



普通高等教育“十一五”国家级规划教材



宁波职业技术学院
NINGBO POLYTECHNIC

国家示范性高职院校建设项目成果

应用化工技术专业

化工技能实训

陈亚东 主编



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十一五”国家级规划教材
国家示范性高职院校建设项目成果

化工技能实训

主 编 陈亚东
副主编 张慧波 彭振博 谷雪贤

高等教育出版社

内容提要

本书为普通高等教育“十一五”国家级规划教材,也是国家示范性高职院校建设项目成果。

本书以综合工艺操作能力训练为重点,将化工专业涉及的实训课程各部分内容有机地融合在一起。包括化工专业学生将从事的化工检验岗位、化工现场操作岗位、化工主控操作岗位及化工设备维护岗位,从事的化工制备及检测、化工识图、化工工艺操作及 DCS 操作、化工设备拆装等工作过程所需的训练内容。全书突出重点、循序渐进,实用性强。

本书可作为高职高专院校化工及相关专业综合实训用教材,也可作为化工及相关企业高级技术工人培训用教材及化工生产管理技术人员学习参考书。

图书在版编目(CIP)数据

化工技能实训/陈亚东主编. —北京:高等教育出版社,
2008.12

ISBN 978 - 7 - 04 - 025401 - 3

I. 化… II. 陈… III. 化学工业 - 工业技术 - 高等学校:
技术学校 - 教学参考资料 IV. TQ

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 176662 号

策划编辑	周先海	责任编辑	刘佳	封面设计	张雨微	责任绘图	尹莉
版式设计	余杨	责任校对	张颖	责任印制	陈伟光		

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100120
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 涿州市星河印刷有限公司

开 本 787 × 1092 1/16
印 张 16
字 数 380 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2008 年 12 月第 1 版
印 次 2008 年 12 月第 1 次印刷
定 价 24.80 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 25401-00

前 言

本书为普通高等教育“十一五”国家级规划教材,也是国家示范性高职院校建设项目成果。

本书是根据化工类专业学生培养目标和特点,参照化工类各专业学生的技能训练目标,以培养学生观察能力和实际操作能力,培养实事求是、严肃认真的科学态度和科学的学习方法为目的,并结合编者长期的化工实践经验编写而成。

本书以化工生产岗位的工作任务分析为基础,以完成工作项目的工作任务为主线,根据化工工艺操作岗位(包含了内操作、外操作)、化学检验检测岗位、化工设备维护保养岗位的实际能力需要来精心安排和设置工作项目,每个训练项目均提供围绕能力的掌握精心组织的训练项目及工作任务,并对每一个训练操作项目中的疑难之处给出详细的操作解答,并有多种方法引导学生对实训过程有一些深层次的理解及探索。还特别设立了以下栏目:

1. 教学目标:让学习者明确学习、训练的重点,有的放矢地进行操作练习。
2. 相关知识:通过相关知识的学习,加深对实践操作的理解,拓展知识面,起到举一反三的训练效果。
3. 思考与练习:加深对每一技能训练项目的理解,养成良好的思考、解决问题的能力。

本书由宁波职业技术学院陈亚东任主编,宁波职业技术学院张慧波、彭振博,中山火炬职业技术学院谷雪贤任副主编。第一篇由谷雪贤编写,第二、三篇由陈亚东编写,第四篇由张慧波、彭振博编写。

宁波甬华树脂有限公司总工程师孙向东对本书进行了仔细的审稿,并提出了一些宝贵的意见和建议。同时在编写过程中得到了常州工程职业技术学院孙德松、郭泉二位老师的热情支持,也得到了高等教育出版社及编者所在单位的大力支持,在此,我们一并表示衷心感谢!

由于编者水平有限,书中难免存在各种问题,敬请读者批评指正。

编 者

2008年9月

目 录

第一篇 化工制备及测试技能训练

项目一 两性表面活性剂十二烷基甜菜碱的制备和性能检测	2	任务2 有机玻璃透射比的测定 ...	29
任务1 十二烷基甜菜碱的制备 ...	2	相关知识	30
任务2 产品的理化性能检测	3	思考与练习	32
相关知识	4	项目六 酚醛树脂的合成及其性能的测定	33
思考与练习	6	任务1 酚醛树脂的合成	33
项目二 食品添加剂的制备及性能测试	7	任务2 甲醛含量的测定	34
任务1 尼泊金甲酯的制备	7	相关知识	34
任务2 肉桂醛的制备	8	思考与练习	36
任务3 防腐效果的检测	9	项目七 环氧树脂的制备及性能的测试	37
相关知识	9	任务1 选择合适的路线合成环氧树脂	37
思考与练习	11	任务2 环氧值的测定	38
项目三 胶黏剂的制备及性能检测	12	任务3 性能测试	38
任务1 羧甲基淀粉的制备	12	相关知识	39
任务2 聚醋酸乙烯乳液的合成 ...	13	思考与练习	41
任务3 性能和黏结效果的检测 ...	14	项目八 强酸型阳离子交换树脂的制备及其交换量的测定	42
相关知识	15	任务1 树脂的合成	42
思考与练习	18	任务2 离子交换树脂的性能检测	43
项目四 涂料的制备——醇酸树脂的合成、清漆和磁漆的配制及应用性能测试	19	相关知识	44
任务1 醇酸树脂的合成	19	思考与练习	46
任务2 清漆和磁漆的配制	20	项目九 食用油的分析检测	47
任务3 应用性能测试	21	任务1 酸值的测定	47
相关知识	24	任务2 碘值的测定	47
思考与练习	27	任务3 皂化值的测定	48
项目五 有机玻璃(聚甲基丙烯酸甲酯)的制备和性能测试	28	相关知识	48
任务1 甲基丙烯酸甲酯的本体聚合	28	思考与练习	49
		项目十 洗涤剂的质量检验	50

任务1 洗涤剂的脱脂能力的测定	50	任务1 防腐剂山梨酸(山梨酸钾)含量的测定	62
任务2 洗涤剂洗涤力的测定	51	任务2 甜蜜素含量的测定	63
任务3 洗涤剂 pH 的测定	51	相关知识	64
相关知识	53	思考与练习	66
思考与练习	56	项目十三 化妆品中铅和砷的检验	67
项目十一 d-柠檬烯的旋光度和折光率的测定	57	任务1 铅含量的测定	67
任务1 折光率的测定	57	任务2 砷含量的测定	69
任务2 旋光度的测定	58	相关知识	70
相关知识	59	思考与练习	72
思考与练习	61	项目十四 工业苯甲酸的鉴定	73
项目十二 碳酸饮料中防腐剂山梨酸(山梨酸钾)和甜蜜素的检验	62	任务1 苯甲酸压片的制作	73
		任务2 样品的谱图扫描	74
		相关知识	74
		思考与练习	78

第二篇 化工管路及设备的流程布置与识读

项目一 工艺管路及仪表流程图的识读	80	项目二 绘制化工设备管路流程图	93
任务 识读工艺管路及仪表流程图	80	任务 根据实际化工管路设备流程,画出设备管路流程图	93
相关知识	86	相关知识	94
思考与练习	91	思考与练习	116

第三篇 化工管路及设备的拆装技能训练

项目一 管路的螺纹连接	118	任务 阀门的拆装操作	138
任务 管路的螺纹连接操作	118	相关知识	139
相关知识	119	思考与练习	146
思考与练习	120	项目五 离心泵的拆装	147
项目二 管路的法兰连接	121	任务 离心泵的拆装操作	147
任务 管路的法兰连接操作	121	相关知识	149
相关知识	122	思考与练习	154
思考与练习	125	附:考核要求及评分标准	154
项目三 管路的拆装	126	项目六 换热器的拆装	157
任务 管路的拆装操作	126	任务 换热器的拆装操作	157
相关知识	128	相关知识	158
思考与练习	135	思考与练习	162
附:考核要求及评分标准	136	附:考核要求及评分标准	162
项目四 阀门的拆装	138		

第四篇 化工单元实践技能训练

项目一 离心泵操作及流体输送操作 ··· 166	项目五 吸收、解吸单元操作 ····· 214
任务1 离心泵的实际操作 ····· 166	任务1 二氧化碳吸收操作 ····· 214
任务2 流体输送的实际操作 ····· 169	任务2 吸收、解吸单元仿真
任务3 离心泵的仿真操作 ····· 173	操作 ····· 216
任务4 液位控制单元仿真操作 ··· 177	任务3 吸收、解吸塔常见事故
相关知识 ····· 182	设置及处理措施 ····· 223
思考与练习 ····· 186	相关知识 ····· 224
项目二 列管式换热器单元操作 ····· 187	思考与练习 ····· 224
任务1 换热实训装置的实际	项目六 萃取塔单元操作 ····· 226
操作 ····· 187	任务1 萃取塔单元仿真操作 ····· 226
任务2 列管式换热器系统仿真	任务2 萃取塔单元故障设置与
操作 ····· 191	排除 ····· 228
相关知识 ····· 195	相关知识 ····· 229
思考与练习 ····· 195	思考与练习 ····· 233
项目三 精馏单元操作 ····· 197	项目七 间歇釜反应器单元操作 ····· 234
任务1 填料及筛板精馏塔实际	任务1 间歇釜反应器单元仿真
操作 ····· 197	操作 ····· 234
任务2 精馏单元仿真操作 ····· 200	任务2 间歇釜反应器单元故障
任务3 精馏塔仿真系统常见事故	设置及处理措施 ····· 238
设置及处理措施 ····· 205	相关知识 ····· 238
相关知识 ····· 206	思考与练习 ····· 240
思考与练习 ····· 210	项目八 板框压滤机操作 ····· 241
项目四 反应精馏法制醋酸乙酯 ····· 211	任务 板框压滤机操作 ····· 241
任务 反应精馏法制醋酸乙酯 ····· 211	相关知识 ····· 242
相关知识 ····· 212	思考与练习 ····· 244
思考与练习 ····· 213	附:考核要求 ····· 244
主要参考文献 ····· 245	



第一篇

化工制备及测试技能训练



能力目标

- (1) 会进行基本的有机合成、分离、提纯、分析鉴定等操作；
- (2) 能进行制备装置的设计、组装；
- (3) 能协助进行制备试验条件的探索；
- (4) 能通过测试数据分析、推理对试验结果进行总结。



知识目标

- (1) 掌握有机合成的原理和方法；
- (2) 掌握聚合物的基本反应；
- (3) 掌握化学品基本测试仪器的原理及测试方法；
- (4) 了解化学品性能与制备条件之间的关系。



素质目标

- (1) 培养学生分析问题、解决问题的能力；
- (2) 提高学生的团队合作精神；
- (3) 培养学生的创新能力和实践能力；
- (4) 培养学生文献检索与自主学习的能力。

项目一 两性表面活性剂十二烷基甜菜碱的制备和性能检测



教学目标

- 能力目标：
 - (1) 根据实验相关内容选择所需仪器、药品；
 - (2) 能分析合成条件并制定合成方案；
 - (3) 会进行合成装置的组装和合成操作；
 - (4) 能对表面活性剂的基本性能进行检测。
- 知识目标：
 - (1) 掌握十二烷基甜菜碱合成的原理、方法；
 - (2) 了解两性表面活性剂的相关性质和用途。



工作任务

合成两性表面活性剂——十二烷基甜菜碱,并对其理化性能和洗涤力进行检测。

任务1:十二烷基甜菜碱的制备;任务2:产品的理化性能检测

任务1 十二烷基甜菜碱的制备

1. 选择玻璃仪器并组装合成装置

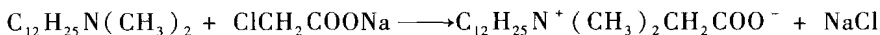
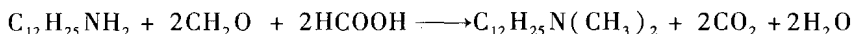
参考仪器:电热套、三口烧瓶、电动搅拌器、滴液漏斗、球形冷凝管、温度计、真空抽滤装置、熔点仪(或熔点测定管、毛细管)。

2. 选择合适的试剂药品,确定合成路线

参考药品:十二烷基胺、乙醇(95%)、甲酸(88%)、甲醛(37%)、无水硫酸钠、氢氧化钠、氯乙酸。

参考合成路线:

以十二胺为原料,十二胺与甲醛作用生成 Schiff 碱,然后再由甲酸还原成肿胺,并进行第二次缩合还原得叔胺,最后通过氯乙酸钠与脂肪叔胺发生羧甲基化反应,而制得十二烷基甜菜碱,反应式如下:



3. 参考合成步骤

(1) 二甲基十二烷基胺的制备:向装有电动搅拌器、滴液漏斗、温度计的三口烧瓶中加入 18.5 g 十二烷基胺、25 mL 95% 乙醇,搅拌溶解,在不高于 30℃ 的温度下(瓶外用冷水冷却)滴加 25 mL 88% 的甲酸;滴完后,升温至 40℃ 恒温,滴加 22 mL 37% 的甲醛,注意滴加速度,防止反应生成的二氧化碳冲出,滴加完毕后,滴液漏斗换成球形冷凝器并升温回流,至反应没有二氧化碳放出为止。冷却,用 40% 氢氧化钠溶液调节反应物至碱性($\text{pH}=7\sim 8$),将物料移入分液漏斗,静置,分层,有机层用无水硫酸钠干燥,称量,得浅黄色油状产物即为。

(2) 十二烷基甜菜碱的制备:向上述反应装置,加入适量的氯乙酸,在冷却及搅拌条件下慢慢滴入等物质的量氢氧化钠配制成的溶液约 50 mL(保证上步反应生成的二甲基十二烷基胺、氯乙酸、氢氧化钠等物质的量反应),再滴入上步反应生成的二甲基十二烷基胺,升温至 70~80℃,回流反应至反应液透明为止,即得含量约 30% 的十二烷基甜菜碱溶液。

合成过程中须注意的问题:

- 1) 注意甲醛溶液的滴加速度,防反应突然生成的大量的二氧化碳将物料冲出。
- 2) 氯乙酸的腐蚀性很强,使用时应避免与皮肤接触,不慎碰到可用大量水冲洗并涂稀碱液,氯乙酸又易吸湿,取用后要保证容器的密封。
- 3) 滴加浓盐酸以乳状液不再消失即可,不可多加。

任务 2 产品的理化性能检测

1. 产品的定性分析

取 5 mL 1% 的样品溶液,用碳酸钠溶液调节 pH 到 9.0~9.5,然后加入 5 mL 中性亚甲基蓝溶液和 5 mL 氯仿,振荡并静置,在氯仿层中有明显的蓝色。

在 5 mL 1% 的样品溶液中加入 2 滴盐酸,调节 pH 到 7.0,再加入 5 滴溴酚蓝溶液和 5 mL 三氯甲烷,振荡并静止在三氯甲烷层中有明显的蓝色。

如果这两种检测结果都显正性,则表示有两性物质存在,即证明该产品为两性物质。

2. 表面张力的测定

先将预先洗干净的表面张力仪及玻璃管安装好并浸入恒温槽中恒温 10 min,另在抽气瓶中注入水,到与侧面支管相齐为止,在表面张力仪中注入已知表面张力的标准液体如水,使液面与毛细管端面保持水平,然后打开抽气瓶活塞,让水缓慢滴下而导致表面张力仪内逐渐减压,直至气泡冲出毛细管尖端时,压力计液柱差突然下降,记下突然下降前压力计两边液柱的最大高度差 Δh ,由 Δh 及已知 σ 可以计算毛细管常数 K 。将样品分别配制成 1 g/L 的溶液,用同样的方法测定其 Δh ,然后按公式 1-1 和公式 1-2 计算。

$$K = \frac{\sigma}{\Delta h} \quad (\text{公式 1-1})$$

$$\sigma = \Delta h \cdot K \quad (\text{公式 1-2})$$

式中: K ——毛细管常数, $10^{-2} \text{mN} \cdot \text{m}^{-2}$;

σ ——表面张力, $\text{mN} \cdot \text{m}^{-1}$;

Δh ——压力计两边液柱的最大高度差,cm。

3. 润湿渗透力的检测

将样品分别配制成 1 g/L 的溶液,用量筒量取 800 mL 样品溶液,移入 1 000 mL 烧杯中,调节

温度至 25℃,将渔钩尖端钩住帆布圆片距离边缘约 2~3 mm 处。鱼钩的另一端缚以丝线,丝线末端接在铁丝小钩上,将该架移入上述烧杯中,并搁置于烧杯的边上,使帆布圆片浸浮于溶液中,其顶点应在液下 10 mm 处,立即开启秒表。由于样品使帆布圆片润湿,当相对密度大于样品溶液时,帆布圆片开始沉降,至鱼钩下端触及烧杯底部时,即为终点,记录沉降所需时间。重复测试 10 次,取其平均值,将与平均值相距正负秒数在 20 s 以上的数据剔除,然后再求其平均值,即为样品的渗透时间(s),并记录数据。

4. 等电区的测定

先用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定 0.1 mol/L 盐酸标准溶液,记录下消耗的氢氧化钠溶液的体积和相应的 pH,作出其 $\text{pH} - V_{\text{NaOH}}$ (mL) 曲线,再用 0.1 mol/L 盐酸标准溶液配制一定浓度(4%)的表面活性剂溶液,然后用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定表面活性剂溶液,记录下消耗的氢氧化钠溶液的体积和相应的 pH,然后作 $\text{pH} - V_{\text{NaOH}}$ (mL) 曲线。两曲线的交接区即为两性表面活性剂的等电区域,并记录数据。

5. 起泡力的测定

将 200 mL 试液从 90 cm 高度处通过直径为 2.9 mm (滴定管) 的细孔注入加有 50 mL (0.5%) 同浓度、同温度(60℃)试液的刻度管中,测定加完后的泡沫高度与其 5 min 后的泡沫高度之比,作为起泡力及其泡沫稳定性的评价尺度。

6. 临界胶团浓度(CMC)的测定

移取 0.02 mol/L 的样品溶液 50 mL,放入 1[#]烧杯中。将电极用电导水淋洗,用滤纸小心擦干(注意:千万不可擦掉电极上所镀的铂黑),插入仪器的电极插口内,旋紧插口螺丝,并把电极夹固好,小心地浸入烧杯的溶液中。打开搅拌器电源,选择适当速度进行搅拌(注意:不可打开加热开关),将校正、测量开关扳向“测量”,待表针稳定后,读取电导率值。然后依次向 0.02 mol/L 的样品溶液滴入 1,4,5,5,5 mL 样品,并记录滴入溶液的体积数和测量的电导率值。将校正、测量开关扳向“校正”,取出电极,用电导水淋洗,擦干。

另取 0.02 mol/L 的样品溶液 50 mL,放入 2[#]烧杯中。插入电极进行搅拌,将校正、测量开关扳向“测量”,读取电导率值。然后依次向 0.02 mol/L 的样品溶液滴入 8,10,10,15 mL。记录所滴入溶液的体积数和测量的电导率值。制作曲线确定 CMC 值。

相 关 知 识

1. 产品理化性质及应用

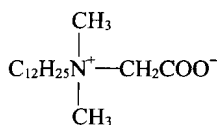
本品又名 BS-12,为无色或淡黄色黏稠液体,是含 30% 活性物质的水溶液,呈弱酸性,属于两性表面活性剂,能与常用的表面活性剂复配使用,起增效作用;本品发泡性好,不刺激皮肤,可用于香波制造;同时,耐硬水性好,可用于制造硬水洗涤剂;还可用作杀菌剂、纤维柔软剂、染色助剂、抗静电剂、缩绒剂、防锈剂、金属表面加工助剂等。

英文名: (carboxylatomethyl) dodecyldimethyl ammonium

分子式: $\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{NO}_2$

相对分子质量: 271.44

结构式:



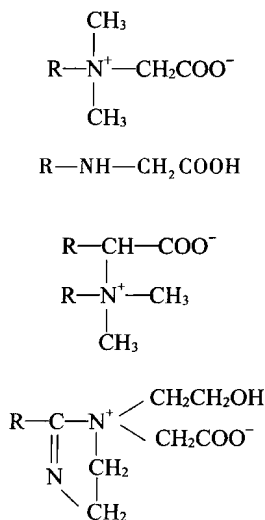
2. 表面活性剂的主要用途

表面活性剂主要应用于洗涤、纺织等行业,其他应用几乎可以覆盖所有的精细化工领域。例如,在造纸工业中可以用作蒸煮剂、废纸脱墨剂、施胶剂、树脂障碍控制剂、消泡剂、柔软剂、抗静电剂、阻垢剂、软化剂、除油剂、杀菌灭藻剂、缓蚀剂等。表面活性剂在医药行业也有广泛应用,在药剂中,一些挥发油脂溶性纤维素、甾体激素等许多难溶性药物利用表面活性剂的增溶作用可形成透明溶液及增加浓度;在医药行业中可作为杀菌剂和消毒剂使用,这些消毒剂在水中都有比较大的溶解度,根据使用浓度,可用于手术前皮肤消毒、伤口或黏膜消毒、器械消毒和环境消毒;药剂制备过程中,它是不可缺少的乳化剂、润湿剂、助悬剂、起泡剂和消泡剂等。在农药行业,可湿性粉剂、乳油及浓乳剂都需要有一定量的表面活性剂,如可湿性粉剂中原药多为有机化合物,具有憎水性,只有在表面活性剂存在的条件下,降低水的表面张力,药粒才有可能被水所润湿,形成水悬液;而且在粒剂及供喷粉用的粉剂中,有的也含有一定量的表面活性剂,其目的是为了提药剂在受药表面的附着性和沉积量,提高有效成分在有水分条件下的释放速度和扩展面积,提高防病、治病效果。总之,表面活性剂作为精细化工领域的支柱产业,在国民经济中具有重要的作用。

3. 两性表面活性剂的定义和类型

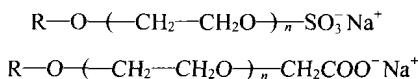
两性表面活性剂是整个表面活性剂家族中的一个重要组成部分。广义地说,两性表面活性剂是指分子结构中,同时具有两种或两种以上离子性质的表面活性剂,易溶于水、酸、碱及无机盐溶液中,但在有机溶剂中不易溶解,常用作杀菌剂、防腐剂、油漆颜料分散剂、纤维柔软剂及抗静电剂、乳化剂及胶片乳剂中的铺展剂等,也应用于化妆品中。通常可以分为如下四大类。

(1) 分子结构中,具有阴离子亲水基团又同时具有阳离子亲水基团的两性表面活性剂。例如:

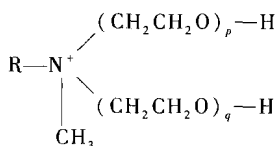


式中:R 为长碳链烷基或烃基。

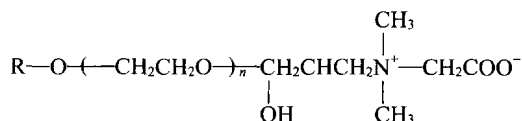
(2) 分子结构中,具有阴离子亲水基团又同时具有非离子亲水基团的两性表面活性剂。例如:



(3) 分子结构中,具有阳离子亲水基团又同时具有非离子亲水基团的两性表面活性剂。例如:



(4) 分子结构中,既具有阳离子亲水基团和阴离子亲水基团又同时具有非离子亲水基团的两性表面活性剂。例如:



通常所指的两性表面活性剂,系指(1)和(4)类型而言。即分子结构中,既具有阳离子亲水基团又同时具有阴离子亲水基团这样一类狭义的两性表面活性剂。(2)和(3)类型则分别归属于阴离子表面活性剂和阳离子表面活性剂类型。

4. 拓展——实验方案设计

通过查阅相关文献和资料解决以下问题:

(1) 教材给出了合成二甲基十二烷基甜菜碱(BS-12)的合成方案,但该合成方案可能不是最佳的,请分析影响该合成的反应条件有哪些,对合成的工艺条件进行优化。

(2) 选择其他的合成工艺,包括:选择药品、确定反应的工艺条件等。

(3) 查阅相关资料写出阴离子表面活性剂十二烷基硫酸钠的合成方案和条件的优化,包括:合成路线、仪器试剂、合成条件的分析及优化(正交实验表)。

5. 可供查阅的参考书

《表面活性剂作用原理》(赵国玺,中国轻工业出版社,2003)

《工业表面活性剂》(黄洪周,化学工业出版社,2005)

《功能性表面活性剂》(梁治齐,中国轻工业出版社)

《两性表面活性剂》(汪祖模、徐玉佩,中国轻工业出版社,1990)

《化工实验及开发技术》(李丽娟,化学工业出版社,2002)

思考与练习

1. 反应中如何能更有效地保证体系的温度?
2. 在去污力的测定操作过程中,能否用手指直接接触载玻片?为什么?
3. 经漂洗后的载玻片为什么要在室温下放置一昼夜后再称量?

项目二 食品添加剂的制备及性能测试



教学目标

• 能力目标:

- (1) 根据实验相关内容选择所需仪器、药品;
- (2) 能分析合成条件并制定合成方案;
- (3) 会进行合成装置的组装和合成操作;
- (4) 能对食品添加剂的防腐效果进行检测。

• 知识目标:

- (1) 熟悉食品添加剂的作用、种类;
- (2) 掌握食品添加剂尼泊金甲酯合成的原理、方法;
- (3) 了解食品添加剂的相关性质和用途。



工作任务

合成食品防腐剂——尼泊金甲酯和肉桂醛,并分别检测其防腐效果。

任务1:尼泊金甲酯的制备;任务2:肉桂醛的制备;任务3:防腐效果的检测

任务1 尼泊金甲酯的制备

1. 选择玻璃仪器并组装合成装置

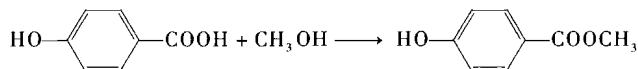
参考仪器:电热套、三口烧瓶、电动搅拌器、球形冷凝管、滴液漏斗、250 mL 圆底烧瓶、真空抽滤装置、熔点仪(或熔点测定管、毛细管)。

2. 选择合适的试剂药品,确定合成路线

参考药品:对羟基苯甲酸、甲醇、氢氧化钠(50%)、浓硫酸、碳酸氢钠(10%)、活性炭。

参考合成路线:

以对羟基苯甲酸和甲醇为原料,用浓硫酸作催化剂,进行经典的酯化反应,反应式如下:



3. 合成尼泊金甲酯

参考步骤:

向装有电动搅拌器、球形冷凝管和滴液漏斗的 100 mL 三口烧瓶中,加入 20.2 mL(16 g, 0.5 mol)甲醇,边搅拌边由滴液漏斗缓慢滴入 1 mL 浓硫酸,再加入 13.8 g(0.1 mol)对羟基苯甲

酸,温热使固体全溶后,再升温至保持轻微回流,并保温反应 6 h。反应结束后,冷却至室温,用 50% 的氢氧化钠溶液调节 pH 至 6~7,晾置,烘干,得无色结晶的尼泊金甲酯粗品约 13 g,产率约 85%。

4. 提纯

将尼泊金甲酯粗品放入带有回流冷凝管的圆底烧瓶中,加入适量的甲醇,使在加热时尼泊金甲酯能全溶。置冷后加入适量的活性炭煮沸片刻,趁热过滤。滤液置冷结晶,抽滤,水洗,晾置,烘干,得到尼泊金甲酯精品。称量、计算产率;用熔点仪(或熔点测定管)测定产品的熔点,判断纯度。

注意:1) 除浓硫酸外,也可选用对甲基苯磺酸等有机强酸或强酸性阳离子交换树脂作催化剂。

2) 采用此酯化操作,用乙醇、丙醇或丁醇代替甲醇,可分别制备尼泊金乙酯、尼泊金丙酯、尼泊金丁酯。

3) 提纯时如果环境温度较低,最好能将抽滤装置预热。

任务 2 肉桂醛的制备

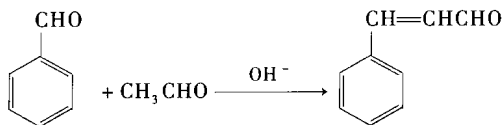
1. 选择玻璃仪器并组装成装置

参考仪器:电热套、电动搅拌器、250 mL 四口烧瓶、球形冷凝管、减压蒸馏装置、水浴、温度计(0~200℃)、滴液漏斗(60 mL)、250 mL 分液漏斗、100 mL 烧杯、250 mL 烧杯等。

2. 选择合适的试剂药品,确定合成路线

参考药品:苯甲醛、乙醛(33%)、氢氧化钠(50%)、苯。

参考合成路线:以苯甲醛和乙醛为原料,在稀碱的作用下发生羟醛缩合反应,反应式如下:



3. 参考合成步骤

(1) 肉桂醛的制备:向装有电动搅拌器、球形冷凝管、滴液漏斗和温度计的 250 mL 四口烧瓶中,加入 26.6 g 苯甲醛和 50 mL 水,于 20℃ 加入 20 mL 质量分数为 50% 的氢氧化钠溶液,再加入 10 mL 苯。在剧烈搅拌下,从滴液漏斗中快速滴加 13 mL 质量分数为 33% 的乙醛溶液,控温 20℃ 快速搅拌反应 4 h。反应结束后,将反应物倒入分液漏斗中,静置分层,将水层放掉,苯层加少量浓盐酸中和至 pH 为 7,分出水层。

(2) 肉桂醛的蒸馏和检测:苯层进行减压蒸馏,蒸出苯和苯甲醛,收集 130℃ (20 mmHg) 馏分,得肉桂醛。称量,并计算产率。

用阿贝折射仪测定产品的折射率,并将所得折射率与标准的折射率值作对比,评价产物的纯度。

注意:1) 温度要控制在 20℃ 必要时可用冰水冷却。

2) 滴加乙醛溶液时要快速加完。

3) 反应应快速搅拌。

任务3 防腐效果的检测

(1) 配制一定浓度的尼泊金甲酯和肉桂醛溶液。

(2) 先将配好的溶液分别加入事先制好的无菌肉汤培养基,使其成为两倍系列递减浓度药液培养基。

(3) 然后分别加入一定体积的菌液,在适宜的恒温条件下培养 24 h 后,仔细观察细菌的生长情况。

(4) 从无菌生长的各管中找出药物浓度最低的培养管,其药物浓度即为最低抑菌浓度。再培养 48 h,仍无菌生长的最低浓度为其 MBC 值。

(5) 比较合成的两个防腐剂的最低抑菌浓度。

相关知识

1. 尼泊金甲酯的理化性质及用途

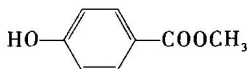
尼泊金甲酯的学名是对羟基苯甲酸酯,微溶于水,易溶于乙醇、乙醚、丙酮等有机溶剂。为有机中间体,用于医药、食品、香料、胶片的防腐添加剂,是强力杀菌剂、毒性极低,对人体无刺激。尼泊金酯类防腐剂均为无色结晶或白色粉末,主要品种及其熔点如下:尼泊金甲酯 126 ~ 128℃;尼泊金乙酯 116 ~ 118℃;尼泊金丙酯 95 ~ 98℃;尼泊金丁酯 69 ~ 72℃。

英文名:methyl *p*-hydroxy benzoate

分子式: $C_8H_8O_3$

相对分子质量:152.15

结构式:



2. 肉桂醛的理化性质及应用

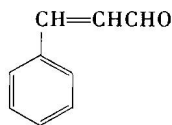
肉桂醛(cinnamaldehyde),学名苯丙烯醛、桂醛、桂皮醛,是淡黄色油状液体,具有强烈的新鲜肉桂、药辛香气,在空气中易氧化成桂酸。熔点 -7.5℃,沸点 253℃,相对密度 1.049 7(20℃/4℃),折射率 1.619 5,溶于醇、醚、氯仿,微溶于水。是重要的合成香料,主要用于调制素馨、铃兰、玫瑰等日用香精,也用于食品香料,除用于调味品类、甜酒等,还用于苹果、樱桃等香精。同时还是医药的中间体。

英文名:cinnamic aldehyde

分子式: C_9H_8O

相对分子质量:132.15

结构式:



3. 食品添加剂相关知识

随着经济与社会的发展,人们的生活水平不断提高,对食品提出了更高的要求,食品工业因此获得了迅猛的发展。食品工业的关键问题之一是防腐保鲜,延长保存期,添加防腐剂是其重要

措施之一。常用食品防腐剂按其性质可分两类:无机及有机防腐剂。美国卫生基金会和国家癌症研究所新近公布的一份报告表明,在全世界每年患癌症的500万人中,有50%左右与食品污染有关,而其中有30%左右受害于食品中的防腐剂。

曾经使用的硼砂、甲醛、水杨酸、焦碳酸二乙酯等等目前已禁止使用。目前我国普遍使用的防腐剂有山梨酸、苯甲酸、亚硝酸盐等,其中以亚硝酸盐致癌的危险较大;苯甲酸(C_6H_5COOH)和苯甲酸钠(C_6H_5COONa)又称安息香酸(benzoic acid)和安息香酸钠(sodium benzoate),是我国允许使用的两种国家标准的有机防腐剂之一;山梨酸和山梨酸钾是国际上公认的安全防腐剂,但过量摄入也会影响人体新陈代谢的平衡,同时,它还会使食品的营养和风味受到破坏。因此开发安全、健康、高效的食品防腐剂成为食品科学研究热点之一。

对羟基苯甲酸乙酯(*p*-hydroxy-benzoate ester)由于具有毒性低,几乎无味、无刺激性以及在较宽的pH范围内能保持较好的抗菌效果等优点,使其成为在食品加工中应用较广的食品防腐剂。其抑菌机理与苯甲酸相同,但防腐效果则大为提高。抗菌防腐效力受pH(pH 4~6.5)的影响不大,偏酸性时更强些。对羟基苯甲酸酯类对细菌、霉菌、酵母都有广泛抑菌作用,但对G-杆菌和乳酸菌的作用较弱。在食品工业中最大使用量为1 g/kg。

在食品添加剂领域中的应用肉桂醛作为食品防腐剂对人体无毒或低毒,而对微生物的繁殖能起到较强的抑制作用,浓度为25 000时,对黄曲霉、黑曲霉、橘青霉、串珠镰刀菌、交链孢霉、白地霉、酵母等均有强烈的抑菌效果。日本科研人员在22种致病性真菌条件下对肉桂醛进行抗真菌作用研究,结果表明,肉桂醛对受试各菌具有抗菌作用。主要是通过破坏真菌细胞壁,使药物渗入真菌细胞内,破坏细胞器而起到杀菌作用。肉桂醛与苯甲酸钠不同,其应用不受产品本身的pH影响,无论在酸性或碱性条件下,它都具有较强的杀菌消毒功能。

4. 防腐剂的防腐原理

防腐剂的防腐原理大致有如下三种:

- (1) 干扰微生物的酶系,破坏其正常的新陈代谢,抑制酶的活性。
- (2) 使微生物的蛋白质凝固和变性,干扰其生存和繁殖。
- (3) 改变细胞浆膜的渗透性,使其体内的酶类和代谢产物逸出导致其失活。

5. 拓展——实验方案设计

教材给出了合成尼泊金甲酯和肉桂醛的合成方案、仪器药品、反应条件等,但该合成方案可能不是最佳的,通过查阅相关文献和资料解决以下问题:

(1) 请分析影响该合成的反应条件有哪些,如何对各反应条件进行分析,对合成的工艺条件进行优化。

(2) 选择其他的合成工艺:选择药品、制定合成方案。

(3) 食品防腐剂的发展方向:分析现代社会消费者对食品防腐剂要求和食品防腐剂的现状,提出改进的建议。

6. 可供查阅的参考书

- 《有机化学》(王彦广、张殊佳,化学工业出版社,2004)
- 《食品添加剂》(李凤林、黄聪亮、余蕾,化学工业出版社,2008)
- 《精细有机合成技术》(薛叙明、刘同卷,化学工业出版社,2008)
- 《化工实验及开发技术》(李丽娟,化学工业出版社,2002)