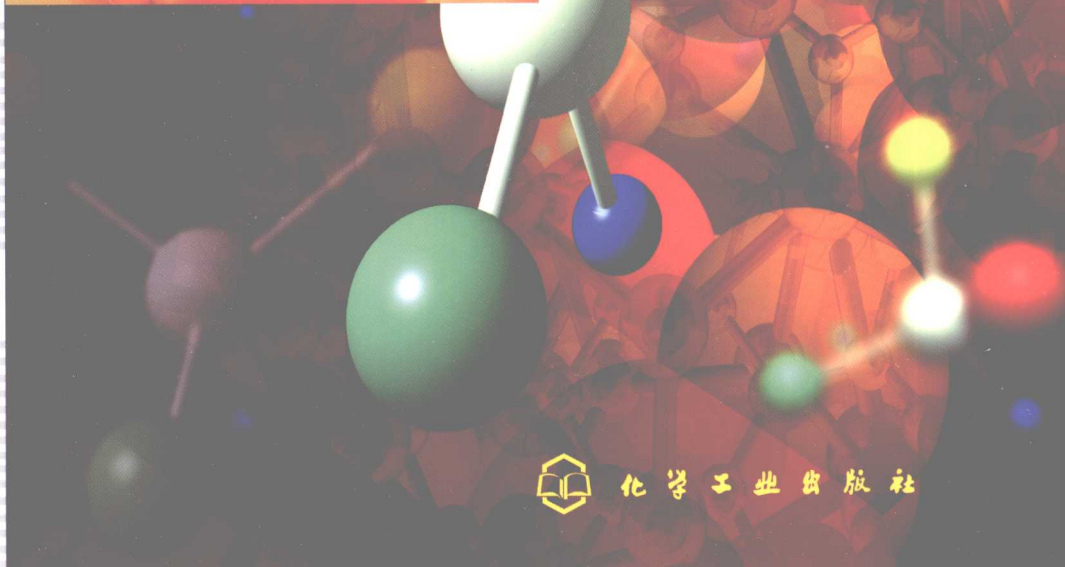
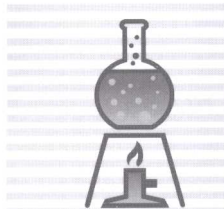
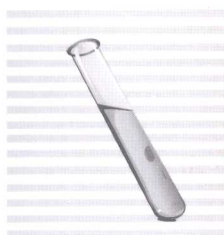
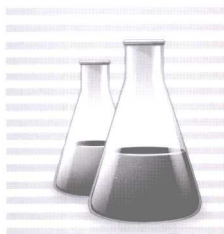


高等学校教材

微型高分子化学实验

第二版

李青山 编著



化学工业出版社

10752 = 2

高等学校教材

微型高分子化学实验

(第二版)



化学工业出版社

· 北京 ·

微型化学实验是近 20 年来发展很快的一种化学实验的新方法、新技术。本书是新世纪第一部有关高分子微型化学实验的教科书，它首先对 20 年来微型化学实验的创造过程进行介绍，然后按高分子化学制备原理，分别给出了连锁聚合、逐步聚合、聚合物的化学反应等制备高聚物的微型化学实验方法，也包括一些主要单体、助剂的微型化学制备。

本书图文并茂，实验理论与仪器设备相结合，旨在培养学生的创新思维和发明能力，并倡导绿色环保理念。

本书可作为高分子相关专业的本科生、研究生的教学用书，也可供高分子科研工作者参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

微型高分子化学实验/李青山编著. —2 版. —北京: 化学工业出版社, 2009. 7

高等学校教材

ISBN 978-7-122-05639-9

I. 微… II. 李… 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 (2009) 第 086661 号

责任编辑: 杨 菁 陶艳玲

装帧设计: 杨 北

责任校对: 吴 静

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 17 字数 409 千字 2009 年 8 月北京第 2 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: 36.00 元

版权所有 违者必究

省试剂 少污染
安全省时 激发兴趣
强化动手能力
培养创新思维
树立环保意识

周宁怀

中国微型实验研究中心主任周宁怀教授题辞：省试剂、少污染、安全省时，激发兴趣，强化动手能力，培养创新思维，树立环保意识。

化学实验的微型化
是实验教学的一个新发展
强化实验训练,节约试剂,
减少污染,一举多得,值得推广。

沈家骢
2007/05/30
于杭州

中国科学院院士 浙江大学沈家骢教授题辞：化学实验的微型化是实验教学的一个新发展、强化实验训练、节约试剂、减少污染、一举多得、值得推广。

2007.5.30 为全国第七届微型实验大学题辞

前 言

微型化学实验是美国 Mayo 博士等 1982 年在 Bowsoin 学院、Bown 大学的有机化学实验中开始使用的。两年后，在 187 届美国化学年会上他们报告了此项工作，受到关注。美国化学教育杂志刊出了他们的系列论文，1986 年 Mayo 编著的《微型有机化学实验》出版掀起全球推广微型实验的浪潮。1988 年底杭州师范学院（现杭师大）周宁怀教授在北京大学举行的高校化学教育研究中心第二次学术会议上，介绍了国外微型化学实验的发展与应用情况，并率先在国内立项开展系列研究，于 1992 年出版了国内第一部《微型化学实验》专著。在此期间，李青山等人在武汉大学采用微量有机制备仪，探索高分子功能单体的合成路线与工艺条件，合成了丙烯酰基苯并三氮唑等，并研究了光自引发反应，首先开始了微型高分子化学实验研究。在 1998 年 4 月全国第四届微型化学大会上，首次设立微型高分子化学实验分会场，发表交流了系列论文。

初版《微型高分子化学实验》是在《微型有机化学实验》、《微型无机化学实验》、《高分子化学合成与表征技术》等教材的基础上，经大量试验摸索和教学实践，而编著完成，于 2003 年出版的。该书作为新世纪的第一部有关高分子微型化学实验的教科书，对 20 年来微型化学实验的发展创造过程进行研究归纳，再按高分子化学制备原理，分别给出了连锁聚合、逐步聚合、大分子反应等制备高聚物的微型化学实验方法，还包括一些单体、助剂的微型化学制备方法。实践表明，采用本教材可以实现用少量的原料、在较短的时间里、高质量地完成高分子化学实验基础训练，且实验的安全性好。这对于学生掌握高分子合成原理和合成技术有重要作用，更有利于环境保护意识和学生的创新精神与实践能力的培养，因此本教材被认为是体现绿色化学理念、有利于生态文明建设的一项成果，受到国内外同行专家的重视。2006 年 10 月中国微型化学实验研究中心和教育部高分子教学指导委员会联合召开的全国微型高分子化学实验研讨会上，一致推荐化学工业出版社再版此书。

为加强国际学术交流，在本书后半部，刊有部分章节的英文译文。这是一种新尝试，希冀有助于境外学者了解国内微型高分子化学的工作——这是我国微型化学实验进展的亮点之一——提升我国微型实验在国际学术界的影响有积极作用；同时还可试作专业课的双语教材。当然，这些想法落实情况与教学效果，还有待实践检查。我们衷心期待广大读者，特别是使用本书的师生、专家学者的批评指正意见。

在编著、再版本书过程中，作者有幸得到了黄葆同院士的鼓励和指导，并参照先生译校的《聚合物合成和表征技术》中的实验做了许多微型化试验并收录于书中。在此向黄院士和各位老师表示衷心的感谢！四川大学顾宜教授，东华大学王庆瑞教授、沈新元教授、潘婉莲高级工程师，浙江大学沈家骢院士、郑强教授、杨慕杰教授，大连理工大学蹇锡高教授、朱秀玲博士，河北大学高峻刚教授，华南热带农产品加工设计研究所李思东教授，上海交通大学颜德岳院士、周持兴教授、任杰教授，郑州大学汤克勇教授、王径武教授，中国科技大学张其锦教授、潘才元教授，中国科学院长春应用化学研究所李悦生研究员、李滨耀研究员，

中国科学院技术物理研究所吴世康教授、姜永才研究员；中国科学院化学研究所董金勇教授、白凤莲教授，中山大学叶大铿教授，武汉大学卓仁禧院士，北京大学李福棉教授、周其凤院士等都对作者的工作给予关心与帮助，在此一并表示衷心的感谢！

本书再版得到燕山大学特色教材专项经费资助，特此致谢。

李青山

2009年5月

第一版前言

微型化学实验是 Mayo 1982 年在美国 Bowsoin 学院、Bown 大学的有机化学实验中首先提出。1984 年在 187 届美国化学年会上首次报告了微型化学实验工作。美国化学教育杂志刊出了他们的系列论文，1986 年 Mayo 编著的《微型有机化学实验》正式出版。1988 年杭州师范学院周宁怀教授在北京大学举行的高等学校化学教育研究中心第二次学术会议上，介绍了国外微型化学实验在化学教育中的应用情况。首先在国内立项研究，并出版了国内第一部专著。在此期间李青山等人在武汉大学曾用微量有机制备仪探索功能单体的合成路线与工艺条件，合成了丙烯酰基苯并三氮唑等，并研究了光自引发反应。首先开始了微型高分子化学实验研究。在 1998 年 4 月全国第四届微型化学大会上，首次列出微型高分子化学实验分会场，并发表了系列论文，还交流了微型离子聚合实验等。

《微型高分子化学实验》是在《微型有机实验》、《微型无机实验》、《高分子化学合成与表征技术》基础上编著而成。本书作为新世纪的第一部有关高分子微型化学实验的教科书，首先对 20 年来微型化学实验的发展创造过程进行研究。然后按高分子化学制备原理，分别给出了连锁聚合、逐步聚合、大分子反应等制备高聚物的微型化学实验方法，也包括一些单体、助剂的微型化学制备方法。对于学生印证高分子合成原理、掌握高分子化学合成技术具有重要意义。特别是有利于环境保护，用少量的原料、较少的时间，完成高分子化学实验基础训练。同时，也保证了实验的安全性，也为培养学生的创新精神和实践能力、观察能力提供了物质基础和实验方法与技术，是一种代表着绿色化学、环境友好材料的发展方向的研究成果。

因此，由高分子专业教材、教学指导委员会推荐在化学工业出版社出版此书，必将对我国高分子本科教育和更多的人了解掌握高分子合成与反应技术起到促进作用，在编著、出版微型高分子化学实验过程中得到了黄葆同院士的鼓励和指导、并参照先生译校的《聚合物合成和表征技术》中的实验做了大量微型高分子聚合反应实验。在此向黄葆同院士和各位老师表示衷心的感谢！对四川大学顾宜教授；东华大学王庆瑞教授、沈新元教授、潘婉莲高级工程师；浙江大学郑强教授、杨慕杰教授；大连理工大学蹇锡高教授、朱秀玲博士；河北大学高峻刚教授；华南热带农产品加工设计研究所李思东教授；上海交通大学周持兴教授、任杰教授；郑州大学汤克勇教授、王径武教授；中国科技大学潘才元教授；中国科学院长春应用化学研究所李悦生研究员、李滨耀研究员；中国科学院技术物理研究所吴世康教授、姜永才研究员；中国科学院化学研究所白凤莲教授；中山大学叶大镗教授；武汉大学卓仁禧院士、北京大学李福棉教授、周其凤院士等的关心与帮助，表示感谢！

李青山

2003 年 3 月

目 录

0. 微型高分子实验操作规程	1
0.1 高分子实验规则	1
0.2 高分子实验室意外灾害、伤害处理办法	1
0.3 实验程序	2
1. 微型化学实验创造工程研究	4
1.1 微型高分子化学实验简介	4
1.2 微型高分子化学实验的发展	4
1.2.1 微型化学实验崛起的历史背景	4
1.2.2 国外微型有机实验的发展	5
1.2.3 中国微型实验的现状	7
1.3 微型化学实验的仪器	9
1.3.1 国外的微型有机实验仪器	9
1.3.2 国产微型成套玻璃仪器	10
1.4 微型实验与思维创新教育	14
参考文献	15
2. 微型高分子化学实验基本操作和技术	17
2.1 无氧和无湿气下的操作	17
2.1.1 液体的干燥	17
2.1.2 固体的干燥	18
2.1.3 气体的净化与干燥	19
2.1.4 有毒气体的吸收	19
2.2 仪器的洗涤物质的量取与加热	20
2.2.1 玻璃仪器的洗涤、清洁与干燥	20
2.2.2 物质的称量与量取	21
2.2.3 加热反应	21
2.2.4 冷却	23
2.3 原料纯化与产物精制	24
2.3.1 蒸馏	24
2.3.2 过滤	28
2.3.3 萃取	30
2.3.4 重结晶、重沉淀	33
2.3.5 升华	35
2.4 搅拌与密封	36
2.5 物理常数测定	38

2.5.1	熔点的测定	38
2.5.2	沸点的测定	41
2.5.3	物质密度测定	42
2.5.4	折射率的测定	42
2.5.5	旋光度的测定	43
2.6	色谱法	43
2.6.1	柱色谱	44
2.6.2	纸色谱	45
2.6.3	薄层色谱	45
2.6.4	气相色谱	47
2.6.5	高效液相色谱	48
2.6.6	毛细管电泳	50
2.7	微型高分子化学制备仪	51
3.	连锁聚合反应合成高分子化合物聚合实验	52
3.1	自由基均聚合	52
3.1.1	用过氧化物引发的聚合反应	56
实验 3-01	苯乙烯的本体热聚合 (温度的影响)	57
实验 3-02	过氧化苯甲酰引发苯乙烯聚合 (引发剂浓度的影响)	58
实验 3-03	过硫酸钾引发苯乙烯乳液聚合	58
实验 3-04	丙烯酰基苯并三氮唑 (ABT) 光自引发聚合	58
实验 3-05	过氧化苯甲酰引发甲基丙烯酸甲酯本体聚合	59
实验 3-06	过氧化苯甲酰引发乙酸乙烯酯本体聚合	59
实验 3-07	过硫酸铵引发乙酸乙烯酯水相分散聚合	60
实验 3-08	过硫酸铵引发丙烯腈溶液聚合	61
实验 3-09	乙酸乙烯酯的珠状聚合	61
实验 3-10	过硫酸钾引发甲基丙烯酸水溶液聚合	62
3.1.2	用偶氮化合物作引发剂的聚合	62
实验 3-11	偶氮二异丁腈引发苯乙烯本体聚合 (引发剂浓度的影响)	62
实验 3-12	AIBN 引发苯乙烯本体聚合的膨胀计法动力学分析实验	63
实验 3-13	偶氮二异丁腈引发苯乙烯溶液聚合转化率-时间曲线	64
实验 3-14	AIBN 引发的苯乙烯溶液聚合 (单体浓度的影响)	64
实验 3-15	AIBN 引发甲基丙烯酸甲酯本体聚合	65
实验 3-16	AIBN 引发 MMA 本体聚合	65
3.1.3	用氧化还原体系作为引发剂的聚合	66
实验 3-17	氧化还原体系引发丙烯酰胺水溶液聚合	67
实验 3-18	聚丙烯酰胺的凝胶渗透色谱分级	67
实验 3-19	氧化还原体系引发丙烯腈水相沉淀聚合	68
实验 3-20	氧化还原体系引发异戊二烯乳液聚合	69
实验 3-21	氧化还原体系引发有机溶剂中苯乙烯聚合	70
实验 3-22	氧化还原体系引发甲醇中氯乙烯沉淀聚合	70

3.2 离子型均聚反应	71
3.2.1 通过 C=C 键的离子型聚合	71
3.2.1.1 用 Lewis 酸作引发剂的聚合	74
实验 3-23 气体 BF ₃ 引发异丁烯低温聚合	75
实验 3-24 三氟化硼乙醚络合物引发乙烯基异丁基醚低温聚合	75
实验 3-25 N-乙烯基咪唑溶液聚合	76
实验 3-26 α-甲基苯乙烯在溶液中的阳离子聚合	76
3.2.1.2 用有机金属化合物作为引发剂的聚合	76
实验 3-27 在溶液中用正丁基锂制备全同和间同聚甲基丙烯酸甲酯	77
实验 3-28 正丁基锂引发异戊二烯本体定向聚合 (顺 1,4-聚异戊二烯的制备)	78
实验 3-29 正丁基锂引发异戊二烯溶液聚合 (3,4-聚异戊二烯的制备)	78
实验 3-30 红外光谱法研究聚双烯烃结构	79
3.2.1.3 用 Ziegler-Natta 引发剂的聚合	79
实验 3-31 Ziegler-Natta 引发剂引发乙烯聚合	80
实验 3-32 用 Ziegler-Natta 催化剂催化丙烯定向聚合	81
实验 3-33 Ziegler-Natta 催化剂催化苯乙烯定向聚合	82
实验 3-34 Ziegler-Natta 催化剂催化丁二烯定向聚合 (顺 1,4-聚丁二烯)	82
3.2.2 通过 C=O 键的离子聚合	84
实验 3-35 甲醛在溶液中的阴离子沉淀聚合	84
实验 3-36 三氯乙醛在溶液中的阴离子沉淀聚合	85
3.2.3 通过 N=C 键的离子聚合	85
实验 3-37 氰化钠引发异氰酸正丁酯溶液聚合	86
3.2.4 开环聚合	86
3.2.4.1 环醚的开环聚合	86
实验 3-38 BF ₃ 乙醚络合物和引发四氢呋喃聚合	87
3.2.4.2 环缩醛的开环聚合	88
实验 3-39 BF ₃ 乙醚络合物和引发三聚甲醛聚合	88
3.2.4.3 环内酯的开环聚合	89
实验 3-40 有机铝化合物引发的 β-丙内酯本体聚合	89
3.2.4.4 内酰胺的开环聚合	90
实验 3-41 本体法制备聚 ε-己内酰胺	90
3.3 共聚合反应实验	91
3.3.1 无规共聚	91
实验 3-42 苯乙烯和甲基丙烯酸甲酯的共聚	95
实验 3-43 苯乙烯和对-氯苯乙烯的自由基共聚 (竞聚率的测定)	96
实验 3-44 苯乙烯和对-氯苯乙烯的阳离子共聚 (竞聚率的测定)	97
实验 3-45 苯乙烯和丙烯腈的自由基共聚竞聚率的测定	97
实验 3-46 苯乙烯和丙烯腈的恒分共聚	98
实验 3-47 丁二烯和丙烯腈的自由基乳液共聚	98
实验 3-48 氯乙烯和乙酸乙烯酯的自由基共聚 (内增塑)	99

实验 3-49	苯乙烯和二乙烯基苯的自由基水溶液悬浮共聚	100
实验 3-50	三聚甲醛和 1,3-二氧戊环的阳离子开环共聚	100
实验 3-51	苯乙烯和顺丁烯二酸酐的自由基交替共聚合	101
实验 3-52	环己烯和二氧化硫的自由基交替共聚合	101
3.3.2	嵌段和接枝共聚	102
实验 3-53	阴离子聚合用甲基丙烯酸甲酯和苯乙烯制备嵌段共聚物	103
实验 3-54	阴离子聚合从 4-乙烯基吡啶和苯乙烯制备嵌段共聚物	103
实验 3-55	在聚乙烯上接枝的苯乙烯	104
实验 3-56	苯并咪唑-马来酸酐的交替共聚合	105
实验 3-57	苯乙烯在离子液体中的自由基聚合反应研究	106
	参考文献	108
4.	逐步聚合制备高分子化合物	109
4.1	缩聚反应	109
4.1.1	聚酯	112
4.1.1.1	由羧基酸制备聚酯	112
4.1.1.2	由二元醇和二元酸制备聚酯	113
实验 4-01	熔融缩聚制备低分子量支化聚酯	113
实验 4-02	溶液中缩聚制备高相对分子量线形聚酯	114
4.1.1.3	由二元醇和二元羧酸衍生物制备聚酯	115
实验 4-03	乙二醇和对苯二甲酸二甲酯熔融缩合制备聚酯	115
实验 4-04	双酚 A 和光气溶液中缩聚制备聚碳酸酯	116
4.1.1.4	不饱和聚酯的制备和交联(固化)	117
实验 4-05	不饱和聚酯的制备及其用苯乙烯进行交联(固化)	118
4.1.1.5	醇酸树脂的制备和交联(固化)	118
实验 4-06	丙三醇和邻苯二甲酸酐醇酸树脂的制备及交联	119
实验 4-07	快干醇酸树脂的制备	119
4.1.2	聚酰胺	120
4.1.2.1	由 ω -氨基酸制备聚酰胺	120
实验 4-08	ϵ -氨基己酸的熔融缩聚	121
4.1.2.2	由二元胺和二元酸制备聚酰胺	121
实验 4-09	由己二酸己二胺铵盐熔融缩聚制备尼龙-66	122
4.1.2.3	由二胺和二元酸衍生物制备聚酰胺	122
实验 4-10	由己二胺和癸二酰氯制备尼龙-610	122
4.1.3	由缩聚反应制备聚氨基甲酸酯	123
实验 4-11	由乙二醇双氯甲酸酯和己二胺界面缩聚制备线形聚氨基甲酸酯	123
4.1.4	酚醛树脂	124
4.1.4.1	酸催化的酚醛缩合反应	125
实验 4-12	酸催化苯酚-甲醛缩合	125
4.1.4.2	碱催化酚-甲醛缩合(可溶性酚醛树脂)	125
实验 4-13	碱性介质中的苯酚-甲醛缩合反应	126

4.1.5	尿素-甲醛及三聚氰胺-甲醛缩树脂	127
4.1.5.1	尿素-甲醛树脂	127
实验 4-14	尿素-甲醛缩合	127
4.1.5.2	三聚氰胺-甲醛树脂	128
实验 4-15	三聚氰胺-甲醛的缩合	129
4.1.6	聚硫化亚烷	129
实验 4-16	由1,2-二氯乙烷和四硫化钠制备聚硫化亚烷	130
4.1.7	聚硅氧烷	131
实验 4-17	环状低聚硅氧烷开环聚合为线形高分子量的具末端的聚硅氧烷; 聚合物的固化	132
实验 4-18	由硅橡胶平衡反应产生具有三甲基硅末端基的硅油	133
4.2	氢转移聚合	133
4.2.1	聚氨基甲酸酯	134
4.2.1.1	线形聚氨基甲酸酯的制备	134
实验 4-19	由1,4-丁二醇和1,6-己二异氰酸酯熔融法制备线形聚氨基甲酸酯	135
实验 4-20	由1,4-丁二醇和1,6-己二异氰酸酯溶液法制备线形聚氨基甲酸酯(沉淀氢转移聚合)	135
4.2.1.2	支化和交联聚氨基甲酸酯的制备	136
实验 4-21	软质聚氨基甲酸酯泡沫塑料制备	137
实验 4-22	硬质聚氨基甲酸酯泡沫塑料的制备	138
4.2.2	环氧树脂	138
实验 4-23	由双酚 A 和环氧氯丙烷一步法制备环氧树脂	140
实验 4-24	由丙三醇和环氧氯丙烷两步法制备环氧树脂	141
参考文献		142
5.	聚合物的化学反应	144
5.1	高分子化合物的化学转化	144
实验 5-01	聚乙酸乙酯的酯交换制备聚乙烯醇; 聚乙烯醇的再乙酰化	145
实验 5-02	聚乙烯醇缩丁醛、缩甲醛的制备	146
实验 5-03	苯乙烯和顺丁烯二酸酐共聚物的皂化实验	146
实验 5-04	聚甲基丙烯酸的重氮甲烷酯化	146
实验 5-05	聚对-乙烯基苯乙酮的制备	147
实验 5-06	纤维素的乙酰化	147
实验 5-07	三甲基纤维素的制备	148
实验 5-08	羟甲基纤维素的盐的制备	149
实验 5-09	用乙酸酐的聚氧化亚甲基中半缩醛端基的乙酰化	149
实验 5-10	丁二烯-苯乙烯共聚物的硫化反应	150
5.2	离子交换树脂	150
实验 5-11	交联聚苯乙烯的碘化制备阳离子交换树脂	151
实验 5-12	酚醛缩聚物磺化制备阳离子交换树脂	152
实验 5-13	交联聚苯乙烯的氯甲基化和胺化制备阴离子交换树脂	152

5.3 高分子化合物的降解	153
实验 5-14 聚 α -甲基苯乙烯和聚甲基丙烯酸甲酯的热解聚	154
实验 5-15 聚氧化亚甲基的热解聚	155
实验 5-16 聚对-乙氧基苯乙酮的热解聚	155
实验 5-17 聚氯乙烯热脱氯化氢	156
实验 5-18 聚乙烯醇的过碘酸氧化降解	156
实验 5-19 脂肪族聚酯的水解降解	157
实验 5-20 纤维素的水解降解和纸色谱法分离水解产物	157
参考文献	158
6. 单体、助剂的微型化学制备	160
实验 6-01 烯炔的制备 (微型)	160
实验 6-02 乙炔的制备和炔烃的性质 (微型)	162
实验 6-03 顺丁烯二酸及反丁烯二酸的制备 (微型)	163
实验 6-04 己内酰胺的制备 (微型)	164
实验 6-05 乙酰水杨酸 (阿司匹林) 的制备 (1)	165
实验 6-06 乙酰水杨酸 (阿司匹林) 的制备 (2)	167
实验 6-07 丙烯酰基 1, 2, 3 苯并三氮唑 (ABT) 的合成 (DCC 缩合法)	167
实验 6-08 含酰胺基单体乳化剂的合成 (微型)	168
实验 6-09 乙酰苯胺的制备	170
实验 6-10 环己烯的制备	170
实验 6-11 己二酸的制备	171
实验 6-12 对乙酰氨基苯磺酰氯的制备	172
实验 6-13 肉桂酸的制备	173
7. 单体、引发剂及聚合物的精制与纯化	174
7.1 单体的精制与储存	174
7.2 引发剂、阻聚剂提纯	176
7.3 聚合物的纯化	178
8. 聚合反应追踪和聚合物的分析鉴定	180
8.1 聚合反应的追踪	180
8.2 高聚物的分析、鉴定方法	181
8.2.1 聚合物样品的制备	181
8.2.2 聚合物的化学分析方法	181
8.2.2.1 双键的测定	181
8.2.2.2 羧基的测定	182
8.2.2.3 羟值的测定	183
8.2.2.4 环氧值的测定	184
8.2.2.5 醇解度的测定	184
8.2.2.6 缩醛度的测定	185
8.2.2.7 氯含量的测定	186
8.2.2.8 游离异氰酸酯基的测定	186

8.2.2.9 苯酚的分析方法	187
8.2.3 聚合物的鉴定	188
参考文献	189
Chapter 1 Research of Micro-chemical Experiment Creation Engineering	191
1.1 Brief Introduction of Micro-polymer Chemistry Experiment	191
1.2 Micro-polymer Chemistry Experiment Development	191
1.2.1 the Historical Background of Micro-chemical Experiment	191
1.2.2 Foreign Development of Micro-organic Experiment	192
1.2.3 the Status of Micro-experiment in China	193
1.3 Equipment of Micro-chemical Experiment	196
1.3.1 Foreign Micro-organic Experimental Apparatus	196
1.3.2 Domestic Micro-glass Instrument	197
1.4 Micro-experiment with Chemical Innovation Education	199
1.4.1 Need for Educational Innovation	199
1.4.2 the Significance of the Creation of Micro-chemical Experiment on Innovative Education	199
References	202
Chapter 2 Basic Operation and Equipment of Micro-polymer Chemistry Experiment ..	203
2.1 the Absorption Installations of Gas	203
2.2 Distillation Unit	203
2.3 Reflux Condensation Installation	205
2.4 Extraction Device	206
2.5 Heating Reactor Device	208
2.6 Device of Measuring the Melting Point	208
Chapter 3 Experiment of Synthesizing Macromolecule by Chain Polymerization	210
Experiment 3-01 Polymerization of Styrene Initiated By Benzoyl Peroxide	212
Experiment 3-02 Bulk Polymerization of Methyl Methacrylate by Initiated Benzoyl Peroxide	213
Experiment 3-03 Solution Polymerization of Acrylonitrile Initiated by Ammonium Persulfate	213
Experiment 3-04 Bulk Polymerization of Styrene Initiated by Azobisisobutyronitrile	214
Experiment 3-05 Bulk Polymerization of Methyl Methacrylate Initiated by Azobisisobutyronitrile (AIBN)	215
Experiment 3-06 The Aqueous Solution Polymerization of Acrylamide is Initiated by Redox Initiator System	215
Experiment 3-07 Solution Polymerization of N-vinyl Carbazole	216
Experiment 3-08 Ziegler-Natta Catalysts for Propylene Stereospecific Polymerization	216
Experiment 3-09 Ziegler-Natta Catalysts for Styrene Stereospecific Polymerization	217

Experiment 3-10	Solution Polymerization of Butyl Isocyanate Initiating by Sodium Cyanide	218
Experiment 3-11	Polymerization Reaction of Tetrahydrofuran Initiating by BF ₃ -Ether Complexes	219
Experiment 3-12	Polymerization Reaction of Trioxymethylene Initiating by BF ₃ -Ether Complexes	220
Experiment 3-13	Grafting Polymerization of Polyethylene-g-styrene	221
Experiment 3-14	the Determination of Reactivity Ratio of the Free-radical Copolymerization Reaction of Styrene and Acrylonitrile ...	221
Experiment 3-15	Copolymerization of Styrene and Methyl Methacrylate	222
Chapter 4	Experiment of Synthesizing Macromolecule by Step Polymerization	225
Experiment 4-01	Preparation of Low Molecular Weight Branched Polyester by Molten Polycondensation	225
Experiment 4-02	Preparation of High Molecular Weight Linear Polyester in Solution	226
Experiment 4-03	Molten Condensation Preparation of Polyester by Hexanediol and Dimethyl Terephthalate	227
Experiment 4-04	Preparation of Polyester by Glycerol and Phthalic Anhydride Alkyd and Crosslinking	228
Experiment 4-05	Condensation of Phenol-formaldehyde by Acid Catalyst ...	228
Experiment 4-06	Method of Using Glycerol and Epichlorohydrin to Prepare Epoxy Resin with Two Steps	229
Chapter 5	Chemical Reaction of Polymer	231
5.1	Chemical Conversion of High-molecular Compounds	231
Experiment 5-01	Ester Exchange of Poly (vinyl acetate) to Prepare Poly (vinyl alcohol); Re-acetylation of Poly (vinyl alcohol)	231
Experiment 5-02	Preparation of Poly (vinyl alcohol) Butyral and Formal	232
Experiment 5-03	Preparation of Carboxy Methyl Cellulose Sodium	233
Experiment 5-04	Iodation of Cross-linked Polystyrene to Prepare Cation Exchange Resin	233
Experiment 5-05	Chloromethylation and Amination of Cross-linked Polystyrene to Prepare Anion Exchange Resin	234
5.2	Polymer Degradation	234
Experiment 5-06	The Thermal Degradation of Polyethylene Oxide Methylene	235
Experiment 5-07	PVC Thermal Desorption HCl	235
Experiment 5-08	Hydrolytic Degradation of Aliphatic Polyester	236
Chapter 6	Monomer, Additive Micro-chemical Preparation	237
Experiment 6-01	Preparation of Alkene	237
Experiment 6-02	Preparation of Acetylene and the Nature of Alkynes	238
Experiment 6-03	Preparation of Maleic Acid and Fumaric Acid	240

Experiment 6-04 Preparation of Acetylsalicylic Acid	241
Experiment 6-05 Experimental Preparation of Cinnamic Acid	241
Chapter 7 Refining and Purification of Monomer, Triggering Agents and Polymer	243
7.1 Monomer Refining and Storage	243
7.2 Initiator, Inhibitor Purification	246
7.3 Purification of Polymers	248
Chapter 8 Polymerization Tracking and Analysis of Polymers	251
附录 常用数据表.....	253