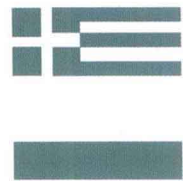
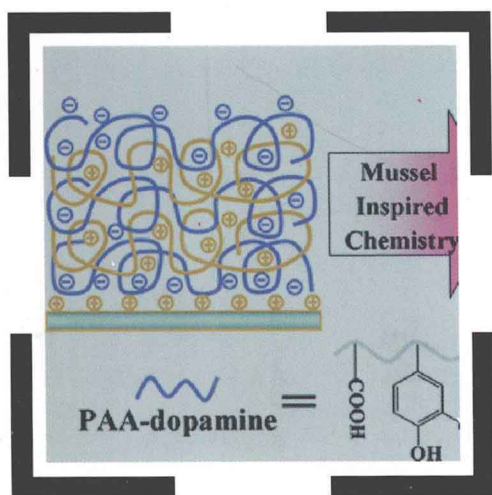


21世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

Experiments in Polymer Science

# 高分子科学实验

黎华明 张海良 © 主编



湘潭大学出版社

21 世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

# 高分子科学实验

主 编：黎华明 张海良

副 主 编(按姓氏笔画为序)：

张雪飞 赵 斌 高 勇 敬 波



湘潭大学出版社

**图书在版编目(CIP)数据**

高分子科学实验 / 黎华明, 张海良主编. — 湘潭:  
湘潭大学出版社, 2011.12  
ISBN 978-7-81128-366-2

I. ①高… II. ①黎… ②张… III. ①高分子化学—  
化学实验—高等学校—教材 IV. ①O63-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 267464 号

责任编辑: 丁立松 朱美香

封面设计: 胡 瑶

出版发行: 湘潭大学出版社

社 址: 湖南省湘潭市 湘潭大学出版大楼

电话(传真): 0731-58298966 邮编: 411105

网 址: <http://xtup.xtu.edu.cn>

印 刷: 长沙超峰印刷有限公司

经 销: 湖南省新华书店

开 本: 787×1092 1/16

印 张: 14.25

字 数: 356 千字

版 次: 2011 年 12 月第 1 版 2012 年 8 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 978-7-81128-366-2

定 价: 29.00 元

(版权所有 严禁翻印)

## 21 世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

### 编委会

顾 问：罗和安

主 任：陈小明

副主任：夏智伦 高协平

编委会成员(按姓氏笔画为序)：

朱卫国 刘任任 刘跃进 苏旭平 张 平  
张海良 郑金华 钟建新 舒 适 谭援强

# 总序

为了提高国家的持续发展能力、综合实力和国际竞争力,党中央、国务院提出构建创新型国家体系、增强自主创新能力的战略,鼓励创造,鼓励创新,特别是鼓励原始创新。创新的关键在人才,人才的成长靠教育。推动教育事业特别是高等教育事业的发展,培养和造就一大批基础扎实、具有创新精神和创新能力的高素质拔尖人才,是构建国家创新体系、建设创新型国家的基础。

正是在这样的背景下,湘潭大学出版社经过精心策划,组织实验教学一线的专家和教师编写了这套“21世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材”。实验教学是培养学生创新能力的基本途径,是培养高素质创新人才教学体系的重要组成部分。目前,对作为连接理论与实践的纽带和激发学生发现问题、研究问题、独立解决问题能力的重要环节——实践教学的研究,还显得相对不足;对如何进一步深化实验教学改革,创新实验教学方法、途径,以更好地发挥实验教学对培养学生创新思维与创造技能的平台作用方面的研究与探讨,尚待深入;已出版的实验教材还比较零散,不成体系和规模,高质量、高水平的实验教材建设与实验教学之间还存在一定的差距。随着科技的发展,各种实验手段、实验仪器不断更新,传统实验教学中的许多范例、方法,既不能体现与学科发展相适应的前沿性,也不能体现与产业相衔接的应用性,许多实验教材严重滞后于实验教学的现实需要和教学改革的进程。要实现创新人才培养的重要目标,必须重视实验教学;要实现教学目标,达到好的教学效果,则必须以实验教材为基础,必须有好的实验教材作支撑。因此,湘潭大学出版社出版的这套实验教学改革与创新系列教材就非常有意义。

这套教材最大的特点是融入了许多新的实验教学理念和教学方法,引入了新的实验手段与实验方法,尤其是增加了计算机技术在实验中的应用,有利于激发学生的学习兴趣,增强学生对现代高新技术的了解,具有一定的新颖性和前瞻性。教材范围涵盖了物理、化学、计算机、机械等几大传统学科专业,并注意区分了理科和工科教学过程中各自的侧重,做到

# 前 言

21 世纪是高分子材料高速发展的时代,高分子材料在国民经济、国防工业和高新技术各个领域应用越来越广泛,已成为现代社会生活不可缺少的材料。相应地,社会对高分子专业人才的需求量也日趋增加,到 2010 年,全国有 143 所大学开设了高分子材料与工程专业。高分子科学既是一门基础学科,又是一门应用学科,它涵盖高分子化学、高分子物理、高分子材料及其成型加工等方面的内容。就学科内涵而言,高分子材料与工程包括高分子材料的组成与结构、合成与制备、加工与应用、性能表征与方法等基本要素。高分子材料与工程专业作为一个应用性很强的专业,要求学生具有扎实的理论知识、系统的实验技能和初步的研发能力。此外,现代高分子科学涉及的领域日益广泛,许多相关专业的学生也需要了解高分子科学的基础知识、实验技能和研究方法。

本书是编者在整合了数十年高分子科学实验教学经验的基础上,结合本学科国内外研究新进展编写而成。同时,在内容和结构上有所突破,打破了传统界限,即将高分子材料与工程专业实验课程所分成的高分子化学实验、高分子物理实验和高分子材料成型加工实验有机地串联起来,以达到“系统化、一体化”的目的。全书共分为五个部分,第一篇讲述高分子科学实验基础知识,第二篇介绍高分子化学实验,第三篇介绍高分子物理实验,第四篇介绍聚合物成型加工实验,第五篇为附录部分。全书共 50 个实验,包括高分子化学实验 21 个、高分子物理实验 13 个和聚合物成型加工实验 16 个。各高校可以根据实验教学课程的学时数以及现有实验设备情况等进行选择 and 柔性组合,选择部分实验内容组成一门具有针对性和自身特色的实验课程。

本书可以作为高等理工科院校高分子学科各专业本科生及研究生的高分子科学实验教程,也可以作为从事高分子科学研究和高分子材料生产的研究、技术人员的培训教材。

本书由黎华明、张海良担任主编,第一篇、第二篇的高分子化学基础实验部分和第五篇由高勇编写,第二篇的高分子化学中级实验部分由张雪飞编写,第三篇由赵斌编写,第四篇由敬波编写。本书在编写过程中参考了国内外相关实验教材,在此深表谢意。本书在出版过程中得到了湘潭大学出版社的大力支持,同时得到了湘潭大学教材出版基金以及湖南省高分子化学精品课程的资助。

由于编者水平有限,书中错误和疏漏之处在所难免,恳请读者批评指正。

编 者  
2012 年 7 月

# 目 录

## 第一篇 高分子科学实验基础知识

1.1 实验室的安全基本知识 .....	(1)
1.1.1 火灾 .....	(1)
1.1.2 触电 .....	(1)
1.1.3 爆炸 .....	(2)
1.1.4 化学中毒和化学灼伤 .....	(3)
1.1.5 实验室药品试剂贮存 .....	(4)
1.1.6 实验室废弃物的处理 .....	(5)
1.2 高分子科学实验基础技术 .....	(6)
1.2.1 仪器的洗涤、物质的量取与加热 .....	(6)
1.2.2 聚合反应搅拌与反应装置密封 .....	(10)
1.2.3 聚合反应体系的除湿、除氧 .....	(10)
1.2.4 单体的纯化与贮存 .....	(11)
1.2.5 聚合物的纯化 .....	(13)
1.3 聚合物的化学分析方法 .....	(14)
1.3.1 碳-碳双键的测定 .....	(14)
1.3.2 酸值的测定 .....	(15)
1.3.3 羟值的测定 .....	(16)
1.3.4 环氧值的测定 .....	(16)
1.3.5 醇解度的测定 .....	(17)
1.3.6 缩醛度的测定 .....	(18)
1.3.7 氯含量的测定 .....	(18)
1.3.8 游离异氰酸酯基的测定 .....	(19)

## 第二篇 高分子化学实验

实验1 甲基丙烯酸甲酯的 <sup>本体</sup> 聚合 .....	(20)
实验2 乙酸乙烯酯的 <sup>溶液</sup> 聚合及聚乙烯醇的制备 .....	(22)
实验3 甲基丙烯酸甲酯的 <sup>悬浮</sup> 聚合 .....	(25)

实验 4	苯乙烯的乳液聚合	(27)
实验 5	苯乙烯与马来酸酐的交替共聚合	(29)
实验 6	聚乙烯醇缩甲醛的制备	(31)
实验 7	苯乙烯和甲基丙烯酸甲酯自由基悬浮共聚合及其共聚物的表征	(33)
实验 8	端羟基聚己二酸乙二醇酯的制备	(36)
实验 9	丙三醇和邻苯二甲酸酐醇酸树脂的制备	(38)
实验 10	双酚 A 型环氧树脂的合成、固化及其剪切强度的测试	(40)
实验 11	三聚甲醛的阳离子开环聚合	(43)
实验 12	异丁基烯基醚的活性阳离子聚合	(45)
实验 13	萘钠引发的窄分布聚苯乙烯的制备	(47)
实验 14	格氏试剂引发的甲基丙烯酸甲酯阴离子聚合	(51)
实验 15	苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物(SBS)的合成	(54)
实验 16	苯乙烯的原子转移自由基聚合	(57)
实验 17	甲基丙烯酸甲酯的 RAFT 聚合反应	(59)
实验 18	丙烯腈/丁二烯/苯乙烯接枝共聚物(ABS 树脂)的合成	(62)
实验 19	己内酰胺的本身开环聚合	(65)
实验 20	$\epsilon$ -己内酯的开环聚合	(67)
实验 21	苯乙烯的悬浮聚合和阳离子交换树脂的制备	(69)

### 第三篇 高分子物理实验

实验 1	聚合物的定性鉴别	(72)
实验 2	偏光显微镜法观察聚合物的结晶形态	(78)
实验 3	粘度法测定聚合物的粘均分子量	(82)
实验 4	聚合物溶度参数的测定	(86)
实验 5	聚甲基丙烯酸甲酯温度-形变曲线的测定	(89)
实验 6	聚合物电阻系数的测定	(92)
实验 7	聚合物的热谱分析——差示扫描量热法(DSC)	(96)
实验 8	光散射法测定聚合物的重均分子量及分子尺寸	(100)
实验 9	X 射线衍射法分析聚合物晶体结构	(106)
实验 10	GPC 法测定聚合物的分子量及分子量分布	(117)
实验 11	高聚物的高频介电损耗测定	(122)
实验 12	动态粘弹谱法测定聚合物的动态力学性能	(125)
实验 13	热重分析法(TGA)测定聚合物的热稳定性能	(131)



#### 第四篇 聚合物成型加工实验

实验 1 挤出造粒实验	(134)
实验 2 注射成型实验	(138)
实验 3 熔体纺丝实验	(144)
实验 4 挤出吹塑薄膜成型实验	(149)
实验 5 热固性塑料模压成型实验	(154)
实验 6 中空挤出-吹塑成型实验	(157)
实验 7 热成型实验	(160)
实验 8 聚烯烃发泡成型实验	(163)
实验 9 聚合物材料拉伸性能测试	(167)
试验 10 聚合物材料弯曲性能测试	(171)
实验 11 聚合物冲击性能测试	(175)
实验 12 热塑性塑料熔体流动速率的测定	(180)
实验 13 维卡软化点温度的测定	(184)
实验 14 聚合物氧指数的测定	(187)
实验 15 聚丙烯阻燃改性综合性实验	(191)
实验 16 聚乙烯/聚酰胺 6 增容改性综合性实验	(194)

#### 第五篇 附录部分

附录 1 常见单体、引发剂的提纯处理	(197)
附录 2 常用溶剂的精制	(200)
附录 3 常用溶剂的物理常数	(204)
附录 4 常用单体的物理常数	(205)
附录 5 自由基共聚反应中单体的竞聚率	(206)
附录 6 常用单体及其聚合物的密度和体积变化率	(207)
附录 7 常见聚合物的折光指数	(208)
附录 8 几种溶剂(或调节剂)的链转移常数	(208)
附录 9 几种引发剂的链转移常数	(209)
附录 10 均聚反应中单体的链转移常数	(209)
附录 11 部分常见聚合物的溶剂及沉淀剂	(210)
附录 12 聚合物材料成型加工实验的注意事项	(212)

参考文献	(215)
------	-------

# 第一篇 高分子科学实验基础知识

## 1.1 实验室的安全基本知识

在分子科学实验过程中,经常要接触一些易燃、易爆、有毒、有害及有腐蚀性的药品,而且需要水、气、火、电等,潜藏着诸如爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等危险性事故,这些事故的发生常会给我们带来严重的人身伤害和财产损失。因此,实验室工作人员及实验操作人员在实验过程中必须遵守实验规则,规范实验室试剂贮存方法及废弃物处理方法,杜绝各类不正当操作,防止各类安全事故的发生。实验室常见的安全事故有以下几个方面。

### 1.1.1 火灾

#### 1. 实验室出现火灾的常见原因

- (1) 使用明火(如电炉、煤气)直接加热;
- (2) 随意抛弃易燃、易氧化的化学品;
- (3) 电器质量存在问题。

#### 2. 消除火灾的措施

- (1) 严禁在实验室抽烟;严禁生火取暖;
- (2) 实验过程中尽可能减少明火使用,必须使用明火时,应远离易挥发有机溶剂;
- (3) 采用水浴、油浴或加热套加热;长时间加热溶剂时,应使用冷凝装置;
- (4) 按规定处理废弃药品及试剂,定期检查电器是否正常工作,及时更换和修理;
- (5) 熟悉灭火设备的使用方法及其放置位置,以便火灾发生时能够及时灭火。

#### 3. 火灾处理方法

- (1) 切断电源,停止通风;
- (2) 容器中溶剂发生燃烧时,应迅速关闭并移去加热装置,使用潮湿的抹布等物品覆盖在容器上面灭火或使用灭火设备进行灭火;
- (3) 溶剂溅出发生燃烧时,应移去附近易燃溶剂或试剂,同时使用石棉布盖于火焰上灭火或使用灭火设备进行灭火;
- (4) 碱金属燃烧引起的着火,应移去附近易燃溶剂或试剂,同时使用石棉布盖于火焰上灭火。

**【注意】**不能使用水来灭火!

### 1.1.2 触电

人体若通过 50 Hz、25 mA 以上的交流电时,会发生呼吸困难,100 mA 以上则会致人死

亡。因此,安全用电非常重要,在实验室用电过程中必须严格遵守以下操作规程:

- (1) 不能用湿手接触电器;
- (2) 所有电源的裸露部分都应有绝缘装置;
- (3) 已损坏的接头、插座、插头或绝缘不良的电线应及时更换;
- (4) 必须先接好线路再插上电源,实验结束时,必须先切断电源再拆线路;
- (5) 如遇人触电,应迅速切断电源,再进行处理;
- (6) 保险丝型号与实验室允许的电流量必须相匹配;
- (7) 生锈的仪器或接触不良处,应及时处理,以免产生电火花;
- (8) 如遇电线走火,切勿用水或导电的酸碱泡沫灭火器灭火;应立即切断电源,用沙或二氧化碳灭火器灭火。

### 1.1.3 爆炸

#### 1. 实验室爆炸事故的发生原因

(1) 随便混合化学药品。氧化剂和还原剂的混合物在受热、摩擦或撞击时会发生爆炸。表 1-1 中列出了不能混合的常用药品。

表 1-1 不能混合的常用药品一览表

药品名称	不能与之混合的药品名称
碱金属及碱土金属如钾、钠、锂、镁、钙、铝等	二氧化碳、四氯化碳及其他卤代烃,钠、钾、锂禁止与水混合
醋酸	铬酸、硝酸、羟基化合物、过氧酸、过氧化物及高锰酸钾
醋酸酐	同上。还有硫酸、盐酸、碱类
乙醛、甲醛	酸类、碱类、胺类、氧化剂
丙酮	浓硝酸及硫酸混合物,氟、氯、溴
乙炔	氟、氯、溴、铜、银、汞
液氨(无水)	汞、氯、次氯酸钙(漂白粉)、碘、氟化氢
硝酸铵	酸、金属粉末、易燃液体、氯酸盐、硝酸盐、硫磺、有机物粉末、可燃物质
溴	氨、乙炔、丁二烯、丁烷及其他石油类、松节油、苯、金属粉末
苯胺	硝酸、过氧化氢(双氧水)、氯

- (2) 在密闭体系中进行蒸馏、回流等加热操作;
- (3) 在加压或减压实验中使用不耐压的玻璃仪器,气体钢瓶减压阀失灵;
- (4) 反应过于激烈而失去控制;
- (5) 易燃易爆气体如氢气、乙炔、煤气等和有机蒸气等大量逸入空气;
- (6) 一些本身容易爆炸的化合物,如硝酸盐类、硝酸酯类、三碘化氮、芳香族多硝基化合物、乙炔及其重金属盐、重氮盐、叠氮化物、有机过氧化物(如过氧乙醚和过氧酸)等,受热或被撞击时会发生爆炸。强氧化剂与一些有机化合物接触,如乙醇和浓硝酸混合时会发生猛烈的爆炸反应。

## 2. 消除爆炸的防范措施

(1) 取出的试剂药品不得随便倒回贮备瓶中,也不能随手倾入污物缸,应征求教师意见后再加以处理;

(2) 在做高压或减压实验时,应使用防护屏或戴防护面罩;

(3) 不得让气体钢瓶在地上滚动,不得撞击钢瓶表头,更不得随意调换表头。搬运钢瓶时应使用钢瓶车;

(4) 在使用和制备易燃、易爆气体时,反应体系必须密闭,必须在通风橱内进行,并不得在其附近出现明火。

### 1.1.4 化学中毒和化学灼伤

化学药品的危险性除了易燃易爆外,一般还具有腐蚀性、刺激性、毒性。使用不慎会造成中毒或化学灼伤事故。特别应该指出的是,实验室中常用的有机化合物,绝大多数对人体都有不同程度的损害。

#### 1. 化学中毒与化学灼伤的原因

(1) 由呼吸道吸入有毒物质的蒸气;

(2) 有毒药品通过皮肤吸收进入人体;

(3) 吃进被有毒物质污染的食物或饮料;

(4) 化学灼伤则是因为皮肤直接接触腐蚀性物质、强氧化剂、强还原剂等引起的局部外伤。

#### 2. 化学中毒与化学灼伤的预防

(1) 配戴护目镜(平光玻璃或有机玻璃眼镜),防止眼睛受刺激性气体熏染,防止任何化学药品特别是强酸、强碱等异物进入眼内;

(2) 禁止用手直接取用任何化学药品,使用有毒药品时除用药匙、量器外必须配戴橡皮手套;

(3) 避免吸入任何药品和溶剂蒸气。使用具有刺激性、恶臭和有毒的化学药品时(如 $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{SO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HF}$ 、浓硝酸、发烟硫酸、浓盐酸、乙酰氯等),必须在通风橱中进行。通风橱开启后,不要把头伸入橱内,并保持实验室通风良好;

(4) 严禁在酸性介质中使用氰化物;

(5) 禁止用嘴吸吸管移取液体,应该采用洗耳球吸取;

(6) 不得用鼻子直接嗅气体,而是用手向鼻孔扇入少量气体;

(7) 不要用乙醇等有机溶剂擦洗溅在皮肤上的药品,这种做法反而会增加皮肤对药品的吸收量。

#### 3. 中毒和化学灼伤的救护

(1) 眼睛灼伤或掉进异物

一旦眼睛内溅入任何化学药品,立即用大量水彻底冲洗。实验室内应备有专用洗眼水龙头,洗眼时要保持眼皮张开,可由他人帮助翻开眼睑,持续冲洗 15 min。忌用稀酸中和溅入眼睛内的碱性物质,反之亦然。对因溅入碱金属、溴、磷、浓酸、浓碱或其他刺激性物质的眼睛灼伤者,急救后必须迅速送往医院检查治疗。玻璃屑进入眼睛内是比较危险的,要尽量保持平静,绝不可用手揉擦,也不要试图让别人取出碎屑,尽量不要转动眼球,可任其流

泪,有时碎屑会随泪水流出;用纱布轻轻包住眼睛后,将伤者急送医院处理。若系木屑、尘粒等异物,可由他人翻开眼睑,用消毒棉签轻轻取出异物,或任其流泪,待异物排出后,再滴入几滴鱼肝油。

### (2) 皮肤灼伤

① 酸灼伤。先用大量水冲洗,以免深度受伤,再用稀  $\text{NaHCO}_3$  溶液或稀氨水浸洗,最后用水洗。氢氟酸能腐蚀指甲、骨头,滴在皮肤上会形成难以治愈的烧伤。皮肤若被氢氟酸灼烧后,应先用大量水冲洗 20 min 以上,再用冰冷的饱和硫酸镁溶液或 70% 酒精浸洗 30 min 以上;或用大量水冲洗后,用肥皂水或 2%~5%  $\text{NaHCO}_3$  溶液冲洗,再用 5%  $\text{NaHCO}_3$  溶液湿敷。局部外用可的松软膏或紫草油软膏及硫酸镁糊剂。

② 碱灼伤。先用大量水冲洗,再用 1% 硼酸或 2%  $\text{HAc}$  溶液浸洗,最后用水洗。

③ 溴灼伤。被溴灼伤后的伤口一般不易愈合,必须严加防范。使用溴时都必须预先配制好适量的 20%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液备用。一旦有溴沾到皮肤上,立即用  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液冲洗,再用大量水冲洗,包上消毒纱布后就医。灼伤后若创面起水泡,均不宜把水泡挑破。

### (3) 中毒急救

实验中若感觉咽喉灼痛、嘴唇脱色或发绀、胃部痉挛或恶心呕吐、心悸头晕等症状时,则可能系中毒所致。视中毒原因施以下述急救措施后,立即送医院治疗,不得延误。

① 固体或液体毒物中毒。有毒物质尚在嘴里的应立即吐掉,用大量水漱口。误食碱者,先饮大量水再喝些牛奶。误食酸者,先喝水,再服  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  乳剂,最后饮些牛奶。不要用催吐药,也不要服用碳酸盐或碳酸氢盐。

② 重金属盐中毒者。喝一杯含有几克  $\text{MgSO}_4$  的水溶液,立即就医。不要服催吐药,以免引起危险或使病情复杂化。砷和汞化物中毒者,必须紧急就医。

③ 吸入气体或蒸气中毒者。立即转移至室外,解开衣领和纽扣,呼吸新鲜空气。对休克者应施以人工呼吸,但不要对口法。立即送医院急救。

### (4) 烫伤、割伤等外伤

① 烫伤。一旦被火焰、蒸气、红热的玻璃、铁器等烫伤时,立即将伤处用大量水冲淋或浸泡,以迅速降温避免深度烧伤。若起水泡不宜挑破,用纱布包扎后送医院治疗。对轻微烫伤,可在伤处涂些鱼肝油或烫伤油膏或万花油后包扎。

② 割伤。先取出伤口处的玻璃碎屑等异物,用水洗净伤口,挤出一点血,涂上红汞后用消毒纱布包扎。也可在洗净的伤口上贴上“创可贴”,可立即止血,且易愈合。若严重割伤大量出血时,应先止血,让伤者平卧,抬高出血部位,压住附近动脉,或用绷带盖住伤口直接施压,若绷带被血浸透,不要换掉,再盖上一块施压,并立即送医院治疗。

## 1.1.5 实验室药品试剂贮存

实验室药品试剂的贮存一般分为以下几种:

(1) 酸。应远离活泼金属(如钠、钾、镁等)、碱、氧化性酸、易燃有机物及混合后会产生有毒气体的物质(如氰化物、硫化物等)存放;

(2) 碱。应远离酸及一些性质活泼的物质存放;

(3) 易燃物。应避光保存,并远离一切有氧化作用的酸,或能产生火花火焰的物质,且贮存量不可太多,需及时处理;

- (4) 氧化剂。应存放于阴凉处,并远离还原剂(如锌、碱金属、甲酸等);
- (5) 与水作用的物质。应存放于低温处,并远离水;
- (6) 与空气易发生作用的固体物质。应存放于惰性液体介质中并盖紧容器盖;
- (7) 见光易分解的物质。应存放于棕色瓶中,并避光保存;
- (8) 有机溶剂。应区分卤化溶剂及非卤化溶剂,并分开贮存;
- (9) 剧毒物质。应指定专人专柜保存,实行双人双锁管理。

### 1.1.6 实验室废弃物的处理

化学实验室的废弃物,如处理不当则会污染环境,甚至造成危险。因此,有必要弄清楚一些常见的废弃物的处理方法。

#### 1. 废弃物的贮存容器

常见的废弃物的贮存容器有回收的试剂瓶、塑料瓶,贮存桶等。关于贮存容器的使用需要注意以下事项:

- (1) 贮存容器应保持清洁、完整、密封,不得有废弃物溢出或散发气味;
- (2) 贮存容器应与所存放的废弃物具有相容性,不具备相容性的废弃物应分别贮存;
- (3) 贮存容器应在明显位置贴上标签,注明废弃物的名称;
- (4) 贮存容器若严重生锈或损坏,不得使用;
- (5) 贮存容器除添加或移出废弃物外,应盖紧容器盖。

#### 2. 废弃物的分类及处理

根据废弃物的物理和化学性质,可分为危险废弃物、废气、有机废液、无机废液、有机固体废弃物及无机固体废弃物等六项。

危险废弃物包括毒性、腐蚀性、易燃性、反应性和放射性物质。其中毒性废弃物包括含有汞、铅、镉、铬、铜、锌、砷、氰化物、农药、石棉及有机氯溶剂废弃物;腐蚀性废弃物包括强酸( $\text{pH} < 2.0$ )、强碱( $\text{pH} > 12.5$ )等;易燃性废弃物指闪点在  $60\text{ }^\circ\text{C}$  以下的物质;反应性废弃物包括强酸、强碱、强氧化剂与还原剂;放射性废弃物一般在 X 射线及激光实验中会遇到。

对于反应后的废弃物,不可直接倒入水槽或垃圾箱中,应分类存放于专门的容器中,并根据废弃物性质确定储存容器和储存条件。不同废弃物一般不允许混合,应避光、远离热源,以免发生化学反应。废弃物储存容器必须贴上标签,注明废弃物种类及储存时间等。

##### (1) 废气的处理

① 溶解法。对于在水或其他溶剂中溶解度特别大的气体,可用合适的溶剂把它们完全或大部分溶解掉。

② 燃烧法。部分有害的可燃性气体,应在排放口点火燃烧,消除污染,如一氧化碳等。值得注意的是,该方法不能在实验室中使用!

③ 中和法。对于酸性或碱性较强的气体,用适当的碱或酸进行中和。

④ 吸附法。选用适当的吸附剂,消除一些有害气体的外逸和释放。对于毒性不大的气体或剂量小的气体,可用木炭粉或脱脂棉吸附。

##### (2) 有机废液的处理

① 醇类及低碳酮类废液物(如丙酮):可经由大量清水稀释后,由下水道排放;

② 含卤素废液:集中收集于固定的容器中,定期送到学校有关部门,集中处理;

③ 烃类废液:集中收集于固定的容器中,定期送到学校有关部门,集中处理;

④ 有机酸碱:需中和至中性或用大量水稀释,再排入下水道中。

### (3) 固体废弃物的处理

除危险废弃物外,一般贮存于广口玻璃瓶中,并贴上标签,注明物质名称、贮存日期及贮存人,定期送到学校有关部门,集中处理。对于危险废弃物,则需分类分批按时送交学校指定地点,交由国家批准的相关单位进行处理。

## 1.2 高分子科学实验基础技术

### 1.2.1 仪器的洗涤、物质的量取与加热

聚合物合成实验的允许误差一般在1%左右,聚合反应动力学实验要求精度更高。应根据反应对物料准确程度的要求选用不同的量具或称量工具。此外,对不同器皿及玻璃仪器,其洗涤也有不同的方法与要求。同时,对反应体系的加热和冷却有相应的温控指标。下面分别进行介绍。

#### 1. 玻璃仪器的洗涤

聚合物合成实验经常使用各种玻璃仪器,而这些仪器是否干净,常常影响到实验结果的准确性,所以应该保证所使用的仪器洁净。一般来说,玻璃仪器洗涤干净后,内壁附着的水珠应均匀,既不聚集成滴,也不成股流下。玻璃仪器的洗涤方法很多,应根据实验要求、污物的性质和沾污的程度来选用不同的洗涤方法。一般来说,附着在玻璃仪器上的污物既有可溶性物质,也有尘土和其他不溶性物质,还有油污和有机物质等。针对不同情况,可以分别采用下列洗涤方法:

(1) 碱性物质可用稀的或浓的无机酸来洗涤,酸性物质则用纯碱或苛性碱溶液洗涤。

(2) 有机物质可以用乙醇、丙酮、苯、汽油、乙醚等来溶解。

(3) 蒸馏后的残渣,最好溶解在初馏物中除去;聚合反应后的树脂状残渣,可用40%碱液加热洗去。

(4) 黏附在玻璃器皿上的残留沉淀物,可用洗刷玻璃用的特殊刷子(瓶刷)除去,或用超声波清洗器振荡后,用水清洗。

(5) 使用去污粉、肥皂或合成洗涤剂洗涤。肥皂和合成洗涤剂的去污原理已众所周知。去污粉是由碳酸钠、白土、细沙等混合而成,使用时,首先把待洗的仪器用少许水湿润,加入少量去污粉,然后用毛刷擦洗。碳酸钠是一种碱性物质,具有较强的去污能力,而细沙的摩擦作用以及白土的吸附作用则增强了仪器清洗的效果。仪器的内外器壁都经过仔细地擦洗后,用自来水冲去仪器内外的去污粉,要冲洗到没有细微的白色颗粒状粉末为止。用洗涤剂清洗仪器后,需用自来水洗净洗涤剂。最后,用蒸馏水冲洗仪器内壁3次,把自来水洗涤中残留的钙、镁、铁等离子洗去,洗涤时应坚持少量多次原则。

(6) 用铬酸洗液洗涤<sup>①</sup>。对于一些口小、管细的玻璃仪器,或用上述方法很难洗涤干净的玻璃仪器,可用铬酸洗液来清洗。先往玻璃仪器内加入少量洗液,倾斜仪器并慢慢转动,使仪器内壁全部为洗液湿润,洗液在仪器内壁流动几次后,把洗液倒回原瓶内。尽量沥净仪器内洗液,然后用自来水把仪器壁上残留的洗液洗净,最后用蒸馏水洗三次。如果用洗液把仪器浸泡一段时间,或者用热的洗液洗涤,则效率更高。用浓酸、浓碱及铬酸洗液洗涤时,要注意安全,不要让洗液溅出,以免灼伤皮肤。

(7) 上述方法都处理不了的有机高分子化合物,可以用加热碳化的方法除去。

(8) 砂芯漏斗在使用后应立即用水冲洗,滤板不太稠密的漏斗可用强烈的水流来冲洗。首先把漏斗颈与自来水龙头用橡皮管连接,然后放水。滤板较稠密的漏斗借吸滤瓶在减压下将水通过它来冲洗。然后将滞留在小孔中的沉淀用适宜的溶剂洗净。

## 2. 玻璃仪器的干燥

### (1) 倒置晾干法

玻璃器皿和仪器在仔细洗涤后,可将仪器套在木板的斜木钉上,也可以把仪器倒立在几张滤纸上或带有排水沟的特制桌子上,直接在空气中干燥几小时。

### (2) 加热法

洗净的玻璃仪器可以直接放在电热烘箱(控制在 105 °C 左右)内烘干,或者用气流烘干机烘干。从烘箱中取出仪器时,应用干燥的空气流吹洗,以除去冷却后凝结在玻璃器皿内壁的水珠。采用电吹风机(或压缩空气)吹入冷的或最好是热的空气,可使仪器和器皿很快干燥。为了加速干燥,可以在蒸馏水冲洗仪器内壁以后,再用乙醇、乙醚或丙酮润洗,而后再干燥。

### (3) 有机溶剂法

对于带有刻度的计量仪器,不能用加热的方法进行干燥,因为它会影响仪器的精密度。可以加一些易挥发的有机溶剂(通常是酒精或酒精与丙酮体积比为 1 : 1 的混合液)到已洗净的仪器中,倾斜并转动仪器,使器壁上的水与有机溶剂互相溶解,然后倒出。少量残留在仪器中的有机溶剂,很快挥发而干燥。如利用吹风机或压缩空气往仪器中吹风,可以加快仪器干燥。

## 3. 物质的称量与量取

### (1) 固体的称量

精确称取 100 mg 以上的固体时,可选用相应的电子天平。精确称取 100 mg 以下的固体物质时,需采用感量为 0.1 mg 的分析天平或电子天平。

### (2) 液体的量取

精确量取 100  $\mu\text{L}$  及以上的液体时,可选用 1~5 mL 的吸量管,在吸量管上连接注射器,以便于控制吸液量。精确量取 100  $\mu\text{L}$  以下的液体时,则需采用微量进样器量取。

### (3) 气体的计量

对于气体的计量,可采用确定分压与容积进行计算,也可以采用吸到密闭容器的气体的质量而计量。

---

<sup>①</sup> 铬酸洗液配制方法:将 5 g 重铬酸钠或重铬酸钾溶解在 5 mL 水中,然后向水溶液中缓慢加入 100 mL 浓硫酸;或将 5 g 重铬酸钠溶解在 100 mL 加热到 100 °C 的浓硫酸中。重铬酸钾和浓硫酸的混合物具有类似的强氧化性能。器皿用洗液洗过后,先用自来水冲洗,再用蒸馏水清洗,然后干燥。



#### 4. 加热

聚合反应在室温条件下进行,反应速率很慢,通常需要在加热条件下进行。常用的加热方法有如下几种:

##### (1) 直接加热

聚合反应一般时间较长、体系黏度较大,很少采用直接加热法。若反应体系中无固体,所用溶剂的沸点也较高,且反应不需搅拌的情况下,可用加热套直接加热。

##### (2) 间接加热

为了保证聚合反应过程中加热均匀,通常选用热浴进行间接加热。100℃以下多采用水浴加热;100~200℃可采用油浴加热;300℃以上可采用砂浴、盐浴加热。对于聚合反应动力学实验或对温度精度要求很高的实验,可用蒸气浴加热。此外,还有一些间接加热方法,如微波加热等,现分述如下:

##### ① 蒸气浴加热

对于聚合反应动力学实验,常需要在恒定的温度下长时间加热,最好的办法之一是采用蒸气浴加热。最简便的方法是在一大试管内装 1/4 溶液,并加热至沸腾,再将欲加热的器皿放置其中,保持温度恒定;也可采用蒸气浴加热器加热。蒸气浴常用的物质见表 1-2。

表 1-2 蒸气浴常用的物质(100~380℃)

化合物	沸点/℃	化合物	沸点/℃
水	100	萘	218
甲苯	111	水杨酸甲酯	222
正丁醇	117	丁氧基乙氧基乙醇	231
过氯乙烯	121	正癸醇	231
甲氧基乙醇	125	甲基萘	242
氯代苯	133	一缩乙二醇	245
乙氧基乙醇	135	联苯	255
间二甲苯	139	二苯基醚	259
苯甲醚	152	二苯基甲烷	265
环己酮	156	二苯基甲烷/邻羟基联苯(6/4)	270
环己醇	160	对硝基苯甲醚	274
乙基苯基醚	166	二缩三乙二醇	282
丁氧基乙醇	171	邻苯二甲酸二甲酯	283
对异丙基甲苯	176	二苯并呋喃	288
邻二氯苯	179	二苯酮	305
苯酚	181	六氯苯	323
十氢化萘	190	邻联三苯	332
乙二醇	197	蒽	340
间甲酚	202	蒽醌	380
四氯化萘	206		

##### ② 水浴与油浴

直接用火焰加热玻璃器皿,由于玻璃受热不均容易裂开,加之局部过热,可能引起有机