措施外，还应定期更换泵油。

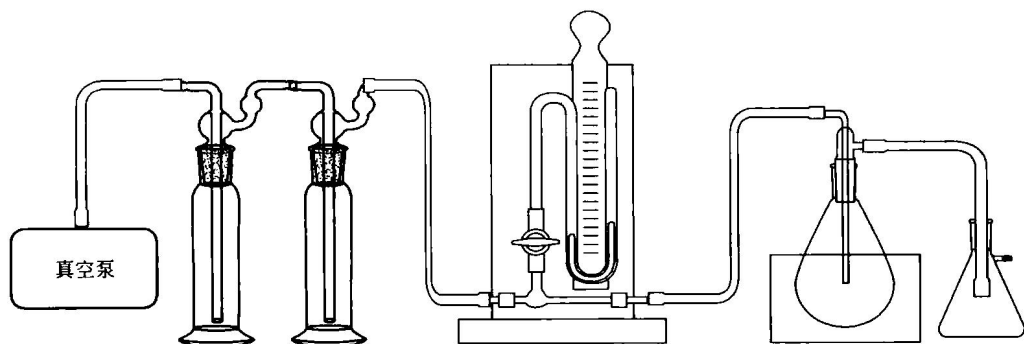


图2-2 减压系统

减压蒸馏装置在大多数情况下使用克氏蒸馏头，直口处加装一个毛细管插入液面鼓泡提供沸腾的汽化中心，防止液体暴沸（见图2-3）。对于阴离子聚合等使用的单体蒸馏时，要求绝对无水，因此毛细管上口要通入干燥的高纯氮气或氩气，或不使用鼓泡装置，改用磁力搅拌并提高磁力搅拌速度来解决。

在做减压蒸馏实验时应按上述要求搭好减压蒸馏系统，每次蒸馏量不超过蒸馏瓶容积的 $1/2$ 。先启动真空油泵，调节三通活塞使系统逐渐与空气隔绝；继续调节活塞，使蒸馏系统与真空泵缓缓相通，调节毛细管进气量使其可以平稳地产生小气泡。水银压力计的操作也要格外注意，最好使用带有活塞的封闭式水银压力计，测压时打开活塞，测压完毕关上活塞。当系统达到合适真空度时，再开始对待蒸馏液