

高等院校应用型特色规划教材

高分子化学实验

GAOFENZI HUAXUE SHIYAN

主编 朱江 曾建兵



高等院校应用型特色规划教材

高分子化学实验

主 编 朱 江 曾建兵

西南交通大学出版社

· 成 都 ·

图书在版编目 (C I P) 数据

高分子化学实验 / 朱江, 曾建兵主编. —成都:
西南交通大学出版社, 2019.8
高等院校应用型特色规划教材
ISBN 978-7-5643-7072-5

I. ①高… II. ①朱… ②曾… 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 (2019) 第 178938 号

高等院校应用型特色规划教材

Gaofenzi Huaxue Shiyān

高分子化学实验

主 编 / 朱 江 曾建兵 责任编辑 / 牛 君
封面设计 / 墨创文化

西南交通大学出版社出版发行
(四川省成都市金牛区二环路北一段 111 号西南交通大学创新大厦 21 楼 610031)
发行部电话: 028-87600564 028-87600533
网址: <http://www.xnjdcbs.com>
印刷: 四川森林印务有限责任公司

成品尺寸 185 mm × 260 mm
印张 6.25 字数 156 千
版次 2019 年 8 月第 1 版 印次 2019 年 8 月第 1 次

书号 ISBN 978-7-5643-7072-5
定价 21.00 元

课件咨询电话: 028-81435775
图书如有印装质量问题 本社负责退换
版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

前 言

近年来，我国高等教育特别是应用型本科院校的人才培养正处于内涵发展的关键期，而应用型本科院校的实验教学应当服务于培养学生的应用能力和创新能力这一主要目标。学生的应用能力包含能够应用所学的基础理论知识解释实验现象，能够熟练地应用各种实验工具、实验手段和科研方法；创新能力包含知识内容的创新、动手能力的创新和实验方法的创新，着重于利用基础理论知识和借鉴他人研究成果，进行实验内容和实验过程的自主设计。因而，在巩固高分子化学基础理论教学效果的同时，以培养学生应用能力、创新能力为目标的高分子化学实验教学，理应受到重视。

在现代高分子化学教学中，实验课程是实现素质教育和人才培养必不可少的环节。通过高分子化学实验课程的学习，学生能够熟练和规范地进行高分子化学实验的基本操作，掌握实验技术和基本技能，了解高分子化学中采用的特殊实验技术，在实验过程中训练科学研究的方法和思维，培养学生严谨求实的科研精神，为以后的工作和科研打下坚实的基础。本教材共精选了17个实验，均为从事高分子材料学习和研究的经典必备实验。每个实验以模块化的方式进行编写，均包括实验目的、实验原理、实验仪器和材料、实验步骤、注意事项、讨论和思考题等实验模块，方便读者根据学习需求对每个不同版块的知识进行分类、整理、筛选和重组。在模块化的高分子化学实验教学体系中，突出学生应用能力、创新能力的培养，学生可以根据自己的学业规划、将来从事的职业或所学专业的发展动态，结合基础知识和实验教学内容，提出实验内容和实验方案，经授课教师指导和验证后实施，不以实验是否达到预期目标作为评价标准，重视实验过程考核而非结果考核。

本教材在编写过程中，得到西南大学化学化工学院曾建兵教授课题组的全程参与和帮助，针对应用型本科院校的人才培养要求，重新对高分子化学实验内容进行了安排和编写。本教材既可作为应用型本科院校高分子专业学生及老师的实验教学参考书，也可供从事高分子材料设计、开发、测试的科技人员参考。

由于编者水平所限，书中难免存在不足之处，敬请读者批评指正。

编 者
2019年5月

目 录

第一章 高分子化学实验基础知识	1
第一节 基本常识	1
第二节 实验操作与技巧	4
第三节 学习方法	10
第二章 基础实验	13
第一节 自由基聚合实验	13
实验一 单体、引发剂和溶剂的精制	13
实验二 甲基丙烯酸甲酯的本体聚合（有机玻璃板的制备）	16
实验三 苯乙烯的悬浮聚合	19
实验四 苯乙烯的乳液聚合	22
实验五 三聚氰胺-甲醛树脂的合成	25
实验六 丙烯酰胺的溶液聚合	27
实验七 聚醋酸乙烯酯乳胶的合成	29
第二节 逐步聚合实验	31
实验八 环氧树脂的制备	31
实验九 泡沫塑料的制备	34
实验十 界面缩聚制备聚癸二酰-己二胺（尼龙 610）	38
第三节 高分子化学实验（综合篇）	41
实验十一 聚乙烯醇的制备	41
实验十二 聚乙烯醇缩甲醛的制备（胶水的制备）	44
实验十三 膨胀计法测定聚苯乙烯聚合反应速率常数	46
实验十四 引发剂分解速率及引发剂效率的测定	50
实验十五 醋酸纤维素的制备	54
第四节 选修内容	56
实验十六 聚合反应的追踪	56
实验十七 高聚物的分析、鉴定方法	58

第三章 拓展实验	67
第一节 高分子计算机模拟概述	67
第二节 计算机模拟在分子化学反应中的应用*	68
第三节 二维高分子链形态的计算机模拟*	72
参考文献	78
附 录	79
附录 A 常见单体的物理常数	79
附录 B 常见聚合物的溶剂和沉淀剂	81
附录 C 常见聚合物的英文名称缩写	82
附录 D 常用引发剂的技术参数	83
附录 E 某些单体和聚合物的密度及折射率	85
附录 F 常见的链转移常数	86
附录 G 自由基共聚反应中单体的竞聚率	88
附录 H 常用加热液体介质	89
附录 I 常用冷却剂的配方	90
附录 J 常用的干燥剂	92

第一章 高分子化学实验基础知识

第一节 基本常识

高分子化学衍生于有机化学，因此高分子化学实验与有机化学实验有着许多共同之处。学好了“有机化学实验”这门课程，掌握了基本有机化学实验操作，做高分子化学实验就会驾轻就熟。但是，高分子化学具有自身的特点，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，高分子化合物的结构和组成分析也有其独特之处，需要学生们领会和掌握。

一、实验室安全

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，就可能引起着火、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。以下为高分子化学实验中常常遇到的几类安全事故。

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，实验室中其他人正在使用明火。

(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中。

(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、石棉布等）的放置地点和使用方法，并妥善保管，不要挪作他用。

如果出现了火警，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，缓慢地将石棉布等盖于容器之上，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。

由于大多数有机溶剂比重低于水，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。

（3）碱金属引起的着火：移去临近溶剂，使用石棉布覆盖。

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应成为实验室的必备品。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。在进行纯化操作时，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。部分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。卤代烃和碱金属分开存放，以免两者接触而反应。

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。因此在使用有毒试剂时，应认真操作，妥善保管；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，必须带橡皮等材质的防护手套，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，养成实验完毕离开实验室之前洗手的习惯。若皮肤溅上毒害性物质，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，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，稍加处理后就医诊治。

为了处理意外事故，实验室应备有灭火器、石棉布和急救箱等用具，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应该小心谨慎，防止因操作不当而造成实验事故。

二、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（充氮的保护器），易燃溶剂的放置场所应远离热源。

2. 废弃试剂的处理

在 高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不属此类。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；有害的化学药品则应进行适当处理。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。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，保持整洁舒适的工作环境，也是高质量完成实验所需要的。

三、实验基本仪器

化学反应的进行、溶液的配制、物料的纯化以及许多分析测试都是在玻璃仪器中进行的，另外还需安装辅助设施，如金属器具和电学仪器等。

1. 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。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，还有多种换口可以选择。常用标准玻璃磨口有 10#，12#，14#，19#，24#，29#和

34#等规格，其中24#口大小与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，聚合物溶液的渗入，有时会使内、外磨口发生黏结，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。

2. 辅助器件

进行高分子化学实验，需要用铁架台和铁夹等金属器具将玻璃仪器固定并适当连接，实验过程中经常需要进行加热、温度控制和搅拌，应选择合适的加热、控温和搅拌设备。液体单体的精制往往需要在真空状态下进行，需要使用不同类型的减压设备，如真空油泵和水泵。许多聚合反应在无氧的条件下进行，需要氮气钢瓶和管道等通气设施。

3. 玻璃仪器的清洗和干燥

玻璃仪器的清洗干燥是避免引入杂质的关键。清洗玻璃仪器最常用的方法是使用毛刷和清洁剂，清除玻璃表面的污物，然后用水反复冲洗，直至器壁不挂水珠，烘干后可供一般实验使用。盛放聚合物的容器往往难以清洗，搁置时间过长则清洗更加困难，因而要养成实验完毕立即清洗的习惯。除去容器中残留聚合物的最常用方法是使用少量溶剂来清洗，最好使用回收的溶剂或废溶剂。带酯键的聚合物（如聚酯、聚甲基丙烯酸甲酯）和环氧树脂残留于容器中，将容器浸泡于乙醇-氢氧化钠洗液之中，可起到很好的清除效果。含少量交联聚合物固体而不易清洗的容器，如膨胀计和容量瓶，可用铬酸洗液来洗涤，热的洗液效果会更好，但是要注意安全。总之，应根据残留物的性质，选择适当的方法使其溶解或分解而达到除去的效果。离子型聚合反应所使用的反应器要求更加严格，清洗时应避免杂质的引入。洗净后的仪器可以晾干或烘干，干燥仪器有烘箱和气流干燥器。临时急用，可以加入少量乙醇或丙酮冲刷水洗过的器皿加速烘干过程，电吹风更能加快烘干过程。对于离子型聚合反应，实验装置需绝对干燥，往往在仪器搭置完毕后，于高真空下加热除去玻璃仪器中的水汽。

第二节 实验操作与技巧

进行高分子化学实验，首先应根据反应的类型和用量选择合适类型和大小反应器，根据反应的要求选择其他的玻璃仪器，并使用辅助器具搭置实验装置，将不同仪器良好、稳固地连接起来。高分子化学实验常常在加热、搅拌和通惰性气体的条件下进行，单体和溶剂的精制离不开蒸馏操作，有时还需要减压条件。

一、温度控制

温度对聚合反应的影响，除了和有机化学实验一样表现在聚合反应速率和产物收率方面以外，还表现在聚合物的相对分子质量及其分布上，因此准确控制聚合反应的温度十分必要。室温以上的聚合反应可使用电加热套、加热圈和加热块等加热装置，对于室温以下的聚合反应，可使用低温浴或采用适当的冷却剂冷却。如果需要准确控制聚合反应的温度，超级恒温水槽则是首选。

(一) 加热方式

1. 水浴加热

当实验需要的温度在 80 °C 以下时，使用水浴对反应体系进行加热和温度控制最为合适，水浴加热具有方便、清洁和完全等优点。加热时，将容器浸于水浴中，利用加热圈来加热水介质，间接加热反应体系。加热圈是由电阻丝贯穿于硬质玻璃管中，并根据浴槽的形状加工制成，也可使用金属管材。长时间使用水浴，会因水分的大量蒸发而导致水的散失，需要及时补充：过夜反应时可在水面上盖层液体石蜡。对于温度控制要求高的实验，可以直接使用超级恒温水槽，还可通过它对外输送恒温水达到所需温度，其温度可控制在 0.5 °C 范围内。由于水管等的热量散失，反应器的温度低于超级恒温水槽的设定温度，需要进行纠正。

2. 油浴加热

水浴不能适用于温度较高的场合，此时需要使用不同的油作为加热介质，采用加热圈等浸入式加热器间接加热。油浴不存在加热介质的挥发问题，但是玻璃仪器的清洗稍为困难，操作不当还会污染实验台面及其他设施。使用油浴加热，还需要注意加热介质的热稳定性和可燃性，最高加热温度不能超过其限度。表 1-1 列举了一些常用加热介质的性质。

表 1-1 常见加热介质的性质

加热介质	沸点或最高使用温度/°C	评 述
水	100	洁净、透明，易挥发
甘油	140~150	洁净、透明，难挥发
植物油	170~180	难清洗，难挥发，高温有油烟
硅油	250	耐高温，透明，价格高
泵油	250	回收泵油多含杂质，不透明

3. 加热电加热套

电加热套是一种外热式加热器，电热元件封闭于玻璃等绝缘层内，并制成内凹的半球状，非常适用于圆底烧瓶的加热，外部为铝质的外壳。电热元件可直接与电源相通，也可以通过调压器等调压装置连接于电源，最高使用温度可达 450 °C。功能较齐全的电加热套带有调节装置，可以对加热功率和温度进行有限的调节，难以准确控制温度。某些国产的电加热套，将加热和电磁搅拌功能融为一体，使用更加方便。电加热套具有安全、方便和不易损坏玻璃仪器的特点，由于玻璃仪器与电加热套紧密接触，保温性能好。根据烧瓶的大小，可以选用不

同规格的电加热套。

4. 加热块加热

加热块通常为铝质的块材，按照需要加工出圆柱孔或内凹半球洞，分别适用于聚合管和圆底烧瓶的加热，加热元件外缠于铝块或置于铝块中，并与控温元件相连。为了能准确控制温度，需要进行温度的校正。因此需要在高温下进行的封管聚合，存在爆裂的隐患，使用加热块较为安全。

(二) 冷却

离子聚合往往需要在低于室温的条件下进行，因此冷却是离子聚合常常需要采取的实验操作。例如甲基丙烯酸甲酯阴离子聚合为避免副反应的发生，聚合温度在 -60°C 以下。环氧乙烷的聚合反应在低温下进行，可以减少环低聚合体的生成，并提高聚合物收率。若反应温度需要控制在 0°C 附近，多采用冰水混合物作为冷却介质。若要使反应体系温度保持在 0°C 以下，则采用碎冰和无机盐的混合物作为制冷剂；如要维持在更低的温度，则必须使用更为有效的制冷剂（干冰和液氮），干冰和乙醇、乙醚等混合，温度可降至 -70°C ，通常使用温度在 $-40\sim-50^{\circ}\text{C}$ 内。液氮与乙醇、丙酮混合使用，冷却温度可稳定在有机溶剂的凝固点附近。表 1-2 列出不同制冷剂的配制方法和使用温度范围。配制冰盐冷浴时，应使用碎冰和颗粒状盐，并按比例混合。干冰和液氮作为制冷剂时，应置于浅口保温瓶等隔热容器中，以防止制冷剂的过度损耗。

表 1-2 常用制冷剂

制冷剂	冷却最低温度/ $^{\circ}\text{C}$
冰-水	0
冰 100 份+氯化钠 33 份	-21
冰 100 份+氯化钙（含结晶水）100 份	-31
冰 100 份+碳酸钾 33 份	-46
干冰+有机溶剂	高于有机溶剂的凝固点
液氮+有机溶剂	接近有机溶剂的凝固点

超级恒温槽可以提供低温环境，并能准确控制温度，也可以通过恒温槽输送冷却液来控制反应温度。

(三) 温度的测定和调节

酒精温度计和水银温度计是最常用的测温仪器，它们的量程受其凝固点和沸点的限制，前者可在 $-60\sim 100^{\circ}\text{C}$ 内使用，后者可测定的最低温度为 -38°C ，最高使用温度在 300°C 左右。低温的测定可使用以有机溶剂制成的温度计，甲苯的温度计可达 -90°C ，正戊烷为 -130°C 。为观察方便在溶剂中加入少量有机染料，这种温度计由于有机溶剂传热较差和黏度较大，需要较长的平衡时间。控温仪兼有测温 and 控温两种功能，但是所测温度往往不准确，需要用温度计进行校正。

较为简单的控制温度方法是调节电加热元件的输入功率，使加热和热量散失达到平衡，但是该方法不够准确，而且不够安全。使用温度控制器如控温仪和触点温度计能够非常有效和准确地控制反应温度。控温仪的温敏探头置于加热介质中，其产生的电信号输入控温仪中，并与所设置的温度信号相比较。当加热介质未达到设定温度时，控温仪的继电器处于闭合状态，电加热元件继续通电加热；加热介质的温度高于设定温度时，继电器断开，电加热元件不再工作。触点温度计需与一台继电器连用，工作原理同上，皆是利用继电器控制电加热元件的工作状态达到控制和调节温度的目的。

要获得良好的恒温系统，除了使用控温设备外，选择适当的电加热元件的功率、电加热介质和调节体系的散热情况也是必需的。

二、搅 拌

高分子化学实验中经常接触到的化学物质是高分子。高分子化合物具有高黏度特性，无论是溶液状态还是熔体状态，如果要保持高分子化学实验过程中混合的均匀性和反应的均匀性，搅拌尤为显得重要。搅拌不仅可以使反应组分混合均匀，还有利于体系的散热，避免发生局部过热而爆聚。搅拌方式通常为磁力搅拌和机械搅拌。

1. 磁力搅拌器

磁力搅拌器中的小型电机能带动磁铁转动，将一颗磁子放入容器中，磁场的变化使磁子发生转动，从而起到搅拌效果。磁子内含磁铁，外部包裹着聚四氟乙烯，防止磁铁被腐蚀、氧化和污染反应溶液。磁子的外形有棒状、锥状和椭球状，前者仅适用于平底容器，后两种可用于圆底反应器。根据容器的大小，选择合适大小的磁子，并可以通过调节磁力搅拌器的搅拌速度来控制反应体系的搅拌情况。磁力搅拌器适用于黏度较小或量较少的反应体系。

2. 机械搅拌器

当反应体系的精度较大时，如进行自基本体聚合和熔融缩聚反应时，磁力搅拌器不能带动磁子转动。反应体系量较多时，磁子无法使整个体系充分混合均匀，在这些情况下需要使用机械搅拌器。进行乳液聚合和悬浮聚合，需要强力搅拌使单体分散成微小液滴，这也离不开机械搅拌器。

机械搅拌器一般有调速装置，有的还有转速指示，但是真实的转速往往由于电压的不稳定而难以确定，这时可用市售的光电转速计来测定，只需将一小块反光铝箔贴在搅拌棒上，将光电转速计的测量夹具置于铝箔平行位置，直接从转速计显示屏上读数即可。

安装搅拌器时，首先要保证电机的转轴绝对与水平垂直，再将配好导管的搅拌棒置于转轴下端的搅拌棒夹具中，拧紧夹具的旋钮。调节反应器的位置，使搅拌棒与瓶口垂直，并在瓶口中心，再将搅拌导管套入瓶口中。将搅拌器开到低挡，根据搅拌情况，小心调节反应装置位置至搅拌棒平稳转动，然后才可装配其他玻璃仪器，如冷凝管和温度计等。装入温度计和氮气导管时，应该关闭搅拌，仔细观察温度计和氮气导管是否与搅拌棒有接触，再行调节它们的高度。

三、蒸 馏

高分子化学实验中经常会用到蒸馏的场合是单体的精制、溶剂的纯化和干燥以及聚合物溶液的浓缩，根据待蒸馏物的沸点和实验的需要可使用不同的蒸馏方法。

(一) 普通蒸馏

在有机化学实验中，我们已经接触到普通蒸馏，蒸馏装置由烧瓶、蒸馏头、温度计、冷凝管、接液管和收集瓶组成。为了防止液体爆沸，需要加入少量沸石，磁力搅拌也可以起到相同效果。

(二) 减压蒸馏

实验室常用的烯类单体沸点比较高，如苯乙烯为 145 °C、甲基丙烯酸甲酯为 100.5 °C、丙烯酸甲酯为 145 °C，这些单体在较高温度下容易发生热聚合，因此不宜进行常规蒸馏。高沸点溶剂的常压蒸馏也很困难，降低压力会使溶剂的沸点下降，可以在较低的温度下得到溶剂的馏分。在缩聚反应过程中，为了提高反应程度、加快聚合反应进行，需要将反应产生的小分子产物从反应体系中脱除，这也需要在减压下进行。待蒸馏物的沸点不同，减压蒸馏所需的真空度也各异。实用中将真空划分为粗真空（1~100 kPa）、中真空（1~1 kPa）和高真空（小于 1 Pa），真空的获得是通过真空泵来实现的。

1. 真空泵

真空泵根据工作介质的不同可分为两大类：水泵和油泵。水泵所能达到的最高真空度除与泵本身的结构有关外，还取决于水温（此时水的蒸气压为水泵所能达到的最低压力），一般可以获得 1~2 kPa 的真空，例如 30 °C 时可达到 4.2 kPa，10 °C 时可提升至 1.5 kPa，适用于苯乙烯、甲基丙烯酸甲酯和丙烯酸丁酯的减压蒸馏。水泵结构简单，使用方便，维护容易，一般不需要保护装置。为了维持水泵良好的工作状态和延长它的使用寿命，最好每使用一次就更换水箱中的水。

真空油泵是一种比较精密的设备，它的工作介质是特制的高沸点、低挥发的泵油，它的效能取决于油泵的机械结构和泵油的质量。固体杂质和腐蚀性气体进入泵体都可能损伤泵的内部、降低真空泵内部构件的密合性，低沸点的液体与真空泵油混合后，使工作介质的蒸气压升高，从而降低了真空泵的最高真空度。因此真空油泵使用时需要净化干燥等保护装置，以除去进入泵中低沸点溶剂、酸碱性气体和固体微粒。首次使用三相电机驱动的油泵，应检查电机的转动方向是否正确，及时更换电线的相位，避免因反转而导致喷油，然后加入适当量的泵油。除了上述保护措施外，还应该定期更换泵油，必要时使用石油醚清洗泵体，晾干后再加入新的泵油。油泵可以达到很高的真空度，适用于高沸点液体的蒸馏和特殊的聚合反应。

2. 减压蒸馏系统

减压蒸馏系统是由蒸馏装置、真空泵和保护检测装置三个部分组成。蒸馏装置在大多

数情况下使用克氏蒸馏头，直口处插入 1 个毛细管鼓泡装置，也可以使用普通蒸馏头而用多口瓶，毛细管由支口插入液面以下。鼓泡装置可以提供沸腾的汽化中心，防止液体暴沸。对于阴离子聚合等使用的单体，要求绝对无水，因此不能使用鼓泡装置，变通的做法是加入沸石和提高磁力搅拌速度来预防，减压时应该缓缓提高体系的真空度，达到要求后再进行加热。减压蒸馏使用带抽气口和防护滴管的接液管，可以防止液体直接泄露到真空泵中。真空泵是减压蒸馏的核心部分，根据待蒸馏化合物的沸点和化合物的用途，选用适当的真空泵。

真空泵和蒸馏系统之间常常串联保护装置，以防止低沸点物质和腐蚀性气体进入真空泵。以液氮充分冷却的冷阱能使低沸点、易挥发的馏分凝固，从而十分有效地防止它们进入真空泵，但是当出现液体爆沸时，会使冷阱被堵塞，影响到减压蒸馏的正常进行。在冷阱与蒸馏系统之间置三通活塞，调节真空度和抽气量，可以避免液体暴沸，这种简单的保护设施可适用于普通单体和溶剂的减压蒸馏。

四、试剂的称量和转移

固体试剂基本上是采用称量法，可在不同类型的天平上进行，如托盘天平、分析天平和电子分析天平。分析天平是高精密仪器，使用时应严格遵守使用规则，平时还要妥善维护。电子天平的出现使高精度称量变得十分简单和容易，使用时应该注意它的最大负荷，避免试剂散失到托盘上。称量时，应借助适当的称量器具，如称量瓶、合适的小烧杯和洁净的硫酸纸。除了称量法以外，液体试剂可直接采用量体积法，需要用到量筒、注射器和移液管等不同量具。气体量的确定较为困难，往往采用流量乘以通气时间来计算，对于储存在小型储气瓶中的气体也可以采用称量法。

进行聚合反应，不同试剂需要转移到反应装置中。一般应遵循先固体后液体的原则，这样可以避免固体黏在反应瓶的壁上，还可以利用液体冲洗反应装置。为了防止固体试剂散失，可以利用滤纸、硫酸纸等制成小漏斗，通过小漏斗缓慢加入固体。在许多场合下液体试剂需要连续加入，这需要借助恒压滴液漏斗等装置，严格的试剂加入速度可通过恒流蠕动泵来实现，流量可在几微升/分钟至几毫升/分钟内调节。气体的转移则较为简单，为了利于反应，通气管口应位于反应液面以下。

在 高分子化学实验中，会接触到许多对空气、湿气等非常敏感的引发剂，如碱金属、有机锂化合物和某些离子聚合的引发剂（萘钠、三氟磺酸等）。在进行离子型聚合和基团转移聚合时，需要将绝对无水试剂转移到反应装置。这些化学试剂的量取和转移需要采取特殊的措施，以下列举几例：

(1) 碱金属（锂、钠和钾）。取一洁净的烧杯，盛放适量的甲苯或石油醚，将粗称量的碱金属放入溶剂中。借助镊子和小刀，将金属表面的氧化层刮去，快速称量并转移到反应器中，少量附着于表面上的溶剂可在干燥氮气流下除去。

(2) 离子聚合的引发剂。少量液体引发剂可借助干燥的注射器加入，固体引发剂可事先溶解在适当溶剂中再加入，较多量的引发剂可采用内转移法。

(3) 无水溶剂。绝对无水的溶剂最好采用内转移法进行，溶剂加入完毕，将针头抽出。

第三节 学习方法

一、开设目的

通过高分子化学实验，可以获得许多感性认识，加深对高分子化学基础知识和基本原理的理解；通过高分子化学实验课程的学习，能够熟练和规范地进行高分子化学实验的基本操作，掌握实验技术和基本技能，了解高分子化学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，学生需要提出问题、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，这也是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，高分子化学实验过程的教学重点是传授高分子化学的知识和实验方法，然而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、学习方法

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. 实验预习

无论是现在做普通实验还是以后从事科学研究，在进行一项高分子化学实验之前，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，怎样顺利完成这个实验，做这个实验得到什么收获。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）。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和解决方法。

在高年级学生做毕业论文时，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，不明白之处要多查多问。自己做实验时，玻璃仪器和电器都需要自己准备，切不要事到临头缺少器物，影响实验的正常进行。

2. 实验操作

高分子化学实验，一般需要很长时间，过程进行中需要仔细操作、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，进一步明确实验进行过程、操作要点和注意事项。

(2) 搭建实验装置、加入化学试剂和调节实验条件，按照拟定的步骤进行实验，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。

3. 实验报告

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。

三、实验规则

1. 实验室规则

(1) 实验前应充分预习，实验完成后应在规定时间内交实验报告。

(2) 爱护仪器设备，凡有损坏和遗失仪器、工具和其他物品者，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，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、溶剂和其他废弃物，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，也会给自己的论文研究工作带来许多方便。