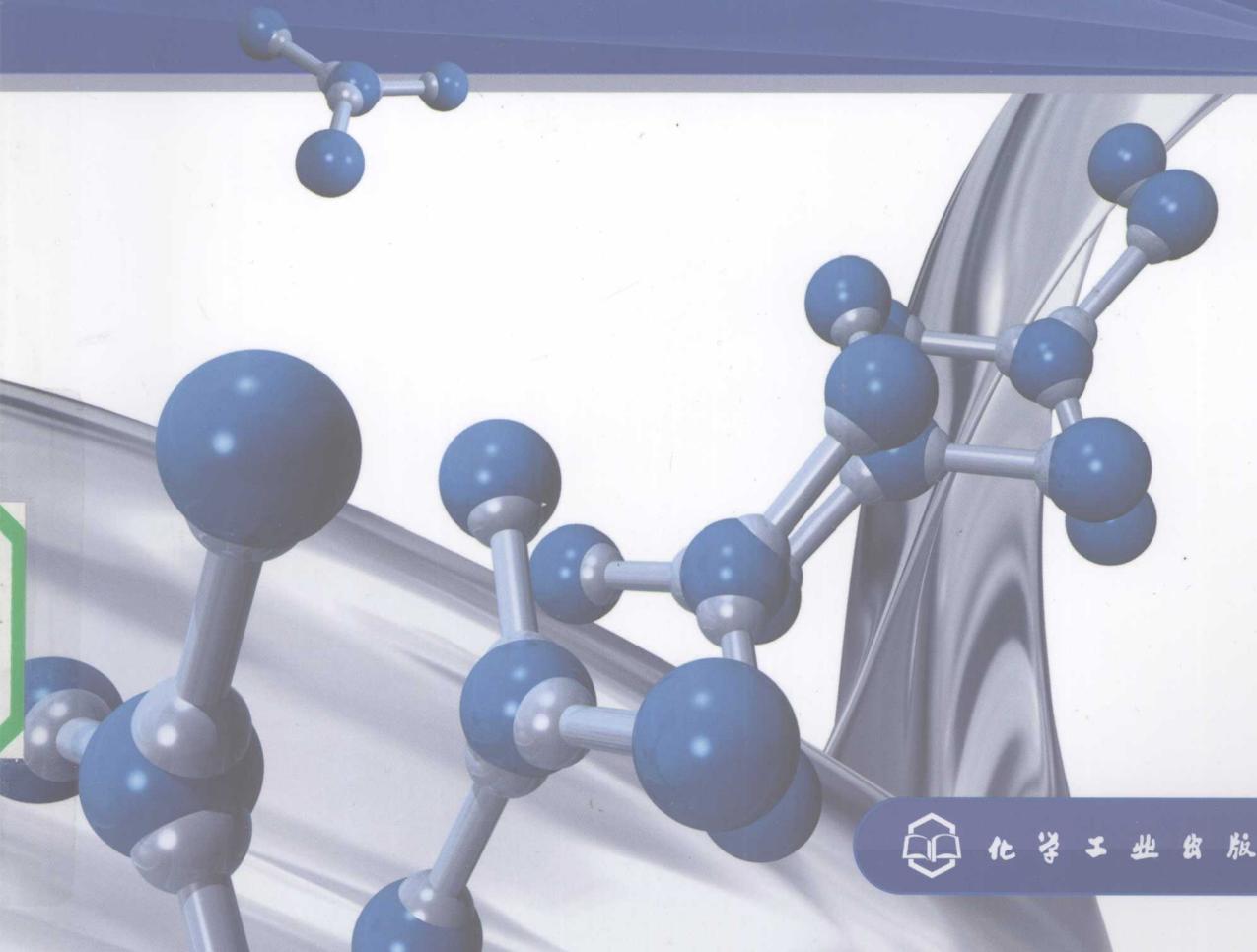


江西省“十一五”重点学科配套教材

JINGXI HUAGONG SHIYAN JISHU

精细化工实验技术

陶春元 占昌朝 付小兰 主编



化学工业出版社

图书在版编目(CIP)数据

主编: 占昌朝、付小兰
副主编: 陶春元
出版者: 江西高校出版社
地址: 南昌市八一大道468号 邮政编码: 330007
ISBN 978-7-5605-2051-1

江西省“十一五”重点学科配套教材
精细化工实验技术

精细化工实验技术

陶春元 占昌朝 付小兰 主编

叶兴琳 张立明 高恩丽 叶志刚 彭游 参编

张立明
高恩丽
叶志刚

占昌朝
付小兰
彭游

陶春元
叶兴琳
叶游

江西高校出版社有限公司
地址: 南昌市八一大道468号 邮政编码: 330007
电话: 0791-86520011 86520012 86520013
网址: <http://www.cjup.com>



化学工业出版社

全国新华书店、各省市书店及网上书店均有销售
北京

图书在版编目 (CIP) 数据

精细化工实验技术/陶春元，占昌朝，付小兰主编。

北京：化学工业出版社，2009.5

江西省“十一五”重点学科配套教材

ISBN 978-7-122-05015-1

I. 精… II. ①陶… ②占… ③付… III. 精细化工-
化学实验-高等学校教材 IV. TQ062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 032134 号

精细化工实验技术

主编 兰小林 占昌古 陶春元

副主编 洪雅妮 韩立伟 陈雨 韩飞

责任编辑：徐雅妮

文字编辑：陈雨

责任校对：洪雅妮

装帧设计：韩飞

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 13 1/4 字数 354 千字 2009 年 4 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

本书依据江西省“十一五”重点学科——“化学工程与工艺”的建设规划，根据精细化工的分类特点，结合我校精细化工实验教学实际及精细化工的发展动向，介绍了有代表性产品的合成技术及实验。全书主要分为两部分：技术篇和实验篇。技术篇包括精细化工常规操作要览、电化学合成、光化学合成、水热合成、生物合成技术、超临界萃取技术、乳化及分散、超细微粉体制备、精细化工产品应用测试技术；实验篇包括药物及中间体、催化剂、涂料、胶黏剂、日用化学品及其他类精细化学品，内容丰富、实用性强。

本书可作为普通高校精细化工专业的“精细有机合成反应”、“精细化学品化学”、“精细化工工艺学”等课程的实验指导书，也可作为化学工程与工艺、应用化学等相近专业的选修或必修实验教材，还可供从事化学、化工、精细化工的生产、科研人员学习参考。

参考文献附后列出，在此深表感谢！本书信息量较大，涉及的内容广泛，尽管在编著过程中力求准确，但鉴于本书编者们学识有限，书中难免有疏漏，敬请读者不吝指正！

陶春元
2009年1月于九江

目 录

第 1 章 精细化工实验须知	1
1.1 实验室消防知识与用电安全	1
1.2 实验室环保知识	2
1.3 事故预防和处理	2
1.4 精细化工实验规则	2
技术篇	
第 2 章 精细化工常规操作要览	7
2.1 提取	7
2.2 分馏	12
2.3 减压蒸馏	17
2.4 结晶	22
2.5 色谱	27
第 3 章 电化学合成	36
3.1 电化学合成基础知识	36
3.2 电合成的研究方法、基本装置和反应变数	38
3.3 实验室电解池	39
3.4 电极	40
3.5 实例	42
实验 1 硬脂酸的制备——伯醇的氧化	42
实验 2 3-氯-4-氨基苯酚的制备——硝基的还原	42
实验 3 邻氨基苯的制备——羟基的还原	43
实验 4 3,6-二氧吡啶-2-甲酸的制备——碳卤键的选择性还原	44
实验 5 3-异丙基环己烯和 3-异丙基环己-1,4-二烯的制备——芳烃的 电解还原	46
实验 6 3,3,6,6-四甲氧基-1,4-环己二烯的制备——芳醚的烷氧基化	46
实验 7 十八二酸二甲酯的制备——柯尔柏反应	47
实验 8 1,1,2,2-乙烷四甲酯的制备——间接电解反应	48
实验 9 N-正丙基-2-氟基吡咯烷的制备——叔胺的氟基化	49
实验 10 1,1-双溴甲基环丙烷的制备——控制电位的电解还原反应	50
第 4 章 光化学合成	52
4.1 光化学合成基础知识	52
4.2 主要实验仪器及设备	54
4.3 实验操作条件	56
4.4 实例	57

实例 1 对氯代苯甲醛的制备	58
实例 2 5,5-二甲基-1-乙烯基双环[2,1,1]己烷的制备	58
实例 3 1-氯代-1-甲基环丙烷的制备	59
实例 4 反式-1,3-二羧酸, 反式-2,4-二苯基环丁烷的制备	59
实例 5 双环[2,1,1]己烷的制备	60
实例 6 苯频哪醇的制备	61
第 5 章 水热合成	62
5.1 水热合成基础知识	62
5.2 主要实验仪器及设备	62
5.3 实验操作程序	63
5.4 实例	64
实验 1 煅烧活化化工原料水热合成 3A 泡石	64
实验 2 剑状氧化锌的水热合成	66
实验 3 NiS 纳米晶的水热合成	67
实验 4 高酸度和高水热稳定性 MCM-41 的合成	68
实验 5 水热法制备纳米氧化铁材料	68
第 6 章 生物合成技术	71
6.1 生物合成技术基础知识	71
6.2 主要实验仪器及设备	74
6.3 实验操作条件	74
6.4 实例	74
实验 1 大肠杆菌感受态细胞的制备及转化	74
实验 2 PCR 扩增基因特异片段	77
实验 3 烟草原生质体分离和体细胞杂交	80
实验 4 液体发酵法生产链霉素	82
第 7 章 超临界萃取技术	85
7.1 超临界萃取基础知识	85
7.2 主要实验仪器及设备	92
7.3 实验操作程序	92
7.4 实例	96
第 8 章 乳化及分散	97
8.1 乳化及分散基础知识	97
8.2 主要实验仪器及设备	108
8.3 实验操作程序	109
8.4 实例	110
第 9 章 超细微粉体制备	112
9.1 超细微粉体制备基础知识	112
9.2 超细粉体制备工艺	113
9.3 实例	117
实验 1 TiCl ₄ 共沉淀法合成超细钛酸钡粉体	117
实验 2 二氧化锰超细粉体的合成	118
实验 3 柠檬酸盐凝胶自燃烧法合成锶铁氧体超细粉体	119
实验 4 钛酸锶钡压电陶瓷超细粉体的水热法合成	120

第 10 章 精细化工产品应用测试技术	122
10.1 表面活性剂表面张力的测定	122
10.2 表面活性剂临界胶束浓度的测定	126
10.3 泡沫性能的测试	127
10.4 洗涤剂去污性能的测定	130
10.5 黏度的测定	132
10.6 乳液稳定性的测试	133
10.7 剥离强度的测试	134

实验篇

第 11 章 药物及中间体	143
实验 1 苯并咪唑衍生物的合成	143
实验 2 1,3-双苯氧乙酸的合成	143
实验 3 糖氯酸的制备	144
实验 4 4-氯尼古丁酸的制备	145
实验 5 依那普利中间体的合成	146
实验 6 β -羧乙基堵倍半氧化物的合成	147
实验 7 环磷酰胺的合成	148
实验 8 沙丁胺醇的合成	149
实验 9 大蒜素的合成	151
实验 10 拟除虫菊酯氟氯氰菊酯的合成	151
第 12 章 催化剂	154
实验 1 钯-碳催化剂的制备	154
实验 2 活性氧化铝的制备	154
实验 3 Raney 镍的制备	155
实验 4 分子筛的制备	157
实验 5 杂多酸催化剂的制备	158
实验 6 纳米催化剂的制备	159
实验 7 光催化自清洁玻璃	159
实验 8 汽车尾气净化催化剂的制备	161
第 13 章 涂料	162
实验 1 醇酸树脂的合成和醇酸清漆的配制	162
实验 2 聚乙酸乙烯酯乳胶涂料的配制	164
实验 3 UV 固化有机硅/SiO ₂ 杂化涂料的制备及测试	168
实验 4 硅丙微乳液的合成及性能测试	169
实验 5 环氧树脂阴极电泳涂料的合成及测试	170
第 14 章 胶黏剂	173
实验 1 双酚 A 型低相对分子质量环氧树脂的合成与应用	173

实验 2	环保型葡萄糖苯酚树脂胶黏剂的合成	175
实验 3	羧甲基化氧化淀粉胶黏剂的合成	176
实验 4	聚乙烯醇缩甲醛胶黏剂的合成	177
第 15 章	日用化学品	179
实验 1	洗洁精的配制	179
实验 2	雪花膏的配制	180
实验 3	洗发香波的配制	182
实验 4	护发素的配制	186
实验 5	发用凝胶的配制	187
实验 6	面膜的配制	188
实验 7	防晒霜的配制	190
实验 8	润肤露的配制	193
实验 9	洗面奶的配制	195
实验 10	从植物中提取天然香料	196
实验 11	酶法水解奶油制备奶味香精	198
第 16 章	其他类精细化学品	200
实验 1	聚丙烯酰胺絮凝剂的制备	200
实验 2	光敏树脂的制备及应用	201
实验 3	化学发光物质——鲁米诺	203
实验 4	CYD-521-A-80 覆铜板专用溴化环氧树脂的合成	206
实验 5	4-羟基联苯-4'-甲酸-L-2-甲基丁醇酯的合成	207
实验 6	植物生长素——2,4-二氯苯氧乙酸的合成	208
参考文献		211

第1章 精细化工实验须知

1.1 实验室消防知识与用电安全

1.1.1 实验室消防知识

(1) 灭火沙箱 用于扑灭易燃液体和其他不能用水灭火的危险品引起的火灾。沙子能隔绝空气并起到降温作用而灭火，但沙中不能混有可燃性杂物，并且要保持干燥。由于沙箱中存量有限，故只能扑灭局部小规模的火源；大规模的火源，可用不燃性固体粉末扑灭。

(2) 石棉布、毛毡和湿布 用于扑灭火灾区域不大的火灾，也是扑灭衣服着火的常用方法，通过隔绝空气来达到灭火的目的。

(3) 泡沫灭火器 实验室多使用手提式泡沫灭火器。外壳用薄钢板制成，内有一个盛有硫酸铝的玻璃胆，胆外装有碳酸氢钠和发泡剂（甘草精）。使用时把灭火器倒置，马上有化学反应生成含有CO₂的泡沫，泡沫黏附在燃烧物体表面，形成与空气隔绝的薄层而灭火。适用于扑灭实验室的一般火灾，但由于泡沫导电，故不能用于扑救电器设备和电线的火灾。

(4) 其他灭火器材

① 四氯化碳灭火器，适用于扑灭电器设备的火灾。

② 二氧化碳灭火器，使用时能降低空气中含氧量，因此要注意防止现场人员窒息。

③ 干粉灭火剂，可扑灭易燃液体、气体、带电设备引起的火灾。

④ 1211灭火剂，适用于扑救油类、电器类、精密仪器等火灾。

1.1.2 安全用电常识

电对人的伤害可分为内伤和外伤两种，可单独发生，也可同时发生。

(1) 电伤危险因素 电流通过人体某一部分即为触电。触电是最直接的电气事故，常常是致命的。其伤害程度与电流强度的大小、触电时间以及人体电阻等因素有关。

实验室常用电压为220V、380V，频率为50Hz的交流电，人体的心脏每跳动一次大约有0.1~0.2s的间歇时间，此时对电流最敏感，因此当电流流过人体脊柱和心脏时危害极大。

人体电阻分为皮肤电阻（潮湿时约为2000Ω，干燥时约为5000Ω）和体内电阻（150~500Ω）。随着电压升高，人体电阻相应降低。触电时因为皮肤破裂而使电阻骤然降低，通过人体的电流随之增大而危及人的生命。

(2) 防止触电注意事项

- ① 电气设备要可靠接地，一般使用三芯插座。
- ② 一般不要带电操作。特殊情况需要时，必须穿绝缘胶鞋，戴橡皮手套等防护用具。
- ③ 安装漏电保护装置。一般规定其动作电流不超过30mA，切断电源时间低于0.1s。

- ④ 实验室严禁随意拖拉电线。

1.2 实验室环保知识

实验室排放的废液、废气、废渣等虽数量不大，但不经过必要的处理直接排放，会对环境和人身造成危害。要特别注意以下几点。

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 绝对不允许用嘴去吸移液管液体以获取各种化学试剂和溶液，应使用洗耳球等吸取。

③ 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。

④ 废液应根据物质性质的不同分别集中在废液桶内，并贴上标签，以便处理。

注：有些废液不可混合，如过氧化物和有机物、盐酸等挥发性酸和不挥发性酸、铵盐及挥发性胺与碱。

⑤ 接触过有毒物质的器皿、滤纸、容器等要分类收集后集中处理。

⑥ 一般的酸、碱处理，必须进行中和或用水大量稀释，然后才能排放到下水槽。

⑦ 处理废液、废物时，一般要戴上防护眼镜和橡皮手套。对兼有刺激性、挥发性的废液处理时，要戴上防毒面具，并在通风橱内进行。

1.3 事故预防和处理

(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，立即送医院。

(2) 酸液或碱液溅入眼中 酸液或碱液溅入眼中应立即用大量水冲洗。若为酸液，再用质量分数为1%的碳酸氢钠溶液冲洗。若为碱液则再用质量分数为1%的硼酸溶液冲洗，最后用水洗。重伤者经初步处理后，立即送医院。

(3) 溴液溅入眼中 溴液溅入眼中按酸液溅入眼中事故作急救处理后，立即送医院。

(4) 皮肤被酸、碱或溴液灼伤 被酸或碱液烧伤时，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，则再用质量分数为1%的乙酸洗。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，再用质量分数为2%的硫代硫酸钠溶液洗，然后用蘸有油的棉花擦，再敷以油膏。

1.4 精细化工实验规则

1.4.1 实验室规则

- ① 实验前应充分预习，完成后应在规定时间内完成实验报告。
- ② 爱护仪器设备，凡有损坏和遗失仪器、工具及其他物品者，应填写损坏单或进行登记。公用仪器、药品和工具等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，立即报告教师及时处理。

学会普通实验仪器的维护和简单维修，是高年级本科生和研究生必须掌握的基本技能，也会对自己的论文研究工作带来许多方便。

1.4.2 实验室安全规范

精细化工实验，经常使用易燃、有毒等危险试剂，为了防止事故的发生，必须严格遵守下列安全规范。

① 实验进行之前，应熟悉相关仪器和设备的使用，实验过程中严格遵守使用操作规范。

② 蒸馏易燃液体时，保持塞子不漏气，同时保持接液管出气口的通畅。

③ 使用水浴、油浴或加热套等进行加热操作时，不能随意离开实验岗位；进行回流和蒸馏操作时，冷凝水不必开得太大，以免水流冲破橡皮管或冲开接口。

④ 如果出现火警，需保持镇静，立即移去周围易燃物品，切断火源，同时采取正确的灭火方法，将火扑灭。

⑤ 禁止用手直接取剧毒、腐蚀性和其他危险药品，必须使用橡胶手套，严禁用嘴尝试一切化学试剂和嗅闻有毒气体。在进行有刺激性、有毒气体或其他危险实验时，必须在通风橱中进行。

⑥ 易燃、易爆、剧毒的试剂，应有专人负责保存于合适场所，不得随意摆放；取用和称量需遵从相关规定。

⑦ 实验完毕，应检查电源、水阀是否关闭，特别在暂时离开时，应交代他人代为照看实验过程。

技术篇

JISHUPIAN

第2章 精细化工常规操作要览

有机化学及精细化工实验方面的指导用书为化学工作者提供了必要的有机实验基本知识和手段。借助这些手段，来进行一些被前人证明了的合成实验，似乎驾轻就熟，一蹴而就。但是一旦从事实际研究工作，开展探索性研究时，常常被一些接踵而至的意外情况所困扰，例如减压系统达不到真空度要求、产品发生了乳化、产物重结晶不析出，等等。本章在叙述主要操作的同时，还对研究工作中可能遇到的困难或容易疏忽的问题进行了阐述。

2.1 提 取

提取、重结晶和色谱分离都是利用同一物质在不同溶剂中的溶解度不同这一原理，只是应用的形式不同而已。

设有 n mol 溶质溶于 v mL 溶剂 A 中，现以溶剂 B 进行提取，每次用 w mL，提取 l 次后，A 中所残留的溶质物质的量为 n_l 。则

$$n_l = n \left(\frac{kv}{kv+w} \right)^l \quad (2-1)$$

式中， k 为溶质在溶剂 A 和 B 中的分配系数。 k 与溶质数量无关，但是受温度的影响，从上式中可以看出，就同量的提取液 B 而言，分多次提取效果较好。

2.1.1 提取前的准备

在提取前，必须对反应系统加以适当的处理。例如：以高锰酸钾在吡啶-水介质中氧化侧链芳烃，此时生成的产物以钾盐的形式存在，为了用水把产物从含有二氧化锰的混合体系中分离出来，应该尽量将吡啶彻底蒸除，必要时可以考虑采用减压蒸馏。否则吡啶将进入提取液，酸析出时造成产品的溶解损失。同样，若想采用有机溶剂提取产品时，必须从反应系统中首先去除水溶性的溶剂，例如：低级醇和四氢呋喃等。

拆卸反应装置的第一步工作，是用清洁干燥的纸片拭去反应瓶口的润滑油脂。否则这些油脂将少量部分混入反应体系中，为后面的提纯增加麻烦，这在微量制备规模中尤为重要。

如果直接用提取剂提取产物，应该牢记“用少量溶剂做多次提取”的原则。但是首次选用的溶剂量宜大一些。如果采用先加水，然后用有机溶剂提取的办法，应该控制所加水的数量。应该遵循的原则是：在保证充分溶解反应体系中的全部无机物的前提下，尽量少用水；即配成适当浓度的无机盐溶液，这为以后高效提取所需要求。

2.1.2 溶剂的选择

液体或固体在溶剂中溶解具有一些现象，并遵循一些基本规律，如“相似相溶原理”；对于同系物，低级分子的溶解度较大；对于同分异构体而言，沸点和熔点较高，溶解度愈小（见表 2-1）以及有机物在盐水中的溶解度比在纯水中小等，这些都可以从物理化学中的熵

变和自由能加以理解。在某些情况下，这些基本规律对选择溶剂是很有意义的。

表 2-1 异构体的沸点或熔点及在水中的溶解度

化合物	沸点/℃	熔点/℃	在水中的溶解度
正丁醇	118	—	8.3 ^①
异丁醇	108	—	9.6 ^①
仲丁醇	100	—	13.0 ^①
叔丁醇	83	—	能以任何比例互溶
甲基正丁基醚	70	—	1.00 ^②
甲基异丁基醚	58	—	1.24 ^②
甲基仲丁基醚	59	—	1.79 ^②
甲基叔丁基醚	54	—	5.89 ^②
d-酒石酸	—	170	139 ^①
l-酒石酸	—	170	139 ^①
dl-酒石酸	—	206	20 ^①
顺丁烯二酸	—	143	60 ^①
反丁烯二酸	—	286	0.6 ^①

① 20℃时每100mL水中的溶解度。

② 20℃时饱和水溶液中醚的质量分数。

提取通常涉及有机相和水相，关于有机物在水中的溶解度，我们可以指出以下四点。

① 共价化合物，当具有能与水形成氢键的官能团时才能溶于水，这样的官能团通常含有氮、氧或硫原子。对只有一个官能团的共价化合物，当碳原子达到约5个时，基本不溶于水。若含有两个或多个官能团时，特别是含有氨基、羟基时，超过五六个碳原子的化合物也可能溶于水。表2-2列出了各种直链化合物在水中的溶解度。

表 2-2 各种直链化合物在水中的溶解度

化合物类型	碳原子数						
	1	2	3	4	5	6	7
烷烃、烯烃、卤烷	×	×	×	×	×	×	×
硫醇	★	×	×	×	×	×	×
醛、甲基、醚、腈	★	★	★	△	×	×	×
醇、酰胺、胺、甲酯	★	★	★	★	△	×	×
羧酸	★	★	★	★	△	△	×
甲基酮	★	★	★	★	★	△	×

注：1. 相应的支链异构体的溶解度较大，见表2-1。

2. 根据每100mL水中溶解度克数做出。★表示大于5g，△表示1~5g，×表示低于1g。

② 离子型化合物易溶于水。这主要是它的极性和溶剂化作用的缘故。

③ 如果一种离子液体能够溶于水，它可能就是分子量较低的单官能团或双官能团化合物。高分子量和多官能团的有机物则可能是固体。

④ 如果一种有机液体能够溶于水，它极可能是盐（酸的碱金属盐、胺的硫酸盐或盐酸盐）、多官能团化合物（多羟基酚、糖类）或氨基酸（以内盐的形式存在）。

很显然，提取剂必须对被提溶液中的溶质具有尽可能大的溶解度，与溶剂则应很少互溶。除此以外，尚需考虑到它相对于被提溶液的密度。密度不仅是决定两相是否容易分层的重要因素，而且关系到操作是否方便。当提取溶剂比提取溶液重时，每次振荡分配之后，只要将下层溶液放出，就可以进行第二次提取。反之，如果提取剂处于上层，则应先放出被提取液，再将被提取液重新注入漏斗后，才可以继续操作。这样既麻烦，也容易造成损失。

表 2-3 列出了一些常用于水溶液的提取溶剂的性质。

表 2-3 从水溶液中提取有机物的常用溶剂

溶剂	沸点/℃	易燃性	毒性	相对密度	水中溶解度	备注
一氟三氯甲烷	24	0	+	1.49	微溶	适合于挥发性非极性化合物
乙醚	34.5	+++	++	0.71	0.75g/100mL	良好的通用溶剂
正戊烷	36.1	++++	+	0.63	0.5g/100mL	易干燥, 对极性化合物溶解性差
二氯甲烷	41	0	++	1.34	不溶	可引起乳化, 容易干燥
二硫化碳	45	++++	+++	1.26	不溶	
三氟三氯乙烷	47.7	0	+	1.58	微溶	同一氟三氯甲烷
氯仿	61.7	0	++++	1.49	不溶	可引起乳化, 容易干燥
二异丙醚	69	+++	++	0.73	微溶 不溶	长期储存形成爆炸性过氧化物, 适合磷酸缓冲溶液中提取
正己烷	69	++++	+	0.68	不溶	同正戊烷
四氯化碳	76.5	0	++++	1.59	不溶	易干燥, 适合于非极性化合物
乙酸乙酯	77.1	+++	+	0.90	8g/100mL	吸收大量的水, 适合极性物质
苯	80.1	+++	+++	0.88	不溶	有引起乳化的倾向, 适合从缓冲液体中提取生物碱和酚类
环己烷	81	+++	+	0.78	不溶	同正戊烷
正庚烷	98.4	+++	+	0.684	不溶	同正戊烷
仲丁醇	99.5	+	+++	0.81	12g/100mL	适合缓冲液内提取强极性物质

提取溶剂对于杂质的溶解也是一个很值得重视的问题。某些极性的有机溶剂对于无机盐的溶解能力是不容忽视的(见表 2-4)。如果不作适当处理, 这部分溶解的盐便将混入产品。

表 2-4 无机物在有机溶剂中的溶解度

无机物	甲醇	96%乙醇	无水乙醇	丙酮	乙酸乙酯
Na ₂ CO ₃	300	10	4	0	0
NaHCO ₃	800	15	15	0	0
K ₂ CO ₃	4300	50	50	0	0
Na ₂ SO ₄	5	0	0	0	0
K ₂ SO ₄	0	0	0	0	0
NaCl	1200	150	70	0	0
KCl	700	100	70	0	0
NaBr	V.S.	约 7000	30	0	0
NaI	V.S.	V.S.	V.S.	2300	是不
KI	V.S.	V.S.	V.S.	3300	10
KNO ₃	350	200	50	9~12	0
KClO ₃	170	70	30	6~11	0
KClO ₄	200	70	40	250	6
NH ₄ Cl	S	500	1900	0	0
H ₃ BO ₃	V.S.	V.S.	V.S.	约 2000	100~200

注: 1. 表列出数据为索氏提取器中用溶剂回流提取时, 无机盐每小时减少的量 (mg)。

2. V.S 表示很容易溶解; S 表示溶解。

3. 表中所列的全部无机物, 除硼酸外, 在苯、石油醚、四氯化碳、二硫化碳、氯仿和乙醚中都没有溶解损失。

混合溶剂的提取效果常比单一的溶剂好得多, 这是在选择溶剂时必须考虑到的。乙醚-