

普通高等教育“十二五”规划教材

# 精细化工实验

JINGXI HUAGONG SHIYAN

何自强 刘桂艳 张惠玲 主编



化学工业出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

# 精细化工实验

何自强 刘桂艳 张惠玲 主编

张惠玲 (410) 目錄編委并同



化学工业出版社

· 北京 ·

本书以精细化工中常用的领域为内容,精选了难易程度不同的实验,较为详细地介绍了精细化学品的性质、用途、制备及表征。

全书共分14章:第1章精细化工实验基本知识、第2章精细化工实验技术、第3章表面活性剂、第4章助剂、第5章精细有机合成中间体、第6章日用化学品、第7章食品添加剂、第8章香料与香精、第9章医药中间体、第10章胶黏剂、第11章涂料、第12章染料与颜料、第13章综合性实验、第14章设计性实验。

本书可作为高等院校应用化学、化学工程与工艺、精细化工等专业的实验教材,也可作为广大精细化学品研究、开发、生产人员的参考书。

精细化工实验

主 编 何自强 刘桂艳 张惠玲

### 图书在版编目(CIP)数据

精细化工实验/何自强,刘桂艳,张惠玲主编. —北京:  
化学工业出版社,2015.9

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-24762-9

I. ①精… II. ①何…②刘…③张… III. ①精细化工-化学实验-高等学校-教材 IV. ①TQ062-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第171893号

责任编辑:满悦芝 甘九林  
责任校对:吴 静

文字编辑:颜克俭  
装帧设计:刘亚婷

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 刷:北京云浩印刷有限责任公司

装 订:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张12¼ 字数310千字 2015年10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:28.00元

版权所有 违者必究

# 前言

精细化工实验是应用化学、化学工程与工艺、精细化工等专业的必修课,是学生在完成了基础化学课程学习,有机合成、精细化学品化学、精细化工工艺学等专业课程的学习,以及熟悉实验室基本操作的基础上,开展的一门以精细化工产品研究、开发为主要内容的专业实验课程,具有综合性和应用性强的特点。该课程旨在使学生掌握精细化工的实验操作技能,加深对所学理论知识的理解和掌握,提高和增强学生解决问题的能力,培养学生的创新能力,为将来从事精细化工产品的研究、开发和生产奠定坚实的实验基础。

《精细化工实验》是与《精细化学品化学》和《精细化工工艺学》相配套的实验教材,精细化工涉及表面活性剂、助剂、涂料、染料与颜料、食品添加剂、日用化学品、香料与香精、医药中间体、功能高分子材料等化工产品的制备与分析测试,范围较广。

目前已出版的类似教材,多数实验往往操作较复杂,时间较长,设备条件难以达到,难度较大,且重现性较差。因此,编者在编写本教材时,尽量避免以上情况,加强了实验的可操作性。本书大多数实验综合性较强,力求体现精细化工产品的“合成制备—分析表征—实际应用”的特点,使学生把以前所学相关知识综合起来,注重不同学科相关知识之间的内在联系,有利于培养学生的主动思维、创新思维,掌握科学研究的基本思路和方法,同时拓宽学生的知识面。同时,书中增加了设计性实验,在设计实验中,除考虑产品收率外,还需考虑利润、原料、产品性能,应设计出工艺合理、原料易得、产品性能优良的合成路线,同时也有助于培养学生设计思路、创新思维,使实验的方法多样化、合理化。另外,根据绿色化学的特点和原则,本书尽量选择低毒、污染较小且后处理容易的实验项目,减少原料和产物毒性大、对环境污染大、“三废”处理困难的实验项目。

本书编写人员均具有丰富的精细化工实验教学经验,书中大部分实验源于教学实践,因此内容可靠,指导性较强,符合教学规律,重现性好。

全书共分14章,由武汉生物工程学院何自强、刘桂艳、张惠玲任主编。其中,第1章精细化工实验基本知识、第2章精细化工实验技术、第3章表面活性剂、第4章助剂、第5章精细有机合成中间体、第6章日用化学品由何自强编写;第7章食品添加剂、第8章香料与香精、第9章医药中间体、第10章胶黏剂由张惠玲编写;第11章涂料、第12章染料与颜料、第13章综合性实验、第14章设计性实验、附录由刘桂艳编写。全书由何自强统稿。

武汉生物工程学院的黄中梅、马红霞、王巧玲、成红丽、熊海燕等老师为本书收集了资料,整理了图表,对总体书稿进行了校核。武汉理工大学华夏学院参与了本书的审稿,并给出修改意见。另外,本书在编写过程中得到了武汉生物工程学院化学与环境工程系王香兰副主任的大力支持和帮助,编者在此表示衷心感谢!

由于编者水平有限,编写时间仓促,书中不足之处难免,敬请读者批评指正,以使本教材得以完善。

编者

于武汉生物工程学院

2015年7月

# 目 录

|                               |    |
|-------------------------------|----|
| 第1章 精细化工实验基本知识                | 1  |
| 1.1 精细化工实验课程目标                | 1  |
| 1.2 精细化工实验基本要求                | 1  |
| 1.3 精细化工实验室规则                 | 1  |
| 1.4 精细化工实验室的安全知识              | 2  |
| 1.4.1 精细化工实验室安全规则             | 2  |
| 1.4.2 实验室事故的预防与处理             | 2  |
| 第2章 精细化工实验技术                  | 5  |
| 2.1 搅拌                        | 5  |
| 2.2 回流-分水                     | 7  |
| 2.2.1 回流                      | 7  |
| 2.2.2 分水                      | 8  |
| 2.3 过滤与离心                     | 8  |
| 2.3.1 过滤                      | 8  |
| 2.3.2 离心                      | 10 |
| 2.4 蒸馏                        | 11 |
| 2.5 重结晶与升华                    | 12 |
| 2.5.1 重结晶                     | 12 |
| 2.5.2 升华                      | 14 |
| 2.6 萃取与盐析                     | 16 |
| 2.6.1 萃取                      | 16 |
| 2.6.2 盐析                      | 17 |
| 2.7 离子交换                      | 18 |
| 2.8 色谱                        | 19 |
| 2.9 乳化                        | 23 |
| 2.9.1 乳化剂                     | 23 |
| 2.9.2 乳状液的制备                  | 24 |
| 2.9.3 乳化设备                    | 25 |
| 第3章 表面活性剂                     | 27 |
| 实验一 阴离子表面活性剂——十二烷基苯磺酸钠的制备     | 27 |
| 实验二 阳离子表面活性剂——十八烷基二甲基苄基氯化铵的合成 | 28 |
| 实验三 两性离子表面活性剂——十二烷基二甲基甜菜碱的合成  | 30 |
| 实验四 非离子表面活性剂——月桂醇聚氧乙烯醚的制备     | 31 |
| 实验五 非离子型表面活性剂——脂肪酸二乙醇酰胺的合成    | 32 |
| 实验六 非离子表面活性剂——硬脂酸蔗糖单酯的合成      | 34 |

|                              |    |
|------------------------------|----|
| 第 4 章 助剂 .....               | 36 |
| 实验一 絮凝剂壳聚糖的制备 .....          | 36 |
| 实验二 絮凝剂——聚丙烯酰胺的制备 .....      | 38 |
| 实验三 增塑剂——邻苯二甲酸二辛酯的制备 .....   | 39 |
| 实验四 橡胶防老剂——对苯二酚钠的制备 .....    | 42 |
| 实验五 珠光剂——乙二醇硬脂酸酯的合成 .....    | 43 |
| 实验六 引发剂——过氧化环己酮的制备 .....     | 44 |
| 实验七 阻燃剂——四溴双酚 A 的合成 .....    | 46 |
| 第 5 章 精细有机合成中间体 .....        | 49 |
| 实验一 氨甲苯酸的制备 .....            | 49 |
| 实验二 苯基甲硫醚的制备 .....           | 49 |
| 实验三 4-氨基-2-硝基苯甲醚的制备 .....    | 50 |
| 实验四 4-氨基-2,6-二甲氧基嘧啶的制备 ..... | 53 |
| 实验五 4-甲基-2-氨基噻唑的制备 .....     | 54 |
| 实验六 氨基乙酸的制备 .....            | 55 |
| 实验七 对氯邻硝基苯胺的制备 .....         | 56 |
| 实验八 2,4-二硝基苯酚的制备 .....       | 58 |
| 实验九 对硝基苯甲醛的制备 .....          | 59 |
| 实验十 间氟甲苯的制备 .....            | 61 |
| 第 6 章 日用化学品 .....            | 63 |
| 实验一 肥皂的制备 .....              | 63 |
| 实验二 餐具洗涤剂的配制 .....           | 66 |
| 实验三 液体洗衣剂的配制 .....           | 68 |
| 实验四 洗衣粉的配制 .....             | 70 |
| 实验五 洗发香波的配制 .....            | 72 |
| 实验六 沐浴露的配制 .....             | 75 |
| 实验七 雪花膏的制备 .....             | 76 |
| 实验八 洗面奶的配制 .....             | 78 |
| 实验九 面膜的配制 .....              | 80 |
| 实验十 化妆水的配制 .....             | 83 |
| 实验十一 脱毛膏的配制 .....            | 85 |
| 实验十二 含氟牙膏的制备 .....           | 87 |
| 实验十三 固体酒精的制备 .....           | 88 |
| 实验十四 通用型喷墨打印用墨水的配制 .....     | 89 |
| 实验十五 空气清新剂的制备 .....          | 91 |
| 第 7 章 食品添加剂 .....            | 93 |
| 实验一 苯甲酸的合成 .....             | 93 |
| 实验二 食品防腐剂山梨酸钾的制备 .....       | 94 |
| 实验三 丙酸钙的制备 .....             | 96 |
| 实验四 富马酸二甲酯的制备 .....          | 98 |

|               |                                |            |
|---------------|--------------------------------|------------|
| 实验五           | 没食子酸丙酯的制备                      | 99         |
| 实验六           | 食品抗氧化剂 TBHQ 的合成                | 100        |
| 实验七           | 对羟基苯甲酸正丁酯的制备                   | 101        |
| 实验八           | 葡萄糖酸锌的制备                       | 102        |
| 实验九           | 多功能食品添加剂——D-葡萄糖酸- $\delta$ -内酯 | 104        |
| 实验十           | 果胶的提取                          | 105        |
| 实验十一          | 叶绿素铜钠盐的制备                      | 108        |
| 实验十二          | 食品色素苋菜红的合成                     | 109        |
| <b>第 8 章</b>  | <b>香料与香精</b>                   | <b>113</b> |
| 实验一           | 香蕉水的制备                         | 113        |
| 实验二           | 肉桂酸的制备                         | 114        |
| 实验三           | $\beta$ -萘甲醚的制备                | 116        |
| 实验四           | 香豆素的合成                         | 118        |
| 实验五           | 酮类香料——紫罗兰酮的合成                  | 119        |
| 实验六           | 食用樱桃香精的配制                      | 121        |
| 实验七           | 酶法水解奶油制备奶味香精                   | 122        |
| <b>第 9 章</b>  | <b>医药中间体</b>                   | <b>124</b> |
| 实验一           | 乙酰水杨酸的合成                       | 124        |
| 实验二           | 乙酸丁酯的制备                        | 127        |
| 实验三           | 蛋黄卵磷脂的提取                       | 129        |
| 实验四           | 苯丙酮的制备                         | 131        |
| 实验五           | 扁桃酸的制备                         | 132        |
| 实验六           | 美多心安的制备                        | 133        |
| 实验七           | 依那普利中间体的合成                     | 134        |
| <b>第 10 章</b> | <b>胶黏剂</b>                     | <b>136</b> |
| 实验一           | 聚醋酸乙烯酯乳液的制备                    | 136        |
| 实验二           | 聚乙烯醇缩甲醛胶的合成                    | 138        |
| 实验三           | 水溶性酚醛树脂胶的制备                    | 141        |
| 实验四           | 脲醛树脂胶的合成                       | 143        |
| 实验五           | 双组分聚氨酯胶黏剂的制备                   | 145        |
| 实验六           | 环氧树脂胶黏剂的制备与应用                  | 147        |
| 实验七           | 丙烯酸酯系压敏胶的制备                    | 150        |
| <b>第 11 章</b> | <b>涂料</b>                      | <b>153</b> |
| 实验一           | 苯丙乳液的合成及苯丙乳胶漆的制备               | 153        |
| 实验二           | 聚乙烯醇-水玻璃内墙涂料的制备                | 154        |
| 实验三           | 聚乙烯醇缩甲醛外墙涂料的制备                 | 156        |
| 实验四           | 醇酸树脂的合成                        | 158        |
| 实验五           | 醇酸清漆的配制                        | 160        |
| <b>第 12 章</b> | <b>染料与颜料</b>                   | <b>162</b> |
| 实验一           | 甲基橙的制备                         | 162        |

|        |                    |     |
|--------|--------------------|-----|
| 实验二    | 大红粉颜料的制备           | 164 |
| 实验三    | 活性艳红 X-3B 的制备      | 166 |
| 实验四    | 永固红 2B 的制备         | 167 |
| 实验五    | 阳离子翠蓝 GB 的制备       | 169 |
| 实验六    | 色酚 AS 的制备          | 171 |
| 第 13 章 | 综合性实验              | 173 |
| 实验一    | 从茶叶中提取咖啡因          | 173 |
| 实验二    | 从黄连中提取黄连素          | 176 |
| 实验三    | 光谱纯二氧化钛的制备         | 177 |
| 实验四    | 防水剂 CR 的制备         | 179 |
| 实验五    | 从人发中提取胱氨酸          | 181 |
| 实验六    | 羧甲基淀粉醚 (CMS) 的合成   | 182 |
| 第 14 章 | 设计性实验              | 184 |
| 实验一    | 扑炎痛的合成             | 184 |
| 实验二    | 药物中间体 5-亚苄基巴比妥酸的制备 | 184 |
| 实验三    | 美沙拉嗪的合成            | 185 |
| 附录     |                    | 187 |
| 参考文献   |                    | 194 |

实验目的与要求,要求学生在实验过程中,注意以下几点:

#### (1) 预习与复习

实验前要认真预习教材,了解实验原理、实验步骤、实验目的、实验要求、实验安全、实验注意事项等,并写出预习报告。

#### (2) 认真操作

实验过程中要认真操作,严格按照实验步骤进行,不得擅自改变实验步骤。实验过程中要注意安全,特别是使用危险化学品时,要严格按照操作规程进行,不得擅自进行危险操作。

#### (3) 做好记录

在实验过程中,要认真做好实验记录,记录实验现象、实验数据、实验结果等。实验结束后,要认真整理实验数据,写出实验报告。

#### (4) 整理实验报告

实验结束后,要认真整理实验报告,实验报告一般包括:实验目的、实验原理、实验步骤、实验结果、实验讨论等。

## 1.3 精细化工实验室规则

1.3.1 必须遵守实验室的安全规章制度,进入实验室前应接受安全教育,不得饮酒、吸烟等。

1.3.2 进入实验室时,应换穿实验服,佩戴手套、口罩、护目镜等防护用品。

# 第1章 精细化工实验基本知识

## 1.1 精细化工实验课程目标

精细化工实验是应用化学、化学工程与工艺、精细化工等专业学生必修的专业实验课。专业实验教学是高等教育中的重要环节，它是课堂教学的延伸，是学生获取专业知识的重要手段，可以使學生亲身接触该专业所涉及的具体工作的过程。因此，本课程的培养目标是：通过实验的训练，提高学生的操作技能，加深对所学理论知识的理解和掌握，使学生养成理论联系实际的作风，实事求是、严格认真的科学态度，以及培养学生解决实际问题的能力和创新能力，为今后从事精细化工产品的研究、开发和生产打下良好的基础。

## 1.2 精细化工实验基本要求

为了保证精细化工实验课正常、有效、安全地进行，培养学生良好的实验习惯，并保证实验课的教学质量，要求学生必须做好如下几点。

### (1) 充分预习

实验前要充分预习教材，同时查阅有关手册和参考资料，掌握各种原料和产品的物化数据，熟悉实验原理和实验步骤，并写出预习报告。

### (2) 认真操作

实验时要集中注意力，认真操作，仔细观察各种实验现象，积极思考，注意安全，保持实验室整洁，不得无故擅自离开实验室。实验中须严格按操作规程和实验步骤进行实验，如要改变，必须经指导教师同意。

### (3) 做好记录

在实验过程中，必须对实验的全过程进行仔细观察并认真记录实验现象，如反应液颜色的变化、有无沉淀及气体出现、固体的溶解情况以及加热温度和加热后反应的变化等。同时还应记录加入原料的颜色和加入的量、产品的颜色和产品的量、产品的熔点或沸点等物化数据。实验完成后，须将原始记录交指导教师审阅、签字。产品需交指导教师验收。

### (4) 撰写实验报告

实验结束后应撰写实验报告。实验报告一般应包括：实验日期、实验名称、实验目的、仪器药品、实验原理、操作步骤、结果与讨论、意见和建议及思考题解答等。

## 1.3 精细化工实验室规则

(1) 必须遵守实验室的各项规章制度。进入实验室应穿实验服装，不得穿拖鞋、短裤等暴露皮肤的服装。不能将食物、饮品带入实验室。

(2) 进入实验室时，应熟悉实验室环境，清楚水、电、气总阀所处位置，灭火器材、急

救药箱的放置地点和使用方法。

(3) 实验开始前, 首先检查仪器种类与数量是否与需要相符, 仪器是否有缺口、裂缝或破损等, 再检查仪器是否干净 (或干燥), 确保仪器完好、干净再使用, 仪器装置安装完毕, 要请教师检查合格后, 方能开始实验。

(4) 实验时应保持安静, 不得嬉笑打闹, 不得擅自离岗, 不得擅自离开实验室。严禁在实验室吸烟、饮食, 不允许做与实验无关的事情。

(5) 要爱护公物。公用仪器和药品应在指定地点使用, 用完后及时放回原处, 并保持其整洁。节约使用药品, 药品取完后, 及时将盖子盖好, 防止药品相互污染。实验室的任何仪器、药品非经教师许可严禁带出实验室。使用精密贵重仪器, 应先了解其性能和操作方法, 经指导教师认可后才能使用。出现问题, 及时报告指导教师, 不得随意处理。如损坏仪器, 要登记申请补发, 并按制度赔偿。

(6) 实验结束后, 将个人实验台面打扫干净, 清洗、整理仪器。学生轮流值日, 值日生应负责整理公用仪器、药品和器材, 打扫实验室卫生, 离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

## 1.4 精细化工实验室的安全知识

### 1.4.1 精细化工实验室安全规则

(1) 实验室所有药品以及中间产品, 必须贴上标签, 注明名称, 防止误用和因情况不明而处理不当造成事故。

(2) 当进行可能发生危险的实验时, 要根据实验情况采取必要的安全措施, 如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等; 处理有毒或带刺激性物质时必须在通风橱内进行, 防止散逸到室内。

(3) 实验中所用药品, 不得随意散失或丢弃; 使用易燃、易爆药品时, 应远离火源。

(4) 正确使用温度计、玻璃棒和玻璃管, 以免玻璃折断或破裂而划伤皮肤。

(5) 熟悉安全用具 (如灭火器、沙箱和急救箱) 的放置地点和使用方法, 并妥加保管。安全用具及急救药品不准移作他用。

(6) 不能用湿手触摸电器, 所用电器设备的金属外壳应接地线。实验完毕应切断电源。

### 1.4.2 实验室事故的预防与处理

#### (1) 火灾的预防与处理

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的, 着火是精细化工实验室常见的事故之一, 为避免火灾, 必须注意下列事项。

① 实验室不得贮放大量易燃物。

② 不能用烧杯或敞口容器加热和盛放易燃、易挥发试剂, 加热时应根据实验要求及易燃物的特点, 选择正确的加热方法。当附近有露置的易燃溶剂时, 切勿点火。

③ 用油浴加热回流或蒸馏时, 必须注意避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油溅到热源上而引起火灾的危险。

④ 当处理大量的可燃性液体时, 应在通风橱或在指定地方进行, 室内应无火源。

⑤ 易燃、易挥发物, 不得倒入废液缸内, 应按化合物的性质分别专门回收处理 (与水

有猛烈反应者除外,金属钠残渣要用乙醇销毁)。

实验室如果发生了着火事故,应沉着镇静并及时处理,一般采取如下措施。

- ① 防止火势扩展。立即熄灭附近所有火源,切断电源,移开未着火的易燃物。
- ② 根据火势立即灭火。若火势较小,可用湿布或棉布盖灭,绝不能用口吹;若火势较大应根据具体情况选用相应的灭火器材。

## (2) 爆炸的预防

实验中,由于违章使用易燃易爆物,或仪器堵塞、安装不当及化学反应剧烈等均能引发爆炸。为了防止爆炸事故的发生,应严格注意以下几点。

- ① 实验装置、操作要求正确,不能造成密闭体系,应使装置与大气相连通。常压操作时,切勿在封闭系统内进行加热或反应,在反应进行时,必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。对反应过于剧烈的实验,应严格控制加料速度和反应温度,使反应缓慢进行。
- ② 减压蒸馏时若使用锥形瓶或平底烧瓶作接收瓶或蒸馏瓶,因其平底处不能承受较大的负压而发生爆炸。故减压蒸馏时只允许用圆底瓶、尖底瓶或梨形瓶作接收瓶和蒸馏瓶。
- ③ 乙醚、四氢呋喃、二氧六环、共轭多烯等化合物,久置后会产生一定量的过氧化物。在对这些物质进行蒸馏时,过氧化物被浓缩,达到一定浓度时发生爆炸。故在对这些物质蒸馏之前一定要检验并除去其中的过氧化物,而且一般不允许蒸干。
- ④ 多硝基化合物、叠氮化合物在较高温度或受到撞击时会自行爆炸,需小心取用,妥善存放;重氮盐在干燥时会爆炸,需随制随用,如确需作短期存放,应保存在水溶液中;氯酸钾、过氧化物等在遇到较强还原剂时会因剧烈反应而爆炸,故应避免与还原剂混放。

## (3) 中毒的预防与处理

大多数化学药品具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。因此预防中毒应做到以下几点。

- ① 预先查阅有关资料,对所使用的试剂的毒性有详细的了解。
- ② 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触药品,尤其是毒品。做完实验后,应先洗手再吃东西。任何药品都不得品尝。
- ③ 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,实验开始后不要把头部伸入橱内。
- ④ 金属汞易挥发(通常加一层水保护),可通过呼吸道进入人体内,逐渐积累引起慢性中毒。取用汞时,应该在盛水的搪瓷盘上小心操作。一旦汞洒落在桌面或地上,必须尽可能收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使汞变成不挥发的硫化汞。

如毒物已溅入口中,尚未咽下的应立即吐出,用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物的性质先作如下处理。

- ① 吞下酸:先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶,不要吃呕吐剂。
- ② 吞下碱:先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白、牛奶,不要吃呕吐剂。
- ③ 吸入气体中毒:将中毒者迅速搬到室外,解开衣领及纽扣,若是吸入氯气或溴气可用稀碳酸氢钠溶液漱口。

在上述处理后,应立即送医院诊治。

## (4) 灼伤的预防与处理

- ① 眼睛灼伤 眼睛里一旦溅入化学药品,应立即用大量水缓缓彻底冲洗。洗眼时要保持眼皮张开,可由他人帮助翻开眼睑,持续冲洗 15min。忌用稀酸中和溅入眼内的碱性物

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。

② 皮肤灼伤 人体暴露在外的部分(如皮肤)接触了高温、强酸、强碱、溴等都会造成灼伤。因此实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触,取用有腐蚀性的化学药品时,应戴上橡皮手套和防护眼镜。如果发生灼伤应视情况分别处理。

高温灼伤:用大量水冲洗,再用冰块降温,在伤口上涂以烫伤油膏。

药品灼伤:皮肤上遭到药品灼伤应先用大量水冲洗。对于酸灼伤,可用5%碳酸氢钠溶液洗净,再涂上烫伤油膏;若是碱灼伤,可用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤,再涂上油膏;在使用苯酚时,也应注意安全,若发生苯酚灼伤皮肤时,先用大量水冲洗,并急送医院就医治疗。

(5) 玻璃割伤的预防与处理

为避免手部割伤,玻璃管(棒)的锋利边口必须用火烧熔,使之光滑后方可使用。将玻璃管(棒)或温度计插入塞子或橡皮管时,应在玻璃管(棒)或温度计上涂少量水、甘油或其他润滑剂,握玻璃棒的手尽可能离塞子近些,要渐渐旋转插入,不可强行插入或拔出。

在割伤发生后应先取出伤口中的碎玻璃,若伤口不大,可用蒸馏水洗净伤口,涂上红药水,撒止止血粉,再用创可贴或纱布包扎好;若伤口较大或割破了动脉血管,应用手按住或用布带扎住血管靠近心脏的一端,以防大量出血,并迅速送往医院救治。

## 第2章 精细化工实验技术

精细化工实验类型很多,常用的操作技术主要包括加热与冷却、搅拌、干燥、回流与分水、过滤与离心、蒸馏、重结晶与升华、萃取与盐析、离子交换、色谱、乳化等,实验者必须掌握这些基本操作技术。下面介绍其中一些实验操作技术和常用的仪器。

### 2.1 搅 拌

搅拌是指通过外部动力使物料混合均匀的操作。在非均相反应中,为使反应混合物能充分接触,搅拌可以增大反应的接触面、缩短反应时间;在反应过程中,把一种反应物滴加或分批小量地加入另一种物料中时,也应使两者尽快均匀接触,也需要进行强烈搅拌或振荡,可以避免局部过热,改善反应状况,提高反应速率,减少副反应。因此,搅拌是精细化工实验中常用的方法。

实验室中,搅拌可以采用手动和电动的方式。

#### (1) 手动搅拌或振荡

手动搅拌是指用玻璃棒搅拌或手摇操作。在反应物量少、反应时间短,而且不需要加热或者温度不太高的操作中,用手摇动反应烧瓶或玻璃棒搅拌就可以达到充分混合的目的。

#### (2) 电动搅拌

电动搅拌是指通过电动搅拌器实现搅拌操作。对于反应时间较长或非均相反应,或需要按一定速率较长时间持续滴加反应料液时,可以用电动搅拌。电动搅拌常用电动搅拌器,其装置由电动机、搅拌棒和搅拌密封装置三部分组成(图2.1)。电动机是动力部分,固定在支架上,由调速器调节其转动快慢。搅拌棒与电动机相连,当接通电源后,电动机就带动搅拌棒转动而进行搅拌。在精细化工实验中,常用聚四氟乙烯材料的搅拌棒,这种搅拌棒具有强度高、耐腐蚀等优点。搅拌密封装置是搅拌棒与反应器连接的装置,它可以使反应在密闭体系中进行。



图 2.1 电动搅拌器

电动搅拌装置的装配方法如下：首先选定三口烧瓶和电动搅拌器的位置。选择适合的搅拌棒，使搅拌棒能在搅拌套管内自由转动；调整三口烧瓶的位置（最好不要调整搅拌器的位置，若必须调整搅拌器的位置，应先拆除三口烧瓶，以免搅拌棒戳破瓶底），使搅拌棒的下端距瓶底约 5mm，中间瓶颈用铁夹夹紧。从仪器装置的下面和侧面仔细检查，进行调整，使整套仪器正直。搅拌装置装好以后，应先用手指搓动搅拌棒试转，确信搅拌棒在转动时不触及烧瓶底和温度计以后，才可旋动调速旋钮，缓慢地由低转速向高转速旋转，直至所需转速（图 2.2）。

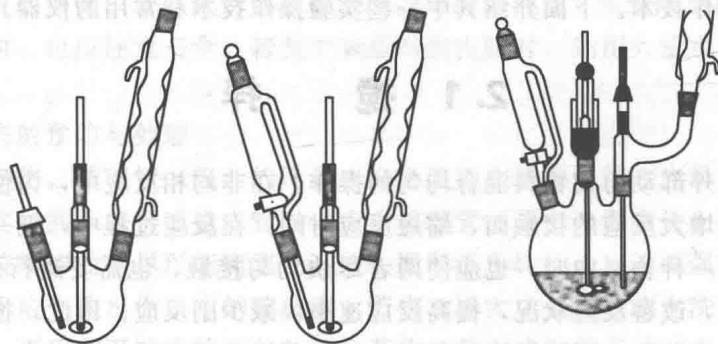


图 2.2 电动搅拌装置

电动搅拌器一般用于固液反应中，但不适用过黏的胶状液体，若超负荷使用，电动机容易发热而烧毁。

### (3) 磁力搅拌

磁力搅拌对于低黏度的反应体系是一种常用的搅拌方法。磁力搅拌器是由磁子和一个可以旋转的磁铁组成。将磁子投入盛有欲搅拌的反应容器中，将容器置于内有旋转磁场的搅拌器托盘上，接通电源，由于内部磁场不断旋转变化。一般的磁力搅拌器都有控制磁铁转速的旋钮及可控制的加热装置，如图 2.3。



图 2.3 磁力加热搅拌器

磁力搅拌器的特点是容易安装，当反应物量比较少或反应在密闭条件下进行时，磁力搅拌器的使用更为方便。但缺点是对一些黏稠液或是有大量固体参加或生成的反应，磁力搅拌因动力较小而无法顺利使用。

带有磁力搅拌的各种回流装置如图 2.4。在使用磁力搅拌时应注意：①加热温度不能超

过磁力搅拌器的最高使用温度；②若反应物料过于黏稠，或调速较急，会使磁子跳动而撞破烧瓶；③圆底烧瓶在磁力搅拌器上直接加热时，受热不够均匀。根据不同的温度要求，可以将圆底烧瓶置于水浴或油浴中，这样可以保证在反应过程中，圆底烧瓶受热均匀。也可以用磨口锥形瓶代替圆底烧瓶直接在磁力搅拌器上加热并搅拌。既能保证受热均匀，还能使搅拌均匀。

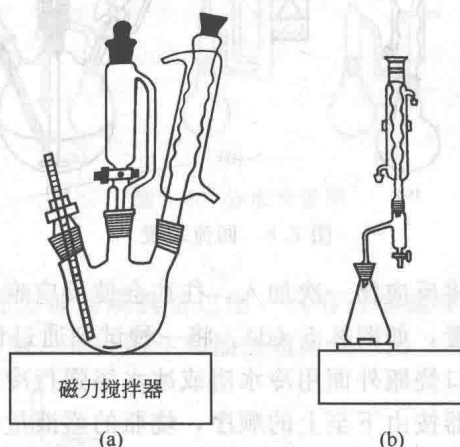


图 2.4 常用磁力搅拌回流装置

## 2.2 回流-分水

### 2.2.1 回流

许多有机化学反应，往往需要在溶剂中进行较长时间的加热。为防止加热时反应物、产物或溶剂的蒸气逸出，避免易燃、易爆或有毒物质造成事故或污染，并确保产物收率，常在反应容器上安装一支冷凝管。反应过程中产生的蒸气经过冷凝管时被冷凝，又流回到反应容器中。因此，溶剂或反应液经加热汽化，冷凝后又变成液体，反复汽化-冷凝的过程称为回流。这种装置就是回流装置。

回流装置主要由反应容器和冷凝管组成。反应容器可根据反应的具体需要，选用适当规格的锥形瓶、圆底烧瓶、三口烧瓶等。冷凝管的选择要依据反应混合物沸点的高低。一般多采用球形冷凝管，其冷却面积较大，冷凝效果较好。当被加热的液体沸点高于  $140^{\circ}\text{C}$  时，因其蒸气温度较高，容易使冷凝管的内外管连接处因温差过大而发生炸裂，应改用空气冷凝管。若被加热的液体沸点很低或其中有毒性较大的物质，则可选用蛇形冷凝管，以提高冷却效率。

实验时，可根据反应的不同需要，在反应容器上装配其他仪器，构成不同类型的回流装置。

图 2.5(a) 是最简单的回流装置。如果反应中所用的反应物可以预先混合，或者对水或空气不敏感的反应可用此装置，也可用于重结晶操作。如果反应物易受潮，可在冷凝管上端口装配氯化钙干燥管来防止潮气侵入，干燥管内装好干燥剂后应检查其是否通畅，如图 2.5(b)。如果反应会放出有害的水溶性气体（如氯化氢、溴化氢、二氧化硫等），可连接气体吸收装置，如图 2.5(c)。

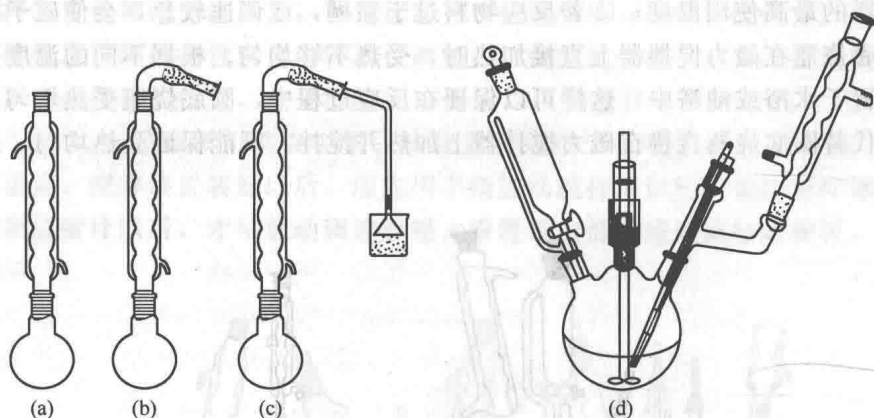


图 2.5 回流装置

有些反应剧烈放热，如将反应物一次加入，往往会使反应难以控制。在这种情况下，可用带恒压滴液漏斗的回流装置，如图 2.5 (d)。将一种试剂通过恒压滴液漏斗逐渐滴入反应瓶，有时根据需要，可在三口烧瓶外面用冷水浴或冰水浴强行冷却。

操作时应注意：安装仪器按由下至上的顺序，烧瓶的盛液量以占总容积的  $1/2$  为宜，最多不得超过  $2/3$ ，加热前应向反应器中加入  $1\sim 2$  粒沸石，以产生沸腾中心，防止瓶内液体受热暴沸。根据瓶内液体的沸腾温度不同，可选用水浴、油浴、电热套或酒精灯等不同的加热方式。回流速度控制在上升蒸气不超过冷凝管两个球为宜。

### 2.2.2 分水

分水是指在回流的基础上，利用密度差别实现水与其他液体分离的操作。在精细化工实验中，为了使反应向有利的方向进行，常利用加热回流的方法借助分水器分离出生成的水分。

带有分水器的回流装置常用于可逆反应体系。当反应开始后，反应物和产物的蒸气与水蒸气一起上升，经过冷凝管时被冷凝回流到分水器中，静置后分层，反应物和产物由侧管流回反应容器，而水则从反应体系中被分出。由于反应过程中不断除去了生成物之一——水，因此使平衡向增加反应产物方向移动。

当反应物及产物的密度比水小时（如苯、甲苯等），采用图 2.6(a) 所示的装置。加热前先在分水器中装满水，并使水面略低于支管口，然后放出比反应中理论出水量略多些的水；当反应物及产物的密度比水大时（如氯仿、四氯化碳等），则应采用图 2.6(b) 或图 2.6(c) 所示的分水器。采用图 2.6(b) 所示的分水器时，应在加热前用原料物通过抽吸的方法将刻度管充满；若需分出大量的水分，则可采用图 2.6(c) 所示的分水器，该分水器不需事先用液体填充，水充满时可直接排出。

## 2.3 过滤与离心

过滤和离心分离是分离固液混合物的重要方法，既可从液体中除去固体杂质，也可从溶液中收集固体物质。在精细化工实验中，反应后处理、原料提纯以及产品精制均需采用过滤和离心分离技术。

### 2.3.1 过滤

过滤可分为常压（普通）、减压、热过滤三种，本节重点介绍减压过滤和热过滤。

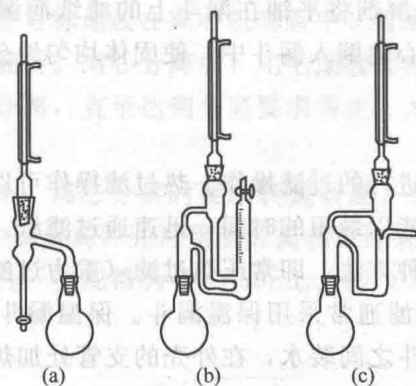


图 2.6 分水装置图

### (1) 减压过滤

① 装置 减压过滤也称为抽滤或真空过滤，具有过滤速率快、处理量大的特点。减压过滤的装置由真空泵、安全瓶、布氏漏斗和抽滤瓶组成（图 2.7）。

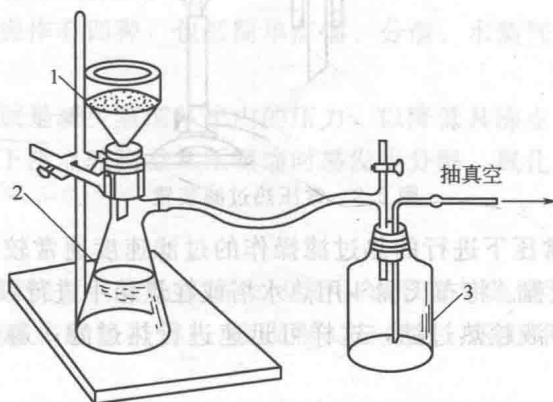


图 2.7 减压过滤装置

1—布氏漏斗；2—抽滤瓶；3—安全瓶

安全瓶可调节压力大小，使压力稳定，并可防止真空泵中的水倒吸进抽滤瓶或者滤液进入真空泵。若用水泵，抽滤瓶与水泵之间宜连接一个缓冲瓶（配有二通旋塞的抽滤瓶；调节旋塞，可防止水的倒吸）；若用油泵，抽滤瓶与油泵之间应连接吸收水气的干燥装置和抽滤瓶。

### ② 注意事项

a. 减压过滤通常使用瓷质的布氏漏斗，在装配时注意使布氏漏斗的最下端斜口的尖端离抽滤瓶的支管部位最远（如果位置不当，易使滤液吸入支管而进入抽气系统）。

b. 布氏漏斗内的滤纸直径应比布氏漏斗的内径小一些，但能完全覆盖所有滤孔。不能用比布氏漏斗内径大的圆形滤纸，这样滤纸的周边会皱折，不可能全部紧贴器壁与滤板面，使待过滤的溶液会不经过滤纸而流入抽滤瓶内。

c. 在用橡皮管相互连接时，应选用厚壁橡皮管，防止抽气时管子被压扁。

d. 抽滤瓶与安全瓶都应固定在铁架台上，以防止操作时不慎碰翻，造成损失。在进行减压操作时，抽滤瓶与安全瓶均要承受压力，不能用薄壁器皿作为安全瓶，器皿的外观上不能有伤痕或裂缝。