

M 高等学校“十一五”规划教材
材料科学与工程系列

高分子科学实验教程

Experimental Course of Polymer Science

主 编 汪建新
姜春华
王雅珍

交叉性 前沿性 融合相关学科 代表材料领域的发展方向
先进性 科学性 院士专家著书 反映材料科学的最新成果
可读性 广交性 内容丰富翔实 促进材料工程的应用实践

哈尔滨工业大学出版社

高等学校“十一五”规划教材
材料科学与工程系列

高分子科学实验教程

主编 汪建新 娄春华 王雅珍

哈尔滨工业大学出版社

内 容 简 介

本书由 57 个实验组成,其中第 1 章为高分子科学实验规程;第 2 章为高分子化学实验基础;第 3 章为高分子合成实验,主要是通过典型的自由基聚合、阴离子聚合、逐步聚合、共聚合等聚合方法合成通用型高分子材料,由 11 个实验组成;第 4 章为高分子结构与性能实验,主要是对高分子材料分子质量、分子质量分布、晶体的形态、热性能、力学性能的分析,由 17 个实验组成;第 5 章为高分子材料成型与加工实验,主要是介绍塑料和橡胶的制造加工方法,由 15 个实验组成;第 6 章为综合性和设计性实验,综合性实验是模拟高分子材料生产全过程的实验,设计性实验是将原材料制成合格产品的实验,由 13 个实验组成;第 7 章为聚合物的简易鉴别分析。读者可根据教学时数之长短和教学之需要,以及实验设备的情况自行酌量删减或增加。

本书是普通高等学校高分子及材料科学与工程专业本科生实验教材,同时也是相关专业科技人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

高分子科学实验教程/汪建新,娄春华,王雅珍主编.

—哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,2009.10

(材料科学与工程系列教材)

ISBN 978-7-5603-2929-1

I. 高… II. ①汪…②娄…③王… III. 高分子材料-实验-高等学校-教材 IV. TB324-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 137756 号

策划编辑 张秀华 杨桦

责任编辑 张秀华

出版发行 哈尔滨工业大学出版社

社 址 哈尔滨市南岗区复华四道街 10 号 邮编 150006

传 真 0451-86414749

网 址 <http://hitpress.hit.edu.cn>

印 刷 肇东粮食印刷厂

开 本 787mm×1092mm 1/16 印张 18.5 字数 427 千字

版 次 2009 年 10 月第 1 版 2009 年 10 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-5603-2829-1

印 数 1~3 000 册

定 价 30.00 元

(如因印装质量问题影响阅读,我社负责调换)

序 言

材料科学与工程系列教材是由哈尔滨工业大学出版社组织国内部分高等院校的专家学者共同编写的一套大型系列教学丛书,其中第一系列和第二系列已分别被列为新闻出版总署“九五”、“十五”国家重点图书出版计划。第一系列共计 10 种已于 1999 年后陆续出版。编写本套丛书的基本指导思想是:总结已有、通向未来、面向 21 世纪,以优化教材链为宗旨,依照为培养材料科学人才提供一个较为广泛的知识平台的原则,并根据培养目标,确定书目和编写大纲及主干内容。为了确保图书品位体现较高水平,编审委员会全体成员对国内外同类教材进行了细致的调查研究,广泛征求各参编院校第一线任课教师的意见,认真分析教育部新的学科专业目录和全国材料工程类专业教学指导委员会第一届全体会议的基本精神,进而制定了具体的编写大纲。在此基础上,聘请国内一批知名专家对本系列教材书目和编写大纲审查认定,最后确定各册的体系结构。

经过全体编审人员的共同努力,第二系列 21 种和第三系列 11 种也都已出版发行。值得欣慰的是系列丛书几经修订再版在该领域已经有了广泛的基础,像《材料物理性能》、《材料合成与制备方法》等 10 余种图书被选入教育部普通高等教育“十一五”国家级规划教材。我们热切地期望这套大型系列丛书能够满足国内高等院校材料工程类专业教育改革发展的部分需要,并且在教学实践中得以不断总结、充实、完善和发展。

在大型系列丛书的编写过程中,我们注意突出了以下几方面的特色:

1. 根据科学技术发展的最新动态和我国高等学校专业学科归并的现实需求,坚持面向一级学科、加强基础、拓宽专业面、更新教材内容的基本原则。
2. 注重优化课程体系,探索教材新结构,即兼顾材料工程类学科中金属材料、无机非金属材料、高分子材料、复合材料共性与个性的结合,实现多学科知识的交叉与渗透。
3. 反映当代科学技术的新概念、新知识、新理论、新技术、新工艺,突出反映教材内容的现代化。
4. 注重协调材料科学与材料工程的关系,既加强材料科学基础的内容,又强调材料工程基础,以满足培养宽口径材料学人才的需要。
5. 坚持体现教材内容深广度适中、够用为原则,增强教材的适用性和针对性。
6. 在系列教材编写过程中,进行了国内外同类教材对比研究,吸取了国内外同类教材的精华,重点反映新教材体系结构特色,把握教材的科学性、系统性和适用性。

此外,本套系列教材还兼顾了内容丰富、叙述深入浅出、简明扼要、重点突出等特色,能充分满足少学时教学的要求。

参加本套系列丛书编审工作的单位有:清华大学、哈尔滨工业大学、东北大学、山东大学、装甲兵工程学院、北京理工大学、哈尔滨工程大学、合肥工业大学、燕山大学、北京化工

大学、中国海洋大学、上海大学等 50 多所院校近 200 多名专家学者。他们为本套系列教材编审付出了大量的心血,在此,编审委员会对这些同志无私的奉献致以崇高的敬意。

同时,编审委员会特别鸣谢中国科学院院士肖纪美教授、中国工程院院士徐滨士少将、中国工程院院士杜善义和才鸿年教授、全国材料工程类专业教学指导委员会主任吴林教授,感谢他们对本套系列丛书编审工作的指导与大力支持。

限于编审者的水平,疏漏和错误之处在所难免,欢迎同行和读者批评指正。

材料科学与工程系列教材
编审委员会
2007 年 7 月

前 言

本书是为培养适应 21 世纪高分子科学与工程发展的人才需要,根据教育部普通高等学校高分子材料与工程专业教学指导分委员会制定的专业规范要求编写的,是本科生实验用教材。本书作者在多年实验教学的基础上,参考国内有关高分子科学与工程教材和实验教材编写的,主要包括高分子科学实验规程,高分子化学实验基础,高分子合成实验,高分子结构与性能实验,高分子材料成型与加工实验,综合性与设计性实验,聚合物的简易鉴别分析等。

本书的内容对培养学生的实验能力和综合素质是逐步递进的过程,可全方位地培养学生的实验动手能力、工程实践能力和试验创新能力。在编写过程中兼顾了高分子教学的各方面内容,是主教材的配套实践教材,尤其是综合性与设计性实验部分,可提高学生综合实验技能,开拓学生研究视野,为培养学生的科技创新能力,为毕业论文的写作以及毕业后的科研工作能力奠定基础。所选取的实验简单易行并具代表性,实验测试手段先进;既注重基础理论,又注重动手能力;既注重基础实践能力,又注意对新知识、新技术、新实验方法的掌握,进而提高学生高分子专业实验技能和创新能力及综合素质。

本书由 57 个实验组成,第 1 章为高分子科学实验规程。第 2 章为高分子化学实验基础,主要介绍实验的基本常识和基本操作。第 3 章为高分子合成实验,主要是通过典型的自由基聚合、阴离子聚合、逐步聚合、共聚合等聚合方法合成通用型高分子材料,由 11 个实验组成。第 4 章为高分子结构与性能实验,主要是对高分子材料分子质量、分子质量分布、晶体的形态、热性能、力学性能的分析,由 17 个实验组成。第 5 章为高分子材料成型与加工实验,主要是介绍塑料和橡胶的制造加工方法,由 15 个实验组成。第 6 章为综合性和设计性实验,由 13 个实验组成;综合性实验是模拟高分子材料生产全过程的实验,学生可以在高分子合成、物性表征、材料加工各个环节上亲自动手,体验和真正理解理论课程中学到的高分子化学、高分子物理以及高分子材料成型加工的知识;设计性实验是将原材料制成合格产品的实验,利用已学过的实验知识,培养学生独自进行设计、实验、观察、分析和总结的能力。第 7 章为聚合物的简易鉴别分析。读者可根据教学时数之长短和教学之需要,以及实验设备的情况自行酌量删减或增加。

本书的实验 1~23 由齐齐哈尔大学娄春华编写,实验 24~28 和第 7 章及附录由齐齐哈尔大学王雅珍编写,第 1、2 章和实验 29~56 由齐齐哈尔大学汪建新编写,全书由汪建新统稿,王雅珍审阅。本书在编写过程中得到很多老师的大力支持和帮助,在此表示衷心感谢。由于编者水平所限,书中定有不妥之处,恳请读者批评指正。

编 者

2009 年 1 月

目 录

第 1 章 高分子科学实验规程	1
第 2 章 高分子化学实验基础	5
2.1 基本常识	5
2.2 基本操作	12
第 3 章 高分子合成实验	34
实验 1 甲基丙烯酸甲酯的单体聚合	34
实验 2 乙酸乙烯酯的溶液聚合	37
实验 3 乙酸乙烯酯的乳液聚合	39
实验 4 甲基丙烯酸甲酯 - 苯乙烯的悬浮共聚合	41
实验 5 苯乙烯加聚反应动力学(膨胀计法测定苯乙烯自由基聚合反应速率)	42
实验 6 苯乙烯的阴离子聚合	45
实验 7 脲醛树脂的制备及应用	47
实验 8 正丁基锂的制备和乙烯基类单体的阴离子聚合	48
实验 9 丙烯腈 - 丁二烯 - 苯乙烯树脂的制备	52
实验 10 聚乙烯醇及其缩醛的制备	54
实验 11 热塑性聚氨酯弹性体的制备	58
第 4 章 高分子结构与性能实验	61
实验 12 黏度法测定聚合物的分子质量	61
实验 13 偏光显微镜法观察聚合物结晶形态	65
实验 14 解偏振法测定聚合物的结晶速率	67
实验 15 聚合物温度 - 形变曲线的测定	69
实验 16 聚合物熔融指数的测定	73
实验 17 聚合物蠕变曲线和本体黏度测定	77
实验 18 聚合物熔体的流变性质	80
实验 19 差热分析	88
实验 20 热重分析法	93
实验 21 凝胶渗透色谱法测定聚合物相对分子质量及相对分子质量分布	95
实验 22 光散射法测定聚合物相对分子质量及相对分子质量分布	99
实验 23 聚合物拉伸性能的测试	104
实验 24 聚合物弯曲性能的测试	108

实验 25	聚合物材料冲击强度的测定	111
实验 26	聚合物的动态力学扭辫分析	114
实验 27	洛氏硬度测定实验	117
实验 28	磨损实验	119
第 5 章 高分子材料成型与加工实验		121
实验 29	模压法制备聚乙烯泡沫塑料	121
实验 30	聚丙烯共混改性	125
实验 31	聚氯乙烯配方设计与混合工艺	128
实验 32	可控制流变性聚丙烯(CRPP)的制备	130
实验 33	聚异戊二烯橡胶的硫化	133
实验 34	挤出吹塑法制备低密度聚乙烯薄膜	136
实验 35	塑料中空吹塑成型	139
实验 36	聚乙烯的注射成型	142
实验 37	锥形双螺杆挤出成型硬质 PVC 异型材	145
实验 38	反应型增容剂(PP-G-MAH)的制备	147
实验 39	塑料挤出造粒工艺实验	150
实验 40	聚氨酯泡沫塑料的加工	153
实验 41	橡胶硫化特性实验	156
实验 42	塑料管材挤出成型实验	159
实验 43	塑料板材挤出实验	164
第 6 章 综合性与设计性实验		168
实验 44	甲基丙烯酸甲酯聚合的综合实验	168
实验 45	苯乙烯聚合的综合实验	172
实验 46	丙烯酸酯乳液压敏胶制备的综合实验	178
实验 47	苯乙烯-异戊二烯嵌段共聚物综合实验	183
实验 48	双酚 A 型环氧树脂的合成及固化综合实验	187
实验 49	聚丙烯纤维熔体纺丝及性能测试综合实验	195
实验 50	丙烯酸酯类乳胶漆制备的实验设计	209
实验 51	窄分子量分布聚苯乙烯的合成、分子量及分布测定实验设计	211
实验 52	苯乙烯-丁二烯共聚合实验设计	213
实验 53	天然橡胶配方设计实验	218
实验 54	塑料的填充改性实验设计	226
实验 55	改性聚丙烯配方设计实验	230
实验 56	提高塑料阻燃性能实验设计	231
第 7 章 聚合物的简易鉴别分析		237
实验 57	聚合物定性鉴别	237

附 录	254
附录 1 常见单体的物理性质	254
附录 2 常见聚合物的溶剂和沉淀剂	255
附录 3 常见聚合物的英文名称及缩写	257
附录 4 常用溶剂的物理常数	259
附录 5 常用引发剂的重要数据	267
附录 6 引发剂的链转移常数	268
附录 7 自由基共聚的竞聚率	269
附录 8 某些单体和聚合物的密度及折射率	270
附录 9 常见聚合物的物理常数	270
附录 10 常见聚合物特性黏度 - 相对分子质量(M_r)关系/ $\eta = MK_a$ 参数表	274
附录 11 常用加热液体介质	283
附录 12 常用冷却剂的配方	283
附录 13 常用干燥剂	283
附录 14 一些聚合物的玻璃化转变温度(T_g)和熔点(T_m)	284
参考文献	285

第1章 高分子科学实验规程

一、高分子实验课程的开设目的

通过高分子实验,可以获得许多感性认识,加深对高分子基础知识和基本原理的理解。通过高分子实验课程的学习,能够熟练和规范地进行高分子实验的基本操作,掌握实验技术和基本技能,了解高分子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,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,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,高分子实验过程的教学重点虽然是传授高分子化学的知识和实验方法,但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。

二、高分子实验课程的学习

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. 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?怎样顺利地完成这个实验?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(提出疑问)和写(预习报告和注意事项)。实验前应先预习实验的内容,并在实验时提交预习报告以备指导教师查阅。预习内容包括以下几点:

- ①了解实验目的、原理。
- ②写出实验步骤,最好用流程图表示,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)一览表,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,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,一般包括时间、温度、湿度、压力、操作内容、实验现象等。
- ⑤实验过程中可能会出现的问题和解决方法。
- ⑥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。高年级学生在做综合性、设计性实验时,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。

2. 提问

指导教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预习情况,回答问题的结果应如实记录。经老师同意后方可开始实验,指导教师应在预习报告上签字以备后查。

3. 实验操作

高分子化学实验需要的时间长,实验过程中需要仔细操作、认真观察和真实记录,应做到以下几点:

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按照拟定的实验步骤搭置实验装置、添加化学试剂和调节实验仪器。操作时既要细心又要大胆,如实记录化学试剂的加入量和实验数据。

③认真观察实验过程中发生的现象,获得实验必需的数据(如反应时间、馏分的沸点等),并如实地记录在实验报告上。

④实验过程中勤于思考,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。

4. 纪律卫生

在实验过程中,一定要遵守实验纪律,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善后工作,经指导教师同意后方可离去。

5. 实验报告

在实验结束后,立即根据实验记录并参照实验讲义写出实验报告。实验报告包括下列内容:

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实验目的、原理、主要实验装置(画出装置简图)。

③注明仪器、设备的名称、型号、精确度等,其他用具也要一并列出。

④注明试剂药品(或物料)的名称、规格、加工条件等。

⑤实验操作的书写应以实际操作为准,不要盲目照抄。

⑥数据处理一定要以实验的原始记录为依据,注意单位和有效数字的使用。在用公式进行计算时,一定要注明公式中各符号代表的意义及单位。在用图表表示实验结果时,一定要清晰整洁,图应画在坐标纸上,图注、纵横坐标代表的物理量、单位、比例要合理。

⑦得到实验结果后,应对其进行分析讨论,分析实验结果是否正确,精确度(误差)是否符合要求,影响实验结果的因素有哪些,还要回答教师指定的思考题。

⑧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。

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、实验原始记录在下次实验时一并交给指导教师。无预习报告或原始实验记录者,指导教师有权拒收。

6. 口试或笔试

实验结束后,指导教师应及时、认真地批改实验报告,然后以口试或笔试的方式对学生考核(口试以计算机随机选题方式进行,笔试以试卷方式进行)。

三、高分子实验规则

高分子实验同许多其他实验一样,在整个实验过程中,要求实验人员必须做到肃静、整洁、按规章制度办事,与实验无关人员不得随意进入实验室,要求参加实验的老师和学生必须按下列规则进行实验。

1. 实验前

①指导教师应按实验讲义要求对实验进行预做,并和实验员一起检查实验仪器装置、试剂药品是否齐备。

②指导教师应先于学生进入实验室,并检查实验准备工作情况。

③学生应事先预习所做实验内容,并准备实验记录本(专用)一册。

④检查实验仪器装置是否正确、完备,经指导教师检查允许后方可进行实验(检查内容包括预习报告、实验仪器装置,检查后指导教师应签字以备后查)。

2. 实验中

思想集中,认真操作;仔细观察,做好记录;坚守岗位,有事请假;发现问题,及时报告。如果实验为多人一组,应适时调整轮换,以便人人都有锻炼机会。整个实验过程必须按操作规程进行。

3. 实验后

切断水源、电源(总闸、分闸),洗刷仪器,整理实验台,做好卫生值日,关好门窗和照明灯,经指导教师检查、签字后方可离开。回去后认真写好实验报告,并在下次实验时交给指导教师。

4. 仪器使用规则

①实验仪器由个人保管,遗失或损坏要报告指导教师并补领,按学校有关规定填写报告单,并按规定赔偿。

②公用仪器、设备不能随意移动,要按顺序使用,使用后要填写使用记录。

③实验室的仪器、设备不能拿出实验室或他用。

5. 药品使用规则

①称量时要遵守操作规程,使用称量器具应填写使用记录。

②试剂药品用量应按实验规程称取,不得随意散失、遗弃。

③回收的试剂药品不能与原装试剂药品掺混。

四、实验室安全规范

高分子化学实验经常使用到易燃、有毒等危险试剂,为了防止事故的发生,必须严格遵守下列安全规范。

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蒸馏易燃液体时,保持塞子不漏气,同时保持接液管出气口的通畅。

③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;进行回流蒸馏操作时,冷凝水不必开得太大,以免水流冲破橡皮管或冲开接口。

④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。

⑤禁止用手直接取剧毒、腐蚀性和其他危险药品,必须使用橡胶手套,严禁用嘴尝试一切化学试剂和嗅闻有毒气体。在进行有刺激性、有毒气体或其他危险实验时,必须在通风橱中进行。

⑥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;取用和称量需遵守相关规定。

⑦实验完毕,应检查电源、水阀和煤气管道是否关闭,特别在暂时离开时,应交代他人代为照看实验过程。

第2章 高分子化学实验基础

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。高分子化学实验和有机合成实验许多的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,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;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;高分子化合物的结构和组成分析也有其独特之处,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,简要地介绍高分子化学实验中一些常用的基础技术。

2.1 基本常识

2.1.1 实验室的安全

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。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。化学试剂的使用不当,就可能引发起火、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。以下介绍的是高分子化学实验中常常遇到的几类安全事故和采取的处理方法。

1. 火警和火灾

高分子化学实验常常遇到许多易燃有机溶剂,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,实验同伴正在使用明火。

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,避免溶剂挥发并四处扩散;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、沙箱等)的放置地点和使用方法,并妥善保管,不要挪作它用。

如果出现火警,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碱金属引起的起火。移去临近溶剂,使用石棉布盖住火焰。由于大多数有机溶剂密度低于水,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,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是实验室的必备品。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,对人体造成伤害。因此在使用有毒试剂时,应认真操作,妥善保管;实验残留物不得乱扔,必须做到有效处理。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,并尽可能在排放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和喝水,养成工作完毕离开实验室之前洗手的习惯。若皮肤溅上有毒害性物质,应根据其性质,采取适当方法进行清洗。

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,稍加处理后去医院诊治。

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洗涤。

另外特别需要注意的是,在使用水银温度计时,如发生温度计破损时,应将遗漏在容器中的水银倒入专用储瓶中,用水封好。遗漏在地上的,无法收集的,用硫磺粉覆盖。破损水银温度计的水银,绝对不能倒入下水道,会污染水源,造成环境污染。

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。

2.1.2 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);易燃溶剂应放置远离热源的地方。

2. 废弃试剂的处理

在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需单独处理。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,加入醇类使残余物缓慢反应完毕即可。钠的反应活性较高,加入无水乙醇使残余物转变成醇钠,但是不溶的产物会导致钠反应不完全,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(每 20 g 钠约使用 100 mL 二甲苯),在开口较大的烧瓶中以加热套加热使钠缓慢融化。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。

除上述两方面外,及时整理实验室和实验台面并清洗玻璃仪器,合理放置实验设备,保持一个整洁舒适的工作环境,也是高质量完成实验所需要的。

2.1.3 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,如金属器具和电学仪器等。

1. 常用玻璃仪器

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,给实验装置的搭建带来许多不便。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接磨口。为了方便接口

大小不同的玻璃仪器之间的连接,还有多种接口可以选择。常用标准玻璃磨口有 10 #、12 #、14 #、19 #、24 #、29 # 和 34 # 等规格,其中 24 # 磨口的大小与 4 # 橡皮塞相当。

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,有时会使内、外磨口发生粘结,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,用吸水纸或脱脂棉蘸少量丙酮擦拭接口,然后再将容器中的液体倒出。

大部分高分子化学反应是在搅拌、回流和通惰性气体的条件下进行的,有时还需进行温度控制(使用温度计和控温设备)、加入液体反应物(使用滴液漏斗)和反应过程监测(添加取样装置),因此反应最好在多口反应瓶中进行。图 2.1 为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,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 2.1 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,如聚酯和不饱和聚酯树脂的合成,如图 2.2 所示。为了保持高真空条件,可在釜盖和底座之间加密封垫,并用旋夹拧紧。

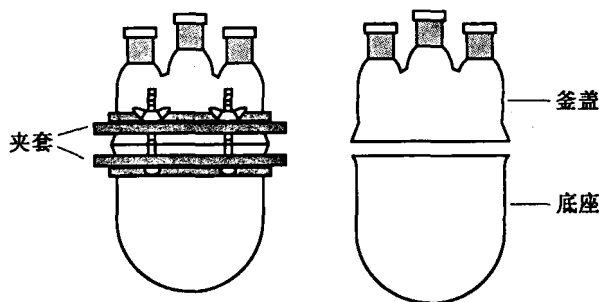


图 2.2 树脂反应釜

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 2.3 所示。它是由反应容器和标有刻度的毛细管组成,好的膨胀计应具有操作方便、不易泄漏和易于清洗的特点。通过标定,膨胀计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。

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 2.4 所示。封管宜选用硬质、壁厚均一的玻璃管制作,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