

精细化工实验

主编 强亮生 王慎敏

主审 徐崇泉

 哈尔滨工业大学出版社

精细化工实验

主 编 强亮生 王慎敏
副主编 韩 颖 甄 捷
郭祥峰 张连墨
主 审 徐崇泉

哈尔滨工业大学出版社

内 容 提 要

本书由哈尔滨工业大学牵头,联合哈尔滨理工大学、大庆石油学院和齐齐哈尔大学工学院等院校在总结各校多年实验教学经验的基础上编写而成。

全书分十编,共76个实验。其中:第一编 精细化工实验基本知识及实验技术;第二编 中间体(6个);第三编 表面活性剂(18个);第四编 日用化学品(12个);第五编 香料(6个);第六编 胶粘剂(5个);第七编 涂料(5个);第八编 新型功能材料(5个);第九编 染料与颜料(5个);第十编 催化剂和助剂(14个)。另外还附有部分精细化学品的国家标准、仪器设备使用方法和实验必要的数据以及国内主要化学试剂生产厂家和本书的特约供货单位。

本书内容丰富,叙述清楚,在不失实验教材之系统性和知识性的同时,突出了适用性和先进性,并给出了许多日用化学品的配方。

本书既可作为高等院校精细化工专业和其他化工类专业本、专科学生的实验教材,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

JingXi Huagong Shiyan

主编 强亮生 王慎敏

主审 徐崇泉

*

哈尔滨工业大学出版社出版发行

肇东粮食印刷厂印刷

*

开本 787×1092 1/16 印张 18 字数 454 千字

1997年2月第1版 1997年11月第2次印刷

印数 4 001—8 000

ISBN 7-5603-1202-0/O·84 定价 18.80 元

序

近年来,精细化工产品已经成为工农业生产、国防工业以及新科技开发所不可缺少的物质基础。而精细化学品的开发和发展也必将进一步促进高科技的腾飞。

为适应国民经济发展对精细化工人才的迫切需求,许多高等院校纷纷建立精细化工专业。仅90年代以来,国内就有46所高等院校设立了这一专业。由于精细化工包括的类别相当广泛,因此各校(尤其是新建专业的学校)专业方向差异较大。而相应的教材比较缺乏,其中已出版的精细化工实验教材则更少。因此编写一本能供较多院校精细化工专业使用的精细化工实验教材将会受到欢迎。

由哈尔滨工业大学、哈尔滨理工大学、大庆石油学院和齐齐哈尔大学工学院等院校联合编写的精细化工实验一书,是在总结各校多年实验教学经验基础上编写而成的。该书在保证实验教材之系统性、知识性的同时,突出了通用性和适用性,其中有些实验是参编单位近期的科研成果和最新技术。在日用化学品等编的复配实验中给出了多种配方,这不仅可以提高学生学习的兴趣,而且可以进一步开阔学生的思路。考虑到精细化工实验中某些药品比较难购,在本书附录中还给出了国内各地的生产、经销单位,为实验的顺利开设提供了方便。

本书既可作为高等院校精细化工专业本、专科学生的实验教材,也可作为其他化工类专业本、专科学生以及广大精细化学品研究、开发、生产人员的参考书。

徐崇泉

1996年12月30日于哈尔滨

再 版 前 言

精细化工实验一书自 1997 年 2 月出版以来,受到了高校和社会广大读者的欢迎,目前国内已有近 40 所高校以此书为实验教材,并在教学中收到良好效果。还有许多化学工作者将此书作为研究和制备精细化学品的必备参考书。本书出版仅半年的时间,第一版 4000 册已销售一空,并又有较多的订数。为满足广大读者的需求,哈尔滨工业大学出版社建议我们就目前使用的情况,作一些必要的充实和修改,尽快再版。

为增强本书的科学性和实用性,我们综合各校的使用情况,并征求了一部分社会读者的意见,在保证本书之体系和基本内容的前提下作了如下充实和修改。

1. 为充实内容,新增加了“餐具洗涤剂脱脂力的测定”和“乙酸纤维素的制备”两个实验设施简单、实验材料易得的实验,由康柳青、唐冬雁编写。

2. 为增强本书的规范性,对一些精细化工和精细化学品的概念与术语进行了核准和统一。

3. 为增强实验的可操作性,对各实验药品的用量和反应时间进行了重新确定。

4. 为增强本书的严谨性,在语言、文字和表述方式上进行了较大程度的修改。

5. 为实事求是地反映每个编者对本书的贡献,特此声明,参加本书第一版编写工作的还有哈尔滨工业大学郭慎满(实验 53)、王福平(实验 55)、赵蕴芬(实验 63)、郑州大学贾晓林(实验 24)等同志。

由于编者水平所限,即使进行了修改,还难免有疏漏和不妥之处,恳请读者提出宝贵意见,以便进一步完善。

编 者

1997 年 10 月

前 言

精细化工实验是精细化工专业的必修实验课,亦是对其他化工类专业有较大吸引力的实验课。通过本课程的学习,可以使学生的实验操作技能和解决实际问题的能力有较程度的提高和增强,并掌握较多的精细化学品制备技术,为将来从事精细化学品的研究、开发和生产打下坚实的实验基础。

随着化学工业的发展和全社会对精细化学品需求的日益增长,精细化工已成为一个独立的工业部门,建立了自身的体系并以惊人的速度发展。我国化工部已将精细化工列为九五重点发展的化工门类,急需精细化工专门人才。全国现有 70 多所高等院校建立了精细化工专业,其中有 70% 以上是 90 年代新建立的,普遍缺乏适用的教材,尤其是实验教材。目前国内正式出版的精细化工实验教材极少,且比较偏重于自己的专业方向。然而,精细化学品门类众多,各校的精细化工专业方向不尽相同,仪器设备以及实验技术资料的拥有情况亦有较大差别,使用已出版的教材尚有一定困难,急需一本能够兼顾各校实际情况和包含较多实验技术资料的精细化工实验教材。为此,我们几所院校的同志,总结多年的实验教学经验,联合编写了这本精细化工实验教材。本书的主要特点是:

1. 在不失实验教材之系统性、知识性和广泛性的同时,突出了多数学校和整个社会比较感兴趣的专业方向及实验内容。
2. 在保证基础实验的同时,突出了适用性和先进性。
3. 注重提高仪器设备的利用率和降低药品材料的消耗量,力求用通用仪器代替专用仪器,用工业品代替化学试剂。
4. 合成兼顾测试,并以用途为主导,与产品相联系。制备原理详细,实验内容翔实,并给出产品或主要原料的英文名称,便于实验者理解、准备和检索。
5. 详细地介绍了精细化工实验的基本知识和实验技术,并给出许多精化小产品配方。
6. 附有部分精细化学品的国家标准、仪器设备使用方法和实验必要的数。

本书内容广泛,含有不同类型和层次的实验,既可作为高等院校精细化工专业和其他化工类专业本、专科学生的实验教材(有些实验还可供精细化工专业和其他化工类专业研究生选做),也可作为广大精细化学品研究、开发、生产人员的参考书。

本书由哈尔滨工业大学强亮生、哈尔滨理工大学王慎敏主编,大庆石油学院韩颖、哈尔滨理工大学甄捷、齐齐哈尔大学工学院郭祥峰、哈尔滨工业大学张连墨任副主编,参加编写的还有张洪喜、薛玉、余大书、张荣明、林红、周群、张树军、邓启刚等同志。本书在编写过程中还有上述各校的许多同志做了工作,此不一一列举,仅表谢意。

本书的编写得到了化工部高等学校化工类及相关专业教学指导委员会委员徐崇泉教授的关心和指导,主审全书并为本书作序,在此表示衷心的感谢。哈尔滨工业大学蒋宏第教授、大庆石油学院杨又震高级工程师对本书的编写提出了很好的建议,在此一并表示感谢。

本书是为解决教学之急需编写的,加之参编者较多,水平有限,难免有疏漏和其他不妥之处,恳请读者提出宝贵意见,以便完善。

作 者

1996 年 10 月

目 录

第一编 精细化工实验基本知识及实验技术	(1)
第二编 中间体	(35)
实验 1 乙酸丁酯的制备	(36)
实验 2 硝基苯的制备	(37)
实验 3 苯磺酸钠的制备	(39)
实验 4 苯甲酸的制备	(41)
实验 5 间硝基苯胺的制备	(42)
实验 6 乙酸纤维素的制备	(44)
第三编 表面活性剂	(47)
实验 7 十二烷基苯磺酸钠的合成	(49)
实验 8 十二烷基硫酸钠的合成	(51)
实验 9 油酸正丁酯硫酸酯钠盐的合成	(53)
实验 10 N,N-二甲基十八烷基胺的合成	(54)
实验 11 十二烷基二甲基苄基氯化铵的合成	(55)
实验 12 十八烷基二甲基苄基氯化铵的合成	(56)
实验 13 月桂醇聚氧乙烯醚的合成	(57)
实验 14 烷基酚聚氧乙烯醚的合成	(59)
实验 15 N,N-双羟乙基十二烷基酰胺的合成	(60)
实验 16 十二烷基二甲基甜菜碱的合成	(61)
实验 17 十二烷基二甲基氧化胺的合成	(63)
实验 18 羟甲基硬脂酰胺氯化吡啶缩合物的合成	(64)
实验 19 羟甲基十八碳酰胺的合成	(65)
实验 20 酸值、碘值、皂化值的测定	(66)
实验 21 表面活性剂的脱盐处理及水分盐分含量测定	(69)
实验 22 表面活性剂表面张力及 CMC 的测定	(70)
实验 23 显色法鉴别表面活性剂的类型	(72)
实验 24 表面活性剂离子型的鉴定	(74)
第四编 日用化学品	(77)
实验 25 化学卷发液原料巯基乙酸铵的制备	(77)
实验 26 珠光剂乙二醇硬脂酸酯的合成	(79)
实验 27 化学卷发液的配制及测定	(80)
实验 28 发胶的配制	(83)
实验 29 洗发香波的配制	(85)
实验 30 护发素的配制	(89)
实验 31 浴用香波的配制	(90)

实验 32	洗洁精的配制	(92)
实验 33	餐具洗涤剂脱脂力的测定	(95)
实验 34	通用液体洗衣剂	(96)
实验 35	洗衣膏的配制	(99)
实验 36	雪花膏的配制	(100)
第五编	香料	(103)
实验 37	苯甲醇的合成	(103)
实验 38	肉桂酸的合成	(105)
实验 39	苯乙酮的制备	(107)
实验 40	乙酸苄酯的制备	(109)
实验 41	β -萘甲醚的合成	(110)
实验 42	香豆素的合成	(112)
第六编	胶粘剂	(115)
实验 43	水溶性酚醛树脂胶的制备	(117)
实验 44	双酚 A 型低分子量环氧树脂的合成与应用	(118)
实验 45	聚乙烯醇缩甲醛胶的合成	(121)
实验 46	聚醋酸乙烯乳液的合成	(124)
实验 47	环氧树脂胶粘剂的配制及应用	(127)
第七编	涂料	(131)
实验 48	醇酸树脂的合成和醇酸清漆的配制	(132)
实验 49	聚醋酸乙烯乳胶涂料的配制	(135)
实验 50	聚乙烯醇缩甲醛及改性聚乙烯醇缩甲醛涂料的配制	(138)
实验 51	聚丙烯酸酯乳胶涂料的配制	(141)
实验 52	有光乳胶涂料的配制	(144)
第八编	新型功能材料	(148)
实验 53	无机晶体铈酸锂的生长	(148)
实验 54	有机晶体 TGS 的制备	(152)
实验 55	溶胶-凝胶法制备锆钛酸铅铁电薄膜	(154)
实验 56	KDC 法合成钛酸钾纤维陶瓷粉	(157)
实验 57	钛酸铅纳米陶瓷的制备及表征	(159)
第九编	染料与颜料	(162)
实验 58	活性艳红 X-3B 的合成	(163)
实验 59	X 型活性染料的染色	(165)
实验 60	分散黄 RGFL 的合成	(167)
实验 61	荧光增白剂 PEB 的合成	(168)
实验 62	酞菁蓝 B 的合成	(170)
第十编	催化剂和助剂	(173)
实验 63	油脂氢化催化剂的制备	(173)
实验 64	抗氧化剂双酚 A 的合成	(175)
实验 65	增塑剂邻苯二甲酸二辛酯的合成	(176)

实验 66	阻燃剂四溴双酚 A 的合成	(179)
实验 67	阻燃、耐寒增塑剂磷酸三辛酯的合成	(180)
实验 68	石油钻井液助剂腐植酸钾(KHm)的制备	(182)
实验 69	混凝土减水剂磺化腐植酸钾(SHNa)的制备	(183)
实验 70	腐植酸钾中腐植酸含量的测定	(185)
实验 71	腐植酸中总酸性基、羧基、酚羟基的测定	(186)
实验 72	石油采油助剂胶体聚丙烯酰胺的合成及水解度测定	(188)
实验 73	苯乙烯-马来酸酐共聚物的合成	(190)
实验 74	织物低甲醛耐久整理剂 2D 的合成	(191)
实验 75	织物防皱防缩整理剂 UF 的制备	(193)
实验 76	水质稳定剂羟基亚乙基二膦酸的合成	(195)
附录 1	常用精密仪器及使用方法	(197)
附录 2	常用数据表	(207)
附录 3	部分产品质量标准	(238)
附录 4	国内主要化学试剂生产厂家和特约供货单位	(272)
参考文献		(275)

第一编 精细化工实验基本知识及实验技术

一、精细化工实验基本知识

1. 实验室一般注意事项、事故预防和急救常识

(1) 实验室一般注意事项

- ①遵守实验室的各项制度,听从教师的指导,尊重实验室工作人员的职权。
- ②保持实验室的整洁。在整个实验过程中,保持桌面和仪器的整洁,保持水槽干净。任何固体物质都不得投入水槽中。废纸和废屑应投入废物筐内,废酸和废碱液应小心地倒入废液缸中。
- ③公用仪器和工具在指定地点使用,公用药品不能任意挪动,实验时,应爱护仪器、节约药品。
- ④实验过程中,非经教师许可,不得擅自离开。
- ⑤实验完毕离开实验室时,应关闭水、电、门、窗。

(2) 事故的预防和处理

①在精细化工实验中,常使用苯、酒精、汽油、乙醚和丙酮等易挥发、易燃烧的溶剂。操作不慎,易引起火灾事故。为了防止事故的发生,必须随时注意以下几点:

- (i)操作和处理易爆、易燃溶剂时,应远离火源。
- (ii)实验前应仔细检查仪器。要求操作正确、严格。
- (iii)实验室里不许贮放大量易燃物。

一旦发生火灾事故,应首先切断电源,然后迅速将周围易着火的东西移开。向火源撒沙子或用石棉布覆盖火源。有机溶剂燃烧时,在大多数情况下,严禁用水灭火。

衣服着火时,应立刻用石棉布覆盖着火处或迅速将衣服脱下;若火势较大,应在呼救的同时,立刻卧地打滚,绝不能用水浇泼。

②在精细化工实验中,发生爆炸事故的原因大致如下:

(i)某些化合物容易爆炸。例如:有机过氧化物、芳香族多硝基化合物和硝酸酯等,受热或敲击均会爆炸。含过氧化物的乙醚蒸馏时,有爆炸的危险,事先必须除去过氧化物。芳香族多硝基化合物不宜在烘箱内干燥。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

(ii)仪器装置不正确或操作错误,有时会引起爆炸。若在常压下进行蒸馏或加热回流,仪器装置必须与大气相通。

③使用或反应过程中产生氯、溴、氮氧化物、卤化氢等有毒气体或液体的实验,都应该在通风橱内进行,有时也可用气体吸收装置吸收产生的有毒气体。

(3) 急救常识

①玻璃割伤:如果为一般轻伤,应及时挤出污血,并用消毒过的镊子取出玻璃碎片,用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红汞水,再用绷带包扎;如果为大伤口,应立即用绷带扎紧伤口上部,使伤口停止出血,急送医疗所。

②火伤:如为轻伤,在伤处涂以苦味酸溶液、玉树油、兰油烃或硼酸油膏;如为重伤,立即送

医疗所。

③酸液或碱液溅入眼中:立即用大量水冲洗。若为酸液,再用1%碳酸氢钠溶液冲洗。若为碱液,则再用1%硼酸溶液冲洗,最后用水洗。重伤者经初步处理后,急送医疗所。

④溴液溅入眼中:按酸液溅入眼中事故作急救处理后,立即送医疗所。

⑤皮肤被酸、碱或溴液灼伤:被酸或碱液灼伤时,伤处首先用大量水冲洗。若为酸液灼伤,再用饱和碳酸氢钠溶液洗;若为碱液灼伤,则再用1%醋酸洗。最后都用水洗,再涂上药品凡士林。被溴液灼伤时,伤处立刻用石油醚冲洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗,然后用蘸有油的棉花擦,再敷以油膏。

2. 精细化工实验的要求

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:

(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。实验时教师还要提问,没有写预习报告者或提问时回答不了问题的同学不得进行实验。

(2) 认真操作

实验时要集中注意力,认真操作,仔细观察各种现象,积极思考,注意安全,保持整洁,无故不能擅自离开实验室。

(3) 做好记录

学生必须准备专用实验记录本,及时、如实地记录实验现象和数据,以便对实验现象作出分析和解释。必须养成随做随记的良好习惯,切不可在实验结束后凭回忆补写实验记录。

(4) 书写报告

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。实验报告一般应包括:实验日期、实验名称、仪器药品、反应原理、操作步骤、结果与讨论、意见和建议等。报告应力求条理清楚、文字简练、结论明确、书写整洁。

3. 精细化工实验常用玻璃仪器

(1) 烧瓶(见图 1.1)

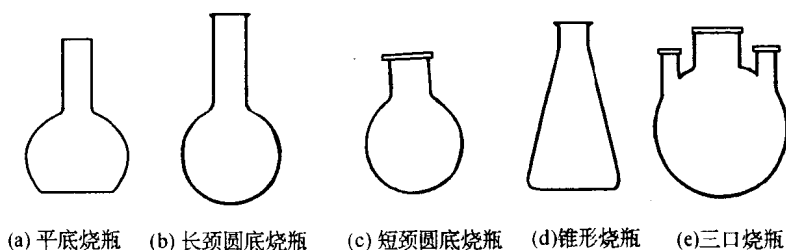


图 1.1 烧瓶

①平底烧瓶(a)适用于配制和贮存溶液,但不能用于减压实验。

②圆底烧瓶能耐热和反应物(或溶液)沸腾以后所发生的冲击震动。短颈圆底烧瓶(c),瓶口结构坚实,在精细有机化合物的合成实验中最为常用。水蒸气蒸馏实验通常使用长颈圆底烧瓶(b)。

③锥形烧瓶(简称锥形瓶)(d)常用于有机溶剂进行重结晶的操作,因为生成的结晶物容易从锥形烧瓶中取出来,锥形瓶通常也用作常压蒸馏实验的接受器,但不能用作减压蒸馏实验的

接受器。

④三口烧瓶(e)最常用于需要进行搅拌的实验中。中间瓶口装搅拌器,两个侧口装回流冷凝管和滴液漏斗或温度计等。

(2) 蒸馏烧瓶(见图 1.2)

①蒸馏烧瓶(a)是在蒸馏时最常使用的仪器。

②克莱森(Claissen)蒸馏烧瓶(简称克氏蒸馏烧瓶)(b)一般用于减压蒸馏实验,正口安装毛细管,带支管的瓶口插温度计。容易发生泡沫或暴沸的蒸馏,也常使用这种蒸馏烧瓶。

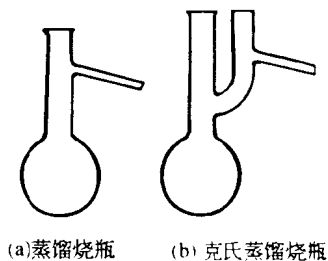


图 1.2 蒸馏烧瓶

(3) 冷凝管(见图 1.3)

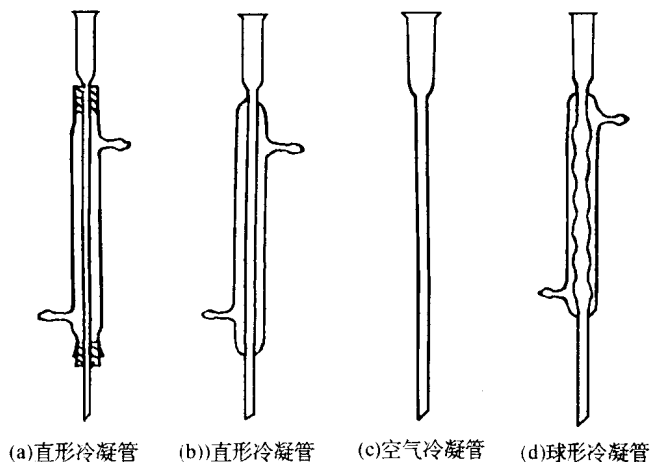


图 1.3 冷凝管

①直形冷凝管:(a)式冷凝管的内管和套管是用橡皮塞连接起来的,(b)式的内管和套管是玻璃熔接的。蒸馏物质的沸点在 140°C 以下时,要在套管内通水冷却;但超过 140°C 时,(b)式冷凝管往往会在内管和套管的接合处炸裂。

②空气冷凝管(c):当蒸馏物质的沸点高于 140°C 时,常用它代替通冷却水的直形冷凝管。

③球形冷凝管(d):其内管的冷却面积较大,对蒸气的冷凝有较好的效果,适用于加热回流的实验。

(4) 漏斗(见图 1.4)

①漏斗(a)和(b)在普通过滤时使用。

②分液漏斗(c)、(d)和(e),用于液体的萃取、洗涤和分离;有时也可用于滴加试剂。

③滴液漏斗(f)能把液体一滴一滴地加入反应器中。即使漏斗的下端浸没在液面下,也能够明显地看到滴加的速度。

④保温漏斗(g),也称热滤漏斗,用于需要保温的过滤。它是在普通漏斗的外面装上一个铜质的外壳,外壳与漏斗之间装水,用酒精灯加热侧面的支管,以保持所需要的温度。

⑤布氏(Buchner)漏斗(h)是瓷质的多孔板漏斗,在减压过滤时使用。小型多孔板漏斗(k)用于减压过滤少量物质。

(5) 其他仪器(图 1.5)

(6) 标准磨口仪器

精细化工实验中还常用带有标准磨口的玻璃仪器,总称标准磨口仪器。相同编号的标准



图 1.4 漏斗

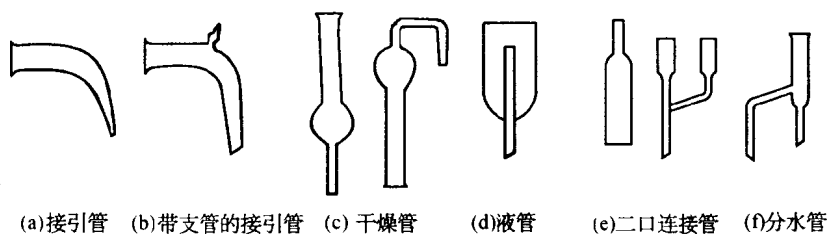


图 1.5 常用其他仪器

磨口可以相互连接。这样,既可免去配塞子及钻孔等手续,又能避免反应物或产物被软木塞(或橡皮塞)所沾污。常用的一些标准磨口仪器见图 1.6。

标准磨口是根据国际通用的技术标准制造的,国内已经普遍生产和使用。现在常用的是锥形标准磨口,磨口部分的锥度为 1:10,即轴向长度为 10 mm 时,锥体大端的直径与小端直径之差为 1 mm,锥体的半锥角为 $2^{\circ}51'45''$ 。

由于仪器容量大小及用途不一,故标准磨口有不同的编号,通常有 10、12、14、19、24、29、34、40、50 等。这些数字编号系指磨口最大端直径毫米数,相同编号的内外磨口可以紧密相接。也有用两个数字表示磨口大小的,例如:14/30 表示此磨口最大直径为 14 mm,磨口长度为 30 mm。

使用标准磨口玻璃仪器时必须注意以下事宜:

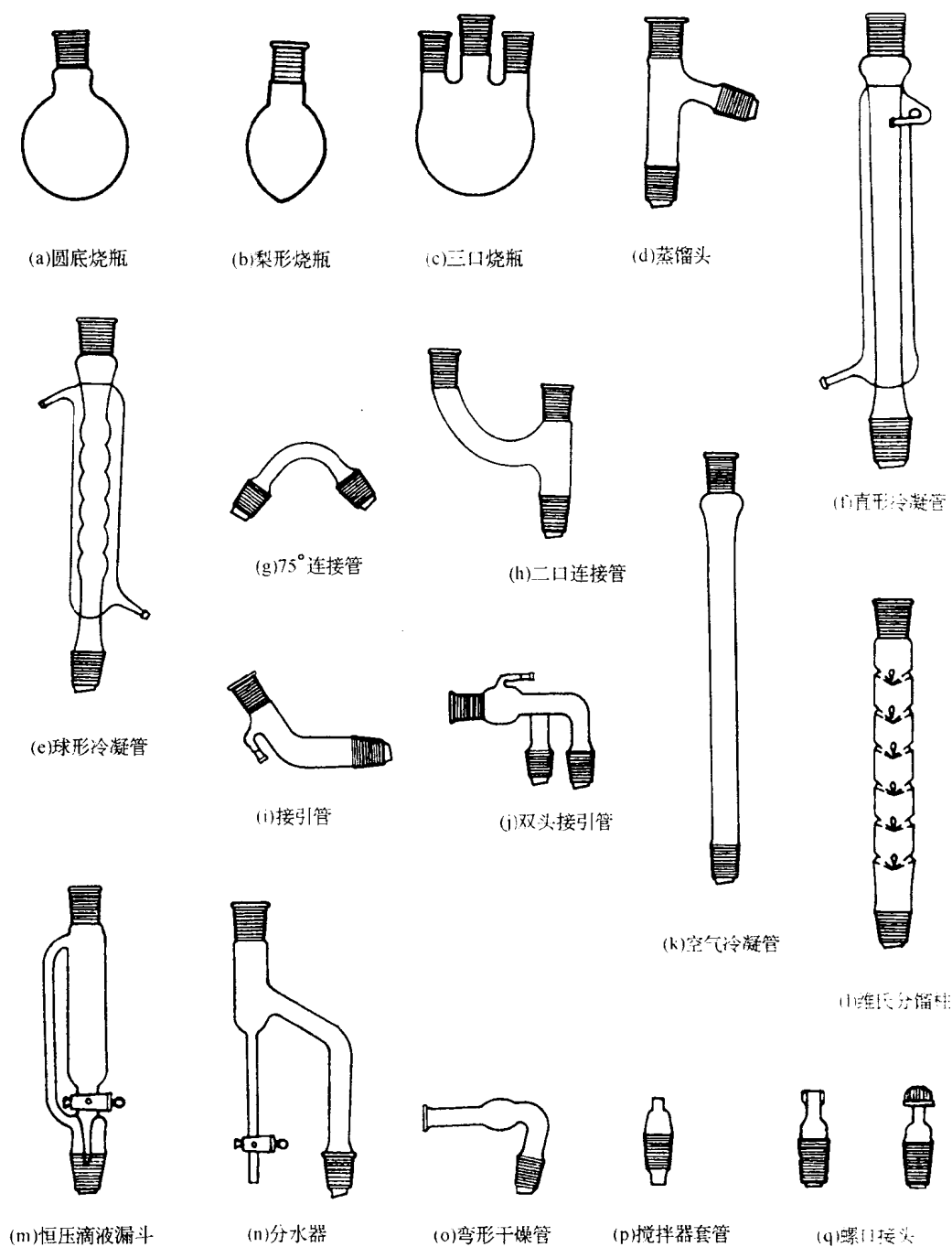


图 1.6 常用的标准磨口仪器

- ①磨口处必须洁净,若粘有固体物质,则使磨口对接不紧密,导致漏气,甚至损坏磨口。
- ②用后应拆卸、洗净,否则,长期放置后磨口的连接处常会粘牢,难以拆开。
- ③一般使用时磨口无需涂润滑剂,以免沾污反应物或产物。若反应物中有强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀而粘牢,无法拆开。
- ④安装时,应注意正确、整齐,使磨口连接处不受应力,否则仪器易折断,特别在受热时,应

力增大,更易折断。

4. 玻璃仪器的洗净和干燥

(1) 玻璃仪器的洗净

仪器必须经常保持洁净。应该养成仪器用毕后随即洗净的习惯。仪器用毕后随即洗刷,不但容易洗净,而且由于了解残渣的成因和性质,也便于找出处理残渣的方法。例如,碱性残渣和酸性残渣分别用酸和碱液处理,就可能将残渣洗去。时间长了,就会给洗刷带来很多困难。

洗刷仪器最简易的方法是用毛刷和去污粉擦洗。有时在肥皂里掺入一些去污粉或硅藻土,洗刷效果更好。洗刷后,要用清水把仪器冲洗干净。应该注意,洗刷时,不能用秃顶的毛刷,也不能用力过猛,否则会戳破仪器。焦油状物质和碳化残渣用去污粉、肥皂、强酸或强碱液常常洗刷不掉,这时需用铬酸洗液。

铬酸洗液的配制方法如下:在一个 250 ml 烧杯中,把 5 g 重铬酸钾溶于 5 ml 水中,然后在搅拌下慢慢加入 100 ml 浓硫酸。加硫酸过程中,混合液的温度将升高到 $70^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 。待混合液冷却到 40°C 左右时,将倒入干燥的磨口细口试剂瓶中保存起来。铬酸洗液呈红棕色,经长期使用变成绿色时,即告失效。铬酸洗液是强酸和强氧化剂,有腐蚀性,使用时应注意安全。

在使用铬酸洗液前,应把仪器上的污物,特别是还原性物质尽量洗净。尽量把仪器内的水倒净,然后缓缓倒入洗液,让洗液充分润湿未洗净的地方,放置几分钟后,不断地转动仪器,使洗液能够充分地浸润有残渣的地方,把多余的洗液倒回原来的瓶中。然后加入少量水,摇荡后,把洗液倒入废液缸内。然后用清水把仪器冲洗干净。若污物为碳化残渣,则需加入少量洗液或浓硝酸,把残渣浸泡几分钟,再用游动小火焰均匀地加热该处,到洗液开始冒气泡时为止。然后按以上方法洗刷。

(2) 仪器的干燥

在精细化工实验中,往往需要用干燥的仪器。因此在仪器洗净后,还应进行干燥。事先把仪器干燥好,就可以避免临时时才进行干燥。下面介绍几种简单的干燥仪器的方法:

① 晾干:在精细化工实验中,应尽量采用晾干法于实验前使仪器干燥。仪器洗净后,先尽量倒净其中的水滴,然后晾干。例如,烧杯可倒置于柜内;蒸馏烧瓶、锥形瓶和量筒等可倒套在试管架的小木桩上;冷凝管可用夹子夹住,竖放在柜子里。放置一两天后,仪器就晾干了。

应该有计划地利用实验中的零星时间,把下次实验需用的干燥仪器洗净并晾干,这样在做下一个实验时,就可以节省很多时间。

② 在电热干燥箱中烘干:电热干燥箱温度保持在 $100^{\circ}\text{C} \sim 120^{\circ}\text{C}$ 。仪器放入前要尽量倒净其中的水。仪器放入时口应朝上。若仪器口朝下,烘干的仪器虽可无水渍,但由于从仪器内流出来的水珠滴到别的已烘热的仪器上,往往易引起后者炸裂。用坩埚钳子把已烘干的仪器取出来,放在石棉板上任其冷却;注意别让烘得很热的仪器骤然碰到冷水或冷的金属表面,以免炸裂。厚壁仪器,如量筒、吸滤瓶等,不宜在电热干燥箱中烘干,冷凝管也不宜在电热干燥箱中烘干。分液漏斗和滴液漏斗,则必须在拔去盖子和活塞后,才能放入电热干燥箱烘干。

③ 用热空气烘干:(i)用热空气浴。把仪器放在两层隔开的石棉铁丝网的上层(两层之间相隔约 100 mm),仪器口朝上。用酒精灯加热下层石棉铁丝网,控制灯焰,勿让上层石棉铁丝网上的温度超过 120°C 。仪器决不要直接用火焰烤干或放在直接和火焰接触的石棉铁丝网上加热烘干,否则仪器易破裂。(ii)用热空气吹干。空气从吹风机或空气压缩机中吹出,经过一个加热装置后,用玻璃管通到需要干燥的仪器内。冷凝管和蒸馏烧瓶可用此法干燥。

④用有机溶剂干燥:体积小的仪器急需干燥时,可采用此法。洗净的仪器先用少量酒精洗涤一次,再用少量丙酮洗涤,最后用空气(不必加热)吹干。用过的溶剂应倒入回收瓶中。

5. 玻璃仪器的装配

仪器装配得正确与否,与实验的成败有很大关系。

首先,在装配一套仪器装置时,所选用的仪器和配件应当是干净的。仪器中存有水滴和杂质,往往会严重影响产品的产量和质量。

需加热的实验,应当选用坚固的圆底烧瓶作反应器,因它能耐温度的变化和反应物沸腾时对器壁的冲击。烧瓶的大小,应该使所盛的反应物占烧瓶容积的 $1/2$ 左右,最多不超过 $2/3$ 。

装配仪器时,应首先选定主要仪器的位置,然后按照一定的顺序,逐个地装配其他仪器。例如,在装配蒸馏装置和加热回流装置时,应首先固定好蒸馏烧瓶和圆底烧瓶的位置。在拆卸仪器时,要按和装配时方向相反的顺序,逐个拆除。

仪器装配得严密和正确,不仅可以保证反应物质不受损失,实验顺利进行,而且可以避免因仪器装配不严密而使挥发性易燃液体的蒸气逸出器外所造成的着火或爆炸事故。

在装配常压下进行反应的仪器时,仪器装置必须与大气相通,决不能密闭,否则加热后,产生的气体或有机物质的蒸气在仪器内膨胀,会使压力增大,易引起爆炸。为了使反应物不受空气中湿气的作用,有时在仪器和大气相通处安装一个氯化钙干燥管。氯化钙干燥管会因用久而堵塞,所以使用前应进行检查。

仪器和配件常用软木塞(或用耐热橡皮塞)连接,有时也用短橡皮管连接。塞子和塞孔的大小必须合适。用短橡皮管连接玻璃管时,要使两根玻璃管直接接触。

将玻璃管(或温度计)插入塞孔(见图 1.7)时,可先用水或甘油润湿玻璃管插入的一端,然后一手持塞子,一手捏着玻璃管,逐渐旋转插入。应当注意:插入或拔出玻璃管时,手指捏住玻璃管的位置与塞子的距离不可太远,应经常保持 $2\text{ cm} \sim 3\text{ cm}$,以防玻璃管折断而伤手。插入或拔出弯形玻璃管时,手指不应捏在弯曲处,因为该处易折断,必要时垫软布或抹布。

仪器应用铁夹牢固地夹住,不宜太松或太紧。铁夹决不能与玻璃直接接触,而应套上橡皮管、粘上石棉垫或用石棉绳包扎起来。需加热的仪器,应夹住仪器受热最小的位置。冷凝管则应夹住其中央部分。

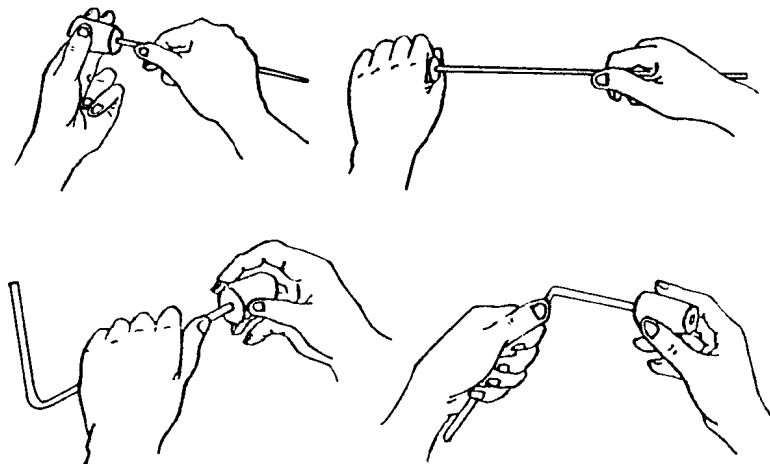


图 1.7 玻璃管插入塞子

在实验操作开始以前,应仔细检查仪器装配得是否严密,有无错误。

二、精细化工实验技术

1. 加热

在室温下,某些反应难于进行或反应速度很慢。为了加快反应速度,通常需要加热。有机物质的蒸馏、升华等也都需要加热。下面介绍几种最常用的加热方法。

(1) 直接加热

物料盛在金属容器或坩埚中时,可用电炉直接加热容器。玻璃仪器则要通过石棉铁丝网加热;如果直接用电炉加热,仪器容易因受热不均匀而破裂,其中的部分物料也可能由于局部过热而分解。

(2) 水浴锅加热

加热温度不超过 100℃ 时,最好用电热水浴锅加热。加热温度在 90℃ 以下时,可将盛物料的容器部分浸在水中(注意勿使容器接触水浴底部),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℃ 时,可用沸水浴。

(3) 油浴加热

加热温度在 100℃ 以上至 250℃ 以下时,可以用油浴。油浴的优点在于温度容易控制在一定范围内,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 20℃ 左右。

常用的油类有液体石蜡、豆油、棉子油、硬化油(如氢化棉子油)、甘油、导热油等。新用的植物油加热到 220℃ 时,往往有一部分分解而易冒烟,所以加热以不超过 200℃ 为宜,用久以后,可加热到 220℃。药用液体石蜡可加热到 220℃,硬化油可加热到 250℃ 左右,导热油可加热至 280℃ 左右。

用油浴锅加热时,要特别当心,防止着火。当油的冒烟情况严重时,即应停止加热。万一着火,也不要慌张,可首先关闭加热电器,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,以便随时调节灯焰,控制温度。

加热完毕后,把容器提离油浴液面,仍用铁夹夹住,放置在油浴上面。等附着在容器外壁上的油流完后,用纸和干布把容器擦净。

(4) 砂浴加热

砂浴使用方便,可加热到 350℃。一般用铁盘装砂,将容器半埋在砂中加热。砂浴的缺点是砂对热的传导能力较差,砂浴温度分布不均,且不易控制。因此,容器底部的砂层要薄些,使容器易受热,而容器周围的砂层要厚些,使热不易散失。砂浴中应插温度计,且温度计的水银球应紧靠容器。使用砂浴时,桌面要铺石棉板,以防辐射热烤焦桌面。

(5) 电热套加热

电热套使用安全方便,温度可控(室温~300℃),加热均匀,是精细化工实验室最常用的加热设备。电热套一般有两种: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点温度计控温(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。

2. 冷却

有些反应为了把温度控制在一定范围内,常需要适当进行冷却。最简便的冷却方法是将被盛有反应物的容器适时地浸入冷水浴中。

某些反应需在低于室温的条件下进行,则可用水和碎冰的混合物作冷却剂,其冷却效果要