

高等学校教材

# 高分子化学实验

GAOFENZI HUAXUE SHIYAN

尹奋平 乌兰 主编  
张宏 彭程 副主编



化学工业出版社

高等 学 校 教 材

# 高分子化学实验

GAOFENZI HUAXUE SHIYAN

尹奋平 乌兰 主编  
张宏 彭程 副主编



化学工业出版社

《高分子化学实验》介绍了高分子化学实验的基本知识,包括实验室基本常识、实验仪器的使用和维护、高分子化学实验的基本操作和基本技能、高分子化学实验课程的学习方法等。实验部分共有 57 个实验,内容涉及逐步聚合、自由基聚合、离子聚合、开环聚合和高分子化学反应,主要是聚合物合成和高分子材料制备实验,并结合必要的结构分析和性能测定,其中综合性实验旨在拓展高分子化学实验教学思路、引导学生在实验教学过程中的思考和探索。实验中给出了教学建议,以便不同学校根据具体情况安排相应的实验。附录中列出一些单体、聚合物和溶剂的物理常数,还包括其他常用的数据。

本教材是针对高等院校高分子科学相关专业的各类学生编写的,也是他们从事科学研究工作的重要参考书;亦可作为高分子材料和复合材料相关专业的本科教材,也可供相关科研和技术人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

高分子化学实验/尹奋平, 乌兰主编. —北京:  
化学工业出版社, 2015. 3  
高等学校教材  
ISBN 978-7-122-22864-2

I. ①高… II. ①尹…②乌… III. ①高分子化学-  
化学实验-高等学校-教材 IV. ①0631.6

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 016407 号

责任编辑: 窦 臻  
责任校对: 边 涛

文字编辑: 王 琪  
装帧设计: 韩 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  
787mm×1092mm 1/16 印张 13 $\frac{1}{4}$  字数 323 千字 2015 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: 29.00 元

版权所有 违者必究

高分子化学是一门实验科学，实验技术和技能的培养是高分子专业学生必不可少的环节，而高分子化学实验课程是此环节中的重要组成部分。

本教材的内容主要包括两大类。一类是高分子化学实验基础，包括高分子化学实验室安全与防护、聚合机理、聚合方法、高分子的化学反应、聚合物的性能评价、聚合物的分离和纯化、化学试剂的精制方法。另一类是高分子化学实验项目，包括逐步聚合反应实验、自由基聚合实验、离子型聚合和开环聚合实验、高分子化学反应实验、常用高分子的表征方法及特殊聚合反应。高分子化学实验部分共有实验 57 个。另外，书后面的附录有常用高分子材料方面的测试方法及常用材料物理数据等，可以供广大学生和科研工作者在学习和工作中方便查阅。

高分子化学实验和与其配套的课程教学是分不开的。本实验课是为高分子材料与工程专业大三学生开设的一门专业实验课，它是在学完高分子化学理论课程之后所进行的实验训练课程，为此本教材在大部分实验的后面部分增加了思考题。这些思考题不仅包括专业知识，还包括实验技巧方面的内容，让学生带着问题做实验，在实验过程中深入思考，从而达到更加深入和牢固地掌握专业知识、提高实验技能的目的。

本教材所有实验的选取和编排基于高分子材料与工程专业本科教学大纲对高分子化学实验课程的要求，在此基础上进行一些知识的扩展。是在西北民族大学化工学院高分子材料实验室多年来使用的实验讲义和近年来实验教学经验积累的基础上编写的，在内容及形式上都有了较大的改变。

本教材由西北民族大学化工学院的尹奋平、乌兰任主编，张宏、彭程任副主编，第一篇主要由尹奋平、乌兰具体编写，第二篇和附录主要由张宏、彭程具体编写，苑沛霖、吴尚参与了编写工作。全书由尹奋平负责统稿和定稿。

本教材在编写过程中得到了西北民族大学化工学院王彦斌教授、苏琼教授的指导，另外，西北师范大学高分子材料研究所的王荣民教授也提出宝贵意见。本书在出版过程中也得到了化学工业出版社的大力支持，特此感谢。他们的宝贵意见和热情鼓励，使这本实验教材能够编写完成，在此一并致谢。

由于编者水平有限，书中难免存在缺点和不足之处，欢迎广大读者批评指正。

编者

2014 年 11 月

## 第一篇 高分子化学实验基础

<b>第一章 高分子化学实验室安全与防护</b> .....	3
一、 高分子化学实验室安全规则 .....	3
二、 化学试剂的使用安全 .....	3
三、 化学实验意外事故的紧急处理 .....	5
四、 消防常识 .....	6
五、“三废”处理 .....	6
六、 实验的准备与操作 .....	7
<b>第二章 聚合机理</b> .....	9
一、 概述 .....	9
二、 逐步聚合 .....	9
三、 连锁聚合 .....	10
四、 共聚合 .....	12
五、 新的聚合反应 .....	13
六、 大分子反应 .....	14
<b>第三章 聚合方法</b> .....	15
一、 概述 .....	15
二、 本体聚合 .....	16
三、 溶液聚合 .....	16
四、 悬浮聚合 .....	17
五、 乳液聚合 .....	18
六、 熔融缩聚 .....	18
七、 溶液缩聚 .....	19
八、 界面缩聚 .....	20
九、 固相缩聚 .....	20
十、 聚合方法的选择 .....	21
<b>第四章 高分子的化学反应</b> .....	22
一、 物理因素 .....	22

二、 结构因素 .....	22
<b>第五章 聚合物的性能评价 .....</b>	<b>24</b>
一、 热分析方法 .....	24
二、 红外光谱法 .....	24
三、 核磁共振波谱法 .....	24
四、 凝胶渗透色谱法 .....	24
五、 电子显微镜法 .....	24
六、 表面分析能谱法 .....	25
七、 X 射线衍射和散射法 .....	25
<b>第六章 聚合物的分离和纯化 .....</b>	<b>26</b>
一、 溶解沉淀法 .....	26
二、 洗涤法 .....	26
三、 萃取法 .....	26
四、 聚合物胶乳的纯化 .....	27
五、 聚合物的干燥 .....	28
六、 聚合物的分级 .....	28
<b>第七章 化学试剂的精制方法 .....</b>	<b>30</b>
一、 蒸馏 .....	30
二、 重结晶 .....	33

## 第二篇 高分子化学实验项目

<b>第一部分 逐步聚合反应实验 .....</b>	<b>39</b>
实验一 聚己二酸乙二醇酯的制备 .....	39
实验二 聚苯胺的制备 .....	41
实验三 脲醛树脂的制备 .....	43
实验四 酸法酚醛树脂的制备 .....	44
实验五 碱法酚醛树脂的制备 .....	46
实验六 热塑性聚氨酯弹性体的制备 .....	48
实验七 泡沫塑料的制备 .....	51
实验八 聚氨酯泡沫塑料的制备 .....	53
实验九 尼龙-66 和尼龙-6 的制备 .....	55
实验十 双酚 A 型低分子量环氧树脂的制备 .....	58
<b>第二部分 自由基聚合实验 .....</b>	<b>62</b>
实验一 甲基丙烯酸甲酯本体聚合 .....	62
实验二 膨胀计法测定甲基丙烯酸甲酯本体聚合反应速率 .....	65

实验三	甲基丙烯酸甲酯、苯乙烯悬浮共聚合	68
实验四	丙烯酸的反相悬浮聚合	70
实验五	丙烯酰胺的反相乳液聚合	72
实验六	强酸型阳离子交换树脂的制备及其交换容量的测定	74
实验七	苯乙烯的悬浮聚合	77
实验八	醋酸乙烯酯的乳液聚合	80
实验九	苯乙烯的乳液聚合	82
实验十	丙烯酸酯的乳液聚合	84
实验十一	醋酸乙烯酯-丙烯酸酯的乳液共聚合	86
实验十二	离子交换树脂的制备	87
实验十三	苯乙烯与马来酸酐的交替共聚合	90
实验十四	醋酸乙烯酯的溶液聚合	92
实验十五	苯乙烯-丙烯酸正丁酯复合乳液的制备	93
实验十六	自由基共聚合竞聚率的测定	95
<b>第三部分 离子型聚合和开环聚合实验</b>		100
实验一	离子型引发剂甲醇钠的制备	100
实验二	阴离子聚合引发剂烷基钠的制备	101
实验三	苯乙烯的阳离子聚合	103
实验四	苯乙烯的阴离子聚合	104
实验五	四氢呋喃阳离子开环聚合	106
实验六	正丁基锂的制备和乙烯基类单体的阴离子聚合	107
实验七	二苯酮钾的制备和苯乙烯的阴离子聚合	110
实验八	由齐格勒-纳塔催化剂制备聚乙烯和聚丙烯	113
实验九	开环聚合	116
<b>第四部分 高分子化学反应实验</b>		120
实验一	丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物的制备	120
实验二	聚醋酸乙烯酯的醇解反应	122
实验三	醋酸纤维素的制备	124
实验四	苯乙烯-顺丁烯二酸酐共聚物的合成	126
实验五	聚乙烯醇缩甲醛的制备与分析	127
实验六	聚乙烯醇缩丁醛的制备	129
实验七	环氧氯丙烷交联淀粉的制备	130
实验八	线型聚苯乙烯的磺化	132
实验九	高吸水性树脂的制备	134
实验十	聚甲基丙烯酸甲酯的解聚反应	136
实验十一	聚丙烯酰胺的交联	137
实验十二	聚乙烯醇的制备	139
实验十三	羧甲基纤维素的合成	141



<b>第五部分 常用高分子的表征方法及特殊聚合反应</b> .....	144
实验一 红外光谱法分析聚合物的结构.....	144
实验二 端基分析法测定聚酯的分子量.....	146
实验三 黏度法测定高聚物的分子量.....	149
实验四 水质稳定剂——低分子量聚丙烯酸（钠盐）的合成.....	152
实验五 醋酸乙烯酯的分散聚合.....	153
实验六 引发剂分解速率及引发剂效率的测定.....	155
实验七 聚酯反应的动力学.....	158
实验八 丙烯酰胺的水溶液聚合及其共聚物的水解.....	160
实验九 苯乙烯的原子转移自由基聚合.....	162
<b>附录</b> .....	164
附录 1 酸值的测定.....	164
附录 2 羟值的测定.....	164
附录 3 环氧值的测定.....	165
附录 4 缩醛度的测定.....	165
附录 5 醇解度的测定.....	166
附录 6 结合丙烯腈含量的测定.....	166
附录 7 聚合物中双键含量的测定.....	167
附录 8 氯含量的测定.....	168
附录 9 常见聚合物的英文名称及缩写.....	168
附录 10 常见试剂的英文名称及相关物理性质.....	171
附录 11 常用引发剂的相关数据.....	172
附录 12 常用加热、冷却、干燥介质.....	173
附录 13 聚合物的某些物理性质.....	174
附录 14 各种聚合物的 $[\eta] = K\eta M^a$ 方程式的参数.....	176
附录 15 主要高聚物的溶剂和沉淀剂.....	198
附录 16 常用专业术语中英文对照.....	199
<b>参考文献</b> .....	202



第一篇

高分子化学实验基础



## 第一章 高分子化学实验室安全与防护

能够圆满地完成一项高分子化学实验，不仅仅意味着顺利地获得预期产物并对其结构进行充分的表征，更为重要的往往被忽视的是避免安全事故的发生。实验室的安全关系到个人人身安全和国家、集体的财产安全。在进行实验前必须加强安全学习，熟悉安全操作规程，做好安全预案。尤其是在实验过程中实验者必须坚持自己不被伤害，也不伤害他人，不被他人伤害。因为高分子化学的许多药品是有毒、易燃、易爆的，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，以下是高分子化学实验中常常要遵守的一些规章。

### 一、高分子化学实验室安全规则

(1) 准时上课，提前预习好实验，写出当天要进行实验的预习报告，上课时老师检查签字。

(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。实验公用的仪器、试剂使用后要放回原处，遗撒的试剂要及时清理、回收。

(4) 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，并在实验中仔细思考，实验中不要做与实验无关的事，不得擅自离开。实验室要保持安静，不准打闹，不准吃东西。

(5) 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。

(6) 实验室应保持干净、整洁，实验完毕安排值日生进行清扫。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。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。

### 二、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。

#### 1. 药品的存放

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。

一般常用试剂要分类存放，按有机物分成两大类，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。

## 2. 使用安全

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；慢性中毒也可在一定条件下发生，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累积性中毒。急性中毒除造成致命的危险外，一般危险性较低，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。

化学试剂使人体中毒的主要途径有吸入、经皮肤接触和经口服三种。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服的中毒。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、多环芳香烃等。
- (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。

正确规范的使用是安全的重要保证。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，支管处可用橡胶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，煤气灯和连接橡胶管在使用前也要检查，及时更换老化的橡胶管；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。

### 三、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) 爆炸 进行加热反应，若操作不当，有可能反应失控而导致玻璃反应器炸裂，导致实验人员受到伤害，在进行减压操作时玻璃仪器由于存在裂痕也可能发生爆炸，在这种情况下，应特别注意对眼睛的保护。高分子实验中所用的易爆物有偶氮类引发剂和有机过氧化物等。在进行纯化过程中，应避免高浓度、高温操作，应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，必要时在装置和操作人员之间放置保护屏。有些有机物遇氧化剂会发生猛烈爆炸或燃烧，操作时应特别小心。

(2) 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；酸碱灼伤时可用质量分数低于5%的碳酸氢钠和乙酸清洗。若接触硝基化合物、含磷有机物等，应先用乙醇擦洗，再用清水冲洗。

(3) 中毒 在分子实验中，会用到多种有机试剂，很多有机试剂具有毒性，如苯胺、硝基苯、苯酚等可通过皮肤或呼吸道被人体吸收，对人体造成伤害，在不经意时，手也可能沾上有毒物质，经口腔进入人体内。就是常规有机试剂，过多吸入对人体健康也是有害无益。因此使用有毒试剂应做到认真操作，妥善保管，残留物不得乱扔，应有效处理。在接触有毒和腐蚀性试剂时，必须戴上防护手套，操作完毕后立即洗手，切勿让有毒试剂触及五官及伤口。在进行有毒气体或腐蚀性气体的实验操作时，应在通风橱中进行，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。在实验室内不应饮食和喝水，养成工作完毕离开实验室之前洗手的习惯。若皮肤上溅有有毒物质，应根据其性质，采用适当方法进行清洗。

(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），清洗后仍觉得不适要马上到医院做进一步治疗。

(5) 触电 高分子实验过程中需要用到各种电气设备、实验仪器等，使用时应该严格按照仪器的操作说明进行。进入实验室应该严格检查实验室电源情况，所有实验室电源必须要在配电箱的漏电开关后引出，杜绝实验室私拉乱接电源盒采用临时电源供电。实验时对电源部分的控制一定要小心谨慎，注意不能湿手操作，对像电炉等一类有裸露导电部分的设备要注意不要有任何液体接触导电部分。

对使用大功率电气设备一定要格外小心，严格按照电气设备的额定功率配置电源线，避

免电源线发热造成漏电危险。

若发生触电事故时一定要第一时间断开电源，发生严重触电事故时必须按正确方法对受害者进行心肺复苏并同时拨打急救电话，由医生尽快处置。

(6) 外伤处理 实验室出现的外伤主要是玻璃器具损坏引起的外伤，如玻璃器皿破裂，温度计、搅拌杆或玻璃棒的折断，玻璃三通破裂等引起的伤害。因此在操作时应做到轻拿轻放，尤其是沾满聚合物的玻璃器皿的洗涤要特别小心。养成良好的器皿使用习惯，用完要放回原处。高分子实验过程中需要使用到的各种利器等也要特别小心。

总之在实验室进行实验研究要严格遵守实验室安全操作规则，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人身安全事故。

#### 四、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，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沙灭火，也可以使用灭火器。

(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物，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性命。

#### 五、“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) 有毒废气应处理。在实验中如产生有毒气体，应在通风橱中进行操作，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体排出，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、铅的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。

## 六、实验的准备与操作

### 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。通过预习需要了解以下几方面的内容。

(1) 实验目的和要求,实验原理。

(2) 写出实验步骤,最好用流程图,简明扼要;示意画出实验主要装置、仪器或设备图。

(3) 列出主要试剂药品(或物料)表,内容包括名称、规格、用量、相对密度、使用条件等;列出主要仪器设备一览表,其内容包括名称、型号、精确度、使用范围等。

(4) 根据实验内容,确定实验原始数据记录项目,一般内容应包括时间、温度、湿度、压力、操作内容、实验现象等。

(5) 注明实验注意事项,确定解决办法。整个预习报告一定要字迹清晰、可操作性强。

### 2. 课堂提问

指导老师在查阅完学生的预习报告后,一定要以提问的方式了解学生对本实验的预习情况,提出一些与实验相关的问题要求学生回答并如实记录回答问题情况。经指导老师同意后后方可开始实验,指导老师在课堂介绍后检查数据记录并签字以备后查。

### 3. 实验操作

指导老师演示完实验内容以后,在实验过程中,学生实验操作一定要按操作规程进行。实验数据经指导老师检查认可后学生方可结束实验,指导老师在原始数据上签字以备后查。

### 4. 纪律卫生

在实验过程中,学生一定要遵守实验纪律,禁止大声喧哗、随意走动、饮用或吃任何东西,始终保持实验室安静有序,保持实验室卫生,并在实验结束后认真打扫室内卫生并做好实验结束的收尾工作,经指导老师同意后方可离开。

### 5. 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。实验数据要记在专用的记录本上。

实验记录要简明扼要,大体上应包括实验日期、实验题目、原料的规格和用量、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。尽量用表格形式记录



数据。

### 6. 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。应该做到以下几点。

(1) 实验名称、日期、地点、环境条件、实验者及同组实验者姓名。

(2) 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。

(3) 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。

(4) 独立完成实验报告，实验报告应字迹工整、叙述简明扼要、结论清楚明了。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。

(5) 综合型、设计型实验除完成实验报告外，实验者应在老师的指导下写出研究论文。

总之，实验报告一定要做到真实、全面、清晰、准确无误。实验报告应同预习报告、实验原始记录一起在下次实验时提交给指导老师，无预习报告和原始记录者，指导老师有权拒收。

## 第二章 聚合机理

### 一、概述

高分子化学实验是一门高分子合成及其反应和聚合物性能研究的实验性科学。由低分子单体合成聚合物的反应总称为聚合反应。聚合物的反应机理是高分子合成的核心内容，学好聚合机理有助于从事高分子科研和学习的人员更好地掌握高分子材料的合成、精制、表征等方法，也能更好地为人类的生产生活服务。

1929年，Carothers借用有机化学中加成反应和缩合反应的概念，根据单体和聚合物之间的组成差异，将缩合反应分为加聚反应和缩聚反应。单体通过相互加成而形成聚合物的反应称为加聚反应。加聚物具有重复单元和单体分子式结构（原子种类和数目）相同、仅是电子结构（化学键方向和类型）有变化、聚合物相对分子质量是单体相对分子质量整数倍的特点。带有多个可相互反应的官能团的单体通过有机化学中各种缩合反应消去某些小分子而形成聚合物的反应称为缩聚反应。

1951年，Flory从聚合反应的机理和动力学角度出发，将聚合反应分为链式聚合和逐步聚合。链式聚合（也称为连锁聚合）需先形成活性中心 $R^*$ ，活性中心可以是自由基、阳（正）离子、阴（负）离子。聚合反应中存在诸如链引发、链增长、链转移、链终止等基元反应，各基元反应的反应速率和活化能差别很大。如果进一步划分，链式聚合又可按活性中心分为自由基聚合、阳离子聚合、阴离子聚合。而逐步聚合则可按动力学分为平衡缩聚和不平衡缩聚。如按大分子链结构又可分为线型缩聚和体型缩聚等。

Flory的分类方法由于涉及聚合反应本质，得到了人们的关注。尽管按照聚合反应机理进行分类有时也有不够明确的地方，但时至今日，对于新的聚合反应，科学家们仍然习惯于从聚合反应历程进行分类，如活性聚合、开环聚合、异构化聚合、基团转移聚合等。当然，现在的许多新的聚合反应虽然仍可归为某类传统的聚合类型，但其特征已有了明显不同。

### 二、逐步聚合

逐步聚合的特点是由一系列单体上所带的能相互反应的官能团间的有机反应所组成，在反应过程中，相互反应的官能团形成小分子而游离于大分子链之外，而单体上相互不反应的部分则连在一起形成大分子链。利用这一特性，可以很方便地进行分子设计，即把目标产物分解为一个个的基本单元，在每个单元接上可相互反应的活性基团形成单体，再使单体相互反应即可得到目标产物。

逐步聚合的另一特点是反应的逐步性，一方面由于反应的活化能高，体系中一般要加入催化剂；另一方面由于每一步反应都为平衡反应，因此影响平衡转移的因素都会影响到逐步聚合反应。从产物的分子链结构来看，逐步聚合可分为线型逐步聚合与体型逐步聚合两