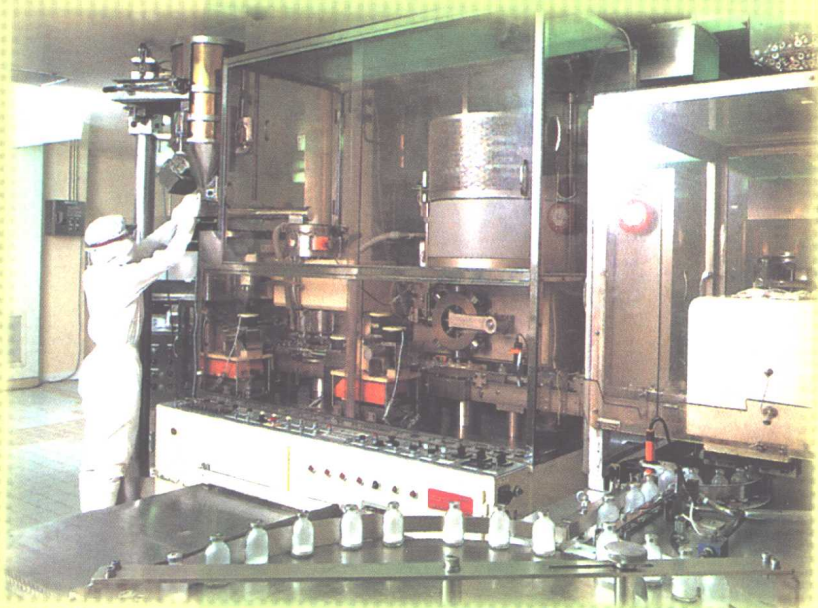


精细化工产品 制造技术



JINGXI HUAGONG CHANPIN
ZHIZAO JISHU



金盾出版社

精细化工产品制造技术

朱洪法 朱玉霞 编著

金 盾 出 版 社

内 容 提 要

本书作为《精细化工产品配方与制造》(第一册~第七册)配套参考书,系统地介绍了试验常用仪器及设备,化学试剂及溶液配制,纯水制备及离子交换技术,加热及冷却方法,浸取和萃取技术,沉淀、过滤及洗涤方法,干燥及吸附分离技术,蒸发及结晶技术,蒸馏技术,乳液聚合技术,乳状液及微乳状液制备技术等十一个方面的精细化工产品制备技术,并对每一种制备技术列出相应的制备实例。全书内容丰富,实用性强,既介绍基本原理,又说明实际操作方法及安全要求。书后还有常用数据附录,便于读者查阅。

本书可供乡镇企业和中小型化工企业技术人员、工人及管理人员开发及研制新产品时参考,也可供化工院校师生及科研院所技术人员及工人阅读。

图书在版编目(CIP)数据

精细化工产品制造技术/朱洪法等编著. —北京:金盾出版社,2002.1

ISBN 7-5082-1740-3

I. 精… II. 朱… III. 精细化工-化工产品-制造 IV. TQ072

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 068034 号

金盾出版社出版、总发行

北京太平路5号(地铁万寿路站往南)

邮政编码:100036 电话:68214039 68218137

传真:68276683 电挂:0234

封面印刷:国防工业出版社印刷厂

正文印刷:北京3209工厂

各地新华书店经销

开本:787×1092 1/32 印张:12.5 字数:280千字

2002年1月第1版第1次印刷

印数:1--10000册 定价:16.50元

(凡购买金盾出版社的图书,如有缺页、
倒页、脱页者,本社发行部负责调换)

前 言

为了推动乡镇企业及中小型化工厂对精细化学品的开发及生产,作者广泛收集国内外技术资料编写的《精细化工产品配方与制造》已出版七册,以后还将继续编写出版。

这一套系列丛书出版以后,受到广大读者的欢迎及好评,同时,不少读者来信询问有关原料、产品市场及制备技术等方面的问题。

鉴于阅读《精细化工产品配方与制造》的读者,有不少是非化工专业类从业人员或只从事化工生产某一局部工作的人员,在研制及开发新产品时,特别是涉及到化学合成及需要多步化工单元操作配合进行的品种研制时,往往会遇到各种困难。因此,一些读者希望能结合《精细化工产品配方与制造》丛书,出版一本有关化工基础试验技术方面的通俗性读物。本书主要是为适应这一部分读者需要而编写的,也可为研制开发精细化工产品的其他读者选用或参考。

由于精细化工产品门类繁多、品种繁杂,更新换代又快,制备及生产时涉及的化工知识很多,包括反应原理、分析测试、工艺技术、设备选型、各种单元操作技术以及安全与环保等,非本书能全部包括。在《精细化工产品与制造》的丛书前言中曾指出:“企业或个人在考虑生产本书介绍的某种产品以前,必须对本身的技术力量、资源状况、市场前景做仔细的分析、调查和论证,扬长避短,选择适销对路、质量有保证、技术上可行的产品,并经过小型试验探索及小规模试制,取得最佳

效果后,建立相应的原材料、中间品及产品的分析测试方法,选择合理的单元操作技术及相应设备……。”本书主要对“小型试验探索及小规模试制”常见的试验操作方法及原理进行概要介绍,并列举相应的精细化工产品制备实例,以利于读者开发新产品时选择适宜于自身条件的方法,举一反三,从而获得良好效果。

此外,附录还列出了有关本书所介绍的各种制备技术经常用到的一些基本实验数据,供读者在试制新产品时参考。

参加本书编写的还有朱剑青、王婕等同志。由于精细化工产品制备技术涉及面很广,采用的单元操作及工艺技术较多,加之作者水平有限,书中不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

作 者

2001年9月

目 录

第一章 试验常用仪器及设备	(1)
第一节 玻璃器皿	(1)
一、常用玻璃仪器及相关用品	(1)
二、标准磨口玻璃仪器	(10)
三、玻璃仪器的洗涤及干燥	(12)
第二节 其他常用仪器及设备	(13)
一、天平及称量	(13)
二、常用电热设备	(16)
三、常用电动设备	(24)
第三节 气瓶	(30)
一、气体的性质	(30)
二、气体的分类	(31)
三、使用气瓶应注意的事项	(35)
第二章 化学试剂及溶液配制	(37)
第一节 化学试剂	(37)
一、化学试剂的分类和规格	(37)
二、危险试剂的使用和保管	(39)
第二节 溶液配制	(46)
一、溶液的基本知识	(46)
二、溶液的浓度和溶液配制	(48)
第三节 溶液的酸碱性及 pH 值测定	(53)
一、溶液的 pH 值	(53)

二、pH 值的测定方法	(55)
三、pH 值调节在精细化工产品制备中的应用	(59)
第三章 纯水制备及离子交换技术	(61)
第一节 水的用途及天然水的成分	(61)
一、水的用途	(61)
二、天然水的成分	(61)
第二节 水的电导度、电导率及电阻率	(63)
第三节 实验室用水的等级	(65)
第四节 蒸馏法制取纯水	(67)
第五节 离子交换技术	(69)
一、离子交换剂	(69)
二、离子交换树脂	(71)
三、离子交换树脂的应用	(78)
四、离子交换树脂的选用及保管	(80)
五、离子交换法制纯水	(84)
六、离子交换法制备高纯硫酸锌	(89)
第四章 加热及冷却方法	(94)
第一节 直接加热及间接加热	(94)
一、直接加热	(94)
二、间接加热	(96)
第二节 冷却方法及冷却剂	(98)
一、冷却方法	(98)
二、冷却剂	(99)
第三节 温度的测量	(100)
一、玻璃液体温度计	(101)
二、热电偶	(102)
第四节 改性 107 胶的制备	(106)

一、改性 107 胶配方(质量份)	(107)
二、试验装置	(107)
三、改性 107 胶制备操作	(108)
第五章 浸取和萃取技术	(110)
第一节 浸取	(110)
一、浸取过程	(111)
二、浸取影响因素	(112)
三、由甘草提取甘草酸	(119)
第二节 萃取	(120)
一、萃取过程	(121)
二、萃取率及分离系数	(122)
三、萃取溶剂的选择	(124)
四、丁醇发酵萃取分离技术中的萃取溶剂选择	(127)
五、用萃取法从茶叶中提取咖啡因	(129)
第三节 超临界流体萃取技术	(131)
一、超临界流体萃取技术的应用	(131)
二、超临界流体萃取过程	(133)
第六章 沉淀、过滤及洗涤方法	(135)
第一节 沉淀	(135)
一、沉淀过程	(135)
二、晶形沉淀与非晶形沉淀的条件选择	(138)
三、沉淀物的老化	(140)
四、沉淀剂的选择	(141)
五、单组分沉淀法与共沉淀法	(142)
六、沉淀法制备活性氧化铝	(143)
第二节 过滤	(146)
一、过滤介质	(147)

二、常压过滤	(148)
三、减压过滤	(151)
四、热过滤	(153)
五、加压过滤	(154)
第三节 沉淀物的洗涤	(154)
第七章 干燥及吸附分离技术	(156)
第一节 干燥技术	(156)
一、固体物料与水分的结合方式	(156)
二、常用干燥方式	(157)
三、气体、固体及液体的干燥方法	(164)
第二节 吸附分离技术	(168)
一、物理吸附与化学吸附	(168)
二、吸附过程	(169)
三、吸附剂的物理性质	(170)
四、常用吸附剂	(174)
五、吸附剂的再生方法	(190)
第八章 蒸发及结晶技术	(194)
第一节 蒸发技术	(194)
一、蒸发的目的	(194)
二、蒸发操作方法	(195)
第二节 结晶技术	(199)
一、结晶过程	(199)
二、结晶方法	(202)
第三节 重结晶技术	(205)
一、溶剂的选择	(205)
二、重结晶操作	(209)
三、用重结晶法精制及分离物质示例	(213)

第九章 蒸馏技术	(217)
第一节 常压蒸馏	(217)
一、常压蒸馏装置	(217)
二、常压蒸馏操作	(221)
三、工业酒精的提纯方法	(223)
第二节 减压蒸馏	(224)
一、减压蒸馏装置	(224)
二、减压蒸馏操作	(228)
三、工业乙二醇精制方法	(229)
第三节 水蒸气蒸馏	(230)
一、水蒸气蒸馏的机理与应用	(230)
二、水蒸气蒸馏装置	(232)
三、水蒸气蒸馏操作	(233)
四、水蒸气蒸馏法提取针叶油	(235)
第四节 精馏	(236)
一、简单分馏	(237)
二、精密分馏	(239)
第五节 恒沸蒸馏	(242)
第十章 乳液聚合技术	(245)
第一节 乳液聚合的特点	(245)
第二节 乳液聚合体系的构成组分	(246)
一、单体	(247)
二、乳化剂	(252)
三、引发剂	(266)
四、分散介质	(267)
五、其他组分	(268)
第三节 聚合物乳液制备工艺	(271)

一、间歇聚合	(271)
二、半连续聚合	(272)
三、预乳化工艺	(274)
四、种子乳液聚合	(274)
第四节 乙酸乙烯酯-丙烯酸酯共聚物乳液制备	(276)
一、乙-丙乳液配方	(276)
二、制备方法	(277)
第五节 聚合物乳液的稳定性	(277)
第十一章 乳状液及微乳状液制备技术	(280)
第一节 以乳状液为基础的产品	(280)
一、化妆品工业	(281)
二、食品工业	(281)
三、医药工业	(281)
四、其他工业	(282)
第二节 乳状液的性质	(282)
一、外观及液珠大小	(282)
二、乳状液的光学性质	(282)
三、分散作用	(283)
四、乳状液的粘度和流变性	(283)
五、乳状液的浓度	(284)
六、乳状液的电性质	(284)
七、乳状液的 pH 值	(284)
八、乳状液的稳定性	(285)
第三节 乳状液的制备	(285)
一、乳化剂的选择	(285)
二、乳状液制备工艺	(291)

三、乳化剂的加入方法	(294)
四、乳状液的稳定性	(295)
第四节 现代化妆品乳剂的配方设计	(297)
一、乳剂类型的确定	(297)
二、油相成分	(298)
三、水相成分	(300)
四、两相的比例	(302)
五、乳化剂	(302)
六、乳剂的制备工艺	(303)
第五节 微乳状液	(303)
一、微乳状液的性质	(303)
二、微乳状液的应用	(306)
三、微乳状液化妆水的制备	(308)
第十二章 精细化工生产单元操作及设备的选择	(311)
第一节 精细化工产品的技术开发过程	(311)
一、项目或课题选择	(311)
二、实验室或小型试验	(312)
三、中间试验	(313)
四、生产(生产性试验)	(314)
第二节 化工设备选择注意事项	(316)
一、满足生产工艺要求	(316)
二、使用安全性	(316)
三、使用耐久性	(316)
四、操作方便,价廉易得	(317)
第三节 精细化工生产单元操作及设备主要类型	(317)
一、容器	(317)

二、物料输送设备	(318)
三、化学反应器	(321)
四、换热设备	(326)
五、分离设备	(327)
六、粉碎及混合设备	(329)
七、蒸发及蒸馏设备	(330)
八、干燥设备	(331)
九、萃取及浸取设备	(332)
十、吸收设备	(333)
十一、结晶设备	(334)
十二、乳化设备	(335)
附录	(337)
一、元素的相对原子质量表	(337)
二、常用溶剂适用的非金属材料表	(340)
三、常用酸溶液的密度和浓度	(341)
四、氢氧化钠、氨水和石灰乳的密度及浓度(20℃)	(350)
五、一些浓度的表示方法	(353)
六、波美度-密度换算表	(354)
七、乙醇浓度稀释表(20℃)	(357)
八、广用稀释表	(358)
九、水蒸气压力(表压)换算表	(359)
十、一些商品表面活性剂的 <i>HLB</i> 值	(360)
十一、常见 pH 指示剂与变色反应	(363)
十二、纯水及一些水溶液的电导率	(364)
十三、脱盐水的电导率与电解质含量关系(25℃) ...	(365)
十四、无机离子交换剂的产品性能表	(366)

十五、我国主要离子交换树脂的物理化学性能	(367)
十六、我国离子交换树脂新旧型号对照表	(369)
十七、二组分及三组分的共沸点	(371)
十八、常用工业筛的规格表	(374)
十九、一些气体和蒸气在空气中的爆炸极限	(375)
二十、一些精细化工原料商品名称、用途及生产厂	(377)
主要参考文献	(381)

第一章 试验常用仪器及设备

精细化工产品种类多、门类广,有一部分产品是通过复配技术制得,制备工艺比较简单,所用仪器及设备也较少。而相当一部分精细化工产品,需要由基本原料或中间原料出发,经过某些合成反应及化工单元操作组合才能制得,因此采用的工艺较为复杂,需要使用的仪器及设备也较多。为了方便或节约资金,在小型试验中,能采用玻璃制品时尽量采用玻璃制品。本章介绍的是实验室常用的化学器皿及设备。读者在开发产品时,可以根据原材料性质、产品配方及工艺技术要求,根据研制者本身的具体情况及条件,选择所用的化学器皿及试验设备。

第一节 玻璃器皿

一、常用玻璃仪器及相关用品

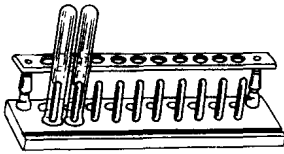
玻璃是由熔融物冷却硬化而得的非晶态固体。工业上大规模生产的无机玻璃,其主要化学成分是 SiO_2 、 CaO 、 Na_2O 及 K_2O 等,有的还引入 B_2O_3 、 P_2O_5 、 PbO 、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 V_2O_5 等成分,可以改变玻璃的性质。玻璃具有透明度高、耐酸及耐水性能好等特点,而且价格低廉,加工容易,所以小型试验常采用玻璃制品。

玻璃制品及仪器种类很多,按用途大体上可分为量器类、容器类及其他器皿类。量器类如量筒、滴定管、容量瓶、移液管

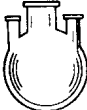
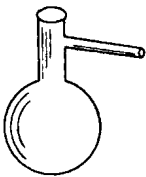
等,它们不能用于加热或烘烤。容器类如烧杯、烧瓶及试剂瓶等,根据它们是否受热还可分为可加热的和不宜加热的器皿。其他器皿如砂芯漏斗、分液漏斗、干燥器、冷凝管、标准磨口玻璃仪器及其他具有特殊用途的玻璃仪器等。

表 1-1 给出了常用玻璃仪器及相关器材的名称、规格、用途及使用注意事项。除了玻璃仪器外,实验室还经常用到一些瓷质类器皿,如蒸发皿、坩埚、布氏漏斗及研钵等,也列在表 1-1 中。它们的特点是耐高温,对酸、碱的稳定性比玻璃好,灼烧失重小。

表 1-1 常用玻璃仪器

名 称	规 格	用 途	使用注意事项
 试管 离心试管  试管架	试管分普通试管及离心试管,多数以容积(mL)表示 普通试管: 10、20mL; 离心试管: 5、10、15mL。带刻度及不带刻度 试管架有铝质的及木质的	普通试管用作少量试剂的反应容器,便于观察及操作 离心试管用于沉淀分离 试管架用于放试管	普通试管可直接加热,加热后不能骤冷 离心试管只能用水浴加热
 试管夹	由钢丝或木材制成	加热试管时夹试管用	防止锈蚀或烧损
 毛刷	按大小及用途表示。如试管刷、烧杯刷等	洗刷玻璃制品及仪器	注意刷子顶端的铁丝撞破玻璃器壁

续表 1-1

名 称	规 格	用 途	使用注意事项
 烧杯	以 容 积 (mL) 大小表示, 有 25、50、100、400、500、800、1 000 mL 等	配制溶液, 溶解处理样品, 用作反应容器等	加热时应放在石棉网上, 使其受热均匀, 不可烧干
 烧瓶  三口瓶	以 容 积 (mL) 表示大小。分为平底、圆底、单口、双口、三口及四口等。容积: 250、500、1 000、2 500 mL 等	反应容器, 加热及蒸馏液体	平底烧瓶不能加热, 其他烧瓶也不能直接加热, 可采用球形电炉、加热套或各种水浴、盐浴、油浴等加热
 蒸馏烧瓶	以 容 积 (mL) 表示其大小, 有 100、250、500、1 000 mL 等	用于液体蒸馏, 也可用于少量气体发生	不能直接加热, 可采用球形电炉、加热套或各种水浴、盐浴、油浴等加热
 锥形瓶 (三角烧瓶)	以 容 积 (mL) 表示其大小, 有 50、100、250、300、500、1 000 mL 等	加热处理样品、反应容器、定量分析等	加热时置于石棉网上, 磨口锥形瓶加热时, 必须先打开瓶塞