

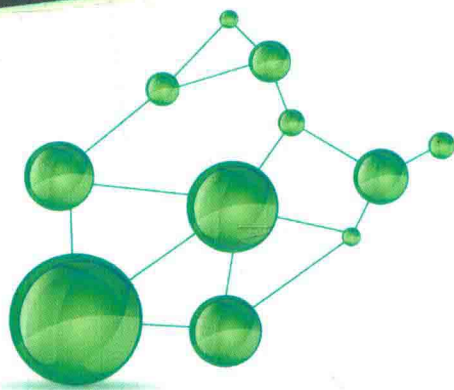
普通高等教育“十三五”规划教材

广东省精品资源共享课程“高分子化学”配套教材

高分子化学实验

GAOFENZI HUAXUE SHIYAN

● 张安强 吴水珠 洪良智 赵 颖 罗美香 编



华南理工大学出版社
SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

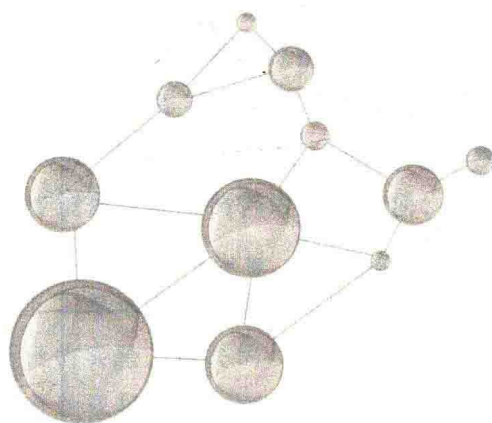
普通高等教育“十三五”规划教材

广东省精品资源共享课程“高分子化学”配套教材

高分子化学实验

● 张安强 吴水珠 洪良智 赵 颖 罗美香 编

常州大学图书馆
藏书章



华南理工大学出版社
SOUTH CHINA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

· 广州 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

高分子化学实验/张安强等编. —广州: 华南理工大学出版社, 2017. 12
广东省精品资源共享课程. 《高分子化学》配套教材
ISBN 978-7-5623-5418-5

I. ①高… II. ①张… III. ①高分子化学-化学实验-高等学校-教材
IV. ①O631.6

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 254583 号

高分子化学实验

张安强 吴水珠 洪良智 赵颖 罗美香 编

出版人: 卢家明

出版发行: 华南理工大学出版社

(广州五山华南理工大学 17 号楼, 邮编 510640)

<http://www.scutpress.com.cn> E-mail: scutel3@scut.edu.cn

营销部电话: 020-87113487 87111048 (传真)

责任编辑: 袁泽

印刷者: 虎彩印艺股份有限公司

开本: 787mm × 1092mm 1/16 印张: 4.25 字数: 100 千

版次: 2017 年 12 月第 1 版 2017 年 12 月第 1 次印刷

定价: 18.00 元

版权所有 盗版必究 印装差错 负责调换

前 言

高分子化学综合实验是“高分子化学”课程教学不可分割的有机组成部分，对于促进工科大学生进一步理解课堂理论知识并将其应用于实践，从而增强动手能力以及分析问题、解决问题的能力有重要的意义。华南理工大学作为传统的工科高校，我校的高分子化学综合实验在实验课程设置上紧紧围绕高分子合成化学的基本内容展开，设置了多个与自由基聚合、自由基共聚合、缩合聚合、聚合方法等相关实验，从知识点的角度看基本起到对高分子化学理论课教学的支撑作用。

2013 年“高分子化学”课程获批为“广东省精品开放课程”，作为该课程的重要组成部分，我们对“高分子化学综合实验”的课程指导、实验构成、设备配套等进行了大幅度的调整和更新。通过课程指导小组各位老师通力协作，并在学院实验中心的支持下，高分子化学综合实验无论在实验数量还是在实验质量上都有了很大的提升，目前已基本实现了人手一套聚合实验装置。在实验分组时，亦基本实现了一人一组、独立操作。近年来的教学实践表明，本科生独立进行实验操作，对培养其动手能力有重要的促进作用，这也是我们在具有工科特色的高分子化学教学中力图培养的一种重要能力。

值得一提的是，在近年的教学实践中，我们又尝试在不增加实验课时量的前提下，引入一些耗时较少，既具有一定趣味性，又包含诸多传统高分子化学实验未涵盖知识点的小型实验。如：包含可逆氢键交联概念的“PVA 凝胶实验”、有利于学生了解材料的使用特性的“交联聚丙烯酸钠颗粒的吸水特性”实验、包含配位/离子交联概念的“海藻酸钠的配位交联实验”等，既可有效利用传统聚合实验的闲暇等待时间，又可提高教学效果，激发了学生的学习兴趣。

本教材为华南理工大学“十三五”普通高等教育规划教材，教材中所列入的实验均为我校高分子材料与工程专业已经开设的实验，相关的实验亦拍摄了示范性视频，读者可通过访问“高分子化学”广东省精品开放课程网站（<http://202.38.194.132/gfz/>）获取。

在本教材的编写过程中，得到了华南理工大学材料科学与工程学院实验中心、高分子材料科学与工程系和华南理工大学出版社各位老师的无私帮助，在此深表谢意！

编 者

2017 年 7 月

目 录

第1章 高分子化学实验室安全防护	1
1.1 高分子化学实验室安全规定	1
1.2 实验室常见溶剂的溶解性和毒性	2
1.3 化学实验室常见危险品分类与危险图标示例	7
1.4 高分子化学实验学习要求	9
第2章 高分子化学基础实验技术	11
2.1 常见的聚合反应装置	11
2.2 聚合体系的除湿除氧	14
2.3 单体的纯化与储存	15
2.4 常见引发剂（催化剂）的提纯	16
2.5 聚合物的分离与提纯	16
2.6 常用玻璃仪器的洗涤和干燥及注意事项	19
2.7 化学实验室常见小故障处理方法	21
第3章 高分子化学实验指导	24
实验一 引发剂分解速率常数的测定	24
实验二 膨胀计法测定苯乙烯聚合反应速率常数	28
实验三 甲基丙烯酸甲酯（MMA）的本体聚合	32
实验四 苯乙烯-马来酸酐的共聚实验	34
实验五 苯乙烯的悬浮聚合	36
实验六 发泡聚氨酯的制备	39
实验七 界面缩聚法制备尼龙-66	42
实验八 人造雪实验（聚丙烯酸钠吸水特性）	46
实验九 PVA 胶泥实验	49
实验十 海藻酸钠的配位交联实验	53
附录 高分子化学实验常犯错误集锦	55

第1章 高分子化学实验室安全防护

1.1 高分子化学实验室安全规定

1.1.1 基本规则

(1) 实验前应充分预习，实验完成后应在规定时间内提交实验报告。

(2) 爱护仪器设备，凡有损坏和遗失仪器、工具和其它物品者，应填写报损单或进行登记。公用仪器、药品和工具等在称量和使用完毕应放回原处，节约水电、仪器和药品，避免浪费。

(3) 实验过程中应专心致志，认真如实地记录实验现象和数据，不得在实验过程中进行与实验无关的活动。实验结束后，记录需经指导老师批阅。

(4) 保持整洁的实验环境，不要乱撒药品、溶剂和其它废弃物，废弃溶剂和试剂倒入指定的回收容器内。实验结束后，整理实验台面，清洗使用过的仪器，由值日生打扫实验室，并经检查后方能离去。

(5) 严格遵守操作规范和安全制度，防止事故发生。如出现紧急情况，立即报告教师做及时处理。

学会普通实验仪器的维护和简单修理，是高年级本科生和研究生必须掌握的基本技能，也会为自己的论文研究工作带来许多方便。

1.1.2 高分子化学实验室安全规范

高分子化学实验经常使用易燃、有毒等危险试剂，为了防止事故的发生，必须完全遵守下列规范。

(1) 实验进行之前，应熟悉相关仪器和设备的使用，实验过程中严格遵守使用操作规范。

(2) 进入高分子化学实验室，必须佩戴塑料护目镜。

(3) 蒸馏易燃液体时，要保持塞子不漏气，同时保持接液管出气口的通畅。

(4) 使用水浴、油浴或加热套等进行加热操作时，不能随意离开实验岗位；进行回流和蒸馏操作时，冷凝水不能开得太大，以免水流冲破橡皮管或冲开接口。

(5) 如果出现火警，需保持镇静，立即移去周围易燃物品，切断火源，同时采取正确的灭火方法，将火扑灭。

(6) 禁止用手直接取剧毒、腐蚀性药品和其它危险药品，必须戴橡胶手套；严禁用嘴尝试一切化学试剂，严禁嗅闻有毒气体。在进行有刺激性、有毒气体或其它危险实验时，必须在通风橱中进行。

(7) 如果不慎有化学药品溅到脸部、眼部，必须立即停止实验，并到实验室的紧急冲洗处冲洗脸部和眼部；如果不慎有化学药品泼到头部或身上，造成大面积污染，必须立即停止实验，并到实验室的紧急冲洗处，用淋浴冲洗全身！

(8) 易燃、易爆、剧毒的试剂，应有专人负责保存于合适场所，不得随意摆放；取用和称量需遵从相关规定。

(9) 实验完毕，应检查电源、水阀和气体（氧气、氮气等）管道是否关闭，特别在暂时离开时，应交代他人代为照看实验过程。

1.2 实验室常见溶剂的溶解性和毒性

表 1-1 列出了实验室常见溶剂的溶解性和毒性与燃烧性，供参考。

表 1-1 实验室常见溶剂的溶解性和毒性与燃烧性

溶剂名称	沸点/℃ (101.3kPa)	溶解性	毒性与燃烧性
液氨	-33.4	能溶解碱金属和碱土金属	剧毒性、腐蚀性
液态二氧化硫	-10.1	溶解胺、醚、醇苯酚、有机酸、芳香烃、溴、二硫化碳，多数饱和烃不溶	剧毒
甲胺	-6.3	是多数有机物和无机物的优良溶剂，液态甲胺与水、醚、苯、丙酮、低级醇混溶，其盐酸盐易溶于水，不溶于醇、醚、酮、氯仿、乙酸乙酯	中等毒性，易燃
二甲胺	7.4	是有机物和无机物的优良溶剂，溶于水、低级醇、醚、低极性溶剂	强烈刺激性
石油醚	30 ~ 150	不溶于水，与丙酮、乙醚、乙酸乙酯、苯、氯仿及甲醇以上高级醇混溶	极度易燃，具强刺激性
乙醚	34.6	微溶于水，易溶于盐酸。与醇、醚、石油醚、苯、氯仿等多数有机溶剂混溶	麻醉性
戊烷	36.1	与乙醇、乙醚等多数有机溶剂混溶	低毒性
己烷	68.7	甲醇部分溶解，比乙醇高的醇、醚丙酮、氯仿混溶	低毒，麻醉性，刺激性
庚烷	98.4	与己烷类似	低毒，刺激性，麻醉性
辛烷	125.7	几乎不溶于水，微溶于乙醇，与醚、丙酮、石油醚、苯、氯仿、汽油混溶	低毒性，麻醉性

(续表)

溶剂名称	沸点/℃ (101.3kPa)	溶解性	毒性与燃烧性
环己烷	80.7	与乙醇、高级醇、醚、丙酮、烃、氯代烃、高级脂肪酸、胺类混溶	低毒，中枢抑制作用
二氯甲烷	39.75	与醇、醚、氯仿、苯、二硫化碳等有机溶剂混溶	低毒，麻醉性强
1,1-二氯乙烷	57.3	与醇、醚等大多数有机溶剂混溶	低毒，局部刺激性
1,1,1-三氯乙烷	74.0	与丙酮、甲醇、乙醚、苯、四氯化碳等有机溶剂混溶	低毒类溶剂
1,2-二氯乙烷	83.5	与乙醇、乙醚、氯仿、四氯化碳等多种有机溶剂混溶	高毒性、致癌
硝基甲烷	101.2	与醇、醚、四氯化碳、DMF 等混溶	麻醉性，刺激性
硝基乙烷	114	与醇、醚、氯仿混溶，溶解多种树脂和纤维素衍生物	局部刺激性较强
三氯乙烯	87.2	难溶于水，与乙醇、乙醚、丙酮、苯、乙酸乙酯、脂肪族氯代烃、汽油混溶	中等毒品，麻醉性
1,4-二氧六环	101.3	能与水及多数有机溶剂混溶，溶解能力很强	微毒，强于乙醚 2~3 倍
1,2-丙二醇	187.3	与水、乙醇、乙醚、氯仿、丙酮等多种有机溶剂混溶	低毒
二硫化碳	46.23	微溶于水，与多种有机溶剂混溶	麻醉性，强刺激性
丙酮	56.5	与水混溶，可混溶于乙醇、乙醚、氯仿、油类、烃类等多数有机溶剂	极度易燃，具刺激性
丁酮	79.6	与丙酮相似，与醇、醚、苯等大多数有机溶剂混溶	低毒，毒性强于丙酮
环己酮	155.7	与甲醇、乙醇、苯、丙酮、己烷、乙醚、硝基苯、石油脑、二甲苯、乙二醇、乙酸异戊酯、二乙胺及其它多种有机溶剂混溶	低毒类，有麻醉性，中毒几率比较小
三氯甲烷 (氯仿)	61.15	与乙醇、乙醚、石油醚、卤代烃、四氯化碳、二硫化碳等混溶	中等毒性，强麻醉性
四氢呋喃	66	与水、乙醇、乙醚、脂肪烃、芳香烃、氯化烃混溶	吸入微毒，经口低毒
甲醇	64.5	与水、乙醚、醇、酯、卤代烃、苯、酮混溶	中等毒性，麻醉性

(续表)

溶剂名称	沸点/℃ (101.3kPa)	溶解性	毒性与燃烧性
乙醇	78.3	与水、乙醚、氯仿、酯、烃类衍生物等有机溶剂混溶	微毒类，麻醉性，易燃，具刺激性
乙二醇	197.9	与水、乙醇、丙酮、乙酸、甘油、吡啶混溶，与氯仿、乙醚、苯、二硫化碳等难溶，对烃类、卤代烃不溶，溶解食盐、氯化锌等无机物	低毒类，可经皮肤吸收中毒
乙二醇一甲醚	124.6	与水、醛、醚、苯、乙二醇、丙酮、四氯化碳、DMF 等混溶	中毒类，易燃液体
乙二醇二甲醚	84 ~ 86	溶于水，与醇、醚、酮、酯、烃、氯代烃等多种有机溶剂混溶。能溶解各种树脂，还是二氧化硫、氯代甲烷、乙烯等气体的优良溶剂	吸入和经口低毒
乙二醇一乙醚	135.6	与乙二醇一甲醚相似，但是极性小，与水、醇、醚、四氯化碳、丙酮混溶	中毒类，二级易燃液体
丁醇	117.7	与醇、醚、苯混溶	低毒，大于乙醇3倍
异丙醇	82.40	与乙醇、乙醚、氯仿、水混溶	微毒，类似乙醇
环己醇	161	与醇、醚、二硫化碳、丙酮、氯仿、苯、脂肪烃、芳香烃、卤代烃混溶	低毒，无血液毒性，刺激性
苕醇	205.45	与乙醇、乙醚、氯仿混溶，20℃在水中溶解度为3.8%	低毒，黏膜刺激性
二甘醇	244.8	与水、乙醇、乙二醇、丙酮、氯仿、糠醛混溶，与乙醚、四氯化碳等不混溶	微毒，经皮吸收，刺激性小
三氟代乙酸	71.78	与水、乙醇、丙酮、乙醚、苯、四氯化碳、己烷混溶，溶解多种脂肪族、芳香族化合物	吸入、口服或经皮肤吸收对身体有害。对眼睛、皮肤、黏膜和呼吸道有强烈的刺激作用
四氯化碳	76.75	与醇、醚、石油醚、石油脑、冰醋酸、二硫化碳、氯代烃混溶	毒性最强
乙酸	118.1	与水、乙醇、乙醚、四氯化碳混溶，不溶于二硫化碳及C ₁₂ 以上高级脂肪烃	低毒，浓溶液毒性强

(续表)

溶剂名称	沸点/℃ (101.3kPa)	溶解性	毒性与燃烧性
乙酸乙酯	77.2	与醇、醚、氯仿、丙酮、苯等大多数有机溶剂混溶，能溶解某些金属盐	低毒，麻醉性
乙酸丁酯	126.1	优良有机溶剂，广泛应用于医药行业，还可以用作萃取剂	一般条件毒性不大
苯	80.1	难溶于水，与甘油、乙二醇、乙醇、氯仿、乙醚、四氯化碳、二硫化碳、丙酮、甲苯、二甲苯、冰醋酸、脂肪烃等大多有机物混溶	强烈毒性
甲苯	110.6	不溶于水，与甲醇、乙醇、氯仿、丙酮、乙醚、冰醋酸、苯等有机溶剂混溶	低毒类，麻醉作用
二甲苯	138.5 ~ 141.5	不溶于水，与乙醇、乙醚、苯、烃等有机溶剂混溶，乙二醇、甲醇、2-氯乙醇等极性溶剂部分溶解	一级易燃液体，低毒类
邻二甲苯	144.4	不溶于水，与乙醇、乙醚、氯仿等混溶	一级易燃液体
间二甲苯	139.1	不溶于水，与醇、醚、氯仿混溶，室温下溶解乙腈、DMF等	一级易燃液体
对二甲苯	138.35	不溶于水，与醇、醚和其它有机溶剂混溶	一级易燃液体
氯苯	131.69	能与醇、醚、脂肪烃、芳香烃、有机氯化物等多种有机溶剂混溶	低于苯，损害中枢系统
硝基苯	210.9	几乎不溶于水，与醇、醚、苯等有机物混溶，对有机物溶解能力强	剧毒，可经皮肤吸收
乙腈	81.6	与水、甲醇、乙酸甲酯、乙酸乙酯、丙酮、醚、氯仿、四氯化碳、氯乙烯及各种不饱和烃混溶，但是不与饱和烃混溶	中等毒性，大量吸入蒸气，引起急性中毒
丙腈	97.35	溶解醇、醚、DMF、乙二胺等有机物，与多种金属盐形成加成有机物	高毒性，与氢氰酸相似
丁二腈	267	溶于水，易溶于乙醇和乙醚，微溶于二硫化碳、己烷	中等毒性
吡啶	115.3	与水、醇、醚、石油醚、苯、油类混溶。能溶多种有机物和无机物	低毒，皮肤黏膜刺激性

(续表)

溶剂名称	沸点/℃ (101.3kPa)	溶解性	毒性与燃烧性
4-甲基-2-戊酮	115.9	能与乙醇、乙醚、苯等大多数有机溶剂和动植物油相混溶	毒性和局部刺激性较强
乙二胺	117.3	溶于水、乙醇、苯和乙醚，微溶于庚烷	刺激皮肤、眼睛
三乙胺	89.6	微溶于水，易溶于氯仿、丙酮，溶于乙醇、乙醚	易爆，皮肤黏膜刺激性强
N,N-二甲基甲酰胺 (DMF)	153.0	与水、醇、醚、酮、不饱和烃、芳香烃等混溶，溶解能力强	低毒
N,N-二甲基乙酰胺	166.1	溶解不饱和脂肪烃，与水、醚、酯、酮、芳香族化合物混溶	微毒类
N,N-二甲基苯胺	193	微溶于水，能随水蒸气挥发，与醇、醚、氯仿、苯等混溶，能溶解多种有机物	抑制中枢和循环系统，经皮肤吸收中毒
甲酰胺	210.5	与水、醇、乙二醇、丙酮、乙酸、二氧六环、甘油、苯酚混溶，几乎不溶于脂肪烃、芳香烃、醚、卤代烃、氯苯、硝基苯等	皮肤、黏膜刺激性、经皮肤吸收
乙酰胺	221.15	溶于水、醇、吡啶、氯仿、甘油、热苯、丁酮、丁醇、苄醇，微溶于乙醚	毒性较低
N-甲基甲酰胺	180~185	与苯混溶，溶于水和醇，不溶于醚	一级易燃液体
乙二醇碳酸酯	238	与热水、醇、苯、醚、乙酸乙酯、乙酸混溶，干燥醚、四氯化碳、石油醚、CCl ₄ 中不溶	毒性低
醋酸酐	140	溶于乙醇、乙醚、苯	有腐蚀性、催泪性
糠醛	161.8	与醇、醚、氯仿、丙酮、苯等混溶，部分溶解低沸点脂肪烃，无机物一般不溶	有毒品，刺激眼睛，催泪
苯酚 (石炭酸)	181.2	溶于乙醇、乙醚、乙酸、甘油、氯仿、二硫化碳和苯等，难溶于烃类溶剂，65.3℃以上与水混溶，65.3℃以下分层	高毒类，对皮肤、黏膜有强烈腐蚀性，可经皮肤吸收中毒
二甲亚砜	189	与水、甲醇、乙醇、乙二醇、甘油、乙醛、丙酮乙酸乙酯吡啶、芳烃混溶	微毒，对眼有刺激性
甲酚	210	微溶于水，能与乙醇、乙醚、苯、氯仿、乙二醇、甘油等混溶	低毒类，腐蚀性与苯酚相似

(续表)

溶剂名称	沸点/℃ (101.3kPa)	溶解性	毒性与燃烧性
邻甲酚	190.9	微溶于水，能与乙醇、乙醚、苯、氯仿、乙二醇、甘油等混溶	参照甲酚
间甲酚	202.7	参照甲酚	与甲酚相似
对甲酚	201.9	参照甲酚	与甲酚相似
N-甲基吡咯烷酮	202	与水混溶，除低级脂肪烃，可以溶解大多无机物、有机物，极性气体、高分子化合物	毒性低，不可内服
六甲基磷酸三酰胺 (HMTA)	233	与水混溶，与氯仿络合，溶于醇、醚、酯、苯、酮、烃、卤代烃等	较大毒性
喹啉	237.1	溶于热水、稀酸、乙醇、乙醚、丙酮、苯、氯仿、二硫化碳等	中等毒性，刺激皮肤和眼睛
环丁砜	287.3	几乎能与所有有机溶剂混溶，除脂肪烃外能溶解大多数有机物	毒性低
甘油	290	与水、乙醇混溶，不溶于乙醚、氯仿、二硫化碳、苯、四氯化碳、石油醚	适量食用对人体无害

1.3 化学实验室常见危险品分类与危险图标示例

1.3.1 化学实验室常见危险品分类

依据《化学品分类和危险性公示 通则》（GB 13690—2009）和《化学品分类和危险性象形图标识 通则》（GB/T 24774—2009），我国将危险化学品按照其危险性划分为 3 大类（理化危险、健康危险和环境危险）28 小项，如表 1-2 所示。

表 1-2 危险化学品分类

危险类别	危险化学品及危险性
1. 理化危险	1.1 爆炸物
	1.2 易燃气体
	1.3 易燃气溶胶
	1.4 氧化性气体
	1.5 压力下气体
	1.6 易燃液体
	1.7 易燃固体
	1.8 自反应物质或混合物
	1.9 自燃液体
	1.10 自燃固体

(续表)

危险类别	危险化学品及危险性
1. 理化危险	1.11 自热物质和混合物 1.12 遇水放出易燃气体的物质或混合物 1.13 氧化性液体 1.14 氧化性固体 1.15 有机过氧化物 1.16 金属腐蚀剂
2. 健康危险	2.1 急性毒性 2.2 皮肤腐蚀/刺激 2.3 严重眼损伤/眼刺激 2.4 呼吸或皮肤过敏 2.5 生殖细胞致突变性 2.6 致癌性 2.7 生殖毒性 2.8 特异性靶器官系统毒性——一次接触 2.9 特异性靶器官系统毒性——反复接触 2.10 吸入危险
3. 环境危险	3.1 急性水生毒性 3.2 慢性水生毒性

1.3.2 化学实验室常见危险图标示例

化学实验室常见危险品的图标示例如下：





1.4 高分子化学实验学习要求

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。一次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。

1.4.1 实验预习

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。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？做这个实验会有什么收获？预习过程要做到看（实验教材和相关资料）、查（重要数据）、问（提出问题）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及其解决方法。

除了高分子化学课程所开设的实验之外，高年级学生在完成毕业论文时，还会接触到

更多的新的实验,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,不明白之处要不耻下问。自己做实验时,玻璃仪器和电器皆需要自己准备,不要事到临头缺三少四,影响实验的正常进行。

1.4.2 实验操作

高分子化学实验一般需要较长时间,实验过程中需要仔细操作、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,进一步明确实验步骤、操作要点和注意事项。

(2) 搭置实验装置、加入化学试剂和调节实验条件,应按照拟定的步骤进行,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其他人请教;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。经指导老师查阅实验记录后,方可离开实验室。

注 意

(1) 实验过程中产生的废液,全部倒入实验台上的废液瓶中,一律不得倒入下水道!实验结束后,统一将废液瓶中的废液倒入实验室指定的废液桶中。

(2) 实验过程中,统一佩戴塑料护目镜;接触化学药品,要求戴一次性橡胶手套;接触热的仪器,要求戴棉纱手套。

1.4.3 高分子化学实验报告的基本要求

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:

(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、结论清楚明了。

(4) 一份完整的高分子化学实验报告包括以下内容: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(或结果和讨论)、思考题的回答等。

第2章 高分子化学基础实验技术

高分子化学是一门实验性很强的学科，作为基本技能的训练，高分子化学实验是高分子教学的重要环节。高分子化学与有机化学有着密切的关系，许多高分子合成反应都是在有机合成反应的基础上建立和发展起来的，因此，高分子化学实验技术也是建立在有机化学实验技术的基础之上的，许多基本操作都有共同之处。但是高分子合成毕竟不同于有机合成，对反应的实施与控制有自己的特点，对仪器设备要求也有所不同，因此有必要进行专门的高分子化学实验技能的训练。在进行专门的高分子合成技术论述前，有必要简要地介绍高分子化学实验中一些常用的基础技术。

2.1 常见的聚合反应装置

在实验室中，大多数的聚合反应可在磨口三颈瓶（也称三口烧瓶）或四颈瓶（也称四口烧瓶）中进行，常见的反应装置如图2-1所示，一般带有搅拌器、冷凝管和温度计，若需滴加液体反应物，则需配上滴液漏斗。在反应体系的黏度不是很高、反应的总量不是很多的情况下，搅拌器常用磁力搅拌器代替机械搅拌器，因前者在反应体系的密封上更易于控制；当反应体系采用水浴或油浴控制时，如果反应瓶体积不是很大，反应过程中的放热或吸热不显著，亦可将温度计插入水浴或油浴中，以水浴或油浴温度作为反应物温度。

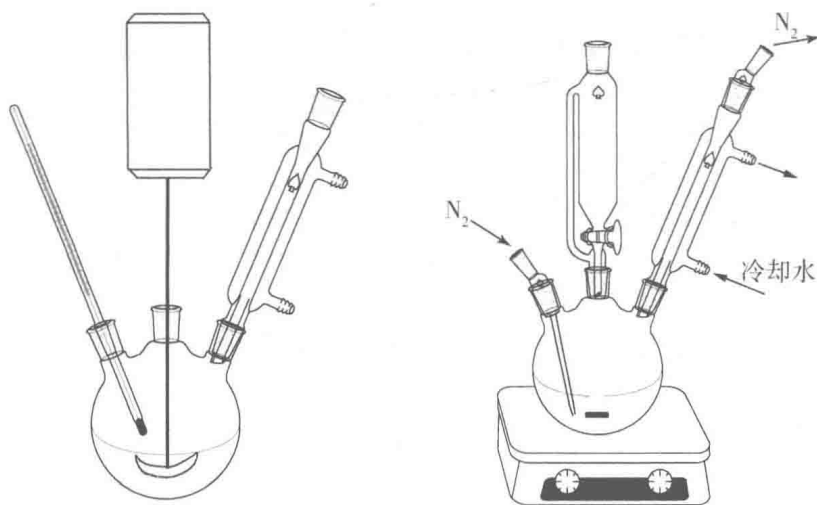


图2-1 常见的三颈瓶反应装置

为防止反应物特别是挥发性反应物的逸出，搅拌器与瓶口之间应有良好的密封。如图2-2a所示的聚四氟乙烯搅拌器为常用的搅拌器，由搅拌棒和高耐腐蚀性的标准口聚四氟乙烯搅拌头组成。搅拌头包括两部分，两者之间常配有橡胶密封圈，该密封圈也可用聚四氟乙烯膜缠绕搅拌棒压成饼状来代替。由于聚四氟乙烯具有良好的自润滑性能和密封性能，

因此既能保证搅拌顺利进行,也能起到很好的密封作用;搅拌棒是带活动聚四氟乙烯搅拌桨的金属棒,通过活动搅拌桨的开合,不仅能非常方便地进出反应瓶,而且还能以不同的打开角度来适应实际需要(如虚线所示)。为了得到更好的搅拌效果,也可根据需要用玻璃棒烧制各种特殊形状的搅拌棒(桨)(图2-2b)。

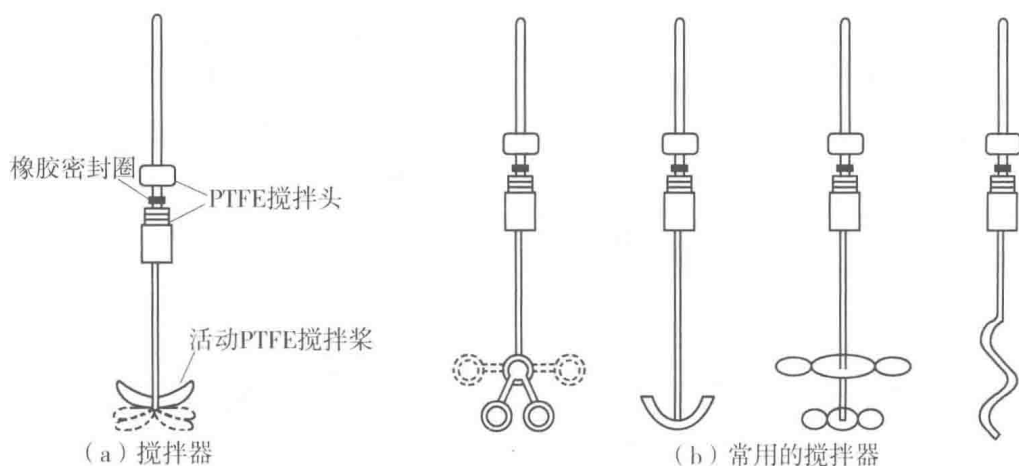


图2-2 实验室常用搅拌器

以上反应装置适合于不需要氮气保护的聚合反应场合,若需氮气保护的聚合反应,则需相应地添加通氮装置。为保证良好的保护效果,单单只向体系中通氮气常常是不够的,还需先对反应体系进行除氧处理。在反应过程中,为防止氧气和湿气从反应装置的各接口处渗入,必须使反应体系保持一定的氮气正压。常用氮气保护反应装置见图2-3。其中,图2-3a适合于对除氧要求不是十分严格的聚合反应。若反应是在回流条件下进行,则在开始回流后,由于体系本身的蒸气可起到隔离空气的作用,因此可停止通氮。图2-3b适合于对除氧除湿相对较严格的聚合体系。在反应开始前,可先加入固体反应物(也可将固体反应物配成溶液后,以液体反应物形式加入),然后调节三通活塞,抽真空数分钟后,再调节三通活塞充入氮气,如此反复数次,使反应体系中的空气完全被氮气置换。之后在氮气保护下,用注射器把液体反应物由三通活塞加入反应体系,并在反应过程中始终保持一定的氮气正压。

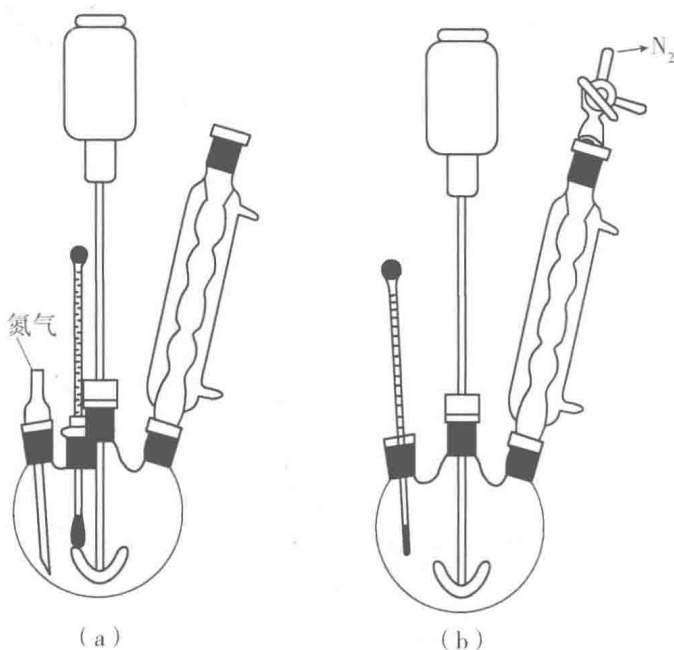


图2-3 氮气保护反应装置

对于体系黏度不大的溶液聚合体系也可以使用磁力搅拌器,特别是对除氧除湿要求较