

高等学校教材

化学工程与工艺 专业实验

(精细化工方向)

王培义 张春霞 尹志刚 编



化学工业出版社

高等学校教材

化学工程与工艺专业实验

(精细化工方向)

王培义 张春霞 尹志刚 编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书共分6部分,包括绪论、表面化学实验、工艺合成及质量控制实验、产品制备及质量控制实验、化工开发实验和文献实验。所选实验涉及表面化学、有机中间体、表面活性剂、洗涤剂、化妆品、涂料、催化剂以及化学工程等。涵盖了原料选择及质量分析、合成工艺路线选择、装置安装及操作规程制定、精细化工产品配方的确定、配制操作规程制定、产品质量控制和性能分析等内容。

本书既考虑到化学工程与工艺专业的普遍性,又考虑到精细化工方向的典型性,所选实验具有一定的代表性,可作为高等院校化学工程与工艺专业(精细化工方向)的实验教材和教学参考书,也可从事精细化工产品研究、开发和生产的科研人员和工程技术人员提供参考。

化学工程与工艺专业实验

(化学工业出版社)

王培义 张春霞 尹志刚 编

图书在版编目(CIP)数据

化学工程与工艺专业实验/王培义,张春霞,尹志刚
编. —北京:化学工业出版社,2008.7
高等学校教材
ISBN 978-7-122-03313-0

I. 化… II. ①王…②张…③尹… III. 化学工程-
化学实验-高等学校-教材 IV. TQ016

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第103609号

责任编辑:徐雅妮
责任校对:战河红

文字编辑:张艳
装帧设计:史利平

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:化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张11 1/4 字数282千字 2008年9月北京第1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:19.80元

版权所有 违者必究

前 言

本科教育作为整个高等教育的重中之重,是高校人才培养的基础和关键所在,是高校的立校之本。只有实实在在提高本科教育质量,高等教育才有可能为国家建设培养出数以千万计的高素质专门人才和一大批拔尖创新人才。为此,“十一五”期间,中央财政将斥资 25 亿元实施“高等学校本科教学质量与教学改革工程”。

实践教学是培养学生分析问题、解决问题和动手能力的主要手段,是全面提高本科教育质量的重要环节。因此,改革实验教学,使学生得到专业实验各种基本操作和技能的锻炼,提高学生综合素质,增强学生专业适应能力和社会适应能力,是高校教育工作者应该思考的问题。为满足实践教学的需要,我们以郑州轻工业学院《化学工程与工艺专业实验》(精细化工方向)讲义为基础,修订和补充了部分内容,增加了在实验教学中已证明是较好的一些实验,编写了《化学工程与工艺专业实验》(精细化工方向)一书。

化学工程与工艺专业涉及面较广,各学校专业方向不尽相同,考虑到化学工程与工艺专业(精细化工方向)的典型性,专业实验应与开设课程相结合。通过专业实验,使学生在专业基础理论、基本有机合成、化学工程和精细化工产品制备以及测试手段等方面得到全面锻炼;使学生学到系统的专业知识,起到以点带线、以线带面、举一反三、融会贯通的效果;使学生的化工开发和化学应用的意识得到进一步启发和加强。

所选实验涉及表面化学、有机中间体、表面活性剂、洗涤剂、化妆品、涂料、催化剂以及化学工程等。涵盖了原料选择及质量分析、合成工艺路线选择、装置安装及操作规程制定、精细化工产品配方的确定、配制操作规程制定、产品质量控制和性能分析等内容。为便于实验安排,书中将大型综合性实验分成若干小型实验来进行,如将“烷醇酰胺的合成、性能、应用实验”分成了“脂肪酸甲酯的合成”、“皂化值、碘值、酸值等的测定”、“椰油酸二乙醇酰胺的合成”、“烷醇酰胺中游离胺含量的测定”、“餐具洗涤剂的制备”和“洗发香波的制备”等。为培养学生独立开展科研工作的能力,本教材还增设了文献实验,使学生在查阅文献资料的基础上,自己制定实验方案后进行实验,通过文献实验有利于培养学生独立进行实验和初步科学研究的能力,是提高实验质量的一个有力措施。

由于化学工程与工艺专业涉及内容相当广泛,书中不能包罗所有内容,仅介绍较重要和较常用而且必须掌握的内容,以及在学时安排、原料供应、设备条件等方面普遍可行的典型实验。实验教学过程中,可采用必修和选修方式进行。开设实验的方式可选择以学生参加操作为主的单项实验和综合实验,也可适当选择一些以教师为主的示范演示实验和录像教学。因此,编入教材的实验项目较多,供实验选用。

参加本书实验复核和编写工作的有郑州轻工业学院王培义、张春霞和尹志刚等,全书由王培义统稿。另外,朱学文、杨许召、钱恒玉、李刚森、张应军等也参与了本书实验复核工作。本书在编写过程中参考了有关文献资料,在此向相关作者致谢!

限于编者水平,书中不当之处恳请读者批评指正。

编者

2008 年 4 月 10 日

目 录

第 1 部分 绪论	1
1 实验须知	1
2 实验室安全	2
3 常用实验技术	5
第 2 部分 表面化学实验	12
实验 1 滴体积法测定表(界)面张力	12
实验 2 临界胶束浓度的测定	15
实验 3 表面活性剂增溶能力的测定	17
实验 4 利用单分子膜测定分子截面积及长度	19
实验 5 接触角的测定	21
实验 6 超微法测定胶体 ξ 电位	23
实验 7 固体比表面的测定——单点 BET 容量法	27
实验 8 润湿力的测定	32
实验 9 非离子表面活性剂的水数和浊点测定	33
实验 10 乳状液的制备及其类型鉴别	35
实验 11 乳状液的稳定性和破乳	37
实验 12 固-液界面上的吸附	39
实验 13 色谱法测定表面活性剂的 HLB 值	41
第 3 部分 工艺合成及质量控制实验	44
I 工艺合成	44
实验 14 对乙酰基苯基环己烷的合成	44
实验 15 2-巯基苯并噻唑的高压合成	45
实验 16 对硝基甲苯的催化氢化	46
实验 17 聚苯乙烯的合成	48
实验 18 聚酯树脂的合成	49
实验 19 乙酸苄酯的合成	51
实验 20 香豆素的合成	52
实验 21 烷基苯磺酸的合成	53
实验 22 烷基苯磺酸的中和	55
实验 23 十二烷基硫酸钠的合成	56
实验 24 醇醚硫酸盐的合成	58
实验 25 脂肪酸甲酯的合成	59
实验 26 椰油酸二乙醇酰胺的合成	60

实验 27	乙二醇单硬脂酸酯的合成	61
实验 28	<i>N,N</i> -二甲基十二烷基胺的合成	62
实验 29	十二烷基二甲基苄基氯化铵的合成	64
实验 30	十二烷基二甲基甜菜碱的合成	65
II	质量控制	66
实验 31	熔点的测定	66
实验 32	凝固点的测定	67
实验 33	色泽的测定	68
实验 34	总固体含量的测定	71
实验 35	不皂化物的测定	72
实验 36	总脂肪物的测定	73
实验 37	表面活性剂类型的鉴定	75
实验 38	有机化合物碳值的测定	78
实验 39	折射率的测定	79
实验 40	中和值的测定	81
实验 41	阴离子表面活性剂的定量分析	82
实验 42	羟值的测定	87
实验 43	皂化值的测定	89
实验 44	酸值的测定	90
实验 45	碘值的测定	92
实验 46	酯值的测定	94
实验 47	烷醇酰胺中游离胺含量的测定	95
实验 48	<i>N,N</i> -二甲基十二烷基胺的测定	96
实验 49	阳离子表面活性剂的定量分析	98
实验 50	两性表面活性剂的定量分析	101
实验 51	非离子表面活性剂的定量分析	104
实验 52	聚氧乙烯非离子表面活性剂憎水基的测定	106
实验 53	壬基酚聚氧乙烯醚的定量分析	106
第 4 部分	产品制备及质量控制实验	108
I	产品制备	108
实验 54	珠光浆的制备	108
实验 55	洗衣粉的制备	108
实验 56	餐具洗涤剂的制备	110
实验 57	润肤膏霜的制备	111
实验 58	洗发香波的制备	113
实验 59	聚丙烯酸酯乳液胶黏剂的制备	114
实验 60	醇酸树脂的制备	115
实验 61	醇酸清漆的制备	117

实验 62	醋酸乙烯酯的乳液聚合	118
实验 63	聚醋酸乙烯乳液涂料的制备	119
实验 64	固体酒精的制备	120
II	质量控制	121
实验 65	去污力的测定	121
实验 66	发泡力的测定	125
实验 67	黏度的测定	126
实验 68	pH 的测定	128
实验 69	洗涤剂中总活性物含量的测定	130
实验 70	洗涤剂磷含量的测定	131
实验 71	涂膜硬度的测定	134
实验 72	涂膜附着力的测定	136
第 5 部分	化工开发实验	139
实验 73	甲醇和水的分馏	139
实验 74	萃取法分离三组分混合物	141
实验 75	工业粗制苯甲醇的精制	142
实验 76	反应精馏法制醋酸乙酯	144
实验 77	超过滤膜分离	147
实验 78	串联流动反应器停留时间分布的测定	151
实验 79	流化床基本特性的测定	154
实验 80	从可可豆粉中提取卡卡因	157
实验 81	固体超强酸催化剂的制备	158
实验 82	沸石催化剂的制备	160
实验 83	四氯化碳法测定催化剂的比孔容	163
第 6 部分	文献实验	166
实验 84	磷酸酯盐的合成	166
实验 85	双酚 A 的合成	166
实验 86	洗面奶的制备	167
附录		168
附录 1	指示剂的配制	168
附录 2	常用化学元素国际相对原子质量表	169
附录 3	与空气接触的水的表面张力	170
附录 4	纯有机液体与空气的表面张力	170
附录 5	滴体积法测表面张力校正系数 (F) 值	170
参考文献		172

第 1 部分 绪 论

1 实验须知

1.1 实验目的

《化学工程与工艺专业实验》(精细化工方向)是学生修完基础课、技术基础课之后在开设有关精细化学品等理论课程的同时所设置的专业必修课之一,是学习精细化学品相关知识的重要实践环节。该实验课程与其他专业必修课密切配合,相辅相成,共同完成必需的专业课教学。本课程主要通过实验教学形式,达到以下目的。

- ① 使学生在前修实验课的基础上,进一步巩固和提高实验操作技能。
- ② 培养学生综合运用前修课程的知识,正确观察、思考和分析实验过程,提高分析问题和解决问题的能力。
- ③ 培养学生理论联系实际,树立实事求是、严格认真的科学态度,并养成良好的工作习惯。
- ④ 帮助学生巩固所学专业基础知识,掌握精细化学品生产与应用的基本原理和基本技能,为从事科学研究、产品开发、工程设计和解决生产中的技术问题奠定坚实的实验基础。

1.2 实验要求

为了保证实验的顺利进行,以达到预期的目的,要求学生必须做到以下几点。

- ① 充分预习。实验前要充分预习教材,同时要查阅有关手册和参考资料,记录各种原料和产品的物性数据,并写出预习报告。实验前教师要检查和提问,未写预习报告者和提问时回答不出问题者不得进行实验。
- ② 认真操作。实验时注意力要集中,操作要认真,仔细观察各种现象,积极思考,注意安全,保持整洁,不要随意走动和离开实验室。
- ③ 做好记录。学生必须准备一个实验记录本,及时且如实地记录实验现象和数据,以便对实验现象作出正确的分析和解释。要养成随做随记的良好习惯,切不可等实验结束后凭回忆补写实验记录,更不允许编造实验数据。
- ④ 书写实验报告。实验结束后应写出实验报告,其内容可根据各个实验的具体情况自行组织。一般应包括:实验日期,实验名称,同组同学姓名,实验仪器、设备,原料规格,实验原理,操作步骤,结果处理和问题讨论等。报告应力求条理清楚、文字简练、结论明确、书写整洁。

1.3 实验室注意事项

- ① 必须遵守实验室的各项规章制度。
- ② 听从指导教师的安排,尊重实验室工作人员的工作。
- ③ 实验过程中应保持桌面和仪器设备的整洁,应使水槽保持清洁畅通,严禁向水槽内丢入固体物或易固化物;废物和垃圾应投入专用的废物箱内;废酸和废碱液应小心地分别倒入废液缸内。
- ④ 爱护公物,注意节约水、电和药品等。

⑤ 实验结束后,应做好清洁工作,检查水、电等是否关好。在得到教师同意后方可离开实验室。

2 实验室安全

2.1 安全用电

① 进行实验之前必须了解室内总电闸与分电闸的位置,以便出现用电事故时能及时切断各电源。

② 电器设备维修时必须停电作业。

③ 带金属外壳的电器设备都应作接零保护,定期检查是否连接良好。

④ 导线的接头应紧密牢固,接触电阻要小,裸露的接头部分必须用绝缘胶布包好,或者用塑料绝缘管套好。

⑤ 所有电器设备在带电时不能用湿布擦拭,更不能有水落于其上。

⑥ 电源或电器设备上的保护熔断丝或保险管,都应按规定电流标准使用,不能任意加大,更不允许用铜丝或铝丝代替。

⑦ 电热设备不能直接放在木制实验台上使用,必须用隔热材料垫在实验台上,以防引起火灾。

⑧ 发生停电现象必须切断所有的电闸。防止操作人员离开现场后,因突然供电而导致电器设备在无人监视下运行。

⑨ 合电闸时如发生保险丝熔断,应立即拉开电闸并检查带电设备是否有问题,切忌不经检查便换上熔断丝或保险管就再次合闸,这样会造成设备损坏。

2.2 易燃易爆物品的安全使用

各种易燃液体、有机化合物蒸气和易燃气体在空气中含量达到一定浓度时,就能与空气(实际是氧)构成爆炸性的混合气体。这种混合气体若遇到明火就发生闪燃爆炸。

任何一种可燃气体在空气中构成爆炸性混合气体时,该气体所占的最低体积百分比称爆炸下限;该气体所占的最高体积百分比称爆炸上限。在下限与上限之间称爆炸范围。低于爆炸下限或高于爆炸上限的可燃性气体和空气构成的混合气体都不会发生爆炸。体积比超过上限的混合气体遇明火会发生燃烧,但不会爆炸。例如,甲苯蒸气在空气中的浓度为 $1.2\% \sim 7.1\%$ 时就构成爆炸性的混合气体,在这个浓度范围遇明火(火红的热表面、火花等各种火源)即发生爆炸,低于 1.2% 或高于 7.1% 时都不会发生爆炸。

这类具有爆炸性的混合气体在使用时应倍加重视,但并不可怕,若能认真而严格地按安全规程操作,是不会有危险的。因为构成爆炸应具备两个条件:①可燃物在空气中的浓度在爆炸限范围内;②有明火存在。故防止方法就是不使浓度进入爆炸极限以内或禁止明火。

实验室内领用易燃易爆药品应根据实验的需用量按照规定数量领取,不能在实验场所存放大量该类物品。存放易燃品应严禁明火,远离热源,避免日光直射。有条件的实验室应设专用贮放室或存放柜。

易燃易爆物品在实验前应结合实验具体情况,制定出安全操作规程。如使用可燃气体时,必须在系统中充氮吹扫空气,同时还必须保证装置严密不漏气。实验室要保证有良好通风,并禁止在室内有明火和敞开式的电热设备,也不能让室内有产生火花的条件存在等。此外应注意某些剧烈的放热反应操作,避免引起自燃或爆炸。在进行蒸馏易燃液体、有机物品或在高压釜内进行液相反应时,加料的数量绝对不允许超过容器的三分之二。在加热和操作过程中,操作

人员不得离岗，不允许在无操作人员监视下加热。对沸点低的易燃有机物品（如乙醚、丙酮、乙酸、苯等）不能直接用火加热，也不能加热过快，致使急剧汽化而冲开瓶塞，引起火灾或造成爆炸。总之，只要严格掌握和遵守有关安全操作规程就不会发生事故。

2.3 毒性药品的安全使用

很少量就能使人中毒受害的药品都称为毒性药品。中毒途径有误服或吸入呼吸道或皮肤被污染等。其中有的蒸气有毒，如汞蒸气通过呼吸道或皮肤会使人体中毒，若汞散落在地，应用吸管将汞吸起，剩余的汞用硫黄粉覆盖并摩擦，使之成为硫化汞而消除。有些固体或液体有毒，如氯化汞、钡盐、农药等。根据毒性药品对人体的毒害程度分为剧毒药品（如氰化钾、砒霜等）和有毒药品（农药等），使用这类物质应十分小心，以防止中毒。实验室所用毒性药品应有专人管理，建立保存与使用档案。

许多有机化合物通过人体皮肤、呼吸道与消化道逐渐侵入血液系统以至全身各部，会引起各种疾病。如苯对肝和肾脏有害，使红细胞和血小板下降；苯酚对皮肤与黏膜有强烈腐蚀作用；三氯甲烷对肝、肾有特殊毒性；硝基苯、苯胺等可与血红蛋白结合产生中毒症状；联苯胺、2-萘胺、亚硝胺等均属致癌物质，因此操作时要特别注意。

强酸（如硫酸、盐酸、硝酸、氢氟酸）、强碱（如氢氧化钾、氢氧化钠等）对皮肤和衣物都有腐蚀作用，特别是在浓度和温度都较高的情况下，作用更甚，使用中应防止与人体和衣物直接接触。使用发烟硫酸、氯磺酸等应在通风橱中进行，并戴好防护眼镜和橡皮手套。它们的稀释应在充分搅拌和良好冷却的条件下进行。

有腐蚀性或毒性气体产生的实验，应在通风橱中进行，产生的气体必须用吸收装置吸收。

2.4 压缩气体钢瓶的安全使用

压缩气体通常都是充装在耐压钢瓶中。瓶内有一定压力。氢、氧、氮等压缩气体最高压力可达 15MPa。若受日光直晒或靠近热源，由于瓶内气体受热膨胀，压力迅速上升，当超过钢瓶耐压强度时，容易引起钢瓶破裂而发生爆炸。另外，可燃性压缩气体的泄漏也会造成危险。如氢气泄漏或含氢尾气排放时，当氢气与空气混合后浓度达到 4.1%~74.2%时，遇明火会发生爆炸。氢与氧、氯与乙炔、氧与油脂相遇会发生危险事故。为此，压缩气体钢瓶要用不同颜色加以区分，并标明气体名称。标注方法见表 1。

表 1 压缩气体钢瓶的标注方法

气瓶名称	外表面颜色	字 样	字样颜色	横条颜色	阀门出口螺纹
氧气瓶	天蓝	氧	黑	红 棕	正扣
氢气瓶	深绿	氢	红		反扣
氮气瓶	黑	氮	黄		正扣
氮气瓶	棕	氮	白		正扣
压缩空气瓶	黑	压缩空气	白		正扣
石油气体瓶	灰	石油气体	红	白 黑	反扣
氯气瓶	草绿	氯	白		正扣
氨气瓶	黄	氨	黑		正扣
丁烯气瓶	红	丁烯	黄		反扣
二氧化碳气瓶	黑	二氧化碳	黄		正扣
乙炔气瓶	紫	乙炔	红		反扣
其他可燃性气体气瓶	红	气体名称	白		反扣
其他非可燃性气体气瓶	黑	气体名称	黄		正扣

按规定,可燃性气体钢瓶与明火距离应在 10m 以上。使用时,钢瓶必须牢靠地固定在架子上、墙上或实验台旁。运送钢瓶时,应戴好钢瓶帽和橡胶安全圈。输送或使用时都应严防钢瓶摔倒或受到撞击,以免发生意外爆炸事故。

使用氧气钢瓶时,任何情况下都应严禁在钢瓶附件或连接管路上黏附油脂等物。氧气钢瓶的阀门和减压阀都不能用可燃性(橡胶)垫片连接。因为在急速的氧气流冲击下可能着火,甚至引起爆炸。

使用压缩气体钢瓶必须连接减压阀或高压调节阀,不经上述部件直接与钢瓶连接是十分危险的。因为在钢瓶上安装的阀门是截止阀,它不能调节气体的流量和压力,这就常常会因不能控制气体排出量而造成大量气体冲出,从而造成一系列安全事故。例如,压力不能控制则使系统内的设备超压破裂;大量氧气冲出引起着火事故;大量氢或可燃气体冲出引起爆炸;大量氮气或二氧化碳冲出使实验室缺氧,致使工作人员呼吸困难甚至窒息。

当压缩气体钢瓶使用到瓶内压力为 0.5MPa 时,应停止使用。压力过低会给充气带来不安全因素,当钢瓶内压力与外界大气压力相同时,会造成空气的进入。对危险性气体来说,由于上述情况在充气时发生爆炸事故已有许多教训。乙炔钢瓶的剩余压力与室温有关,详见表 2。

表 2 乙炔钢瓶的剩余压力与室温的关系

室温/℃	<-5	-5~5	5~15	15~25	25~35
剩余压力/MPa	0.05	0.1	0.15	0.2	0.3

2.5 实验室消防

实验操作人员必须了解消防知识。实验室内应准备一定数量的消防器材。工作人员应熟悉消防器材的存放位置和使用方法,绝不允许将消防器材移做他用。实验室常用的消防器材包括以下几种。

(1) 灭火沙箱 易燃液体和其他不能用水灭火的危险品,着火时可用沙子来扑灭。它能隔断空气并起降温作用而灭火。但沙中不能混有可燃性杂物,并且要干燥些。潮湿的沙子遇火后因水分蒸发,致使燃着的液体飞溅。沙箱中存沙有限,实验室内又不能存放过多沙箱,故这种灭火工具只能扑灭局部小规模的火源。对于不能覆盖的大面积火源,因沙量少而作用不大。此外还可用于不燃性固体粉末灭火。

(2) 石棉布、毛毡或湿布 这些器材适于迅速扑灭火源区域不大的火灾,也是扑灭衣服着火的常用方法。其作用是隔绝空气达到灭火目的。

(3) 泡沫灭火器 实验室多用手提式泡沫灭火器,它的外壳用薄钢板制成。内有一个玻璃胆,其中盛有硫酸铝。胆外装有碳酸氢钠溶液和发泡剂(甘草精)。灭火液由 50 份硫酸铝和 50 份碳酸氢钠及 5 份甘草精组成。使用时将灭火器倒置,马上发生化学反应生成含 CO_2 的泡沫。



此泡沫黏附在燃烧物表面上,形成与空气隔绝的薄层而达到灭火目的。它适用于扑灭实验室的一般火灾。油类着火在开始时可使用。但不能用于扑灭电线和电器设备火灾,因为泡沫本身是导电的,这样会使扑火人发生触电事故。

(4) 四氯化碳灭火器 该灭火器是在钢筒内装有四氯化碳并压入 0.7MPa 的空气,使灭火器充有一定压力。使用时将灭火器倒置,旋开手阀即喷出四氯化碳。它是不燃液体,其蒸气比空气重,能覆盖在燃烧物表面使其与空气隔绝而灭火。它适用于扑灭电器设备的火灾,

但使用时要站在上风侧，因四氯化碳是有毒的。室内灭火后应打开门窗通风一段时间，以免中毒。

(5) 二氧化碳灭火器 钢筒内装有压缩的二氧化碳。使用时，旋开手阀，二氧化碳就能急剧喷出，使燃烧物与空气隔绝，同时降低空气中含氧量。当空气中含有 12%~15% 的二氧化碳时，燃烧即停止。但使用时要注意防止现场人员窒息。

(6) 其他灭火剂 干粉灭火剂可扑灭易燃液体、气体、带电设备引起的火灾。1211 灭火剂适用于扑救油类、电器类、精密仪器等火灾，在一般实验室内使用不多，对大型及大量使用可燃物的实验场所应备用此类灭火剂。

2.6 实验防毒和防污染

实验用的毒性药品必须按规定手续领用与保管。剧毒药品要登记造册，并有专人负责管理。使用后的废液必须妥善处理，不允许倒入下水道和酸缸中。凡是产生有害气体的实验操作，必须在通风橱内进行。但应注意不使毒性药品洒落在实验台或地面上，一旦洒落必须彻底清理干净。绝不允许用实验室内任何容器作食具，也不准在实验室内吃食品，实验完毕必须多次洗手，确保人身安全。

对具有污染性质的化学药品不能与一般化学试剂放在一起。对有污染性物质的操作必须在规定的防护装置内进行。违反规程造成他人人身伤害的应负法律责任。

实验室内防毒防污染的操作常采用防毒面具、防护罩及其他防毒防污染工具，可根据具体情况选择使用。

3 常用实验技术

3.1 加热技术

在室温下，许多精细化工反应或物理操作（如酰胺化、酯化、蒸馏、热配料等）难于进行，通常需要加热。这就涉及加热操作技术。

(1) 明火加热 最原始的加热方法就是明火（酒精灯或电炉）直接加热，适合于稳定、不易燃烧（如无机盐、水等）且可盛在金属容器、坩埚或试管中的物料。通常玻璃仪器都要通过石棉铁丝网加热，以免仪器受热不均而破裂，同时防止物料局部过热分解。

(2) 水浴锅加热 当加热温度不超过 100℃ 时，最好用电热水浴锅加热。可将盛物料的容器部分浸在水中（注意勿使容器接触水浴锅底部），调节水浴锅的电阻把水温控制在需要的范围以内。如果需加热到 100℃，可用沸水浴；加热温度在 90℃ 以下时，为避免水蒸发，可以在水浴中加入适量液体石蜡或油酸。

(3) 油浴加热 加热温度在 100~250℃ 时，可以用油浴。油浴的优点在于温度易于控制在一定范围内，容器内的反应物受热均匀。油浴的温度应比容器内反应物的温度高 10~20℃。常用的导热油有液体石蜡、豆油、棉子油、硬化油（如氢化棉子油）、甘油、硅油等。选用导热油应注意使用温度应该低于其沸点 80~100℃ 为宜。用油浴加热时，切忌明火；当油冒烟严重时，应停止加热；万一着火，先关闭加热电器，再移去周围易燃物，然后用石棉板盖住油浴口，火即可熄灭。油浴中应悬挂温度计，以便随时调节温度。

(4) 沙浴加热 当实验操作温度在 300℃ 以上时，一般用沙浴加热，将容器半埋在沙中，注意容器底部的沙层要薄，沙的热传导能力较差，沙浴温度分布不均，且不易控制。沙浴中应插温度计，且温度计的水银球应紧靠容器。使用沙浴时，桌面要铺石棉板，以防辐射热烤焦桌面。

(5) 电热套加热 电热套使用方便, 温度可控 ($20\sim 300^{\circ}\text{C}$), 加热均匀, 是精细化工实验室最常用的加热设备。加热套一般有两种: 一种是通过调节电阻控温 (适用于温度要求不太严格的加热); 另一种是与控温仪联用通过触电温度计控温 (适用于要求精密控温的加热)。不同型号的加热套, 使用方法有所不同, 使用时可参照说明书操作。

3.2 冷却技术

精细化工实验操作 (如磺化、硫酸化、蒸馏、重氮化、偶合、重结晶等) 中经常需要将系统及时降温, 这就需要冷却操作。

(1) 空气或自来水 有些精细化工反应, 放热效应不大, 只需将反应的加热体系及时移开, 直接用空气或自来水冷却即可, 例如酯化反应、结晶操作等。

(2) 冰水浴 许多精细化工操作需要在 $0\sim 20^{\circ}\text{C}$ 左右进行, 这时可采用冰水浴 (即将盛有反应物的容器适时地浸入冷水中) 或采用循环冷却水冷却。

(3) 冰盐浴 某些反应需在低于 0°C 下进行, 则可用食盐、氯化钙等无机盐和碎冰按照一定比例 (参见基础有机化学实验) 所得的混合物作冷却剂, 其冷却温度为 $-15\sim 0^{\circ}\text{C}$, 如果水的存在不妨碍反应进行, 则可把碎冰直接投入反应物中, 这样能更好地保持低温。

(4) 干冰/液氮-有机溶剂 有些精细化学品合成反应需要在超低温 ($\leq -40^{\circ}\text{C}$) 下进行, 一般可将反应体系置于超低温反应器中即可, 但是超低温反应器价格较高。实验室中比较好的方法就是采用干冰/液氮-有机溶剂 (见表 3) 浴液冷却。如选用优质敞口保温桶, 在里面加入有机溶剂 (常用的有甲醇、丙酮、正己烷等), 并将碎干冰或液氮慢慢加入即可, 然后将反应体系浸入冷浴中。

表 3 常见超低温干冰/液氮-有机溶剂冷浴及其所能达到的超低温范围

干冰/液氮-有机溶剂	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	超低温范围/ $^{\circ}\text{C}$	干冰/液氮-有机溶剂	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	超低温范围/ $^{\circ}\text{C}$
干冰/液氮-甲醇	-112	$-20\sim -78$	干冰/液氮-正己烷	-116	$-20\sim -92$
干冰/液氮-丙酮	-100	$-20\sim -75$	干冰/液氮-环己烷	-104	$-20\sim -78$

3.3 回流与分水技术

(1) 回流 许多精细化工反应需要使反应物在较长的时间内保持沸腾才能完成。为了防止蒸气溢出, 常用回流冷凝装置, 使蒸气不断地在冷凝管内冷凝, 返回反应器中, 以防损失反应物。为了防止空气中的湿气侵入反应器或吸收反应中放出的有毒气体, 可在冷凝管上口连接氯化钙干燥管或气体吸收装置。有些反应进行剧烈, 放热很多, 或反应速率太快, 如将反应物质一次加入会使反应失控而导致失败, 在这种情况下可采用带滴液漏斗的回流冷凝装置, 将一种试剂逐渐滴加进去, 也可根据需要在烧瓶外用冷水浴或冰水浴冷却。为了使冷凝管的套管内充满冷却水, 应从下面的入口通入冷却水。水流速度能保持蒸气充分冷凝即可。进行回流操作时, 要控制加热蒸气上升的高度一般以不超过冷凝管长的 $1/3$ 为宜。

(2) 分水 进行某项可逆平衡性质的反应时, 为了使正向反应进行到底, 可将反应产物之一不断地从反应混合物体系中除去。回流下来的蒸气冷凝液进入分水器分层后, 有机层自动被送回反应烧瓶, 而生成的水可从分水器 (假如没有分水器, 可以用一个磨口分液漏斗、一个蒸馏头和一个 135° 的尾接管拼装而成; 也可以由两个蒸馏头和一个圆底烧瓶拼装, 见图 1) 中放出去, 这样可使某些生成水的可逆反应进行到底。

3.4 搅拌和振荡技术

为了加速反应体系的传热、传质和混合, 经常需要采取搅拌或振荡操作。如固体-液体

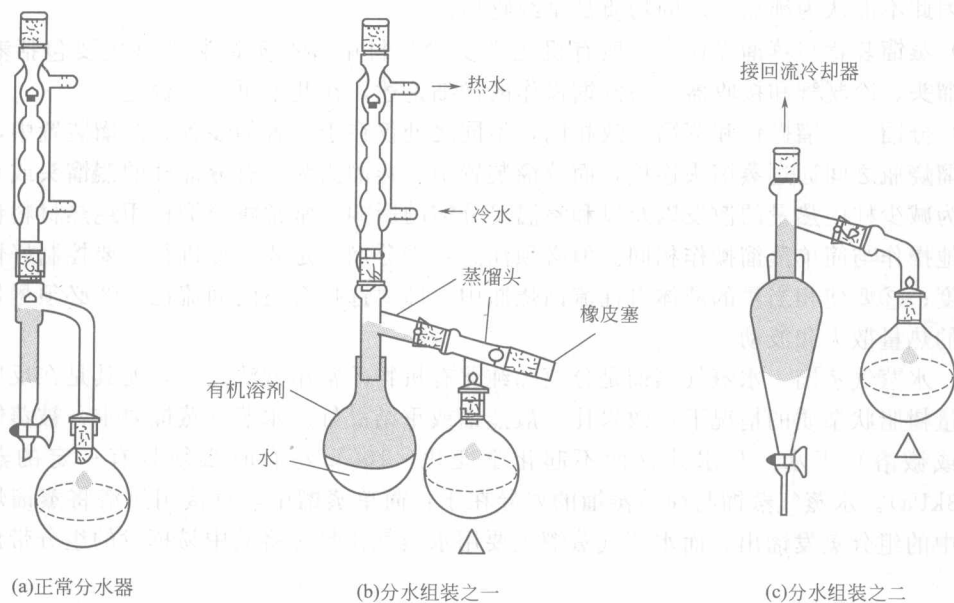


图1 分水装置

或互不相溶的液体进行反应时，为了使反应混合物能充分接触，应该进行强烈的搅拌或振荡；在反应过程中，当把一种反应物料添加或分批小量地加入另一种物料时，也应该使二者尽快地均匀接触，这也需要进行强烈的搅拌或振荡；对于放热反应和吸热反应，为了加速传热，保持反应体系温度一致，也需要进行强烈的搅拌。否则，由于物料混合不均、浓度局部增大、温度局部增高等，会使反应进行不彻底、转化率不高，发生更多的副反应。

(1) 人工搅拌和振荡 在反应物量小、反应时间短且不需要加热或温度不太高的操作中，用手摇动容器就可达到充分混合的目的。也可用两端烧光滑的玻璃棒沿着器壁均匀地搅动，但必须避免玻璃棒碰撞器壁。若在搅拌的同时还需要控制反应温度（如化妆品热配料），则可用橡皮圈把玻璃棒和温度计套在一起，为了避免温度计水银球触及反应器的底部而损坏，玻璃棒的下端宜稍伸出一些。

在反应过程中回流冷凝装置往往需做间歇振荡，振荡时把固定烧瓶和冷凝管的铁夹暂时松开，一手靠在铁夹上并扶住冷凝管，另一手拿住瓶颈做圆周运动，每次摇匀后应把仪器重新夹好，也可以用振荡整个铁台的方法使容器内的反应物充分混合。

(2) 机械搅拌 需要较长时间搅拌的实验，最好用电动搅拌器（如酰胺化、酯化、磺化等）。在反应过程中，若在搅拌的同时还需要进行回流，则最好用三口瓶，中间瓶口装配搅拌棒，一个侧口安装回流冷凝管，另一个安装温度计或滴液漏斗。若无三口瓶，也可以在广口圆底烧瓶上安装一个二通连接管代替。

(3) 电磁搅拌 当反应物料黏度较小时，根据容器大小与形状选择合适的搅拌转子，小心地将搅拌转子放入盛有物料的容器内，然后将容器放在电磁搅拌装置托盘上，将转速调节合适。若物料需要加热，可选用加热型电磁搅拌器。

3.5 蒸馏技术

蒸馏是分离和提纯液态有机混合物最常用的方法之一，可借蒸馏的方法来测定物质的沸点和定性检测物质的纯度。某些有机混合物往往形成二元或三元恒沸混合物，它们也有一定

沸点，因此不能认为沸点一定的物质都是纯物质。

(1) 蒸馏装置与蒸馏操作 一般有机化学实验教材中都有蒸馏装置（主要包括蒸馏烧瓶、蒸馏头、冷凝管和接收器）与蒸馏操作的详细论述，在此不再一一赘述。

(2) 分馏 分馏操作和蒸馏大致相同，不同之处仅在于二者的装置。蒸馏装置中，冷却器与蒸馏烧瓶之间通过蒸馏头连接，而分馏装置中，蒸馏头为带有分馏柱的蒸馏头或克氏蒸馏头。为减少柱内热量的散发以及风和室温对分馏的影响，常常将分馏柱用绝热材料包裹起来，其他操作与简单蒸馏操作相同。但必须注意：①分馏一定要缓慢进行，要控制好恒定的蒸馏速度；②要使相当量的液体自柱流回烧瓶中，即要选择合适的回流比；③必须尽量减少分馏柱的热量散失和波动。

(3) 水蒸气蒸馏 水蒸气蒸馏是分离和纯化有机物的常用方法之一，尤其是在反应产物中有大量树脂状杂质的情况下，效果比一般蒸馏或重结晶好。水蒸气蒸馏要求：被蒸馏物质不溶（或微溶）于水，与水共存而不起化学变化， 100°C 左右时必须具有一定的蒸气压（ $\geq 1.33\text{kPa}$ ）。水蒸气蒸馏与简单蒸馏的差异在于：简单蒸馏中，直接用热浴将蒸馏烧瓶加热使其中的组分蒸发馏出，而水蒸气蒸馏主要用水蒸气作热源将其中易挥发的组分带出反应体系。

(4) 减压蒸馏 减压蒸馏也是分离和提纯有机化合物的一种重要方法。它特别适用于那些在常压蒸馏时未达沸点既已受热分解、氧化或聚合的物质。减压蒸馏的装置由蒸馏、减压及测压装置三部分组成。蒸馏部分用减压蒸馏瓶，又称克氏（Claisen）蒸馏瓶，可以用克氏蒸馏头配圆底烧瓶代替，在与减压蒸馏瓶直线连通的一颈中插入一根毛细管直至距瓶底 $1\sim 2\text{mm}$ ，毛细管上端连有一段带螺旋夹的橡皮管以调节进入空气作为液体沸腾的汽化中心，使蒸馏平稳进行。另一颈插入合适温度计。接受器通过多尾接液管与冷却器相连。

冷却器的选择则根据蒸出液体沸点不同而定。如果蒸出液体量少且沸点高或是低熔点固体，可不用冷却器，直接将克氏支管通过接液管插入接受瓶；蒸馏高沸点物质时，最好用石棉绳或石棉布包裹蒸馏瓶颈，以减少散热。控制热浴温度高于液体沸点 $20\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。

蒸馏部分与减压部分（水泵/油泵）应该与缓冲装置连接，防止蒸馏物质进入减压系统，整个操作中要特别注意真空泵的转动方向，否则有可能导致水银冲出压力计，污染实验室。蒸馏完毕时，应该先移开热浴，待稍冷后缓缓解除真空，使系统内外压力平衡后，方可关闭油泵。

3.6 重结晶技术

在精细化工合成反应中，往往需要较纯的有机化合物，为此需要进行重结晶操作以除去有机化合物中的杂质。其一般过程为：①将不纯的有机化合物溶解在接近沸点（低于有机化合物的熔点）的溶剂中，制成饱和或接近饱和的浓溶液；②若溶液含有色杂质，可加适量活性炭煮沸脱色，热过滤除去活性炭；③滤液缓缓冷却，使有机化合物结晶析出，抽滤；④所得晶体测定熔点，若不符合条件，可重复上述操作，直至熔点不再改变。

在进行重结晶时，选择理想的溶剂是一个关键，理想的溶剂必须：①不与被提纯物起化学反应；②在较高温度时能溶解大量的被提纯物；而在室温或更低温度时，只能溶解很少量的该种物质；③对杂质的溶解度非常大或非常小（前一种情况是使杂质留在母液中不随提纯物晶体一同析出；后一种情况是使杂质在热过滤时被滤去）；④容易挥发（溶剂的沸点较低），无毒或毒性很小，能给出较好的结晶体，易与结晶体分离。

3.7 升华技术

升华是指物质自固态不经过液态直接转变成蒸气的现象,它是纯化固体有机化合物的主要方法之一,它所需的温度一般较蒸馏时低,但是只有在其熔点温度以下具有一定蒸气压($\geq 2.67\text{kPa}$)的固态物质,才可用升华来提纯。利用升华可除去不挥发性杂质,或分离不同挥发度的固体混合物。升华常可得到较高纯度的产物,但操作时间长,损失也较大,只用于较少量精细化学品($1\sim 2\text{g}$)的纯化。一般来说,对称性较高的固态物质,具有较高的熔点,且在熔点温度以下具有较高的蒸气压,易于用升华来提纯。为了掌握和控制升华条件,就必须研究物质的相图与固、液、气三相平衡条件。

(1) 常压升华 最简单的常压升华操作是在蒸发皿中放置粗产物,上面覆盖一张刺有许多小孔的滤纸(最好在蒸发皿的边缘上先放置大小合适的用石棉纸做成的窄圈,用以支持此滤纸)。然后将大小合适的玻璃漏斗倒盖在上面,漏斗的颈部塞有玻璃毛或脱脂棉花团,以减少蒸气逃逸。在石棉网上渐渐加热蒸发皿(最好能用沙浴),小心调节火焰,控制浴温低于被升华物质的熔点,使其慢慢升华。蒸气通过滤纸小孔上升,冷却后凝结在滤纸上或漏斗壁上。必要时外壁可用湿布冷却。

在空气或惰性气体流中进行升华操作:在锥形瓶上配有二孔塞,一孔插入玻管以导入空气或惰性气体;另一孔插入接液管,接液管的另一端伸入圆底烧瓶中,烧瓶口塞一些棉花或玻璃毛。当物质开始升华时,通入空气或惰性气体,带出的升华物质,遇到冷水冷却的烧瓶壁就凝结在壁上。

(2) 减压升华 减压升华操作是将固体物质放在吸滤管中,然后将装有“冷凝阱”的橡皮塞紧密塞住管口,利用水泵或油泵减压,接通冷凝水流,将吸滤管浸在水浴或油浴中加热,使之升华。

3.8 干燥技术

在进行精细化学品合成时,常常遇到中间体或产物的定性与定量分析,这些中间体或产物必须充分干燥才能够用于分析,因此必须对其进行干燥;有时也是为了破坏某些液体物质与水生成的共沸混合物;另外,很多化学反应需要在“绝对”无水条件下进行,不但所用的原料及溶剂要干燥,而且还要防止空气中的潮气侵入反应容器。

(1) 液体干燥 液体干燥方法大致可分为物理法和化学法两种。物理法有吸附、分馏、利用共沸蒸馏将水分带走等方法,近年来还常用离子交换树脂和分子筛等来进行脱水干燥;化学法是利用干燥剂能与水可逆地结合生成水合物(如用氯化钙、硫酸镁等干燥酯类中间体)或新化合物(如金属钠、五氧化二磷干燥苯或环己烷等惰性溶剂)。无论物理方法还是化学方法,在选择干燥剂时,要求干燥剂必须不与该物质发生化学反应或催化作用,不溶解于该液体中;要求干燥剂吸水容量大和干燥效能高;还要考虑干燥速率和价格;此外必须注意干燥剂的用量,太多容易吸附产品,太少则干燥不完全。

(2) 固体干燥 对固体干燥主要在干燥器中进行,包括普通干燥器、真空干燥器、烘箱及真空控温干燥箱等。①用普通干燥器干燥固体时,一般将被干燥的固体放在表面皿上,再将表面皿置于干燥器的多孔瓷板(瓷板下面放置干燥剂)上,盖上干燥器的盖子即可;②用真空干燥器时,先将被干燥的物质放在小烧杯中,将小烧杯置于干燥器的多孔瓷板(瓷板下面放置干燥剂)上,盖上干燥器的盖子,关闭盖子上的玻璃活塞,与水泵或油泵连接好后,开启真空泵,缓缓打开干燥器上的玻璃旋塞,直至真空表读数不再降低时关闭玻璃活塞,断开真空泵与干燥器连接,关闭真空泵;③用烘箱干燥,将温度调节至低于熔点,将被

干燥的固体放在表面皿上，再将表面皿置于烘箱托架上；④真空控温干燥箱等，将温度控制在所需温度，其他操作与使用真空干燥器相同。

(3) 仪器干燥 仪器干燥主要指的是实验室所用玻璃仪器的干燥，最常用的方法就是将洗净的玻璃仪器放入烘箱干燥，其次是用电吹风吹干。但是，在精细化学品实验操作中，经常需要对玻璃仪器进行快速干燥，这时即使用电吹风也不能够马上将其干燥，最好的办法，就是用少量丙酮或乙醇先将仪器中的水洗掉，然后用电吹风吹干。

3.9 萃取技术

萃取是用来提取或纯化有机化合物的常用操作之一。应用萃取可以从固体或液体混合物中提取出所需要的物质，也可以用来洗去混合物中少量杂质。通常称前者为“抽提”或“萃取”；后者为“洗涤”。

(1) 液-液萃取 将要萃取的溶液（一般为水溶液）和萃取剂（一般为溶液体积的 1/3）依次自上口倒入分液漏斗中，塞紧塞子按照分液漏斗使用规范把漏斗放平前后由慢到快摇振，将漏斗的上口向下倾斜，下部支管指向斜上方，朝向无人处“放气”，静置，待两层液体完全分开后，收集萃取剂层溶液，重复此操作 3~5 次，合并萃取剂溶液，干燥后，回收萃取剂，即得到产品。

在液-液萃取时，特别是当溶液呈碱性时，常常会产生乳化现象；有时由于存在少量轻质的沉淀、溶剂互溶、两液相的相对密度相差较小等原因，也可能使两液相不能很清晰地分开，这样很难将它们完全分离。这时可以采用：①较长时间静置；②加入少量电解质（如氯化钠），利用盐析作用加速破乳；③加入少量稀硫酸或采用过滤等方法破乳；④根据不同情况，还可以加入其他破坏乳化的物质，如乙醇、碘化蓖麻油等。

(2) 固体物质的萃取 固体物质的萃取，通常是用长期浸出法或采用脂肪提取器（索氏提取器）。前者是靠溶剂长期的浸润溶解而将固体物质中的需要物质浸出来。这种方法虽不需要任何特殊器皿，但效率不高，而且溶剂的需要量较大。

脂肪提取器是利用溶剂回流及虹吸原理，使固体物质连续不断地为纯的溶剂所萃取，因而效率较高。萃取前应先先将固体物质研细，以增加溶剂浸润的面积，然后将固体物质放在滤纸套内，置于提取器中。提取器的下端通过木塞（或磨口）和盛有溶剂的烧瓶连接，上端接冷凝管。当溶剂沸腾时，蒸气通过玻璃管上升，被冷凝管冷却成为液体，滴入提取器中，当溶剂液面超过虹吸管的最高处时，即虹吸流回烧瓶，因而萃取出溶于溶剂的部分物质。就这样利用溶剂回流和虹吸原理，使固体的可溶物质富集到烧瓶中。然后用其他方法将萃取到的物质从溶液中分离出来。

3.10 空气敏感试剂的转移技术

在精细化学品实验操作中，常常用到诸如碘甲烷、烷基锂/己烷溶液、硼烷/THF 溶液、格林雅试剂/乙醚溶液等一些对空气敏感试剂的转移（加入反应体系或转移到较小的容器中）。这种现况下要借助惰性气体高纯氮气或氩气，一般用氮气。当需要把试剂加入反应体系时，先将密闭反应体系一端出口连接一个带有细不锈钢空心针头，用氮气将管内空气赶走，然后迅速将其插入试剂瓶液面下面，同时用另一根与高纯氮钢瓶连接好的不锈钢空心针头插入试剂瓶（插入前，管内空气已经被氮气置换），并保持液面上方。打开减压阀，即可将液体缓缓压入反应体系。当需要将空气敏感的试剂转移到另一个试剂瓶时，也可以用较大的玻璃漏斗倒置在铁架台上，将要转移的试剂以及空试剂瓶都置于漏斗下面，漏斗与氮气钢瓶通过橡胶管相连接，打开氮气钢瓶减压阀，以适当流速，将漏斗下面空气尽可能