

纺织服装高等教育“十二五”部委级规划教材

纺织精细化学品

FANGZHI JINGXI HUAXUEPIN

袁红萍 主编

东华大学出版社

纺织服装高等教育“十二五”部委级规划教材

纺织精细化学品

FANGZHI JINGXI HUAXUEPIN

袁红萍 主编

东华大学出版社

内 容 提 要

本书是为了适应纺织类精细化工专业教学改革、更好地培养纺织精细化工专业人才的需要,结合多年的教学、科研和生产实践,组织相关专业教师和企业技术人员编写的。书中有针对性地介绍了纺织工业生产过程中所涉及到的表面活性剂、染料和有机颜料、合成黏合剂、涂料及水质处理剂等内容,从产品设计、小试生产到性能检测与应用评价,融理论和实践于一体,并对精细化学品生产技术及开发程序作了阐述。

本书既可作为高职高专纺织精细化工专业教材,也可作为本科轻化工类专业的参考教材,还可为从事纺织精细化学品生产、研究和开发的技术人员提供参考。

图书在版编目(CIP)数据

纺织精细化学品/袁红萍主编. —上海:东华大学出版社,2012.4

ISBN 978-7-5669-0032-6

I. ①纺… II. ①袁… III. ①纺织工业—精细化工—化工产品—高等学校—教材 IV. ①TS101.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 059008 号

责任编辑:杜燕峰

封面设计:李 博

纺织精细化学品

袁红萍 主编

东华大学出版社出版

上海市延安西路 1882 号

邮政编码:200051 电话:(021)62193056

新华书店上海发行所发行 上海市崇明裕安印刷厂印刷

开本:787×1092 1/16 印张:11.75 字数:293 千字

2012 年 5 月第 1 版 2012 年 5 月第 1 次印刷

ISBN 978-7-5669-0032-6/TS·314

定价:29.00 元

前 言

精细化工产品(精细化学品)种类繁多,内容涉及十分广泛。目前精细化工类专业教材版本较多,但针对纺织类精细化学品教材很少。本书有别于一般泛而全的精细化工教材,满足纺织类精细化工专业高职高专工学结合、项目化教学的要求,体现学做结合的理念。本书有针对性地介绍纺织工业生产加工过程中所涉及到的精细化学品,内容涉及精细化学品生产技术及开发程序、表面活性剂、染料和有机颜料、合成黏合剂、涂料、水质处理剂等。全书内容选排以实用够用为度,采用项目引领、任务驱动的形式,行业针对性和实践操作性强,可为学生后续专业课程的学习及今后从事纺织精细化学品的小试研究和生产打下坚实的基础。

本书的导入部分、项目一~项目四由袁红萍编写,项目五由刘建平编写,其中项目二和项目四部分内容由上海东美化工费振荣高级工程师参与合作编写,项目五部分内容由亚邦化工集团常州友邦净水材料有限公司居银栋工程师参与合作编写,在此表示感谢。全书由袁红萍统稿完成。

本书既可作为高职高专纺织精细化工专业教材,也可作为其他化工类专业的参考教材,还可为从事纺织精细化学品生产、研究、开发的技术人员提供参考。

鉴于精细化学品种类多、涉及面广、理论研究和应用技术发展十分迅速,作者水平限制,书中难免有纰漏之处,恳请读者批评指正。

编 者

2012年1月

目 录

导入 精细化学品生产技术与开发程序	(1)
第一节 精细化工生产特点	(1)
第二节 精细化工单元生产技术与实验技术	(4)
第三节 精细化工过程开发及实验方法	(18)
项目一 表面活性剂的制备及应用	(24)
任务一 表面活性剂性质及复配技术	(24)
任务二 常见表面活性剂的制备	(45)
任务三 表面活性剂的应用	(52)
项目二 染料和有机颜料的制备	(65)
任务一 染料基本性质及制备原理	(65)
任务二 常见染料的制备及检测	(77)
任务三 有机颜料性质及制备原理	(92)
任务四 常见有机颜料的制备及检测	(102)
项目三 合成黏合剂的制备及应用	(107)
任务一 纺织品用黏合剂及配方设计	(107)
任务二 常见黏合剂的制备及应用	(118)
任务三 黏合剂性能检测及评价	(133)
项目四 涂料的制备及应用	(137)
任务一 涂料的基本作用及配方设计	(137)
任务二 涂料一般生产工艺	(141)
任务三 纺织品用涂料的制备及应用	(153)
项目五 水质处理剂及应用	(161)
任务一 水质指标及水处理技术	(161)
任务二 水质处理剂的种类及性能	(164)
任务三 常见水质处理剂的制备及应用	(170)
附录部分	(178)
主要参考文献	(181)

导 入

精细化学品生产技术与开发程序

教学内容

精细化工生产特点;精细化工单元生产技术与实验技术;精细化工过程开发及实验方法。

学习目标

了解精细化学品的含义、作用、分类、生产特点;掌握精细化工单元生产技术、精细化工实验室管理、常用仪器操作规范和实验技术;熟悉精细化工过程开发和实验方法。

第一节 精细化工生产特点

一、精细化学品

化工产品根据其用途和功能,可分为基本化工产品和精细化工产品。精细化工产品也称精细化学品(Fine Chemicals),是对基本化学工业生产的初级或次级化学品进行深加工而制取的具有特定功能、特定用途、小批量、多品种、附加值高、技术密集的一类化工产品。生产精细化学品的工业称之为精细化学工业(Fine Chemical Industry),俗称精细化工。

许多工业产品在生产制造过程中都涉及各种精细化学品。精细化学品几乎渗透到国民经济各个领域并占据重要地位。精细化学品与工农业生产、国防、尖端科技以及人们的日常生活密切相关,人们的衣、食、住、行几乎都离不开精细化学品,如:

(1) 衣着:棉、麻、丝、毛、合纤、皮革等生产、加工和使用过程离不开各类油剂、浆料、染料、助剂、洗涤剂、柔软剂、光亮剂等精细化学品。

(2) 饮食:粮食、蔬菜、瓜果、饮料等在其生产、加工、贮存等过程中需要农药、添加剂、保鲜剂等精细化学品。

(3) 居住:建筑、装修、家居用品,除天然材料外,所使用的材料及加工制造过程中离不开各种黏合剂、涂料等精细化学品。

(4) 交通：道路施工、交通工具等涂装需要用到各种涂料等。

精细化工很大程度上反映了一个国家的综合技术水平和化学工业的集约化程度。精细化工比率又称精细化工产值率，是精细化学品总产值与化学工业产品的总产值之比：

$$\text{精细化工产值率} = \frac{\text{精细化工产品总值}}{\text{化学工业产品总值}} \times 100\%$$

目前发达国家的精细化工率为 60%~65%。我国近 20 年来，精细化工得到很大发展，达到 40% 左右。大力发展精细化工，提高化工产品的精细化工率是化学工业发展的必然。

二、精细化学品的范畴和分类

精细化学品按制备过程中是否发生化学反应，可分为：

1. 合成精细化学品

制备过程中发生化学反应，如染料、医药、农药、助剂等中间体、原料药的合成；

2. 配方精细化学品

制备过程中不一定有化学反应发生，依据各化工原料的物理化学特性，通过一定的工艺手段，将这些化工原料特定的物理化学性能有机地组合成一体，突出其特殊的应用性能。在配方精细化学品的开发与生产过程中，配方设计和配制工艺是否科学合理将决定产品的品质，是配方精细化学品技术的核心。

精细化工产品门类繁多，随着新兴精细化工行业的不断涌现，其范围也在不断扩大。根据 1986 年我国化学工业部对精细化工产品的规定，精细化学品共分为 11 大类，它们分别是：

(1) 农药；(2) 染料；(3) 涂料(包括油漆和油墨)；(4) 颜料；(5) 试剂和高纯物；(6) 信息化学品；(7) 食品饲料添加剂；(8) 黏合剂；(9) 催化剂和各种助剂；(10) 化学药品(原料药)和日用化学品；(11) 功能高分子材料。

纺织精细化学品是专指纺织工业生产和加工过程中所用到的精细化学品或精细化工原料，主要包括：表面活性剂、染料和有机颜料、黏合剂、涂料、水质处理剂及功能高分子材料等。

三、精细化工产品的特点

精细化工的生产全过程不同于一般化工生产，一般由原料药合成、剂型加工和商品化三个生产部分组成，三者既可以在一个工厂中完成，也可以在不同的工厂生产。从精细化工的定义可归结其产品具有如下特点：

1. 具有特定功能

精细化工产品一般少量使用，就能获得极为满意的效果，如高效催化剂、表面活性剂等；与大宗化工产品不同，精细化工产品均具有特定的功能，且多数精细化工产品的特定功能消费者能直接感受。消费者对精细化工产品的需求会随着社会生产水平和生活水平的提高，不断的提出新的要求，因此精细化学品的功能性也是在永无止境的变化中。

2. 小批量、多品种

精细化工产品如医药、染料、食品添加剂、黏合剂等，这些产品用量一般都不需很大，但

对产品质量的要求很高。精细化工产品针对性强,特别是专用品和特殊配方的产品,往往是一类产品多种类型牌号。小批量和多品种的特点,决定了精细化工产品的生产通常是以间歇反应为主。

3. 采用综合性生产流程和多功能生产装置

由于精细化工产品系多品种、小批量,生产上又经常更换和更新品种,故要求工厂必须具有随市场需求调整生产的高度灵活性,在生产上需采用多品种综合的生产流程和多用途、多功能的生产装置,以便取得较大的经济效益。由此对生产管理、工程技术人员和工人的素质提出了更严格的要求。

4. 产品技术密集度高

精细化工产品需要在化学合成中筛选不同化学结构,在剂型上充分发挥自身功能与其他配合物的协同作用,通过商品化复配以更好地发挥产品的优良性能,这些过程相互联系又相互制约。

一个精细化工产品的开发一方面要求情报密集、信息快,以适应市场的需要,同时又反映在精细化工生产中技术保密性与专利垄断性强,需要多学科的相互配合和综合运用,经过大量的筛选和配方优化工作。

如开发一个新型染料或助剂,需要经过市场调研→实验室小试合成、配方→小试应用→优化→工业化生产→工业应用等阶段,一般精细化工产品的研究开发投资要求达年销售额的6%~7%。

5. 大量采用复配技术

为使精细化工产品满足各种专门要求,常采用复配技术,即按照一定的配方,将多种组分配合,再加工成粉剂、粒剂、乳剂、液剂等不同剂型。例如染料、黏合剂、涂料、农药等,通常都是由十几种组分复配而成的。因此,精细化工生产中配方通常是技术关键之一,也是专利需要保护的对象。掌握复配技术是使产品具有市场竞争能力的极为重要方面,也是目前我国精细化工的一个薄弱环节。

6. 商品性强、附加值高

附加值是指扣除产品产值中的原材料、税金、厂房及设备折旧费以后剩余部分的价值。精细化学品科研技术投入大、加工程度深、所需劳动及动力消耗高,产品附加值也相应增高。

若将化工各行业的附加值与氮肥附加值之比,作为附加值指数的话,各行业附加值指数情况比较如表1所示。

表1 各行业附加值指数情况比较

化工行业	附加值指数	化工行业	附加值指数
氮 肥	100	合成纤维	606
医药制剂	4 078	合成橡胶	423
染料、有机颜料	1 219	石油化工产品	335
塑 料	1 213	农 药	310
涂 料	732	表面活性剂	143

第二节 精细化工单元生产技术及实验技术

一、精细化工单元生产技术

精细化工生产过程一般包括：原料净化→化学反应→产品分离与纯化→复配→剂型加工→应用。

精细化工技术涵盖分子设计、工业合成、配方剂型等技术。由于精细化学品的特殊性，使其在加热、冷冻、传感、反应、分离等方面，形成了较为特殊的工业技术。

（一）模块式多功能集成生产技术

精细化学品的生产方式以间歇式生产为主，生产周期较长，包括投料、放料、加热、加压、清洗等非生产操作，操作费用及物料损耗较大。

模块式多功能集成操作技术集反应、蒸发、蒸馏、贮存、清洗等单元操作为一体，实现流程的综合性、装置的多功能化，具有较强的灵活性和适应性，既保持了间歇式操作的优点，又避免其不足，便于多个品种的更替轮换生产。

（二）分离技术

精细化工除采用结晶、吸收、吸附、过滤、离子交换、精馏及萃取等常见分离技术外，还根据需要经常采用一些特殊的分离技术。

1. 膜分离技术

膜分离是借助于膜的特定选择渗透性能，在不同压力、电场、浓度差等作用下，对混合物中的溶质和溶剂进行分离、分级、提纯和富集的过程。

常用的膜有固膜和液膜。固膜由聚合物或无机材料构成，液膜由乳化液膜或支撑液膜形成。不同的膜具有不同的选择渗透作用。

膜分离有电渗析、超过滤、反渗透等，一般在常温下进行，不发生相变化，特别适合于热敏性物质分离、大分子分离、无机盐分离、恒沸物等特殊溶液分离，在精细化工生产中有着特殊意义。

2. 超临界流体萃取技术

任何一种物质都存在三种相态——气相、液相、固相。三相成平衡态共存的点叫三相点；液、气两相成平衡状态的点叫临界点；在临界点时的温度和压力称为临界压力。不同的物质其临界点所要求的压力和温度各不相同。

超临界流体(Supercritical Fluid, SCF)是指温度和压力均高于临界点的流体，高于临界温度和临界压力而接近临界点的状态称为超临界状态。处于超临界状态时，气、液两相性质非常相近，以至无法分别，所以称之为超临界流体。

目前研究较多的超临界流体是二氧化碳，因其具有无毒、不燃烧、对大部分物质不反应、价

廉等优点,最为常用。在超临界状态下(临界温度 31.1°C , 临界压力 7.2 MPa , 临界条件容易达到), CO_2 流体兼有气、液两相的双重特点,既具有与气体相当的高扩散系数和低黏度,又具有与液体相近的密度和对物质良好的溶解能力。其密度对温度和压力变化十分敏感,且与溶解能力在一定压力范围内成比例,所以可通过控制温度和压力改变物质在其中的溶解度。

超临界流体萃取分离过程是利用超临界流体的溶解能力与其密度的关系,即利用压力和温度对超临界流体溶解能力的影响而进行的。当气体处于超临界状态时,会成为性质介于液体和气体之间的单一相态,具有和液体相近的密度,黏度虽高于气体但明显低于液体,扩散系数为液体的 $10\sim 100$ 倍,因此对物料有较好的渗透性和较强的溶解能力,能够将物料中某些成分提取出来。

在超临界状态下,将超临界流体与待分离的物质接触,使其有选择性地依次把极性大小、沸点高低和相对分子质量大小的成分萃取出来。并且超临界流体的密度和介电常数随着密闭体系压力的增加而增加,极性增大,利用程序升压可将不同极性的成分进行分步提取。当然,对应各压力范围所得到的萃取物不可能是单一的,但可以通过控制条件得到最佳比例的混合成分,然后借助减压、升温的方法使超临界流体变成普通气体,被萃取物质则自动完全或基本析出,从而达到分离提纯的目的,并将萃取分离两过程合为一体,这就是超临界流体萃取分离的基本原理。

SCF 萃取装置由萃取塔、分离器、热交换器、压缩机及其他辅助设备组成。超临界萃取的操作温度低、萃取时间短,适用于高沸点、热敏性物质的提取,广泛应用于食品行业、医药行业、石油化工、精细化工等分离、提纯和浓缩等操作过程。

(三) 极限技术

精细化工极限技术主要有超高(低)温、超高压、超高真空、超微颗粒等。如超微颗粒通常是指尺寸在 $1\sim 100\text{ nm}$ 之间的颗粒,物质颗粒的尺寸大小与其性质有关,超微颗粒在磁性、电绝缘、化学活性等方面表现出与宏观颗粒不同的性质,其表面积、表面张力、颗粒间的结合力非常大,对光有强烈的吸收力、磁性明显高于块状金属,熔点比块状金属低得多、化学活性高、具有低温超导性等特性。

(四) GMP 技术

GMP(Good Manufacturing Practice),为药品生产和质量管理规范,是制药工业产品质量保证体系中最为核心的技术。GMP 认为任何药品质量的形成是设计和生产出来的,而非检验出来的。要确保质量,令人放心使用,必须坚持预防为主,在生产过程中建立质量保证体系,实行全面质量管理。

GMP 制度内容广泛,包括人员、厂房建筑、设备、环境卫生、原料、生产操作、标签及包装、质量监视、自检、分发记录以及不良反应的申诉和报告等,在药品生产过程中,通过对每一生产操作的原始记录,采用档案的形式,对药品生产的全过程进行科学、严密的管理和控制,以保证产品质量的稳定,并能始终如一地符合医用规格及质量指标。与医药制品一样,很多精细化学品也是直接面对消费者,与消费者的健康有关,采取 GMP 技术可以有效地保证产品的质量。

二、精细化工实验室管理

(一) 精细化工实验室基本配置

精细化工实验室的基本配置应符合教育部关于“高等学校专业实验室评估标准”对合格实验室的要求,同时还应符合精细化工实验本身的特点和专业教学的要求。

1. 功能室配置

为确保精细化工实验的规范、合理,精细化工实验室应至少具有以下功能室:药品室、准备室、仪器室、学生实验室、贮气室、分析室和更衣室等。

(1) 药品室:用于存放药品、试剂等实验原辅材料,常规药品可以在一个实验室分类存放,强氧化剂、强还原剂、有毒、有害、易燃、易爆、强腐蚀药品应按规定单独存放。药品室应由专人管理,分类存放,有条件的话最好采用电脑管理,通过编号(坐标值)从电脑中迅速查到药品存放的位置和余量。药品室一般要求避光、干燥、通风良好。

(2) 准备室:是实验员为实验做准备的地方,通常与学生实验室相邻。

(3) 仪器室:存放仪器设备的地方,管理方式同药品室,专用高档仪器应由专门人员进行管理和维护。

(4) 学生实验室:是学生进行实验的场所,应配有通风、水电、实验台、基本设备仪器、消防等设施。

(5) 贮气室:放置钢瓶气体的地方。贮气室通常设在一楼,气体钢瓶应牢固地安放在阴凉、通风和远离热源或电源的地方,以免漏气和爆炸。应将空瓶区和实瓶区分开放置,并有明显标志,不准堆放其他易燃、易爆物品。氢气钢瓶至少应离电气开关 2 m,与氧气钢瓶不能同时存放;氧气钢瓶的阀门和出气口绝不可被油脂或其他易燃有机物沾污,以防燃烧爆炸。钢瓶内气体不可用尽,一般要保持瓶内压力 $9.8 \times 10^5 \sim 19.6 \times 10^5$ Pa,以免重新灌气时发生危险。内照明设备应设防爆装置,电器开关应设在室外,室内留有通道,有明显的“严禁烟火”标志,应配置消防灭火器材。

(6) 分析室:对原辅材料及实验产品进行分析的地方,应具有常规化学分析、常规仪器分析的条件,能满足精细化工实验教学分析检测的要求。

2. 实验室公共设施

(1) 实验设施:实验室应配置多功能的实验台,水、电齐全,学生实验室水、电应接到实验台面,压缩空气和真空系统到桌面或配有压缩机、真空泵等。

(2) 安全设施:实验室应通风、排风效果良好,备有药柜和药箱,放有急救药品和器具。常见药品如:医用酒精、碘酒、红药水、创口贴、烫伤油(万花油)、1%硼酸或 2%醋酸溶液、70%酒精、3%双氧水等,药品应定期更换。常见器具有:镊子、剪刀、纱布、药棉、棉签、绷带和洗眼器等。另外还应配备适量的安全帽和防毒面具。

(3) 环保设施:实验室应配有废物箱,三废(废气、废水、废渣)处理设施,并注意消毒。

(二) 实验室安全管理

1. 规章制度

学生在实训期间应遵守实验室各项规章制度,穿统一的工作服,爱护公物,注意节约水、电和药品,实验过程中保持桌面和仪器设备的整洁,严禁将食物带进实验室。

2. 安全用电

电器设备要可靠接地,一般使用三芯插座,外壳应接地,绝缘良好,不能用湿手进行操作。安装仪器设备或连接线路时,应最后接上电源;拆除实验装置或线路时,要首先切断电源。

3. 实验室消防

实验室常用的消防器材包括:

(1) 灭火砂箱:砂子能起到隔断空气并具有降温作用而灭火,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;

(2) 石棉布、毛毡或湿布:用于扑灭火源区域不大的火灾,也是扑灭衣服着火的常用方法;

(3) 泡沫灭火器:多为手提式灭火器,使用时由反应生成含 CO_2 的泡沫,泡沫黏附在燃烧物体的表面,形成与空气隔绝的薄层而灭火。由于泡沫导电,故不能用于扑救电器设备和电线的火灾。

其他灭火器材还有:四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、干粉灭火器等。使用低沸点、易燃有机溶剂时(如乙醚、丙酮、乙醇、苯等),不能直接用火加热,并应远离火源,一旦着火应用泡沫灭火器灭火。

4. 实验室环保

实验室排放的废液、废气、废渣等虽然数量不大,但不经必要的处理直接排放会对环境和人身造成危害,应特别注意以下几点:

(1) 实验室所有的药品及中间产品,必须贴上标签,注明名称,防止误用或因情况不明而处理不当造成事故;

(2) 有腐蚀性或有毒气体产生的实验,应在通风橱中进行,产生的气体必须用吸收装置吸收。发烟硫酸、氯磺酸、发烟硝酸等使用须在通风橱中进行,戴好防护眼镜和橡皮手套;

(3) 严禁在水槽内丢入任何固体废弃物,废液应分类集中回收,一般的酸碱处理应先进行中和后用水大量稀释再排放,废物垃圾投入专用的废物箱内;

(4) 实验完毕后,做好清洁工作,检查水、电、气是否关好,在得到教师同意后才能离开实验室。

5. 事故预防和处理

(1) 玻璃割伤:如为一般轻伤,应及时挤出污血,用消毒过的镊子取出碎玻璃片,再用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒后包扎;如为大伤口,应立即用绷带扎紧伤口,使伤口停止出血,再立即送医院救治;

(2) 酸、碱液溅入眼中:应立即用大量的水冲洗,若为酸液,再用质量分数为 1% 的碳酸氢钠溶液清洗,若为碱液,则再用质量分数为 1% 的硼酸溶液冲洗。重伤者经初步处理后,立即送医院;

(3) 皮肤被酸碱灼伤:皮肤被酸碱灼伤时,伤处应首先用大量的水冲洗。若为酸液灼伤,

再用饱和碳酸氢钠溶液洗。若为碱液灼伤,则用质量分数为1%的醋酸清洗。最后都用水洗,再涂上药品凡士林;

(4) 烫伤急救:被火焰、蒸汽、红热的玻璃或铁器等烫伤,立即将伤处用大量的水冲淋或浸泡,以迅速降温避免深部烧伤。若起水泡,不宜挑破;对轻微烫伤,可在伤处涂烫伤油膏或万花油;严重烫伤应及时送医院治疗。

(三) 精细化工实验室现场“7S”管理

“7S”现场管理体系,即整理(Seiri)、整顿(Seiton)、清扫(Seiso)、清洁(Seikeetsu)、素养(Shitsuke)、安全(Safety)、节约(Saving),起源于日本,因第一个字母都为S,所以称之为“7S”,是生产或实验工作场所对人员、设备、材料、方法、环境、信息等生产要素进行有效管理的方法。

1. 整理

将要与不要的东西区分清楚,并将不要的东西加以处理,是改善工作现场的第一步。对于现场不需要的物品,如用剩的材料、多余的半成品、垃圾、废品、多余的工具、个人生活用品等,要坚决清理出现场,使现场无无用之物。整理是为了消除管理上的混放、混料等差错事故,改善和增加作业面积,现场无杂物、行道通畅、防止误用、提高工作效率。

2. 整顿

通过前一步整理,对工作现场需要留下的物品进行科学合理的布置和摆放,即放置方法标准化。以便使用最快的速度取得所需之物,在最有效的规章、制度和最简捷的流程下完成作业。整顿是为了让工作场所整洁明了,减少取放物品的时间,提高工作效率,保持井井有条的工作秩序。

3. 清扫

将自己的工作环境四周打扫干净。不干净的现场会使设备精度降低、影响产品质量和工作安全,更会影响人的工作情绪。清扫可使工作者保持一个良好的情绪,并保证产品的品质稳定,达到零故障和零损耗。

4. 清洁

整理、整顿、清扫之后要认真维护,使现场保持完美和最佳状态。清洁,是对前三项活动的坚持与深入,从而消除发生安全事故的根源。创造一个良好的工作环境,使工作人员愉快地完成实验或工作。坚持“3不要”,即不要放置不用的东西,不要弄乱,不要弄脏。不仅物品需要清洁,实验人员同样需要清洁;不仅要做到形体上的清洁,而且要做到精神的清洁。清洁的过程是使整理、整顿和清扫工作成为一种惯例和制度,是标准化的基础。

5. 素养

即教养,努力提高人员的素养,养成严格遵守规章制度的习惯和作风,这是“7S”活动的核心。没有人员素质的提高,各项活动就不能顺利开展,开展了也坚持不了。所以“7S”活动,要始终着眼于提高人的素质。通过素养让每个人成为一个遵守规章制度,并具有一个良好工作素养的人。

6. 安全

清除隐患,排除险情,预防事故的发生。保障实验人员的人身安全,保证工作的连续安全正常进行,同时减少因安全事故而带来的经济损失。

7. 节约

对时间、空间、能源等方面合理利用,发挥它们的最大效能,创造一个高效率、物尽其用的

工作场所。能用的东西尽可能利用,以自己就是主人的心态对待资源,切勿随意丢弃,丢弃前要思考其剩余的使用价值。节约是对整理工作的补充和指导。

三、精细化工实验基本程序和要求

(一) 精细化工实验教学程序

精细化工的实验过程以学生为主体,充分发挥学生的主观能动性和项目实施的整体性,教师在整个环节起到组织、协调和指导作用。

1. 接受任务

指导老师在实验前向学生下发任务书。学生接受任务后,以组为单位,明确实验目标和内容,着手准备工作。任务书一般包括:实验名称、实验目标、实验内容、实验成果、实验操作要点与安全注意事项等内容。

2. 资料收集

根据任务书的要求,学生在规定时间内通过阅读教材和查找文献,获得实验原理、原料特性、实验方法、仪器设备操作规范等信息,为确定实验方案打下基础。

3. 确定方案

是整个实验工作的关键。实验方案应符合经济、合理、可行、安全原则,内容包括:原料规格及用量、仪器设备、工艺流程、检测方法及应用评价方法等。方案应递交指导老师确认。

4. 方案实施

是实验全过程的核心。学生按照方案的步骤,科学、规范、大胆、细致操作,及时观察和记录实验现象,对实施过程中遇到的问题能作出分析判断并予以解决。

5. 结果与分析

数据记录要准确、简明、形象。实验结果通常有三种表示方法,即列表、作图和经验公式。

(1) 列表:列表法简易紧凑,便于比较。表的名称要简明,必要时可在表格下方加附注,以说明数据的来源。表中的项目应包括名称及单位,可采用符号表示。表中主项代表自变量,副项代表因变量。数字要求整齐、统一、准确,注意有效数字的位数。

(2) 作图:作图法形象简明,便于直观。直角坐标作图时,通常以横轴(X轴)代表自变量,纵轴(Y轴)代表因变量。坐标的分度起点不一定为零,以使图形占满整个坐标纸。一般坐标纸的最小分格相应于实验数据的精确度。

(3) 经验公式:作图表示的数据曲线可进一步用一个方程式(经验公式)来模拟。如标准工作曲线可用最小二乘法求得拟合公式。

6. 实训报告

实训报告内容应包括:

(1) 项目名称

(2) 小组成员:实验者姓名及同组实验者,分工情况;

(3) 实训目的

(4) 实训原理:实训的理论依据和采用的实训方法;

(5) 实训材料、装置及流程:列出实训药品级别及数量、实训仪器设备规格、画出实训装

置及流程示意图等;

(6) 实训过程: 详细写明实训操作步骤、分析方法, 指出注意事项;

(7) 实训结果: 以表格或其他形式记录实训数据、现象等;

(8) 分析与讨论: 通过计算分析将实训结果, 以表格、图示等形式表示出来, 并指出存在的问题及改进方法, 最后作分析总结。

(二) 精细化工实验要求

精细化工实验是将精细化工相关理论知识转化为实践技能的必要环节, 掌握有关精细化学品实验室制备方法, 巩固和提高实验操作技能, 培养综合运用知识、分析解决实际问题的能力, 养成理论联系实际的工作作风, 培养实事求是、严格认真的科学态度与良好的工作习惯, 学会正确表达实验结果和书写实验报告, 对实验现象和结果作出合理分析及评价。

为保证实训顺利进行, 达到预期目的, 实验前要求学生必须做到以下几点:

1. 充分预习

实验前认真归纳、梳理已学理论知识, 根据任务要求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, 设计实训方案。

2. 认真操作

实验时一般小组分工合作, 注意操作规范, 仔细观察现象, 积极思考, 注意安全, 保持整洁。

3. 做好记录

每位学生准备一本实验记录本, 及时详细记录实验数据和现象, 养成随做随记的良好习惯, 以便对实验现象作出分析, 不要凭记忆补写实验记录。

4. 书写报告

实训结束后及时完成实训报告。报告力求条理清楚、文字简练、结论明确、书写整洁。

四、精细化工常用实验技术

(一) 精细化工实验常用仪器

1. 玻璃仪器

精细化工小试中最常用的仪器是玻璃仪器。实验中经常需要加热、冷却、承受一定压力、接触各种化学试剂(许多试剂有腐蚀性), 对玻璃仪器的质量及玻璃材质均有较高的要求。

玻璃仪器一般常用 95 料或 GG-17 料耐高温玻璃制造。95 料是一种低碱含量的硼硅酸盐玻璃, 具有高度良好的化学稳定性、热稳定性和机械稳定性, 常用于制造加热器皿和技术要求较高的灯工仪器。GG-17 料硅含量在 80% 以上, 内部结构稳定性较好, 具有很高的物理性能和化学性能, 由于膨胀系数低, 对温度变化的耐受性好, 用于制造加热器皿和各种灯工精密玻璃仪器。

玻璃仪器按其口塞是否具有磨口, 可分为普通仪器和标准磨口仪器两类。由于标准磨口仪器方便互相连接, 严密安全, 现普遍生产和使用, 尤其在精细有机合成实验中已经逐渐取代了普通玻璃仪器。根据标准磨口的大小, 玻璃仪器具有不同的型号, 见表 2。也有用两个数字表示磨口大小的, 比如 14/30 表示此磨口最大直径为 14 mm, 磨口长度为 30 mm。

表 2 不同标准磨口型号及对应大口直径

编 号	10	12	14	16	19	24	29	34	40
大端直径(mm)	10	12.5	14.5	16	18.8	24	29.2	34.5	40

使用标准磨口玻璃仪器时需注意:

(1) 型号相同的内、外磨口仪器可以配合连接,不同型号的磨口仪器不能直接连接,但可以使用两头型号不同的磨口转接头使它们连接。

(2) 磨口处必须洁净,用毕立即洗净,若黏有固体杂物,则使磨口对接不紧密,导致漏气。若有硬质杂物,更会损坏磨口。洗涤前应先将涂过的真空润滑脂擦尽,然后才能用洗涤剂清洗,否则长久放置,会使连接处黏牢,难于拆开。

(3) 在进行真空减压操作时,磨口处应涂以真空润滑脂,以免漏气。其他场合可不要涂润滑脂,以免沾污反应物或产物。若反应中有强碱,则应涂润滑脂,以免磨口连接处因碱腐蚀黏牢而无法拆开。

(4) 安装标准磨口仪器时,应注意安装整齐稳妥,使磨口连接处不受歪斜的应力影响,避免仪器折断。

常见的玻璃仪器见表 3。使用时,可根据需要合理选择。如器皿壁上存在有机杂物,可用有机溶剂洗涤,然后用洗涤剂溶液和水洗涤除去残留的溶剂。使用有机溶剂清洗仪器时,所用溶剂用量要尽量少,最好能使用回收的有机溶剂。若通过上述清洗工作,仍不能将顽固的黏附在玻璃仪器上的残渣或斑迹洗干净,可用洗涤液清洗,最常用的洗液是铬酸洗液(配制及洗涤方法见附录四,一般尽可能少用)。经过洗涤后的仪器,先后用自来水冲净和蒸馏水润洗后,进行干燥处理。玻璃仪器干燥最简便的方法是放置过夜,一般洗净的仪器倒置一段时间后,若没有水迹,即可使用。若严格要求无水,可将仪器放在烘箱中烘干。

表 3 常见实验室玻璃仪器的分类

类 别	仪 器 名 称	用 途
玻璃量器类	量杯、量筒、容量瓶、吸管、移液管、量瓶、酸式滴定管、碱式滴定管等	用于量取液体、定量操作液体
玻璃烧器类	烧杯、锥形瓶、圆底烧瓶、平底烧瓶、蒸发皿、表面皿等	用于实现加热、蒸发等操作
玻璃容器类	广口瓶、细口瓶、抽滤瓶、干燥器、染色缸、玻璃比色皿等	用于盛装实验药品、试剂、中间产物、产物和废物等
玻璃蒸馏类	蒸馏烧瓶、分馏烧瓶、三口烧瓶、四口烧瓶、浓缩器、旋转蒸发器	用于反应、回流、蒸馏、蒸发等
玻璃冷凝类	球形冷凝器、直型冷凝器、蛇型冷凝器、螺旋型冷凝器等	与蒸馏类配合使用
玻璃漏斗类	分液漏斗、滴液漏斗、过滤漏斗、保温漏斗、锥形漏斗等	用于分液、加料、过滤、稳压等
玻璃管件类	试管、比色管、离心管、毛细管等	用于装盛少量试样
玻璃测量类	密度计、压力计、温度计、干湿温度计等	用于测量温度、密度和湿度等

2. 电子电器类

在精细化工实验中,还会用到一些电子电器,主要有:

(1) 烘箱：实验室一般使用恒温鼓风烘箱。主要用于干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、热稳定性较好的样品。使用时注意温度的调节与控制。干燥玻璃仪器应先沥干，再放入烘箱。

(2) 电吹风：具有吹冷风和吹热风功能，用于快速干燥玻璃仪器之用。

(3) 红外灯：利用红外线加热的仪器。用于低沸点易燃液体的加热及少量样品的干燥。既安全又能克服水浴加热时水汽可能进入反应系统的问题，加热温度易于调节，升温、降温速率较快。使用时受热容器应正对灯面，中间留有空隙。

(4) 电加热套：由玻璃纤维包裹着电热丝织成帽状的加热器，由于不是明火，因此加热和蒸馏易燃有机物时，不易着火，热效率也高，相当于一个均匀加热的空气浴。电热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配，主要用作回流加热的热源。最高加热温度可达 400℃，是精细化工实验中一种简便、安全的加热装置。

(5) 搅拌器：为了使反应均匀、完全，精细化工实验中常使用搅拌器。实验室常用的搅拌器通常有：电动机械搅拌器和电动磁力搅拌器。电动机械搅拌器是一种电机驱动、机械传动式搅拌装置，通过电子变速器或外接调压变压器可任意调节搅拌速度。电动磁力搅拌器是一种靠电机驱动，借助磁力搅拌传动的搅拌装置。通常实验室用的电动磁力搅拌器还带有加热装置，常被称为磁力加热搅拌仪，既能加热又能搅拌，并且调温调速方便。

(二) 精细化工实验技术

精细化工常用实验技术包括：加热、冷却、搅拌、加(减)压、过滤、回流、蒸馏、干燥、(重)结晶、萃取、离子交换、离心分离、色谱分离、吸收等。

1. 加热

在室温下，某些反应难于进行或反应速率很慢，为了加快反应速率，通常需要加热，有机物质的蒸馏也需要加热，加热可分为：直接加热和间接加热两类。

(1) 直接加热

常用的热源包括：酒精灯、燃气灯、电热板、电炉、马弗炉、烘箱、红外线加热器等。

根据反应条件、仪器类型和介质特性进行选择。物料盛在金属容器或坩埚中时，可用电炉直接加热容器；玻璃仪器则需放置石棉网加热，吸滤瓶、样品瓶、冷凝管等仪器不能直接加热。

直接加热方式受热不均，可能会使部分物料因局部过热而分解。在选择热源时，要考虑方便、安全和经济，对易燃易爆的有机溶剂严禁用明火直接加热。

(2) 间接加热

采用不同的加热介质可以获得不同加热浴。最常用的热浴是空气浴，如电热套，还有油浴、水浴、沙浴及盐浴等。使用热浴时，被加热的容器不能触及热浴的底部或器壁，热浴的液面应稍高于被加热容器内的液面。

电热套安全方便，温度可控(室温~300℃)，加热均匀，是精细化工实验中最常用的加热设备，常用于加热、保温、回流等操作。加热温度在 100~250℃ 时，可用油浴。油浴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：石蜡、豆油、甘油、导热油等。用油锅加热时，要特别注意防止着火。当油冒烟情况严重时，应立即停止加热，万一着火，先关闭加热电器，移去周围易燃物，再用石棉布盖住油浴口，即可灭火。加热温度在室温~100℃，可用恒温水浴装置。