

《 高分子化学 》

实 验 指 导 书

郭伟杰 邹俊 编写

适用专业：高分子材料工程

金属材料工程

江苏科技大学材料科学与工程学院

2006 年 4 月

前 言

本课程是高分子材料工程的专业基础课，主要学习高分子化学实验的基本知识，使学生掌握高分子化学实验的基本操作和基本技能以及高分子化学的实验仪器的使用，以便分析并解决高分子化学实验中的有关问题。

由于本课程大纲实验时数的限定，尽管许多院校结合自己的特点编写了不少实验教材，国外也有这类教材出版，但对于本校短学时的高分子化学实验来说需要编写一本实验讲义。本讲义编写时，力求把高分子重要章节的代表性实验涵盖其中，本指导书包括了 9 个实验，其中实验 1-4 为必做的实验项目，其它的实验可以供学生选做。限于我们的水平和经验，讲义中有很多不完善和不妥之处，望读者不吝指正。

目 录

实验 1	聚苯乙烯悬浮聚合.....	4
实验 2	醋酸乙烯酯的乳液聚合.....	8
实验 3	MMA 本体聚合制备有机玻璃板.....	12
实验 4	聚己二酸乙二酯的制备及酸值测定.....	16
实验 5	单体浇铸尼龙(MC 尼龙).....	22
实验 6	三聚氰胺-甲醛树脂及其层压板的制备	26
实验 7	聚乙烯醇缩醛的制备及其缩醛度的测定.....	29
实验 8	高吸水性功能高分子的制备及吸水量、	34
实验 9	膨胀计法测定甲基丙烯酸甲酯本体聚合反应速率.....	38
附录一	高分子化学实验的基础技术.....	44
附录二	高分子实验室的安全知识.....	57

实验 1 聚苯乙烯悬浮聚合

实验学时：4

实验类型：验证

实验要求：必修

一、实验目的

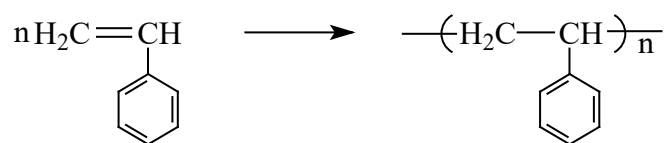
1. 熟悉悬浮聚合的一般原理、方法，了解配方中各组份的作用。
2. 了解悬浮聚合的工艺特点，掌握悬浮聚合的操作并观察单体在聚合过程中的变化。

二、实验原理

悬浮聚合是游离基聚合的实施方法之一，是目前工业上应用广泛的一种聚合物生产方法。体系主要有四个组份：单体、引发剂、介质、分散剂。单体在强烈的搅拌下将以微珠形成悬浮于介质中而进行的聚合(一般要求介质既不溶解单体也不溶解聚合物)。由于苯乙烯在水中的溶解度很小，所以我们用水作为介质。单体和水两种液体之间存在一定的界面张力，界面张力越大，保持成球形的能力就越大，形成的液滴也越大。搅拌剪切力和界面张力对液滴成球能力的作用影响相反，构成动态平衡，使液滴达到一定的大小和分布。这种由剪切力和界面张力形成的液滴在热力学上是不稳定的。当搅拌停止后，液滴将凝聚变大，最后仍与水分层。另外当微珠聚合到一定程度后，粘度突增，微珠与微珠之间很容易碰撞粘在一起成为一团，在这种情况下，搅拌反而促进粘结。为了避免这种情况发生，必须在聚合体系中加入一定量的分散剂。如：碳酸镁、碳酸钡、碳酸钙、明胶、聚乙烯醇、马来酸酐、甲基纤维素等，其作用机理是能增加分散介质的粘度，阻碍微珠与微珠之间靠拢，并降低其表面张力，同时又能在微珠上形成一层保护膜以防粘结。因此搅拌、分散剂是两个不可缺少的工艺条件。

悬浮聚合反应历程及动力学和本体聚合相同。

聚苯乙烯的聚合反应式如下：



三、仪器与药品

电动搅拌器，标准磨口三颈瓶，球形冷凝管，温度计，移液管，表面皿，布氏漏斗，烧杯，水浴加热装置，烘箱，水循环泵。

苯乙烯($d=0.9059\text{g/mL}$)，10%氢氧化钠溶液，聚乙烯醇(或羟甲基纤维素)，过氧化二苯甲酰。

四、实验组织运行要求

根据本实验的特点、要求和具体条件，采用以学生自主训练为主的开放模式组织教学。

五、实验步骤

1.准备:

(1)将 10g 苯乙烯置于分液漏斗中，加入 10%氢氧化钠溶液 8mL，剧烈振荡。然后静止片刻，待液体分层后，弃去下层红色洗液。重新加入氢氧化钠溶液洗涤数次，直至洗液不再呈现红色为止。再用去离子水洗涤至中性。

(2)将聚乙烯醇(PVA)成 1%的稀溶液。

2.步骤:

在烧杯中加入洗涤过的苯乙烯 5mL 和 0.3g 过氧化苯甲酰，轻轻摇动至溶解。

按右图将反应装置装好，开动搅拌同时在反应瓶中加入 30mL 1% 聚乙烯醇，120 毫升去离子水，已溶有引发剂的苯乙烯单体。仔细调节搅拌速度，使单体分散成合适大小的液滴。液滴大小调节好后，升温至 85-90℃，保温 1.5-2h，取出几颗粒状物于含冷水的表面皿中，观察其冷却后是否呈坚硬状。若冷却后呈坚硬状将温度升高至 95℃，保温 0.5 小时，即可结束反应。

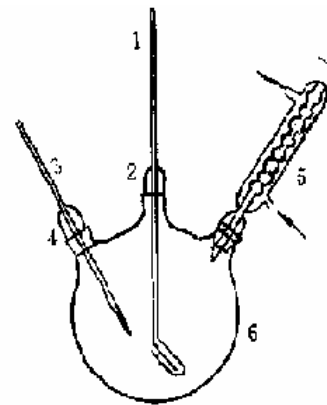


图1-1 通用聚合装置图

1. 搅拌器 2. 四氟密封塞 3. 温度计
4. 温度计套管 5. 球型冷凝管 6. 三口烧瓶

将反应液降温，倒入烧杯中，用去离子水洗涤 3 次后用布氏漏斗过滤，将珠状聚合物置于表面皿中，在 50℃烘箱中干燥至恒重，称重计算产率。

注意事项：能否获得均匀的细珠状聚合物与搅拌速度有密切的关系，搅拌太激烈易生成砂粒状聚合物，搅拌太慢易生结块，附着在反应器内壁或搅拌棒上。还应注意的是在聚合过程中不易随意改变搅拌速度。

六、思考题

1. 计算聚合物产率。
2. 苯乙烯在聚合过程变成固体 PS 粒子，经过哪几个阶段？各阶段中对苯乙烯成粒影响因素有哪些？如何才能有效地控制 PS 粒径及分布？

七、实验报告要求

1. 实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习，并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求，需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤，形成一个操作提纲。对实验中可能出现的现象及安全注意事项做到心中有数。

2. 实验记录

认真填写好本次实验记录（见附录），实验记录必须有指导教师签名，否则无效。

3. 实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结，回答思考题，提出实验结论及自己的看法。

附录：

苯乙烯悬浮聚合实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____ 指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

1、实验数据记录

苯乙烯单体量：_____ 水的用量：_____

引发剂用量：_____ 1%聚乙烯醇用量：_____

聚合时间：_____ 聚合温度：_____

2、实验过程记录

实验2 醋酸乙烯酯的乳液聚合

实验学时：4

实验类型：验证

实验要求：必修

一、实验目的

1. 了解乳液聚合的反应机理，乳液聚合体系中各组份的作用。了解乳液的形成机理。
2. 熟练掌握乳液聚合方法。
3. 掌握旋转粘度计测定聚合物溶液粘度的原理及方法。

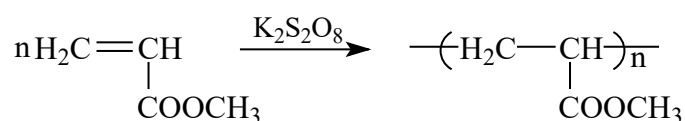
二、实验原理

单体在乳化剂、机械搅拌作用下，在水介质中分散成乳液状态进行的聚合称为乳液聚合。它有聚合速度快、聚合反应平稳、聚合物分子量高等特点，是自由基聚合的实施方法之一。乳液聚合体系包括单体、分散介质(水)、乳化剂、引发剂等主要组份及 pH 缓冲剂等辅助组份。乳化剂在水中的浓度超过临界胶束浓度时开始形成胶束。在一般乳液聚合配方条件下，绝大部分的引发、增长是在胶束中进行的，增溶胶束转变为单体-聚合物胶乳粒，最终成为聚合物胶粒。常用的乳化剂有阴离子型、阳离子型和非离子型。阴离子型的乳化剂效率高可制成细粒乳液，但乳液体系不够稳定，聚合时还要调节 pH 值并经常注意 pH 的变化，pH=4~6 范围内乳液比较稳定，或者乳液体系中加入缓冲剂如焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)以避免体系 pH 值下降。非离子型乳化剂如聚氧乙烯辛基苯基醚(OP-10)对 pH 值变化不敏感，因此在醋酸乙烯酯乳液聚合体系中往往用阴离子及非离子型复合乳化剂。乳液聚合的反应速率及产物分子量除与反应温度、单体浓度、引发剂浓度有关外，乳胶粒数目是一个重要因素，乳化剂的种类和用量又直接影响胶粒数目，因此乳化剂的种类及用量会影响乳液聚合的反应速率及产物分子量。

乳液聚合在工业生产上应用广泛。聚醋酸乙烯胶乳漆具有水基漆的优点，即粘度较小，而分子量较大，不用易燃的有机溶剂。作粘合剂时(俗称百胶)，无论木材、纸张和织物均可使用。如果进一步醇解可制备聚乙烯醇。

醋酸乙烯酯乳液聚合的机理与一般乳液聚合相同，采用过硫酸盐为引发剂。本实验中，在搅拌条件下乳化剂使不溶于水的单体醋酸乙烯酯自行进入乳化剂所形成的胶束来进行聚合反应，并形成热力学稳定体系。胶束中的单体在扩散进入胶束的水溶性引发剂

过硫酸钾分解产生的自由基的作用下，按自由基机理进行聚合反应。反应式如下：



三、主要仪器及药品

四颈瓶，搅拌器，回流冷凝管，滴液漏斗，水浴加热装置，温度计，烧杯，表面皿，布氏漏斗、NDJ-1 旋转粘度计、真空烘箱等。

醋酸乙烯酯，过硫酸钾，聚乙烯醇，乳化剂 OP-10，十二烷基苯磺酸钠，50%碳酸氢钠溶液。

四、实验组织运行要求

根据本实验的特点、要求和具体条件，采用以学生自主训练为主的开放模式组织教学。

五、实验步骤

在装有搅拌器、回流冷凝管、温度计的四口烧瓶中加入 50ml 聚乙烯醇溶液（2.5g 聚乙烯醇，溶解于 48ml 蒸馏水中），升温至 68—70℃。加入 0.5 克十二烷基苯磺酸钠、2.5ml OP-10，搅拌均匀，然后加入 6.4ml 醋酸乙烯酯，1.9ml 过硫酸钾溶液（2%）。控制反应物温度在 70℃ 左右，反应 30 分钟。再加入 2.5 ml 过硫酸钾溶液（2%），然后用滴液漏斗加入 25.7ml 醋酸乙烯酯滴加速度不宜过快，滴加时控制反应温度不变。滴加结束后 70℃，保温 30 分钟，最后升温至 80—85℃，至无回流为止，降温至 50℃，50%碳酸氢钠溶液调 pH=6，结束。

六、数据处理

1. 固含量测定：

在预先恒重的称量瓶（ m_0 ）中加入 2g 左右的乳液并准确记录称量值（ m_1 ），在 105℃ 烘箱内烘至恒重，称量并计算干燥后的质量（ m_2 ），计算乳液的固体百分含量：

$$\text{固含量} = \frac{\text{干燥后的质量 } m_2}{\text{乳液质量 } m_1} \times 100$$

2. pH 值的测定：以 pH 试纸测定乳液的 pH 值。

3. 粘度测定：以 NDJ-1 型旋转粘度计测试乳液粘度。选用 1# 转子，测试温度为 25℃

七、思考题

1. 讨论乳液聚合中乳化剂的作用，乳化剂浓度对聚合速率和产物分子量有何影响？
2. 简述乳液聚合的工艺特点，指出其优缺点，并与悬浮聚合比较。

八、实验报告要求

1. 实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习，并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求，需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤，形成一个操作提纲。对实验中可能出现的现象及安全注意事项做到心中有数。

2. 实验记录

认真填写好本次实验记录（见附录），实验记录必须有指导教师签名，否则无效。

3. 实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结，回答思考题，提出实验结论及自己的看法。

醋酸乙烯酯的乳液聚合实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____ 指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

1、实验数据记录

乳液聚合配方

试剂	加量
醋酸乙烯酯	
聚乙烯醇	
十二烷基苯磺酸钠	
OP-10	
过硫酸钾溶液(2%)	
去离子水	

2、实验过程记录(包括颜色、粘度变化，是否有凝胶等)

实验3 MMA 本体聚合制备有机玻璃板 及其透光率的测定

实验学时：4

实验类型：综合

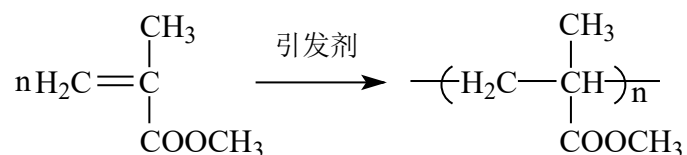
实验要求：必修

一、目的要求

1. 通过 MMA 的本体聚合，掌握和了解有机玻璃的制造过程和操作技术；
2. 了解本体聚合技术特点，并测定制品的透光率。

二、实验原理

MMA 的本体聚合是在引发剂作用下，按自由基聚合反应的历程进行的，引发剂通常为偶氮二异丁腈、过氧化二苯甲酰。其反应通式如下：



MMA 是含不饱和双键、结构不对称的分子，易发生聚合反应，其聚合热为 56.1KJ/mol。MMA 在本体聚合中的突出特点是有“凝胶效应”，即在聚合过程中，当转化率达到 10%~20%时，聚合速率突然加快，物料的粘度骤然上升，以致发生局部过热现象。其原因是由于随着聚合反应的进行，物料的粘度增大，活性增长链移动困难，致使其相互碰撞而产生的链终止下降；相反单体分子扩散作用不受影响，因此活性链与单体分子结合进行链增长的速率不变，总的结果是聚合总速率增加，以致发生爆发性聚合。

由于本体聚合没有稀释剂存在，聚合热的排散比较困难。“凝胶效应”放出的大量反应热会使产品含有气泡而影响其光学性能，因此在产生中要通过严格控制聚合温度来控制聚合反应速率，以保证有机玻璃产品的质量。

为了解决本体聚合中聚合热的排除问题，MMA 聚合在工艺上通常采取两段法，即先在聚合釜中进行预聚合使转化率达到 15%左右。在此过程中一部分聚合热以先行排除，为以后灌模聚合的顺利进行打下基础。预聚合的另一好处是减少聚合过程中的体积收缩，即使部分体积收缩在预聚合釜中完成，因此可减少制品的变形。预聚合结束后，将预聚体灌模，继续进行聚合，最后得到所需的制品。

三、仪器与药品

三口烧瓶，温度计，恒温水浴槽，电动搅拌，球形冷凝器，硅玻璃片(80×100×3mm)，试管，71 或 72 型分光光度计，游标卡尺，透明胶带，橡皮膏，硅胶干燥器，烘箱，滴管。

甲基丙烯酸甲酯 MMA(新蒸)，偶氮二异丁腈 (AIBN)，硬酯酸。

四、实验组织运行要求

根据本实验的特点、要求和具体条件，采用以学生自主训练为主的开放模式组织教学。

五、实验步骤

实验一般分为以下几步：制模、预聚合、灌浆、聚合、脱模。

1. 制模

取三块洗净并干燥好的玻璃片，把三块玻璃片重叠，并将中间一块纵向抽出 40mm，其余三断面用胶带、胶布封牢，将中间玻璃抽出，作灌浆用。

2. 预聚合

准确称取 0.04g AIBN 和 30g MMA 投入烧瓶中，轻轻摇晃使 BPO 完全溶解，装上搅拌，用水浴加热，升温至 85℃左右，进行预聚合。仔细观察反应液粘度变化，若预聚物呈粘性薄浆状(似甘油状或稍粘些)，加入 0.18g 硬酯酸，搅拌使其溶解，迅速冷却至室温，整个反应约需要 0.5~1h。

3. 灌浆

用滴管将预聚物慢慢灌入模具中，检查是否有气泡，若有气泡，可将模具垂直放至片刻并用手指弹磕模具促使气泡逸出。将剩余的预聚物灌入试管中。

4. 聚合

将灌浆好的模具在 50℃的烘箱中低温聚合 6h，然后升温至 95~100℃保温 1.5~2h。

5. 脱模

将模具缓慢冷却到 50~60℃，撬开玻璃片得到有机玻璃板。将试管砸碎可得到一光滑的有机玻璃棒。

六、透光率的测定

聚甲基丙烯酸甲酯具有优异的光学性能，其透光率可达 91%，折光率为 1.49，高度透明洁净。用 72-1 型分光光度计可测定所制产品的透明度。

1. 试样制备

试样尺寸为 10×50mm，厚度可按原厚度，用游标卡尺测定其厚度。

2. 测定方法

- ①接通电源，调至 220V。
- ②打开仪器电源，恒压器及光源开关。
- ③开启样品盖，打开工作开关，将检流计光点调至透明度 0 点位置。
- ④调节所要波长 465nm。
- ⑤将光度调节到满刻度 100% 位置。
- ⑥放入试样，关上样品盖，所测得的透光度即为样品的透光度。
- ⑦逐一关闭各开关，再关闭总开关。

七、思考题

1. MMA 的本体聚合有何特点？
2. 本体聚合工艺中的关键是什么？采取什么措施来解决？
3. 单体预聚合的目的是什么？
4. 硬酯酸在有机玻璃制备中起什么作用？

八、实验报告要求

1. 实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习，并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求，需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤，形成一个操作提纲。对实验中可能出现的现象及安全注意事项做到心中有数。

2. 实验记录

认真填写好本次实验记录（见附录），实验记录必须有指导教师签名，否则无效。

3. 实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结，回答思考题，提出实验结论及自己的看法。

附录

本体聚合 MMA 制有机玻璃板及其透光率测定实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____ 指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

1、实验数据记录

甲基丙烯酸甲酯单体量：_____ BPO 的用量：_____

预聚温度：_____ 预聚时间：_____

透光率：_____

2、实验过程记录

实验 4 聚己二酸乙二酯的制备及酸值测定

实验学时：4

实验类型：综合

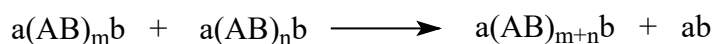
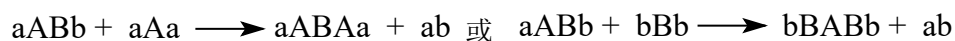
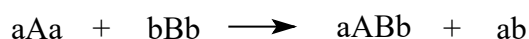
实验要求：必修

一、实验目的

本实验将通过改变己二酸己二酯制备的反应条件及其对反应程度的影响、分析副产物的析出，进一步了解聚酯类型的缩聚反应的特点。另外通过对最后产物的端基分析测定聚合物分子量，掌握端基分析法测定分子量方法。

二、实验原理

线性缩聚反应的特点是单体的双官能团间相互反应，同时析出副产物。在反应初期，由于参加反应的官能团数目较多，反应速度较快，转化率较高，单体间相互形成二聚体、三聚体、最终生成高聚物。



对整个线性缩聚可逆平衡反应，由于其平衡可逆的性质，缩聚物的分子量必然受到平衡常数的影响。利用官能团等活性的假设，可近似地利用同一个平衡常数来表示其反应平衡特征。聚酯反应的平衡常数一般较小，K 值大约在 4~10 之间。当反应条件改变时，平衡即被破坏。除了单体结构和端基活性的影响外，影响聚酯反应的主要因素有：配料比、反应温度、催化剂、反应程度、反应时间、去水程度等。

配料比对反应程度和聚酯的分子量大小影响很大，体系中任何一种单体过量都会降低反应程度。采用催化剂可大大加快反应速度，提高反应温度一般也能加快反应速度，但反应温度的选择与单体的沸点、热稳定性有关。反应中低分子副产物将使反应平衡向阻碍高分子产物形成的方向发展，因此副产物取出的越彻底，反应进行的程度越大。为了除去水分，本实验可采取提高反应温度、降低聚合体系压力、提高搅拌速度和通入惰性气体等方法。此外，在反应没有达到平衡、链两端未被封锁的情况下，反应时间的增加也可提高反应程度和分子量。

在配料比严格控制在 1:1 时, 产物的平均聚合度 X_n 与反应程度(P)具有如下关系:
 $X_n=1/(1-P)$,假如 $X_n=100$,则 $P=99\%$, 因此要获得较高分子量的产品, 就必须提高反应程度。反应程度可通过析出的副产物的量来计算: $P=n/n_0$,其中 n 为收集到的副产物的量, n_0 为反应理论产生的副产物的量。

聚酯反应体系中有羧基官能团存在, 因此通过测定反应过程中的酸值的变化, 可了解反应进行的程度(平衡是否达到)。

反应结束后取样测定其酸值和羟值, 计算其分子量。

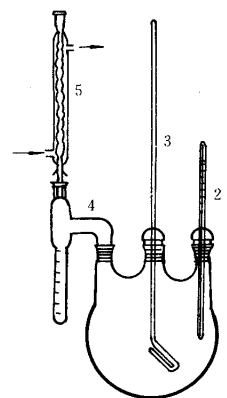
三、仪器和药品

四口烧瓶, 搅拌器, 分水器, 温度计, 球形冷凝管, 量筒, 培养皿, 塑料漏斗, 真空泵。

己二酸, 乙二醇, 对甲苯磺酸, 十氢萘。

四、实验组织运行要求

根据本实验的特点、要求和具体条件, 采用以学生自主训练为主的开放模式组织教学。



1. 三口烧瓶 2. 温度计 3. 搅拌器

五、实验步骤

按右图将装置搭好。

1. 聚合物合成

在四口烧瓶中加入等摩尔数的己二酸和乙二醇, 少量对甲苯磺酸及 15mL 十氢萘, 分水器内加入适量十氢萘。在搅拌下 15 分钟内将温度升至 160°C , 并保持 $160\pm 2^{\circ}\text{C}$ 1.5 小时, 每隔 15min 记录一次析出水量。然后将体系升温至 $200\pm 2^{\circ}\text{C}$, 在此温度保温 1.5h, 同样每隔 15min 记录一次析出水量。

将反应装置改成减压系统, 将分水器内的水放净, 在 $200\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、 $1.3\text{kPa}(100\text{mmHg})$ 压力下反应 0.5h, 同时记录在此条件下的析水量。反应停止趁热倒出聚合物, 冷却后得到白色固体。

2. 酸值和羟值的测定及分子量计算

具体方法见附录。

六、思考题

1. 试述影响分子量大小的主要因素？
2. 根据试验结果画出累积水量与反应时间的关系图，并讨论反应特点。

七、实验报告要求

1. 实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习，并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求，需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤，形成一个操作提纲。对实验中可能出现的现象及安全注意事项做到心中有数。

2. 实验记录

认真填写好本次实验记录（见附录），实验记录必须有指导教师签名，否则无效。

3. 实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结，回答思考题，提出实验结论及自己的看法。

附录:

1. 酸值的测定

准确称取 0.5g 上述产品, 放入 100mL 锥形瓶中, 用移液管加入 20mL 溶剂(如甲醇、乙醇、丙酮、苯、氯仿等), 轻轻摇动锥形瓶使产品完全溶解。然后加入 2~3 滴 0.1% 的酚酞-乙醇溶液, 用 KOH 或 NaOH 醇标准溶液滴定至浅粉红色(颜色保持 15~30s 不褪)。同样的方法进行空白滴定, 重复 2 次, 结果按下式计算:

$$\text{酸值} = \frac{(V - V_0) \cdot M \times 56.11}{W}$$

式中, V、V₀: 分别为样品滴定、空白滴定所消耗的 KOH(也可用 NaOH)的标准溶液体积, mL;

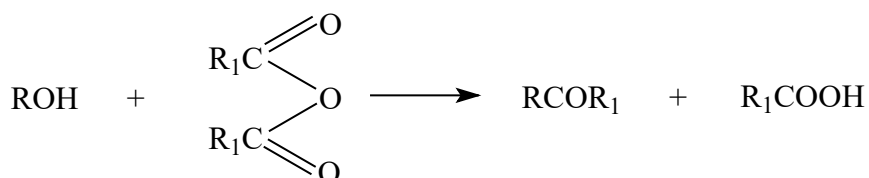
M: KOH 或 NaOH 标准溶液的浓度, mol/L;

W: 样品的重量, g。

注: 若用 NaOH 滴定, 则计算时将式中的 56.11 改为 40。

2. 羟值的测定

羟值是指滴定 1g 羟基的样品所消耗的 KOH(或 NaOH)的毫克数。羟基能与酸酐发生酯化反应, 反应式如下:



用 KOH 或 NaOH 的溶液滴定在此反应过程中所消耗的量即可求出羟值。常用的酸酐有醋酐、邻苯二甲酸酐。具体操作步骤如下: 在一个洁净、干燥的棕色瓶中加入 100mL 新蒸吡啶和 15mL 新蒸醋酐混合均匀后备用。

将样品真空干燥, 称取 2g 样品(精确到 1mg), 放入 100mL 磨口锥形瓶中, 用移液管准确移取 10mL 配好的醋酸酐-吡啶混合液并用 2mL 吡啶冲洗瓶口。放入几粒沸石, 接上磨口空气冷凝管, 在平板电炉上加热回流 20min, 冷却至室温, 依次用 10mL 吡啶和 10mL 蒸馏水冲洗冷凝管内壁和磨口, 加入 3~5 滴 1% 的酚酞-乙醇指示剂, 用 1N KOH 标准溶液滴定。用同样的操作做空白试验, 计算羟值:

$$\text{羟值} = \frac{(V - V_0) \cdot N \times 56.11}{W}$$

式中，V、V₀：分别为样品滴定、空白滴定所消耗的 KOH 的标准溶液体积，mL；

N：KOH 标准溶液的浓度；

W：样品的重量，g。

对于端基为羟基的聚合物，测得其羟值可用来计算其数均分子量，对双端基的聚醚，其数均分子量 M_n 可表示为：

$$M_n = \frac{2 \times 56.11 \times 1000}{\text{羟值}}$$

注：1. 吡啶有毒，操作时需在通风厨内进行。

2. 若用 NaOH 滴定，则计算时将上式中的 56.1 改为 40。

2、实验记录

聚己二酸乙二酯的制备及酸值测定实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____ 指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

1、实验数据记录

己二酸用量：_____ 乙二醇用量：_____

聚合温度：_____ 聚合时间：_____

真空度及抽真空时间：_____ 出水量：_____

氢氧化钠用量：_____ 酸值：_____

2、实验过程记录

实验 5 单体浇铸尼龙(MC 尼龙)

实验学时：4

实验类型：验证

实验要求：选修

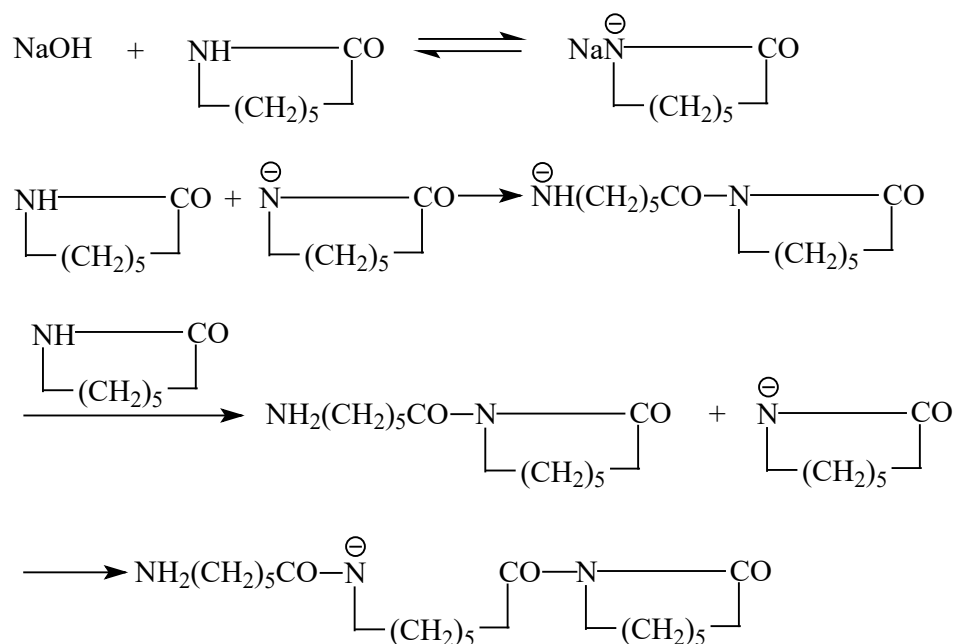
一、实验目的

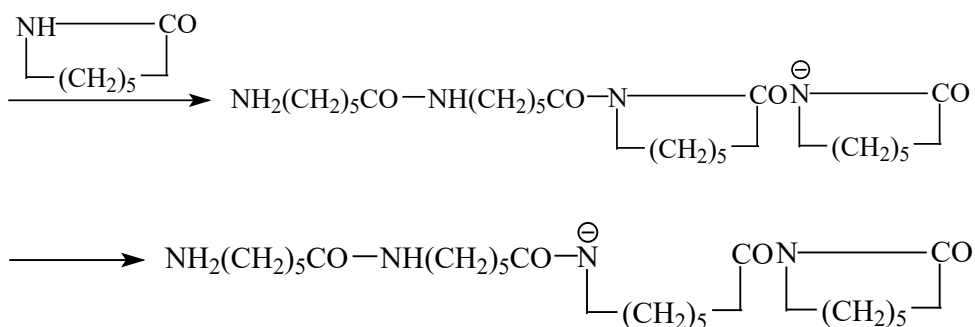
1. 了解高聚物的浇铸成型。
2. 了解阴离子开环聚合原理。
3. 掌握己内酰胺的实验室制备、快速成型方法及简单原理。

二、实验原理

单体浇铸尼龙又称 MC 尼龙。由于制备过程工艺简单，聚合速度快，产品机械性能和热性能优良，因此机械、造船、汽车等工业领域都广泛应用这种新型的工程塑料。己内酰胺单体在催化剂和热的作用下聚合成高分子。所用的催化剂有金属钠、氢氧化钠、乙醇钠等碱性物质。助催化剂有酰基化合物和乙酰基己内酰胺的异氰酸酯类如甲苯二异氰酸酯、二苯甲基二异氰酸酯、多亚甲基多苯基异氰酸酯等。

用碱如氢氧化钠作催化剂时，己内酰胺的聚合属于阴离子催化聚合。采用乙酰基己内酰胺为助催化剂时，其反应机理一般认为最初阶段生成己内酰胺的钠盐，而后钠盐成为反应中心，进一步与己内酰胺作用，反应式如下：





以此类推

MC 尼龙的制备可用氢气法、真空法、离心浇铸法。本实验采用真空法抽去溶于己内酰胺中的反应生成水及低沸物并

促使单体熔化。熔化后的单体在真空条件下很快和催化剂作用生成钠盐。作用完毕后反应物产生大气泡、出现暴沸现象。为了减少游离单体含量提高产率，应让暴沸现象维持 10~15 分钟，暴沸后即可进行浇铸。浇铸时应使反应物与模具温度相接近，以免产生表面下陷或表面出现斑毛刺等缺陷。考虑到开启烘箱门与移取模具要散失部分热量，因此模具温度应比反应物温度高 10~20°C。

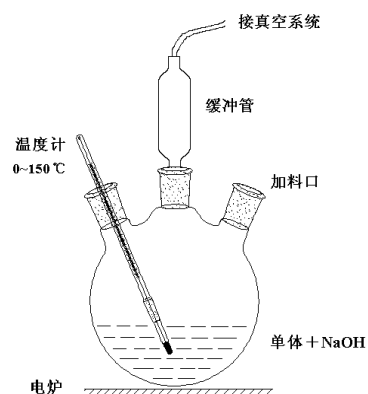
三、仪器、药品

己内酰胺，氢氧化钠，助催化剂：甲苯二异氰酸酯（TDI）。

三口烧瓶，温度计，玻璃防爆球形管，真空泵，试管，注射器，加热油浴，烘箱。具体装置见右图。

四、实验步骤

在装有温度计、玻璃防爆球形管、真空系统的 250mL 三口烧瓶中加入 100g 己内酰胺，打开真空泵，真空稳定后升温使油浴温度升至 100~110°C 并保温约 30 分钟(抽真空时间视物料中水分和低沸物多少而定)。待单体全部熔化并排除部分水份后放空，加入 2 粒 NaOH，立即继续抽真空。保持温度待 NaOH 溶解完毕可升温至 120°C。NaOH 熔融后不久即出现暴沸现象，约 20 分钟后使油温升至 150°C。等己内酰胺反应完毕，瓶内气泡由小变大，反应物始终保持在沸腾状态并出现暴沸现象，当瓶内发出类似玻璃破碎的声音时，断开真空。取下三口瓶，用注射器迅速注入 0.2mL TDI，迅速摇匀倒入预热至 160°C 的试管中(可在试管中涂少许硅油的乙醚溶液作为脱模剂)。将试管在 160°C 烘箱中保温 30 分钟，自然冷却到室温后取出，就得到 MC-尼龙产物，观察产品的外观。



五、注意

水脱除干净与否是实验成败的关键，下述标志可作为判断干燥与否的相对控制标准：

1. 有水时，“气”泡是小泡。无水分时“气”泡是大泡。
2. 有水分时瓶内一般无声，干燥后则有像玻璃破碎的声音。
3. 有水分时，连接三口瓶的玻璃防爆球形管内无液体回流，无水分时有液体回流。

六、思考题

1. 为什么要充分排除水分？它的存在对聚合物有何影响？
2. 浇铸时应注意哪些事项？

七、实验报告要求

1. 实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习，并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求，需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤，形成一个操作提纲。对实验中可能出现的现象及安全注意事项做到心中有数。

2. 实验记录

认真填写好本次实验记录（见附录），实验记录必须有指导教师签名，否则无效。

3. 实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结，回答思考题，提出实验结论及自己的看法。

附录

单体浇铸尼龙实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____ 指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

1、实验数据记录

己内酰胺单体量：_____ TDI 的用量：_____

聚合温度：_____ 聚合时间：_____

产品外观：_____

2、实验过程记录

实验 6 三聚氰胺-甲醛树脂及其层压板的制备

实验学时：3

实验类型：验证

实验要求：选修

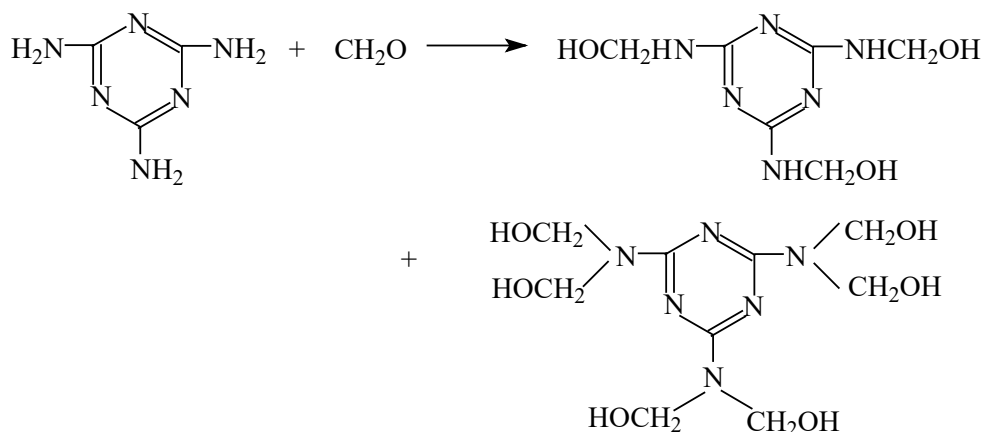
一、实验目的

通过三聚氰胺-甲醛树脂的合成方法及层压板的制备，了解氨基酚醛树脂的合成及一般层压板的加工工艺。

二、实验原理

三聚氰胺和甲醛的缩合反应可在酸性或碱性条件下进行，反应速率受体系的 pH 值影响很大。一般情况下，pH 值低，反应速率迅速增加。此外，三聚氰胺与甲醛的摩尔比、聚合温度等都对聚合过程有显著的影响。

根据需要可控制缩聚反应进行的程度，在碱性介质中先生成可溶性的“预聚物”，即羟甲基衍生物。根据原料配比的不同，预聚物上的羟甲基可由一个至六个不等，其中以三羟甲基和六羟甲基衍生物最为重要。反应方程式如下：



当三聚氰胺与甲醛的摩尔比为 1:3、体系 pH 值为 8~9 时，预聚物较稳定，此时主要以三羟甲基化合物为主。预聚物受热进一步缩合，主要是羟甲基化合物与三聚氰胺之间的缩水、羟甲基之间的醚化等，最后生成不溶、不熔的交联产物。三聚氰胺-甲醛树脂交联产物的结构十分复杂并根据固化条件而异。

在实际生产中首先生成可溶的预聚物，然后在产品成型中使预聚物形成体型交联产物。

三、仪器和药品

标准磨口三口瓶，球形冷凝器，温度计，刻度吸管，试管，培养皿，电动搅拌，滤纸，镊子，铝合金板(150×150mm)两块。

三聚氰氨，甲醛(37%)，六次甲基四胺，三乙醇胺，硅油。

四、实验步骤

1. 树脂的合成

搭好装置，在 250mL 三口瓶中加入 102g 37%的甲醛和 0.25g 六次甲基四胺，开动搅拌使其溶解。然后加入 63g 三聚氰胺，搅拌 5min 后加热，升温至 80℃保温，反应进行 1h 后开始测定沉淀比，沉淀比符合要求后，加入 0.3g 三乙醇胺搅拌均匀，反应结束。

沉淀比测定方法：从反应混合物中精确吸取 2mL 样品加入试管中，冷却至室温，边摇动边向试管中滴加去离子水，当加入 2mL 水使样品变混浊时立即停止反应。

2. 层压板的制备

将所得溶液倒入培养皿中，冷却至室温。将滤纸置于其中浸渍，浸渍时必须分张进行，每张至少浸渍 2min，以保证浸透树脂。用镊子取出，滴掉过剩的树脂，用夹子夹好挂在绳子上晾干至不沾手也不脆折，约需浸渍 15 张滤纸。

将以浸渍干燥好的滤纸层叠整齐，置于两块涂有少量硅油的铝合金板之间，在压机上 135℃、4~10MPa 压力下压制 10~15min，即的透明的塑料层压板。

五、思考题

1. 叙述热固性树脂合成和制品制备的工艺。
2. 在合成中加入六次甲基四胺和三乙醇胺各起什么作用。
3. 三聚氰胺-甲醛树脂能否常温固化？如果能，采用什么固化剂？

六、实验报告要求

1. 实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习，并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求，需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤，形成一个操作提纲。对实验中可能出现的现象及安全注意事项做到心中有数。

2. 实验记录

认真填写好本次实验记录（见附录），实验记录必须有指导教师签名，否则无效。

3.实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结，回答思考题，提出实验结论及自己的看法。

附录

三聚氰胺—甲醛树脂及层压板的制备实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____ 指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

1、实验数据记录

三聚氰胺用量：_____ 三乙醇胺用量：_____

六次甲基四胺用量：_____ 聚合时间：_____

聚合温度：_____

2、实验过程记录

实验7 聚乙烯醇缩醛的制备及其缩醛度的测定

实验学时：8

实验类型：综合

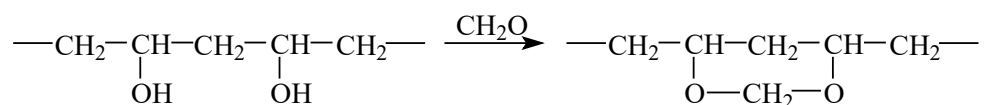
实验要求：选修

一、实验目的

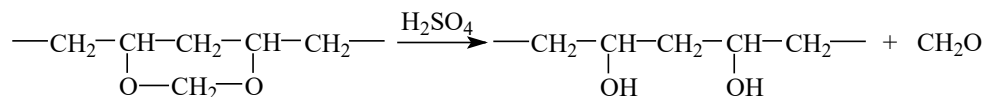
1. 掌握聚乙烯醇缩醛的制备方法。
2. 了解乙烯醇缩醛化的反应原理、高聚物的官能团侧基反应的知识。
3. 掌握缩醛度的测定。

二、实验原理

聚乙烯醇缩醛是由聚乙烯醇在酸性条件下与甲醛缩合而成的。其反应方程式如下：

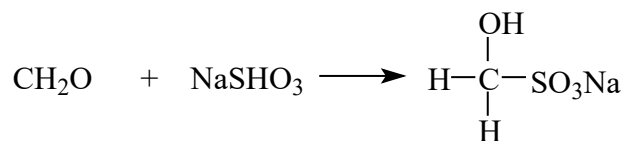


由于几率效应，聚乙烯醇中邻近羟基成环后，中间往往会夹着一些无法成环的孤立羟基，因此缩醛化反应不可能完全。为了定量表示缩醛化的程度，定义已缩合的羟基量占原始羟基量的百分比即为缩醛度。因为聚乙烯醇缩醛可以在酸性条件下加热而水解并定量放出醛，所以收集并定量测定水解产生的醛即可计算出缩醛度。反应方程式如下：

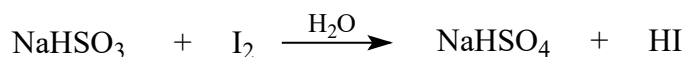


测定甲醛的方法很多，亚硫酸盐法是工业上的方法之一，其原理如下：

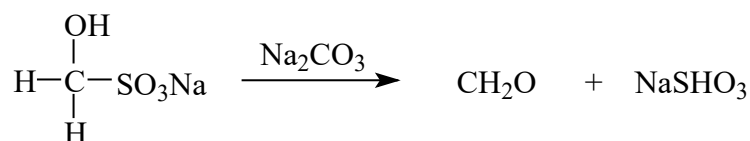
(1) 水解生成的甲醛与过量的亚硫酸氢钠作用：



(2) 过量的亚硫酸氢钠用碘液中和：



(3) 在碱性条件下，使与甲醛结合的亚硫酸氢钠重新解离出来：



(4) 用碘液滴定游离出来的亚硫酸氢钠，求出甲醛量并换算成缩醛度。

三、仪器与药品

标准磨口三颈瓶，单颈圆底烧瓶，电动搅拌，球形冷凝器，水浴锅，油浴锅，凯氏球，容量瓶，具塞锥形瓶，移液管，棕色酸式滴定管，T形连接管，旋夹，温度计，表面皿。

聚乙烯醇(工业级)，甲醛 37%，盐酸，10%氢氧化钠水溶液，25%硫酸溶液，2%亚硫酸氢钠溶液，0.1mol/L 碘液，0.02mol/L 标准碘液，淀粉指示剂，5%碳酸钠溶液。

四、实验步骤

1. 聚乙烯醇缩醛制备

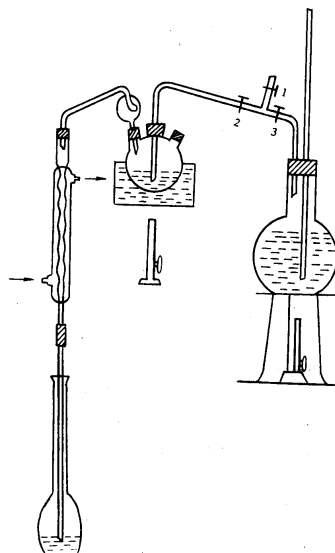
向装有搅拌器、冷凝管、温度计的 250mL 烧瓶中加入 200mL 去离子水、20g 聚乙烯醇配成 10%溶液。在搅拌下升温至 90℃并保温，直至聚乙烯醇全部溶解(约 1~2h)。冷却到 8~10℃，测 pH 值，若溶液呈碱性，先加数滴 20%的盐酸中和至中性。加入 5mL 甲醛，溶解搅拌 10~15min，用(1+1)盐酸调解 pH 值，控制体系 pH 值 1~3，以后逐步升温到 80℃保温反应 2h。当体系中出现气泡或有絮状物产生时，立即加入 10%氢氧化钠水溶液调解 pH=7~8。冷却至 40℃以下，出料。

2. 缩醛度测定

按右图装好仪器。

称取 10g 上述产品置于表面皿中，在 120℃烘箱中干燥至恒重。

2000mL 圆底烧瓶中加入 1500mL 去离子水，放入几颗沸石。开阀 1 和阀 3，关闭阀 2，加热至沸腾。在三颈瓶中加入 150mL 25%硫酸溶液，准确称取 0.3g 已干燥好的聚乙烯醇缩甲醛，小心投入三颈瓶，再加入 50mL 25%硫酸溶液。



在 1000mL 容量瓶中加入 20mL 2%亚硫酸氢钠溶液及 130mL 去离子水，容量瓶内玻璃管必须插至液面以下。调解阀 1 和阀 2 的开启程度，以调解通入三颈瓶中的蒸汽量(连续冒泡即可)。加热油浴至 80~90℃，使样品溶解。然后将油浴温度调至 105℃左右，水蒸气量调至使三颈瓶内中度沸腾，液体不冲至凯氏球端口为宜。三颈瓶中液体量应基本保持恒定。

待容量瓶中的液体达 800mL 时停止蒸馏。打开阀 1，用去离子水冲洗冷凝器及玻璃管浸入蒸出液的端部，洗液一并收集入容量瓶中，用去离子水稀释至容量瓶刻度。

用待测液淋洗移液管两次，在具塞锥形瓶中准确移入 100mL 待测液，加入 5mL 淀粉指示剂，用 0.1mol/L 碘液滴定，近终点时改用 0.02mol/L 标准碘液滴定，终点时溶液呈微蓝色。以上滴定可不记录碘液消耗量。然后加入 5mL 碳酸钠溶液，蓝色消失，立即用 0.02mol/L 标准碘液滴定至终点，记录所消耗的碘液体积。

五、数据处理

按下式计算聚乙烯醇缩甲醛的缩醛度

$$q(\%) = \frac{44 \cdot N \cdot V}{100G - 6N \cdot V} \times 100$$

式中，N：标准碘液的浓度，mol/L；

V：所消耗的碘液体积，mL；

G：试样质量，g。

六、思考题

1. 阐述缩醛度的定义，推导缩醛度的计算式
2. 计算样品的缩醛度。根据实验体会，讨论影响测试结果的主要原因。
3. 产物为什么要将最终 pH 值调至 8~9？
4. 为什么缩醛度增加，水溶性会下降？

七、实验报告要求

1.实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习，并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求，需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤，形成一个操作提纲。对实验中可能出现的现象及安全注意事项做到心中有数。

2.实验记录

认真填写好本次实验记录（见附录），实验记录必须有指导教师签名，否则无效。

3.实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结，回答思考题，提出实验结论及自己的看法。

附录

聚乙烯醇缩醛的制备及其缩醛度的测定实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____ 指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

1、实验数据记录

聚乙烯醇用量：_____ 37%甲醛用量：_____

20%盐酸用量：_____ 10%氢氧化钠用量：_____

聚乙烯醇缩甲醛质量(干燥)：_____ 0.02mol/L 碘液用量：_____

缩醛度：_____

2、实验过程记录

实验 8 高吸水性功能高分子的制备及吸水量、 红外光谱分析

实验学时：8

实验类型：综合

实验要求：选修

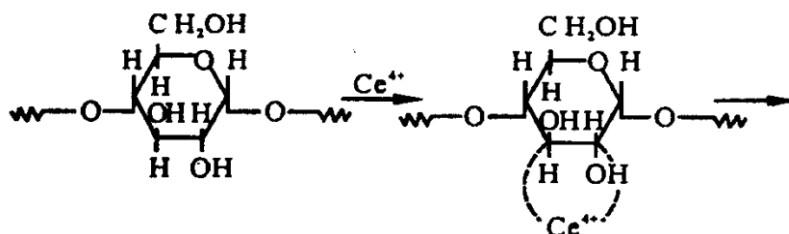
一、实验目的

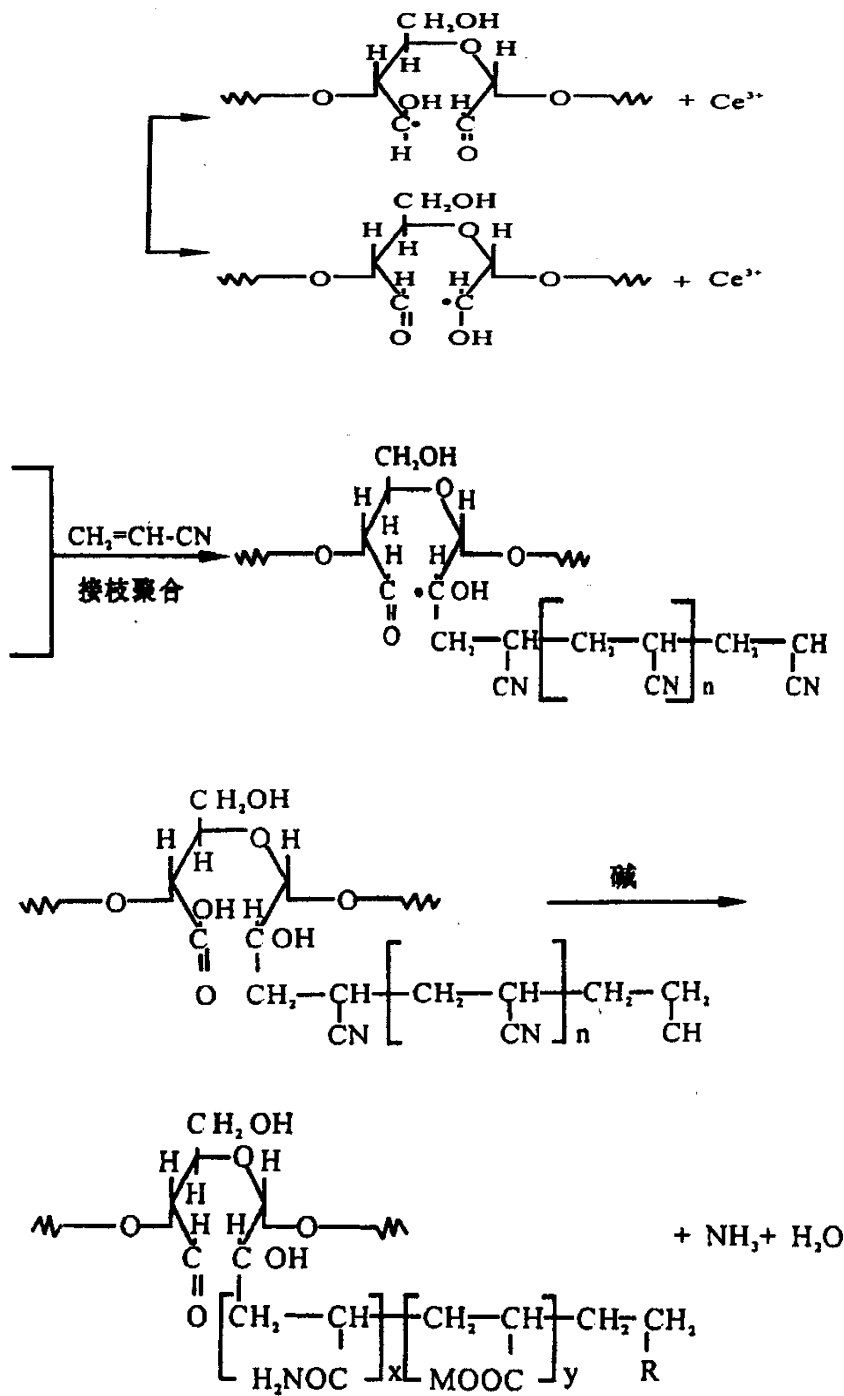
1. 掌握高吸水性树脂的合成原理和制备方法。
2. 了解高吸水性树脂的性能及应用。
3. 了解红外光谱分析在分子领域的应用及测试手段、方法。

二、实验原理

高吸水性功能高分子是近几年发展起来的，最早由美国开发并称之为 H-SPAN。目前主要有三类，一类是在淀粉骨架上接枝含乙烯基单体，然后皂化、干燥而制成；二是在纤维素上接枝；三是将水溶性高分子如：聚丙烯酸、聚丙烯酰胺、聚乙烯醇等进行轻微交联，如斯米卡 S-50、聚丙烯酸钠等。本实验采用以四价铈盐为引发剂，在淀粉链上接枝丙烯腈，经皂化水解、中和分离制得吸水千余倍的高吸水性功能高分子。

反应机理为四价铈盐首先同淀粉链上带羟基的碳原子进行氧化还原反应，形成碳自由基，该自由基进一步引发丙烯腈单体进行接枝反应，接枝产物经皂化水解后得吸水性树脂，反应方程式如下：





$$\text{吸水率} = \frac{\text{树脂吸水后凝胶质量} - \text{吸水前干样品的质量}}{\text{吸水前干样品的质量}} \times 100\%$$

由于在反应中发生了微量交联使聚合物不溶于水，但同时分子中含有大量的羧基、羟基等亲水集团，因此吸水能力很强。

三、仪器与药品

淀粉，丙烯腈(用前需蒸馏)，硝酸铈铵，15%氢氧化钠。

电动搅拌，加热装置，四口烧瓶，冷凝器，温度计，量筒，表面皿，布氏漏斗，烧杯，红外色谱仪等。

四、实验步骤

称取 5g 淀粉，加水 80mL 升温至 90°C并保温 20 分钟。降温至 40°C加入 30mL 丙烯腈单体，在氮气保护下升温至 40~50°C，加入 4~6mL 0.1M 硝酸铈铵硝酸溶液进行聚合反应，50°C保温 2h。反应结束后用 15%氢氧化钠溶液调节 pH=7，加水 100mL 升温至 80°C并保温 20 分钟，然后加入氢氧化钠溶液 85~90°C皂化 2h，皂化后用酸中和，再用乙醇离析、洗涤，在真空烘箱中烘成膜。测定吸水性、做红外光谱。

五、数据处理

1、吸水率测定：

准确称取 0.5g 烘干的树脂置于烧杯中，加入一定量的蒸馏水，快速搅拌，静置 30 分钟后用筛网过滤，使凝胶树脂在筛网上静置 10 分钟后称出其质量，并计算出其吸水率。

$$\text{吸水率} = \frac{\text{树脂吸水后凝胶质量} - \text{吸水前干样品的质量}}{\text{吸水前干样品的质量}} \times 100\%$$

2、用红外光谱确定产物结构。

六、思考题

1. 讨论吸水机理。
2. 为什么要皂化

七、实验报告要求

1.实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习，并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求，需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤，形成一个操作提纲。对实验中可能出现的现象及安全注意事项做到心中有数。

2.实验记录

认真填写好本次实验记录（见附录），实验记录必须有指导教师签名，否则无效。

3.实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结，回答思考题，提出实验结论及自己的看法。

附录

高吸水性功能高分子的制备及吸水量、红外光谱分析实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____ 指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

1、实验数据记录

淀粉用量：_____ 丙烯腈用量：_____

10%氢氧化钠用量：_____ 乙醇用量：_____

吸水率：_____

2、实验过程记录

实验9 膨胀计法测定甲基丙烯酸甲酯本体聚合反应速率

实验学时：4

实验类型：综合

实验要求：选修

一、实验目的

(1)掌握膨胀计法测定聚合反应速率的原理和方法；

(2)验证聚合速率与单体浓度间的动力学关系，求得 MMA 本体聚合反应平均聚合速率。

二、实验原理

根据自由基聚合反应机理可以推导出聚合初期的动力学微分方程：

$$R = - \frac{d[M]}{dt} = k[I]^{1/2}[M]$$

聚合反应速率 R_p 与引发剂浓度 $[I]^{1/2}$ 、单体浓度 $[M]$ 成正比。在转化率低的情况下，可假定引发剂浓度保持恒定，将微分式积分可得：

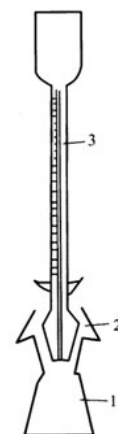
$$\ln \frac{[M]_0}{[M]} = Kt$$

式中 $[M]_0$ 为起始单体浓度； $[M]$ 为 t 时刻单体浓度， K 为常数。

如果从实验中测定不同时刻的单体浓度 $[M]$ ，可求出不同时刻的

$\ln \frac{[M]_0}{[M]}$ 数值，并对时间 t 作图应得一条直线，由此可验证聚合反

应速率与单体浓度的动力学关系式。



聚合反应速率的测定对工业生产和理论研究具有重要的意义。实验室多采用膨胀计法测定聚合反应速率：由于单体密度小于聚合物密度，因此在聚合过程中聚合体系的体积不断缩小，体积降低的程度依赖于单体和聚合物的相对量的变化程度，即体积的变化是和

单体的转化率成正比。如果使用一根直径很小的毛细管来观察 图 9-1 毛细管膨胀计体积的变化(参见图 9-1)，测试灵敏度将大大提高，这种方法称为膨胀计法。若以 ΔV_t 表示聚合反应 t 时刻的体积收缩值， ΔV_∞ 为单体完全转化为聚合物时的体积收缩值，则单体转化率 C_t 可以表示为：

$$C_t = \Delta V / \Delta V_\infty = \pi r^2 h / \Delta V_\infty$$

$$\Delta V_\infty = \frac{d_p - d_m}{d_p} \times V_0 \times 100\%$$

式中 V_0 为聚合体系的起始体积；r 为毛细管半径；h 为某时刻聚合体系液面下降高度； d_p 为聚合物密度； d_m 为单体密度。

因此，聚合反应速率为：

$$R_p = \frac{d[M]}{dt} = \frac{[M]_2 - [M]_1}{t_2 - t_1} = \frac{C_2[M]_0 - C_1[M]_0}{t_2 - t_1} = \frac{C_2 - C_1}{t_2 - t_1} [M]_0$$

因此，通过测定某一时刻聚合体系液面下降高度，即可计算出此时刻的体积收缩值和转化率，进而作出转化率与时间关系图，直线部分的斜率，即可求出平均聚合反应速率。

应用膨胀计法测定聚合反应速率既简单又准确，需要注意的是此法只适用于测量转化率在 10% 反应范围内的聚合反应速率。因为只有在引发剂浓度视为不变的阶段(10% 以内的转化率)体积收缩与单体浓度呈线性关系，才能用上式求取平均速率；特别是在较高转化率下，体系粘度增大，会引起聚合反应加速，用上式计算的速率已不是体系的真实速率。

三、仪器与试剂

膨胀计(内径已标定, $r=0.2-0.4\text{mm}$, 如图 9—1 所示)一个, 恒温水浴装置一套, 25mL 磨口锥形瓶一个, 1mL 和 2mL 注射器各一支, 称量瓶一个, 20mL 移液管一支, 分析天平(最小精度 0.1mg)一台。

甲基丙烯酸甲酯单体(除去阻聚剂)15mL, 过氧化二苯甲酰(精制)0.12g, 丙酮。

四、实验步骤

1、用移液管将 15mL 甲基丙烯酸甲酯移入洗净烘干的 25mL 磨口锥形瓶中, 在天平上称 0.12g 已精制的过氧化二苯甲酰放入锥形瓶中, 摇匀溶解。

2、在膨胀计毛细管的磨口处均匀涂抹真空油脂(磨口上沿往下 1 / 3 范围内), 将毛细管口与聚合瓶旋转配合, 检查是否严密, 防止泄漏, 再用橡皮筋把上下两部分固定好, 用分析天平精称 m_1 , 另外备一个小称量瓶和 1mL 注射器一起称量备用。

3、取下膨胀计的毛细管, 用注射器吸取已加入引发剂的单体溶液缓慢加入聚合瓶至磨口下沿往上 1 / 3 处(注意不要将磨口处的真空油脂冲入单体溶液中), 再将毛细管垂直对准聚合瓶, 平稳而迅速地插入聚合瓶中, 使毛细管中充满液体。然后仔细观察聚合瓶和毛细管中的溶液中是否残留有气泡。如有气泡, 必须取下毛细管并将磨口重新涂抹真空油脂再配合好。若没有气泡则用橡皮筋固定好, 用滤纸把膨胀计上溢出的单体吸干, 再用分析天平称量, 记为 m_2 。

4、将膨胀计垂直固定在夹具上, 让下部容器浸于已恒温的(50 ± 0.1) $^{\circ}\text{C}$ 水浴中, 水面在磨口上沿以下。此时膨胀计毛细管中的液面由于受热而迅速上升, 这时用刚才备好的 1mL 的注射器将毛细管刻度以上的溶液吸出, 放入同时备好的称量瓶中。细观察毛细管中液面高度的变化, 当反应物与水浴温度达到平衡时, 毛细管液面不再上升。准确调至零点, 记录此刻液面高度, 即为反应的起始点。将抽出的液体称量(即抽液后注射器加称量瓶质量 - 抽液前注射器加称量瓶质量), 记为 m_2 。

5、当液面开始下降时, 聚合反应开始, 记下起始时刻和此时的刻度, 以后每隔 5min 记录一次, 随着反应进行, 液面高度与时间呈线性关系, 1h 后结束读数(反应初期, 可能会有一段诱导期)。

6、从水浴中取出膨胀计, 将聚合瓶中的聚合物倒入回收瓶, 在小烧杯中用少量丙酮浸泡, 用吸耳球不断地将丙酮吸入毛细管中反复冲洗后, 干燥即可。

五、数据处理

1、聚合起始浓度 V_0 的计算:

$$V_0 = m/d_m$$

其中 $d_m(50^\circ\text{C}) = 0.94 \text{ g/mL}$; m 为膨胀计中单体重量: $m = m_2 - m_1 - m_3$

2、聚合完全时体积变化 ΔV_∞ : $\Delta V_\infty = (d_m - d_p)/d_p \times 100\%$

其中: $d_p(50^\circ\text{C}) = 1.179 \text{ g/mL}$

3、起始单体浓度 $[M]_0(\text{mol/L})$:

$$[M]_0 = \frac{m/V}{V} = \frac{V \times d_m \times \frac{1}{V} \times 10^3}{M} \times 100\%$$

式中: M 为甲基丙烯酸甲酯的相对分子质量。

4、测定聚合反应速率:

按表 9-1 记录数据并计算相应各数, 绘制转化率 C 与聚合时间 t 关系图, 线性回归求得斜率, 乘以单体浓度即得聚合初期反应速率。

六、思考题

1 膨胀计法测动力学的原理是什么? 为何只能在低转化率时测定?

2 如采用偶氮二异丁腈作引发剂, 聚合反应速率会如何改变? 实验过程中有何现象?

七、实验报告要求

1. 实验预习报告

在实验前每位同学都要对本次实验进行认真预习, 并写好预习报告。在预习报告中要写出实验目的、要求, 需要用到的仪器、物品及简要的实验步骤, 形成一个操作提纲。了解膨胀计的基本结构、工作原理。

2. 实验记录

认真填写好本次实验记录(见附录), 实验记录必须有指导教师签名, 否则无效。

3. 实验报告

主要内容包括对实验数据处理、实验中的特殊现象、操作的成败等进行分析总结, 回答思考题, 提出实验结论及自己的看法。

附录

膨胀计法测定甲基丙烯酸甲酯本体聚合反应速率实验记录

班级：_____ 姓名：_____ 学号：_____

同组实验者：_____

指导教师签字：_____

(实验过程中，认真记录并填写本实验数据，实验结束后，送交指导教师签字)

一、实验数据

1、数据记录

毛细管直径_____ 引发剂质量 _____

单体质量 m_1 _____ m_2 _____ m_3 _____

抽液前注射器加称量瓶质量 _____

抽液后注射器加称量瓶质量 _____

2. 聚合中刻度度数

表 9-1 聚合反应数据记录及动力学处理

时间 (min)	刻度 h (cm)	ΔV_t (mL)	C(%)	
0				
5				
10				
15				
20				
25				

30				
35				
40				
45				
50				
55				
60				

二、绘图

按表 9-1 记录数据并计算相应各数，绘制转化率 C 与聚合时间 t 关系图，线性回归求得斜率，乘以单体浓度即得聚合初期反应速率。

附录一 高分子化学实验的基础技术

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，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，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。

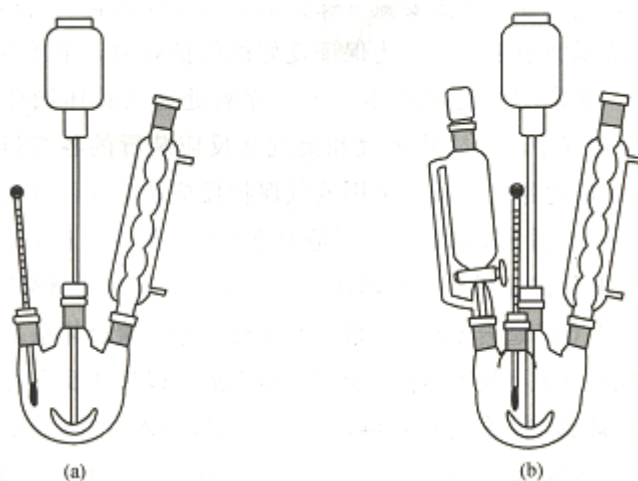
在进行专门的高分子合成技术论述前，有必要简要地介绍高分子化学实验中一些常用的基础技术。

1. 1 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或四颈瓶中进行，常见的反应装置如图 1—1 所示，一般带有搅拌器、冷凝管和温度计[图 1—1(a)]，若需滴液体反应物，则需配上滴液漏斗[图 1—1(b)]。

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 1—2(a)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

图 1-1 常见的反应装置图

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，该活动搅拌桨通过其开合，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 1-2(b)所示为实验室中常用的几种搅拌器]。

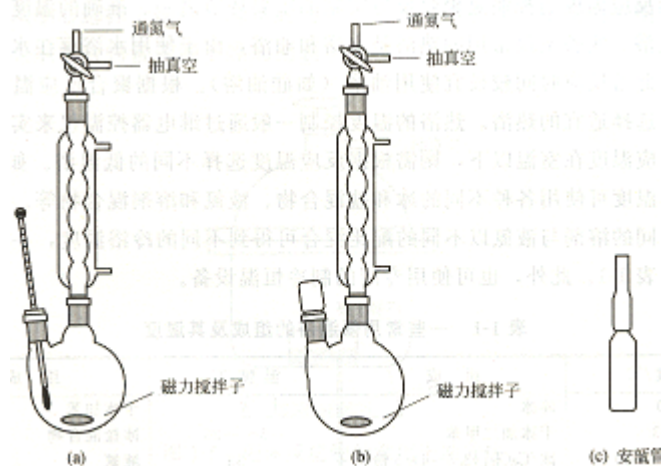


图 1-2 实验室常用搅拌器

以上的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。通常需先对反应体系进行除氧处理(具体操作见 1.2 除氧部分)，而且在反应过程中，为防止氧气和湿气从反应装置各接口处渗入，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 1-3。其中，图 1-3(a)适合于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，由于体系本身的蒸汽可起到隔离空气的作用，因此可停止通氮。图 1-3(b)适合于对除氧除湿相对较严格的聚合体系。

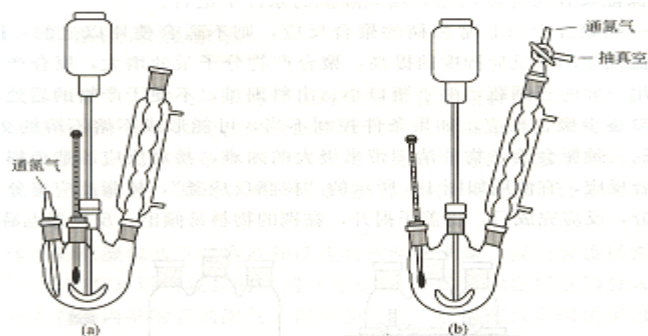


图 1-3 氮气保护反应装置

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。之后再在氮气保护下，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。

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严的聚合反应(如离子聚合)。使用磁力搅拌器可提供更好的体系密闭性，典型的聚合反应装置如图 1—4(a)所示。其中的温度计若非必需，可用磨口玻璃塞代替[见图 1—4(b)]。其除氧操作见图 1—3(b)。

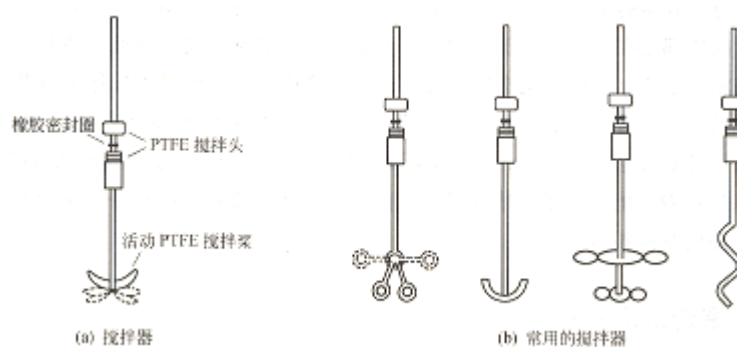
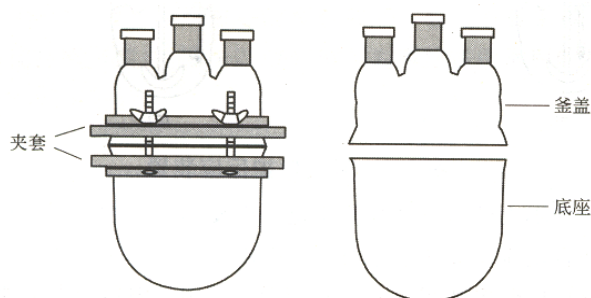


图 1—4 磁力搅拌反应装置

对除湿除氧要求更苛刻的聚合反应可在如图 1—4(c)所示的安瓿管中进行。具体操作时，将安瓿管的上端通过一段橡胶管连上三通活塞，然后交替地抽真空、充氮气进行除氧处理，用注射器经由橡胶管加入反应物后，将安瓿管顶端熔封，从而保证聚合反应能在完全隔氧隔湿的条件下进行。

对于一些聚合产物非常黏稠的聚合反应，则不适合使用以上的一般反应容器。如熔融缩聚随着反应程度的提高，聚合产物分子量的增大，聚合产物黏度非常大，使用一般的三颈瓶，由于瓶口小、出料困难，不便于产物的后处理；再如一些非线形逐步聚合反应，如果条件控制不当，可能形成不熔不溶的交联产物，使用一般的三颈瓶会给产物的清理带来极大的困难，易对反应器造成损伤。对于这样的聚合反应，宜使用如图 1—5 所示的“树脂反应釜”，树脂反应釜分为底座和釜盖两部分，反应完成后，将盖子揭开，黏稠的物料易倾出，反应器也易清理。



1-5 树脂反应釜图

聚合反应温度的控制是聚合反应实施的重要环节之一。准确的温度控制必须使用恒温浴。实验室最常用的热浴是水浴和油浴，由于使用水浴存在水汽蒸发的问题，因此若反应时间较长宜使用油浴(如硅油浴)。根据聚合反应温度控制的需要，可选择适宜的热浴。热浴的温度控制一般通过继电器控温仪来实现。

若反应温度在室温以下，则需根据反应温度选择不同的低温浴。如 0℃用冰浴，更低温度可使用各种不同的冰和盐混合物、液氮和溶剂混合物等。不同的盐与冰、不同的溶剂与液氮以不同的配比混合可得到不同的冷浴温度，一些常用的低温浴见表 1-1。此外，也可使用专门的制冷恒温设备。

表 1-1 一些常用低温浴的组成及其温度

温度/℃	组成	温度/℃	组成
0	碎冰	5	干冰+苯
13	干冰+二甲苯	-5...-20	丙盐混合物
-40...-50	冰/CaCl ₂ [(3.5-4.5)/5 份]	-33	液氮
-30	干冰+溴苯	-41	干冰+乙腈
-50	干冰+丙二酸二乙酯	-60	干冰+异丙醚
-72	干冰+乙醇	-77	干冰+氯仿或丙酮
-78	干冰粉末	-90	液氮+硝基乙烷
-98	液氮+甲醇	-100	干冰+乙醚
-192	液态空气	-196	液氮

1.2 聚合体系的除湿除氧

聚合反应体系中，空气与水的存在对有些聚合反应会造成致命的伤害。如水和氧气通常都是离子聚合和配位聚合的终止剂，在低温条件下氧气也是自由基聚合的阻聚剂。此外，在高温条件下，氧气的存在还会导致许多不期望的副反应的发生，如氧化、降解等，因此对聚合体系进行除湿除氧处理是许多聚合反应的基本要求之一。

聚合体系的除湿包括反应容器和反应物的除湿干燥。反应容器通常需在较高的温度下(>120℃)烘烤较长的时间(至少 2~3 h)，取出后立即放入干燥器中才能保证除去容器

内壁附着的湿气。但即便如此，在装配仪器时仍难以避免湿气进入仪器，因此更有效的方法是在仪器装配完后，在加入反应物之前，边抽真空边用小火烘烤仪器一段时间，然后在氮气的保护下冷却。安全的固体反应物除湿方法是将其装在适当的容器内，容器口用滤纸包盖，以防止干燥过程中掉入灰尘等，以及在解除真空时防止被干燥物(特别是粉状物)被吹散，再放入装有浓硫酸或五氧化二磷、硅胶、分子筛等干燥剂的真空干燥器内抽真空一段时间(见图 1-6)，然后保持真空过夜。液体反应物的干燥可先用合适的干燥剂干燥后再蒸馏，但必须小心选择干燥剂，基本的前提是干燥剂不能与液体发生不期望的副反应。

不同类别化合物常用的干燥剂见表 1-2。

干燥剂的干燥强度与其干燥机理密切相关，按其干燥机理大致可分为三类：

①与水可逆结合；②与水反应；

③分子筛。第一类干燥剂的干燥强度随使用时的温度和所形成的水合物的蒸汽压而变化，因而这类干燥剂

必须在液体加热前先滤去，属于这类干燥剂的干燥强

度顺序为：氧化钡>无水高氯酸镁、氧化钙、氧化镁、氢氧化钾(熔融)、浓硫酸、硫酸钙、三氧化二铝>氢氧化钾(棒状)、硅胶、三水合高氯酸镁>氢氧化钠(熔融)、95%硫酸、溴化钙、氯化钙(熔融)>氢氧化钠(棒状)、高氯酸钡、氯化锌(棒状)、溴化锌>氯化钙>硫酸铜>硫酸钠、硫酸钾。若要除去大量水分，可先加入饱和氯化钙、碳酸钾或氯化钠溶液振摇作初步干燥，再加入以上干燥剂进行干燥。若需进一步进行深度干燥，则需使用与水反应的干燥剂，如加入金属钠、金属钾、氯化钙等进行回流。

属于这类干燥剂的干燥强

度顺序为：氧化钡>无水高氯酸镁、氧化钙、氧化镁、氢氧化钾(熔融)、浓硫酸、硫酸钙、三氧化二铝>氢氧化钾(棒状)、硅胶、三水合高氯酸镁>氢氧化钠(熔融)、95%硫酸、溴化钙、氯化钙(熔融)>氢氧化钠(棒状)、高氯酸钡、氯化锌(棒状)、溴化锌>氯化钙>硫酸铜>硫酸钠、硫酸钾。若要除去大量水分，可先加入饱和氯化钙、碳酸钾或氯化钠溶液振摇作初步干燥，再加入以上干燥剂进行干燥。若需进一步进行深度干燥，则需使用与水反应的干燥剂，如加入金属钠、金属钾、氯化钙等进行回流。

若要除去大量水分，可先加入饱和氯化钙、碳酸钾或氯化钠溶液振摇作初步干燥，再加入以上干燥剂进行干燥。若需进一步进行深度干燥，则需使用与水反应的干燥剂，如加入金属钠、金属钾、氯化钙等进行回流。

若要除去大量水分，可先加入饱和氯化钙、碳酸钾或氯化钠溶液振摇作初步干燥，再加入以上干燥剂进行干燥。若需进一步进行深度干燥，则需使用与水反应的干燥剂，如加入金属钠、金属钾、氯化钙等进行回流。

若要除去大量水分，可先加入饱和氯化钙、碳酸钾或氯化钠溶液振摇作初步干燥，再加入以上干燥剂进行干燥。若需进一步进行深度干燥，则需使用与水反应的干燥剂，如加入金属钠、金属钾、氯化钙等进行回流。

若要除去大量水分，可先加入饱和氯化钙、碳酸钾或氯化钠溶液振摇作初步干燥，再加入以上干燥剂进行干燥。若需进一步进行深度干燥，则需使用与水反应的干燥剂，如加入金属钠、金属钾、氯化钙等进行回流。

若要除去大量水分，可先加入饱和氯化钙、碳酸钾或氯化钠溶液振摇作初步干燥，再加入以上干燥剂进行干燥。若需进一步进行深度干燥，则需使用与水反应的干燥剂，如加入金属钠、金属钾、氯化钙等进行回流。

若要除去大量水分，可先加入饱和氯化钙、碳酸钾或氯化钠溶液振摇作初步干燥，再加入以上干燥剂进行干燥。若需进一步进行深度干燥，则需使用与水反应的干燥剂，如加入金属钠、金属钾、氯化钙等进行回流。



图 1-6 固体反应物的常用干燥方法

表 1-2 不同类别化合物常用的干燥剂

化合物种类	适用干燥剂
缩醛类	碳酸钾
有机酸	硫酸钙, 硫酸镁、硫酸钠
酰卤	硫酸镁, 硫酸钠
醇类	硫酸镁, 硫酸钙初步干燥, 再用镁和碘(或钠), 氢化钙(高级醇)
醛类	硫酸钙, 硫酸镁、硫酸钠
卤代烃	硫酸钙、硫酸镁、硫酸钠、五氧化二磷、氢化钙
有机胺	氧化钡、氢氧化钾粉末
酯类	硫酸镁、硫酸钠、碳酸钾
醚类	硫酸钙、硫酸镁、金属钠
芳烃、饱和烃类	硫酸钙、硫酸镁、五氧化二磷、金属钠、氢化钙

聚合体系的除氧也包括反应容器和反应物的除氧。反应容器的除氧通常是通过反复地交替抽真空、充氮气，最后用氯气保护来实现。所用氮气必须具有高纯度，现在市面上所售的高纯氮的纯度可达 99.999%，可满足大多数实验的需要。若对除氧要求更高，则需使用高纯的氩气。使用惰性气体保护时应注意保持一定的惰性气体正压，以防止空气渗入体系。固体反应物的除氧可和反应容器的除氧同时进行，即将固体反应物加入反应容器中再反复地交替抽真空、通氮气数次。常用的液体反应物除氧方法有两种，一种是将液体反应物用液氮冷却冻结后，抽真空数分钟，然后充入氮气，移去液氮，使液体解冻。重复该操作 2~3 次；另一种方法是在氮气保护下，将氮气导管插入液体反应物底部边搅拌边鼓泡半小时以上。

1.3 单体的纯化与贮存

所有合成高分子化合物都是由单体通过聚合反应生成的，在聚合反应过程中，所用原料的纯度对聚合反应影响巨大，特别是单体，即使单体中仅含质量百分比为 0.01%~0.0001% 的杂质也常常会对聚合反应产生严重的影响。单体中的杂质来源是多方面的，以常用的乙烯基单体为例，所含的杂质来源可能包括以下几个方面。

- ①单体制各过程中的副产物。如苯乙烯中的乙苯、乙酸乙烯酯中的乙醛等。
- ②为防止单体在贮存过程中发生聚合反应而加入的阻聚剂。通常为醌类和酚类。
- ③单体在贮存过程中发生氧化或分解反应而产生的杂质。如双烯类单体中的过氧化物，苯乙烯中的苯乙醛等。
- ④在贮存和处理过程中引入的其他杂质。如从贮存容器中带人的微量金属或碱，磨口接头上所涂的油脂等。

单体的提纯方法要根据单体的类型、可能存在的杂质以及将要进行的聚合反应类型来综合考虑。不同的单体、杂质，其适应的提纯方法就可能不同，而不同聚合反应类型对杂质的提纯及纯化程度的要求也各有不同。如自由基聚合和离子聚合对单体的纯化要求就有所区别，即使同样是自由基聚合，活性自由基聚合对单体的纯化要求就比一般的自由基聚合要高得多。因此，很难提出一个通用的单体提纯方式，必须根据具体情况小心选择。

常用的单体提纯方法主要有以下几种：分馏、共沸、萃取蒸馏、重结晶、升华以及柱层析分离等。

对于一些不溶于水的液态单体，如苯乙烯、(甲基)丙烯酸酯类等，为除去其中添加

的少量酚类或胺类阻聚剂，单单采用蒸馏的方法是不够的，因为这些阻聚剂常具有相当高的挥发性，蒸馏时难免随蒸汽带出。因此在纯化这些单体时，应先用稀碱或稀酸溶液进行处理，以除去阻聚剂(酚类用稀碱，胺类用稀酸)。具体操作是在分液漏斗中加入单体及一定量的稀酸或稀碱溶液(通常为 10% 的溶液)，经反复振荡后静置分层，除去水相，反复几次，直至水相无色，再用蒸馏水洗至水相中性，有机相用无水硫酸钠或无水硫酸镁等干燥后，再进行蒸馏。在蒸馏时，为防止单体聚合，可加入挥发性小的阻聚剂，如铜盐或铜屑等。同时，为防止发生氧化，蒸馏最好在惰性气体保护下进行。对于沸点较高的单体，

为防止热聚合，应采用减压蒸馏：此外，根据聚合反应对单体的除水要求，在蒸馏时可加入适当的干燥剂再进行深度干燥(参见 1.2 相关内容)，回流一段时间后新蒸使用。

固态单体则多采用重结晶或升华的方法。如丙烯酰胺可用丙酮、三氯甲烷、甲醇等溶剂进行重结晶。

乙烯基单体在光或热的作用下易发生聚合反应，因此单体在贮存时必须采取一些保护措施。单体长期贮存时必须加入适当的阻聚剂，如醌、酚、胺、硝基化合物、亚硝基化合物或金属化合物等。对于多数的单体而言，通常加入 0.1%~0.7% 的对苯二酚或 4-叔丁基邻苯二酚就足以起到阻聚作用。但在聚合反应前需将这些阻聚剂除去。大多数经提纯后的单体可在避光及低温条件下短时间贮存，如放置在冰箱中，若需贮存较长时间，则除避光低温外还需除氧及氮气保护。实验室的通常作法是将提纯后的单体在氮气保护下封管再避光低温贮存。

1.4 常见引发剂(催化剂)的提纯

为使聚合反应顺利进行以及获得真实准确的聚合反应实验数据，对引发剂(催化剂)进行提纯处理是非常必要的，以下是一些常见引发剂(催化剂)的提纯方法。

1.4.1 过氧化二苯甲酰(BPO)

过氧化二苯甲酰常采用重结晶的方法提纯，但为防止发生爆炸，重结晶操作应在室温下进行。将待提纯的 BPO 溶于三氯甲烷，再加等体积的甲醇或石油醚使 BPO 结晶析出。也可用丙酮加 2 体积的蒸馏水重结晶。如将 5g 的 BPO 在室温下溶于 20mL 的 CHCl_3 ，过滤除去不溶性杂质，滤液滴入等体积的甲醇中结晶，过滤，晶体用冷甲醇洗涤，室温下真空干燥，贮于干燥器中避光保存。必要时可进行多次重结晶。

1.4.2 过氧化二异丙苯

用 95% 乙醇溶解，活性炭脱色后，冷却结晶。室温下真空干燥，避光保存。

1.4.3 过硫酸钾(KPS)或过硫酸铵(APS)

过硫酸钾(铵)中的杂质主要为硫酸氢钾(铵)和硫酸钾(铵),可用水重结晶除去。如将过硫酸盐用40℃的水溶解(10mL/g),过滤,滤液冷却结晶。50℃真空干燥。置于干燥器中避光保存。

1.4.4 氮二异丁腈(AIBN)

可用丙酮、三氯甲烷或甲醇重结晶,室温下真空干燥,避光贮于冰箱中。如将50mL 95%的乙醇加热至接近沸腾,迅速加入5g AIBN溶解,趁热过滤,滤液冷却结晶。

1.4.5 四氯化钛

加少量纯净铜屑回流除色,然后在氮气保护下用全玻璃仪器蒸馏。

1.4.6 三氯化铝(无水)

在全玻璃仪器内于4000—6600Pa下氮气流中升华数次。

1.4.7 三氟化硼乙醚(BF₃OEt₂)

加过量无水乙醚处理后,加氢化钙减压蒸馏。

1.4.8 氯化亚铜(CuCl)

溶于浓盐酸,再用水稀释沉淀、过滤,用乙醇和乙醚洗涤,真空干燥,保存于真空干燥器内或在氮气保护下封管保存。

1.5 常见溶剂的处理

通常的溶剂由于在其制备与贮存过程中难免会引入一些杂质,而且有些溶剂在贮存过程中还需加入各种稳定剂,因此必要时,需在聚合反应前进行预处理。

以下是几类常见溶剂的通用处理方法。

1.5.1 醇类

醇类溶剂中常见的杂质是醛、酮和水,可加少量金属钠回流2h后蒸馏,以除去其中的醛和酮。水也可用类似方法除去,但通常用金属镁来代替金属钠,因为镁反应后生成的是不溶性的氢氧化镁,更有利于反应完全。金属镁最好先用碘活化。

1.5.2 酯类

酯类溶剂中常见的杂质是对应的酸、醇和水。可先用10%左右的碳酸钠或氢氧化钠溶液洗涤,除去酸性杂质,再加氯化钙充分搅拌除去醇,然后加碳酸钾或硫酸镁干燥蒸馏。

1.5.3 醚类

醚类溶剂中常见的杂质是对应的醇类及其氧化产物、过氧化物和水。可加入碱性高

锰酸钾溶液搅拌数小时以除去过氧化物、醛类和醇类，然后分别用水和浓硫酸洗涤，水洗至中性，用氯化钙干燥，过滤，加金属钠或氢化铝锂回流蒸馏。在蒸馏醚类溶剂时特别要注意不能蒸干，以防止因过氧化物去除不彻底而发生爆炸，一般留下的残留液需占总体积的 1 / 4 左右。

1.5.4 卤代烃

脂肪族卤代烃中常见的杂质是其制备原料氢卤酸和醇，芳香族卤代烃中常见的杂质是对应的芳香烃、胺或酚类。其处理方法是依次用浓盐酸、水、5%碳酸钠或碳酸氢钠溶液洗涤，再用水洗至中性，氯化钙干燥后蒸馏，若需进一步除水，可加氢化钙回流蒸馏，注意不能用金属钠。

1.5.5 烃类

脂肪烃类溶剂先加浓硫酸摇动洗涤，至硫酸层几小时内不变色为止，再依次用水、10%氢氧化钠溶液和水洗涤，无水氯化钙或硫酸钠干燥，过滤后加金属钠或五氧化二磷或氢化钙回流蒸馏。

芳香烃溶剂中最常见的杂质是对应的噻吩及一些含硫杂质。其处理方法是先用浓硫酸洗涤以除去上述杂质，为防止磺化，洗涤时温度最好保持在 30℃ 以下，然后依次用水、5%的碳酸氢钠或氢氧化钠溶液洗涤，再水洗至中性，加氯化钙初步干燥后，可加五氧化二磷、钠或氢化钙等回流蒸馏进一步除去水。

1.6 聚合物的分离与提纯

在聚合反应完成后，是否需要将聚合物进行分离后处理取决于聚合体系的组成及聚合物的最终用途。如本体聚合和熔融缩聚，由于聚合体系中除单体外只有微量甚至没有外加的催化剂，因此聚合体系中所含的杂质很少，并不需要分离后处理程序。有些聚合物在聚合反应完成后便可直接以溶液或乳液形式成为商品，因此也不需要分离后处理，如有些胶黏剂和涂料等的合成。其他的聚合反应一般都需要把聚合物从聚合体系中分离出来才能应用。此外，为了对聚合产物进行准确的分析表征，在聚合反应完成后不仅需要分离，还需要进行必要的提纯。而且分离提纯还有利于提高聚合物的各种性能，特别是一些具有特殊用途的聚合物，如光、电功能高分子材料、医用高分子材料等，对聚合物的纯度要求都相当高，对于这类高分子而言，分离提纯是不可避免的。

1.6.1 聚合物的分离

聚合物的分离方法取决于聚合物在反应体系中的存在形式，聚合物在反应体系中的

存在形式大致可分为以下几种。

①沉淀形式。如沉淀聚合、悬浮聚合、界面缩聚等，聚合反应完成后，聚合物以沉淀形式存在于反应体系中，这类聚合反应的产物分离比较简单，可用过滤或离心方法进行分离。

②溶液形式。如果聚合物以溶液形式存在于反应体系中，聚合物的分离可有两种方法，一是用减压蒸馏法除去溶剂、残余的单体以及其他的挥发性成分，但该方法由于难以彻底除去引发剂残渣及聚合物包埋的单体与溶剂，在实验室中一般很少使用。但由于可进行大量处理，因而在工业生产中多被采用。另一种方法是加入沉淀剂，使聚合物沉淀后再分离，该方法常用于实验室少量聚合物的处理。由于需大量沉淀剂，工业生产较少用。

使用沉淀法时，对沉淀剂有一定的要求。首先，沉淀剂必须对单体、聚合反应溶剂、残余引发剂及聚合反应副产物(包括不需要的低聚物)等具有最好的溶解性，但不溶解聚合物，最好能使聚合物以片状而不是油状或团状沉淀出来。其次，沉淀剂应是低沸点的，且难以被聚合物吸附或包藏，以便于沉淀聚合物的干燥。

沉淀时通常将聚合物溶液在强烈搅拌下滴加到4~10倍量的沉淀剂中，为使聚合物沉淀为片状，聚合物溶液的浓度一般以不超过10%为宜。有时为了避免聚合物沉淀为胶体状，需在较低温度下操作或在滴加完后加以冷冻，也可以在沉淀剂中加入少量的电解质，如氯化钠或硫酸铝溶液、稀盐酸、氨水等。此外，长时间的搅拌也有利于聚合物凝聚。

如果聚合物对溶剂的吸附性较强或易在沉淀过程中结团，用滴加的方法通常难以将聚合物很好地分离，而需将聚合物溶液以细雾状喷射到沉淀剂中沉淀。

③乳液形式。要把聚合物从乳液中分离出来，首先必须对乳液进行破乳，即破坏乳液的稳定性，使聚合物沉淀。破乳方法取决于乳化剂的性质，对于阴离子型乳化剂，可用电解质[如NaCl、 $AlCl_3$ 、 $KAl(SO_4)_2$ 等]的水溶液作为破乳剂，其中尤以高价金属盐的破乳效果最好。如果酸对聚合物没有损伤的话，稀酸(如稀盐酸等)也是非常不错的破乳剂。所加破乳剂应容易除去。

通常的破乳操作程序是在搅拌下将破乳剂溶液滴加到乳液中直至出现相分离，必要时事先应将乳液稀释，破乳后可加热(60~90℃)一段时间，使聚合物沉淀完全，再冷却至室温，过滤、洗涤、干燥。

1.6.2 聚合物的提纯

聚合物的提纯不仅对准确的结构分析表征是必要的，而且也是提高聚合物性能(如力学性能、电学性能、光学性能等)的有力手段。

最常用的聚合物提纯方法是多次沉淀法。将聚合物配成浓度小于5%溶液，再在强烈搅拌下将聚合物溶液倾入到过量沉淀剂(通常为4~10倍量)中沉淀，多次重复操作，可将聚合物包含的可溶于沉淀剂的杂质除去。但如果聚合物中包含的杂质是不溶性的，且颗粒非常小，一般的过滤难以将其除去，如有些金属盐类催化剂等，在这种情形下可考虑先将配好的聚合物溶液用装有一定量硅藻土的玻璃砂芯漏斗过滤，使不溶性的杂质被硅藻土吸附后，再将滤液进行多次沉淀；有时甚至可采用柱层析方法来提纯。

经多次沉淀法提纯的聚合物还需经干燥除去聚合物包藏或吸附的溶剂、沉淀剂等挥发性杂质。要取得好的干燥效果，必须把聚合物尽可能地弄碎，这就要求在沉淀时要小心地选择沉淀剂及其用量，以使聚合物尽可能地以细片状沉淀，因此使用喷射沉淀法对聚合物的干燥是非常有利的。若聚合物无法沉淀成碎片状，则可采用冷冻干燥技术，如将聚合物溶液用干冰-丙酮浴或液氮冷冻成固体，再抽真空使溶剂升华而得到蜂窝状或粉末状的聚合物。

2、几种常见单体和溶剂的提纯处理

(1) 甲基丙烯酸甲酯的提纯

甲基丙烯酸甲酯是无色透明的液体，沸点 100.3~100.6℃， $d_4^{20}=0.937$ ， $n_D^{20}=1.4318$ 。市售甲基丙烯酸甲酯一般含有阻聚剂，以防在运输、贮存过程中发生聚合。常用的阻聚剂为对苯二酚。如果买来的原料是比较纯的 C.P. 或 A.R. 试剂，则可以直接进行减压蒸馏，收集相应温度的馏分。如果买来的原料纯度较差，则首先用碱溶液洗涤，方法是在 500mL 分液漏斗中加入 250mL 甲基丙烯酸甲酯，用 5%NaOH 水溶液反复洗至无色，每次 NaOH 用量为 40~50mL，再用蒸馏水洗至中性。用无水硫酸钠干燥后，进行减压蒸馏，收集相应温度下的馏分。

不同压力下甲基丙烯酸甲酯的沸点

温度/℃	30	40	50	60	70	80	90	100
压力/kPa	7.01	10.8	16.8	25.2	37.2	52.9	72.9	101.3

(2) 苯乙烯的提纯

苯乙烯为无色或浅黄色透明液体，沸点为 145.2， $d_4^{20}=0.9060$ ， $n_D^{20}=1.5459$ 。苯乙烯

的精制方法与甲基丙烯酸甲酯相同，先用碱洗，再用蒸馏水或无离子水洗至中性，再进行减压蒸馏，收集相应压力下的馏分。应注意的是苯乙烯的减压蒸馏时内压不一定要太低，否则反而不容易控制，一般控制在 58~59℃、5.332 kPa。若需严格除水，则在用无水硫酸钠干燥后，再加氧化钙回流，在氧化钙存在下进行减压蒸馏。

不同压力下苯乙烯的沸点

温度/℃	30.8	44.6	59.8	69.5	82.1	101.4	122.6	145.2
压力/kPa	1.33	2.66	5.35	8.0	13.3	26.6	53.5	101.3

(3) 乙酸乙烯酯的提纯

乙酸乙烯酯是无色透明的液体，沸点 72.5℃，凝固点 -100℃， $d_4^{20}=0.9342$ ， $n_{D_{20}}=1.3956$ 。把 200mL 的乙酸乙烯酯放在 500mL 分液漏斗中，用饱和亚硫酸氢钠溶液洗涤三次，每次用量 50mL，再用饱和碳酸钠溶液洗涤三次，每次用量 50mL，然后用蒸馏水或无离子水洗涤至中性，用无水硫酸钠干燥，静置过夜。常压蒸馏收集 71.8~72.5℃ 馏分。

(4) 丙烯腈的提纯

丙烯腈是无色透明的液体，沸点 77.3℃， $d_4^{20}=0.8060$ ， $n_D^{20}=1.3911$ 。在水中溶解度(20℃)为 7.3%。市售丙烯腈若为 C. P. 试剂，则用无水氯化钙干燥 3 h，过滤，加几滴高锰酸钾溶液，进行常压蒸馏，收集 76~78℃ 的馏分。

(5) 二氯甲烷、二氯乙烷

分次加浓硫酸洗涤直至酸层无色，然后用水、5%的碳酸钠或氢氧化钠水溶液洗涤，再用水洗至中性，用氯化钙初步干燥后，加氯化钙或五氧化二磷回流蒸馏。

(6) 甲苯、苯

先用冷的浓硫酸洗涤至酸层无色，然后用水、5%碳酸氢钠溶液或氢氧化钠溶液洗涤，再水洗至中性，加五氧化二磷或氯化钙加热回流蒸馏。

(7) 四氢呋喃、乙醚

加入碱性高锰酸钾溶液搅拌数小时以除去过氧化物、醛类和醇类，然后分别用水和浓硫酸洗涤，水洗至中性，用氯化钙干燥，过滤，以二苯甲酮为指示剂，加金属钠回流至溶液呈深蓝色，新蒸使用。

3. 聚合物常用的溶剂和沉淀剂

附表 4-1

聚合物常用的溶剂和沉淀剂

聚 合 物	溶 剂	沉 淀 剂
聚对苯二甲酸乙二醇酯	苯、苯酚	甲醇、丙酮、己烷
聚己内酰胺	苯酚、苯甲醇、 甲基苯酚+苯	水、环己酮、汽油
尼龙-66	甲酸、苯甲醇、甲基苯酚	水、甲醇
聚乙烯	甲苯、二甲苯、四氢化萘	正丙醇、丙二醇、丙酮
聚丙烯	环己烷、二甲苯、四氢化萘	正丙醇、丙二醇、丙酮
聚氯乙烯	环己烷、环己酮、四氢呋喃	甲醇、水、正丁醇、己烷
聚苯乙烯	苯、甲苯、氯仿、 四氢呋喃	乙醇、正丁醇、己烷
聚乙烯醇	水、乙醇(热)、乙二醇(热)	丙酮、正丙醇、苯、氯乙烷
聚丙烯腈	二甲基甲酰胺	庚烷、丙酮、乙醇、氯仿
聚氨酯	苯酚、甲酸、二甲基甲酰胺	己烷、环己烷、乙醚
聚甲基丙烯酸甲酯	丙酮、丁酮、四氢呋喃、苯	己烷、环己烷、甲醇、水
聚醋酸乙烯酯	苯、甲苯、氯仿、丙酮	水、乙醇、己烷、环己烷
聚硅氧烷	苯、甲苯、氯仿、四氢呋喃	甲醇、乙醇、氯苯、溴苯
酚醛树脂	己烷、丙酮、醋酸乙酯	水、甲醇、乙醇、正丁醇

附录二 高分子实验室的安全知识

在分子实验中，要经常接触各种有机的和无机的化学试剂，或者在操作过程中伴有各种气体、蒸气、烟雾、粉尘等的产生，这些物质对人体大部分是有害的。实验中，还经常使用电器、涉及高温的条件，因此会发生烧伤、烫伤、触电等事故，作为分子科学工作者，必须具备一定的安全预防知识，以及熟悉有关事故的紧急处理措施。

一、毒物与中毒

1. 中毒现象

毒物是指通过某种途径进入人体后，能引起局部或整个机体功能发生病变的物质。由毒物所引起的任何疾病现象，均称为中毒。

化学试剂中毒一般通过以下三个途径：

1) 通过呼吸道中毒

由呼吸道吸入有毒气体、蒸气、烟雾、粉尘等所引起的中毒是较常见的中毒形式。许多有机溶剂的蒸气和反应中产生的气体可引起不同程度的中毒，如乙醚、苯、甲苯、氯气、一氧化碳和氯化氢气体等。

2) 通过消化道中毒

通过消化道中毒的形式以剧毒的粉剂中毒较为常见，如氰化物、砷化物、汞盐等。除误吞外，在实验室中更多的情况是由于手上污染有毒物，在进食、吸烟、饮水时引起中毒。

3) 通过皮肤和粘膜中毒

某些毒物触及皮肤，或其蒸气、烟雾、粉尘对眼、鼻、喉等的粘膜刺激可引起中毒。如汞剂、硝基苯、苯胺等可通过皮肤吸收而中毒；氮的氧化物、硫的氧化物、挥发性酸

类、氨水等对皮肤和粘膜有很大的刺激性。

毒物从以上三个途径进入人的机体后，会逐渐侵入血液系统，引起更危险的症状。尤其是通过呼吸道和消化道的中毒，其速度往往是很快的。

2. 常见的化学毒物及其急救措施

1) 中毒急救的一般原则

在实验室中，若发生中毒事故，一方面，应尽快通知医生，另一方面，应采取急救措施。

急救的原则是尽量使毒物对人体的有害作用减少到最小程度，在迅速查明中毒原因后，针对具体情况，采取以下措施：

i) 呼吸系统中毒

迅速将中毒者送离现场，移到通风良好的环境中，轻度中毒者在短时间内会自行好转。若发生昏迷休克，应给予输氧或人工协助呼吸。若有可能，给予喝兴奋剂，如浓茶、咖啡等。

ii) 消化系统中毒

由口中服入毒物时，首先应进行洗胃、催吐。常用的洗胃液是 1: 5000 的高锰酸钾溶液，或 5%碳酸氢钠溶液，或肥皂水。洗胃液要大量服用，同时催吐。最简单的催吐方法是用手指或木棒压舌根。也可喂少量催吐剂，如 1%硫酸铜或硫酸锌溶液。洗胃和催吐要反复进行多次，直至呕吐物中基本无毒物为止。然后再服解毒剂，如生蛋清液、牛奶、淀粉糊、橘子汁等。

iii) 皮肤、粘膜中毒

皮肤和眼、鼻、喉的粘膜受毒物侵害时，可立即用大量自来水冲洗。如能涂敷或服用适当的缓冲剂、中和剂更好(注意用稀溶液)。

2) 几种常见的化学毒物及其预防急救措施

i) 氯气

氯气为淡绿色气体，密度为空气的 3.49 倍，有窒息性刺激味。若空气中含量达 0.04~0.06mg/l 时，在 60min 内即可发生中毒。如含量达 3mg/l 时，则迅速中毒死。

若眼睛受氯气刺激，可用 2%~3%的小苏打溶液充分洗眼。若咽喉中毒，则可用了 2%~3%的小苏打溶液漱口，或吸入小苏打溶液热蒸气，并服用牛奶和 1.5%的氧化镁悬浮液解毒。

ii) 硫化物

二氧化硫为无色有刺激性气体，密度为空气的 2.7 倍，易溶于水，遇氧后转变为三氧化硫。吸入多量时可引起咽喉水肿，并伴发气管炎和支气管炎，严重时，窒息死亡。

硫氧化物的中毒时速度较慢，可用 2%小苏打溶液漱口。

iii) 一氧化碳

一氧化碳是最常见的气体中毒物质。煤炭因燃烧不完全即会产生一氧化碳，它是无色无臭的气体，燃烧时呈蓝色火焰，对空气的比重为 0.967。毒性很大，进入血液后，可与血色素中的氧结合成碳氧血色素，造成血液缺氧以至中枢神经系统缺氧，很快死亡。

一氧化碳轻度中毒时，表现为头痛、眩晕、耳鸣、恶心、呼吸困难、全身乏力、精神不振等；中度中毒时，除有上述症状外，还迅速发生意识障碍、肢体瘫痪、精神障碍引起错觉、幻觉等。重度中毒时，则迅速陷入昏迷状态，很快呼吸停止而死亡。

另外，一氧化碳中毒时，全身皮肤呈鲜洋红色，并可能出现各种皮疹或褥疮。

如遇一氧化碳中毒，应首先使中毒者迅速离开现场，移至通风处，解开衣领、皮带等。以背靠式坐下，头不要后仰，同时清除鼻腔和口腔中的粘液和呕吐物。用棉花或手帕浸稀氨水让中毒者嗅闻，有条件时，可给予氧气。

iv) 酸类物质

常见的酸类毒物为硫酸、硝酸和盐酸。中毒现象主要是由呼吸道吸入酸类蒸气导致粘膜损害和皮肤接触导致灼伤。皮肤损害时，轻者局部红肿，重者烧成水泡，以至皮下组织坏死。粘膜损害时，则发生红肿、疼痛、糜烂等。若误服以上酸类，会引起全身中毒，口腔、咽喉、食道、胃被强烈灼伤，严重时，发生胃穿孔、心力衰竭、休克，直至死亡。

皮肤、眼、鼻、咽喉受伤可用大量温清水或 2%小苏打溶液冲洗或漱口。

误服酸类毒物，应立即进行洗胃。可用大量温水多次灌洗，或用 2%小苏打溶液或其他稀碱溶液洗胃，洗胃后，急送医院。

v) 氢氧化钠和氢氧化钾

氢氧化钠和氢氧化钾通称苛性碱，均为白色固体，易溶于水，有强烈的腐蚀性。中毒途径多为皮肤接触和误服。皮肤接触时，局部发白，周围红肿，有刺痛感，起水泡，皮肤龟裂，重者糜烂。误服时，可使口腔、食道、胃灼伤，出现糜烂、出血，严重时，可死亡。

若皮肤接触苛性碱，应迅速用大量清水冲洗，直至无滑腻感为止，然后用稀醋酸或 2%硼酸溶液洗涤伤处。

若误服苛性碱中毒时，可用稀醋酸、酸果汁、柠檬酸溶液中和，再给予牛奶、淀粉糊、橄榄油等以保护粘膜组织，绝不可洗胃或催吐。

vi) 氨水

氨水为无色液体，有强烈的刺激臭味，很易挥发。

氨水的中毒途径多为浓氨水挥发的氨气刺激皮肤、粘膜。皮肤损伤时，发生红肿、起泡、溃烂；刺激眼睛时，出现流泪、不能睁眼等症状；刺激鼻腔时，则出现流鼻涕、打喷嚏等现象。呼吸道吸入大量氨气时，可发生强烈的咳嗽，声带嘶哑、昏迷、痉挛，严重者，可致虚脱、心力衰竭，直至窒息死亡。病程中伴有并发肺炎、肺脓肿等。

氨中毒时，若皮肤接触，应立即用清水或稀醋酸溶液冲洗；若误服，用清水洗胃，并给予牛奶、蛋白水口服解毒。

vii) 汞与汞盐

汞为液体金属，比重 13.6，常温下可挥发出微量蒸气，汞蒸气比空气重一倍。常见的汞盐毒物有升汞(HgCl_2)、硝酸汞、砷酸汞等，其中尤以升汞的毒性最大。

汞蒸气可通过呼吸道吸入而中毒，也可经皮肤直接吸入而中毒。汞盐多通过消化道中毒。汞中毒一般为慢性中毒，急性较少。汞及汞盐中毒后，对消化道、神经系统、皮肤粘膜、泌尿系统、生殖系统均有损害。

急性中毒时，可用炭粉彻底洗胃，或给予牛奶一升加三个鸡蛋清解毒，并使其呕吐。

慢性中毒时，可送医院治疗。

viii) 铅与铅盐

铅的化合物均为毒物，尤以四乙铅毒性最大，铅中毒主要见于呼吸道吸入及铅盐粉尘引起的慢性中毒，中毒后，对消化系统、神经系统、骨骼系统、泌尿系统、生殖系统危害较大，中毒后，应送医院治疗。

ix) 氰氢酸和氰化物

氰氢酸、氰化钾、氰化钠为最剧毒的物质，如一旦中毒，即使是微量，稍一迟缓，往往无法挽救。中毒途径除误服外，蒸气、粉尘的吸入也会严重中毒，甚至皮肤渗入也会中毒。

氰氢酸和氰化物中毒时，轻者唇舌麻木、头痛、眩晕、恶心、呕吐、血压上升、瞳孔放大，重者昏迷、痉挛、大小便失禁、血压下降、呼吸障碍、窒息死亡。

发生氰氢酸和氰化物中毒，应立即将中毒者抬出现场，解开衣领，进行人工呼吸或给予氧气，注射兴奋剂。用棉花或手帕浸湿亚硝酸戊酯或亚硝酸丙酯放在鼻、口上，还

需迅速用 2%小苏打溶液或 1: 5000 高锰酸钾液反复洗胃，并催吐。

如皮肤接触氰氢酸和氰化物，应迅速用 2%小苏打溶液或清水多次冲洗。

x) 有机溶剂

有机溶剂多属有毒物质，除误服外，吸入蒸气中毒的机会较多，主要为慢性中毒，中毒后，应送医院治疗。

3. 中毒的预防

1) 涉及易挥发性化学试剂的操作原则上均应在通风橱中进行，尤其在使用有机溶剂时，要防止吸入大量的蒸气。

2) 接触强酸、强碱时，若用量大且时间长，应戴好防护眼镜、口罩、手套。长时间操作发烟硫酸、硝酸、盐酸时，应戴双层口罩，并用 2%小苏打溶液或稀氨水浸润

3) 汞的使用须十分小心，一旦发生含汞器具的破损造成汞的散失，要及时清除。难以收集起来的微量汞珠，要撒上硫磺粉，使汞与硫磺形成毒性较小的硫化汞。

4) 长期从事接触铅或铅盐的工作时，应戴多层口罩，要定期服用维生素。

5) 使用氰氢酸和氰化物时，必须密封操作，并带防毒面具、手套、穿胶质工作服等。工作完毕后应立即洗澡，更换所有衣服，以防毒物侵入皮肤。

6) 实验室中严禁吸烟、进食，离开实验室前应洗手。

7) 废弃的有机溶剂、腐蚀性药品及高分子化合物应倒入污物桶内，切忌倒入水斗中；废弃的滤纸、固体物应丢入废物箱中。

8) 每一装有化学试剂或化学药品的器皿均应及时贴上标签，注明物质的名称、浓度和配制日期。

二、烫伤和烧伤的救护

烫伤是由于高温的固体、液体或蒸气直接刺激或作用于人体而引起的创伤，烧伤则指火焰或腐蚀性很强的化学药品引起的人体损伤。烫伤和烧伤都可称为灼伤，灼伤按其程度不同可分为三级(或三度)。不同伤势的救护方法也有所不同。

一级灼伤 皮肤红肿疼痛。可以在伤处用药棉浸润 95%的酒精轻涂，也可用冷水淋洗止痛。如被强酸或强碱灼伤，要用大量冷水冲洗干净，然后将伤口浸在不断更换的冷水中，直至疼痛可以忍耐时，用酒精消毒。

二级灼伤 皮肤起泡。立即用 95%的酒精或 4%的高锰酸钾溶液对伤处进行消毒，水泡不要弄破，防止感染，然后用消毒纱布将伤处轻轻包扎好。

三级灼伤 组织破坏，皮肤呈现棕色或黑色。三级烫伤时皮肤呈白色。现场急救主要是防止感染，用干燥而无菌的消毒纱布将伤处轻轻包扎好，同时注意伤员的保暖和给氧，然后急送医院。

在处理二级灼伤和三级灼伤时，往往衣服和伤处粘连在一起，此时，千万不要脱剥衣服或撕扯衣物，否则会撕脱皮肤，加大灼伤面积，增加感染机会。要用剪刀剪下未与伤处粘连的衣服，伤处的衣物不要取下，与伤处一起包扎起来，让医生处理。

与灼伤的程度相比，灼伤的面积大小对伤员的危害更重要，因为大面积的灼伤，会伴随感染和休克。如果灼伤面积超过人体表面 1/3 时，即使是一级灼伤，也是很严重的，必须送医院治疗。大面积灼伤的伤员，不要被随意移动。用以包扎伤处的纱布必须是干燥并经消毒的，要保持伤员的体温，尽量给予氧气。

若灼伤是由于化学药品燃烧或爆炸引起的，往往情况更为复杂。因为被化学物质感染的伤口，会很快伴随严重的中毒现象，也会增加伤口治疗时的痊愈困难，所以更应及早送医院治疗。

三、安全用电

1. 安全用电规章制度

实验室中往往用到大量的电器设备，若使用不当，易发生人身伤亡事故。因此，必须遵守安全用电规章制度。

- 1) 电器设备的金属外壳必须接地，严禁用湿手接触电线、电门及一切电气部件，用电操作应单手操作。
- 2) 实验室中，不得有金属裸露的电线，不得将电线的裸端代替插头接通电源或仪器。
- 3) 电器设备使用完毕后，应回复到零位。关闭开关，切断电源。禁止用毕后仍将电器设备连接在电源上的现象。
- 4) 实验结束后，应将总电源关闭，才可离开实验室。
- 5) 如遇触电事故，应首先切断电源，不得在切断电源之前接触触电者。
- 6) 电器、电线起火时，应立即切断电源，然后用砂土或二氧化碳灭火器或干粉灭火器灭火，严禁用水或泡沫灭火器灭火。

2. 触电事故急救

若遇人身触电事故，首先应使触电者迅速脱离电源。采取的方法如下：拉下电闸断

电；用木棍将电线拨开；戴上橡皮手套、穿上胶底鞋或脚踏干燥木板绝缘后将触电者从电源上拉开等等。若触电者在高处，要注意断开电源后的摔伤。

触电者脱离电源后，轻者在短时间内会自动恢复。严重则要解开衣领进行人工呼吸，或给予氧气。触电者恢复呼吸后，要对电灼伤进行急救。可在伤处涂搽 95%酒精或 4%的高锰酸钾溶液进行消毒。如伤势严重，应于消毒后用干燥的消毒纱布包扎，防止感染，然后送医院治疗。

必须注意，对触电者进行抢救时，一般不得注射强心针或给予兴奋剂。