

轻 化 工 技术革新经验

江西省輕工业厅編
江西人民出版社

內 容 介 紹

这本小冊子里有 6 篇文章，都是介紹輕化工技术革新經驗的。它們具有同一特点，就是設備很簡單，而經濟价值却很大，在一般工厂的現有条件下可以推广。这些經驗虽然还不够完美无缺，是实验性質的，但是都获得初步成功，可作进一步研究的資料和供生产中参考。

輕化工技术革新經驗

江西省輕工业厅編

*

江西人民出版社出版

(南昌市三緯路11号)

(江西省书刊出版業營業許可証出字第 一 号)

江西新华印刷厂印刷 江西省新华书店发行

*

书号: 01224

开本: 787×1092 1/32·印張: 7/8·字數: 16,600

1958年9月第一版

1958年9月第一版第一次印刷

印数: 1-2,078

統一書号: T 15110·27

定价: (6) 一角五分

目 錄

- 一 松油醇試制.....江西省輕工业厅工业試驗所 (2)
- 二 松脂酚醛清漆的試制江西省輕工业厅工业試驗所 (7)
- 三 提取植物烤膠試驗江西省輕工业厅工业試驗所 (9)
- 四 黑麴菌的培养和脫膠方法
.....江西省輕工业厅工业試驗所 (14)
- 五 用作水泥塑化剂的碱水素試制
.....江西省輕工业厅工业試驗所 (18)
- 六 利用土碱和石灰苛化制液体燒碱 (苛性鉀)
的方法江西省輕工业厅輕工业处 (24)

松 油 醇 試 制

江西省輕工业厅工业試驗所

江西松節油產量丰富。为了合理地利用這項資源和刺激今后我省松香的生產，輕工業廳指示我所圍繞松節油进行試驗研究，合成一些品种。我們試驗松油醇就是在这一指示下进行的。松油醇的制造大体上分为二步：

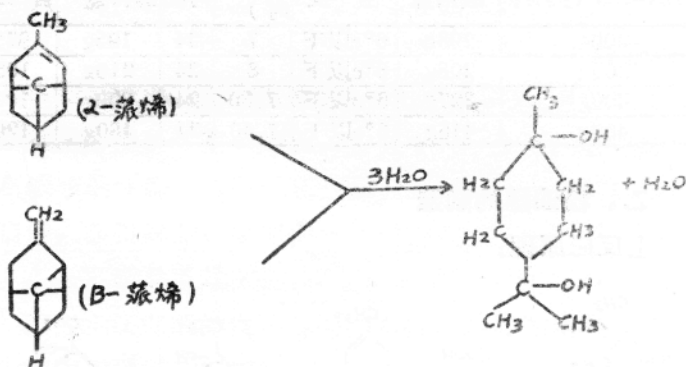
（甲）合成水合萜二醇；（乙）水合萜二醇酸化去水。

水合萜二醇，是1855年德國人蘭蘋首次發現的。根据他的報告，当时的研究只限于对医药方面的利用。制合成水合萜二醇最老的一个方法，是將松節油与25%硫酸和松樹等鋸屑一塊混合，在 20°C —— 30°C 的溫度下放置10——14晝夜，然后將結晶固体物卸入热压器，加热過濾即得。采用此法煉制，時間既長，產率又低，產品僅占松節油的15——22%。后来在这方面研究的人不少，然產率与水合時間总是成正比，產量提高甚微。近年來有人改用28%硫酸与松節油进行水合，溫度保持 28° —— 30°C 之間，攪拌七天七夜（168小时），水合萜二醇的產量达92%。这样，在產率方面虽然提高不少，但所花時間还是很長。基于上述情况，我們参考有关文献，將方法改为以50%硫酸与松節油在 5°C 以下进行加水反应，連續攪拌7——8小时，放置24小时，結果產率达到100——120%。現將我們試制情况介紹如下：

操作方法

甲、水合萜二醇的制备

1. 反应原理:



2. 產品性質及用途:

本產品為無色帶光澤稜柱狀結晶或白色粉末，微有香味，溶於水、酒精、氯仿醋酸中，熱之則升華，怕光，在干燥空氣中易風化、m、p. 115—117°C。

用途：醫藥上用作祛痰、止血、利尿劑；作合成松油醇的原料。

3. 方法：取松節油（154—165°C餾分）2,000克置於一個5立升容積的圓底燒瓶中，瓶外用冰和食鹽冷卻至5°C以下，按上攪拌器，然後慢慢地往瓶中加入50%硫酸2,082克，溫度不超過6°C，加的快慢視溫度上升的情況加以控制，反應時間（連加酸在內）大約7—8小時。然後以水沖稀至內含硫酸量約25%，放置24小時，即全部析出結晶。將結晶濾出，以5%NaOH溶液洗滌一次，清水洗滌二

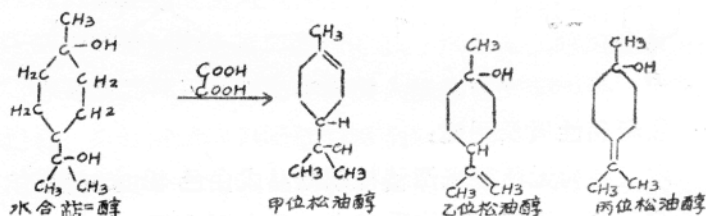
次瀉干，置于干燥器中干燥待用。

試驗情况表

松节油用量 (154-165°C餾分)	50%硫酸 用量	反應 溫度	反應時 間(小 時)	放置 時間	水合蒎二 醇得量	占松节油 百分比
200g	208g	6°C以下	7	24	195g	97%
200g	208g	6°C以下	8	24	210g	105%
300g	327g	6°C以下	7.30	24	300g	100%
400g	416g	6°C以下	7.40	24	480g	120%

乙、松油醇的制造

1. 反应原理:



2. 產品性質規格及用途:

A、成品一般具有 α 、 β 、 γ 三異構體，為無色或淡黃色粘稠液體，有紫丁香花香味（又名紫丁香花精，6P、214——224°C/760 m.m. 110——118°C/20m.m），怕見空氣（在空氣中擺久了會失去氧），須盛入磨口密封瓶中。

B、規格（出口規格，高級品）

折光 1,4825——1,4855

沸點範圍 214——224°C（不少於96%）

毫升重量20°C 0.931——0.933

C、用途：高級香料，選礦劑，印染劑，殺菌劑等。

3. 方法：——酸化去水

取 5 个立升圆底烧瓶一个，裝置迴流冷凝器，水合萜二醇与 0.5% 的草酸用量为 1 : 2，最好先將 0.5% 草酸加入在水浴鍋上加热至 60°C ，然后將此水合萜二醇加入。在 100°C 以下迴流 8 小时，將反应物用水汽帶出之后，趁热以 5% NaOH 溶液洗滌 1——2 次，最后用水洗二次（須洗至中性），用分液漏斗分离干淨，將粗品放置 1——2 天。必要时可用无水硫酸鈉干燥，进行减压分餾，收集 $110\text{—}118^{\circ}\text{C}/20\text{mm}$ 之餾分，即得成品，產率 64——66%。

4. 決定產品質量關鍵：

① 加水反应的溫度一定要控制好，超过溫度聚合反应嚴重，溫度过低不起反应。

② 攪拌速度要快，慢則反应時間延長。

③ 水合萜二醇不宜置于空气中，須存放在暗处。

④ 酸化去水后，粗品要徹底將酸洗淨，否則松油醇变回水合物；該產品只能在中性溶液中穩定。

5. 副產物的作用：分餾成品时在 $190\text{—}214^{\circ}\text{C}$ 之間的餾分，可以与碱进行皂化，做成粗肥皂使用。在 224°C 以上的黑渣子可以重新水解制成品，25% 硫酸溶液可以重新制成 50% 使用。

6. 初步总结，随着社会主义工業的發展，松油醇將無論在香料工業、医药工業、試剂工業等各方面的需要將日見增多。由于生產設備簡單，其經濟效果却不少，目前國內用量虽不多，但在努力提高質量的基礎上，可以大量制造，出口外銷。本方法我們只在試驗室試制过，得出松油醇成品，因限

于技术能力，未能进一步研究，很可能不全面。其中第一步水合反应的产物提高可能性很大，需要进一步研究，第二步酸化去水比较简单，产率基本上是稳定下来了。

松脂酚醛清漆的試制

江西省輕工业厅工业試驗所

松脂酚醛清漆的主要用途，是用做層压板及纖維模压品的粘合剂。如果用純淨的酚醛清漆，則价格較貴，而成品質量亦无異于酚醛模压塑料。我們为了將酚醛清漆普遍应用于層压板及纖維模压品的制造，我們試制了一种松脂酚醛清漆，价格低廉，而与酚醛清漆有同样的功效。試用于層压板的粘合，堅韌牢固，証明了用以粘合層压板的优越性及用以粘合纖維模压品的可能性是很大的。

(一) 原料的配比

制造酚醛清漆的主副原料計有甲酚、甲醛、氨水、松香、甲苯、乙醇及硬脂酸七种，占成份最多者为廉价的松香，因此松脂酚醛清漆比純淨的酚醛清漆成本大大降低。其配比如下：

甲 酚	188 份
甲 醛	177 份
氨 水	15 份
硬脂酸	1.2 份
甲 苯	12.5份
松 香	547 份
乙 醇	659 份

(二) 制造过程

1. 酚醛清漆的制造:

預先裝置好一只三頸玻璃瓶，中頸裝一只电动攪拌器，左頸裝一支迴流冷凝管，右頸裝一支溫度計（ 150°C ）。將此三頸瓶裝置于甘油浴上。甘油浴內懸一支溫度計（ 150°C ），用电爐加溫。

將熔融的甲酚188克（2克分子），甲醛水177克（2.2克分子）先后注入三頸瓶內，立即通冷水入冷凝管內，加热使甘油浴溫度保持在 $125\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，同时开动攪拌器。記明开始迴流時間。此时瓶內溫度达 $95-98^{\circ}\text{C}$ ，反应激烈，成沸騰狀態，反应約經45分鐘，迴流漸少。將三頸瓶离开甘油浴，任其冷却凝結。

凝結的酚醛樹脂，重置于甘油浴中，任其熔融，同时用真空泵抽低三頸瓶中气压，进行脫水。待瓶中溫度升达 80°C 时，水份已完全餾出，立即停止甘油浴加热，趁瓶中尚有余热，加入苯醇（甲苯10%乙醇90%）125公分，同时开动攪拌器，使之溶化成为黄褐色透明的酚醛清漆。

2. 松香清漆的制造:

用同上裝置的三頸玻璃瓶裝入松香547克，乙醇547克，甘油浴加热使松香溶融，同时通冷水入冷凝管中，任乙醇迴流，并开动攪拌器助其溶化，成为黄褐色透明的松脂清漆。

3. 松脂酚醛清漆的混和:

將酚醛清漆与松脂清漆以1与1之比例，加入如上裝置的三頸瓶中，充分混和，使成为黄褐色透明的松脂酚醛清漆。

提取植物烤膠試驗

江西省輕工业厅工业試驗所

一、試驗緣由：

江西多山，盛產各種植物，其中有一部分植物含有鞣質，很有利用價值。但江西還沒有建立起烤膠工廠，以往制革所用烤膠，全部仰給外地，而且大部分靠國外進口。為了充分利用本省資源，解決制革廠所需之植物烤膠問題，我所特將此列為試驗項目之一。試驗工作歷時三月。現將試驗情況介紹如后：

二、我省數種植物中所含單寧（鞣質）成分的分析：

根據一般的資料介紹，含有鞣質的植物中，我省有橡樹（即櫟樹）的樹皮和壳斗，栗樹的樹皮和壳斗，以及五倍子、紅根、薯蕷、柳樹皮、落葉松樹皮等……。為了考慮生產上的供應及產量等各方面的條件，我們認為以橡碗壳、紅根、薯蕷等為原料的生產比較合適。五倍子雖然含單寧較多，但因產量不大，而且它的用途是很廣泛，在醫藥、印染、墨水工業等方面都要用到它，因此，我們對它僅作了一般的分析和提制部分烤膠，以資參考，並未進行深入一步的研究。我們所搜集的薯蕷樣品，系省供銷合作社已報廢的干燥樣品，經初步分析，效果太低，故僅提制了少許烤膠的樣品，但已証實這種植物可以提取烤膠。對我省的紅根和橡碗壳斗

样品的搜集也很少，僅能作一次分析用，虽然到省供銷合作社設法採購了部分紅根样品，但系湖北產的，對我們僅有參考和比較價值。現將我們所搜得的含單宁植物成分的分析，列表說明如下：

样品名称	产地	分析結果				備考
		水分	不溶物	非单宁	单宁	
五倍子	本省	15.95%	24.65%	13.03%	46.37%	
橡碗壳斗	本省龙南	15.00%	60.80%	7.75%	16.45%	
紅根	本省龙南	16.00%	60.25%	4.78%	18.91%	
紅根	湖北	16.40%	59.37%	8.74%	15.49%	
說明	薯蓣样品，因存放过久，含单宁太低，故化驗結果未列上。					

三、試驗情况：

現將提制植物烤膠之工藝流程叙述如下：

原料→粉碎→浸提→淨化→蒸發→干燥→成品

在工業生產方面，原料的粉碎采用粉碎机，對紅根、橡碗壳斗，可以不經粉碎。原料的浸提采用6桶或12桶的逆流浸提器，浸提器有開口式和閉口式兩種，而目前我國烤膠提取所采用者以開口式的浸提器較多。在蒸發和干燥等方面，有真空蒸發和真空干燥器，也有轉鼓式等其他种类的干燥器。生產操作上比較容易控制。

在我們試驗室里，缺少真空蒸發器和真空干燥器，連浸提木桶也沒有做，因此我們僅以一般的仪器代替进行試驗。現將試驗过程分述于后：

1. 浸提：根据各种原料的性質不同，所采用的浸提条件也不同。我們这次的試驗是：對五倍子的浸提是用一个5000c.c. 燒杯，放入五倍子（已敲碎，并篩去虫属者）一公斤，加蒸

餾水3000c.c.,置于90——95°C水浴中,加热2小时,將浸提液濾出,再用1000c.c.热水(約30°C)洗滌之,得13°Be'的浸液2600c.c.(浸出可溶物約60%)。紅根浸液容易被氧化而產生紅粉。浸提溫度愈高,產生紅粉沉淀愈多。如溫度过低,則又不能把鞣質全部浸出,故浸提溫度和時間是一个比較重要的問題。我們曾对这一問題进行过試驗,从試驗的結果表明,浸提的溫度愈高,時間愈長,所得溶解总固体也愈多,同时產生紅粉的沉淀也愈多。浸提的溫度愈低,時間愈短,所得溶解总固体較少,紅粉沉液也較少。現將試驗情况列表如下:

試驗時間	溫度	分析結果	溶解总固体		紅粉沉淀		非单宁		单宁		備考
			60	80	60	80	60	80	60	80	
4 小时			13.33	15.10	1.80	2.775	3.093	3.566	8.437	5.759	
8 小时			17.49	19.40	2.598	3.974	4.535	4.985	10.357	10.44	
說明			薯蓣烤胶因易受氧化,于普通干燥器中干燥时,单宁受到破坏,結果降低。								

从以上試驗結果看,我們認為以80°C的溫度浸提2小时比較恰当,因此我們在提制紅根烤膠时,采用1个40×40Cm的搪磁桶,內裝紅根(切碎至5——10Cm長)4公斤,加水16公斤,另取一个10,000c.c.圓底燒瓶,作產生蒸汽用。連續加热四小时,第一小时,溫度升达40°C,第二小时升达60°C,第三、四小时,保持80°C,濾出浸液得3°Be'浸液15,000c.c.(浸出可溶物20%)。薯蓣因原料干燥,僅制得少量样品;橡碗壳斗因沒有原料,故未提制出烤膠样品。

2.淨化:五倍子浸液在空气中的氧化較慢,沉淀物較

少，故不須作任何处理。紅根和薯蕷浸液易受空气氧化，產生紅粉沉淀，而降低產量，必須采取净化处理。净化处理的方法有二种：一种是將紅粉沉淀物讓其沉淀下降后分出，用亞硫酸鈉处理；另一种方法是在加热浸提的同时，加入亞硫酸鈉作净化处理。我們在試驗过程中应采用的净化是用后一种方法，对紅粉沉淀与亞硫酸化的关系，我們未进行試驗。

3. 蒸發：我所沒有真空蒸發器，因此就利用了一个2000 c.c. 蒸餾燒瓶和真空抽气机代替，以水浴加热代替蒸汽加热，真空度 2 CmHg，溫度78—80°C，蒸發液最終濃度为 28—30°Ba'。

4. 干燥：我所沒有真空干燥箱，只得以普通干燥箱代替。將蒸餾后的膠狀溶液，鋪于白鉄皮盤上，厚約0.5Cm，置80°C干燥箱中干燥4小时而成。不过烤膠的表面層受到空气氧化，而变成黑褐色。在干燥过程中，溶液的厚度很有关系，如溶液厚度鋪成1Cm，則需24小时，尚不易达到完全干燥。

根据上述試驗，我們提取出了五倍子、紅根、薯蕷等三种烤膠样品。現將各种烤膠的成份分析如下：

烤膠名称	分 析 結 果				备注
	水分	溶解总固体	非单宁	单宁	
五倍子烤膠	14.38	82.26	24.05	58.21	
紅根烤膠	9.59	88.43	29.84	58.57	
蕷 烤 膠	12.13	87.56	46.35	41.21	

四、存在的問題：

我們这次試驗，因人力少，時間短，所以未对江西各种

含單宁植物进行全面的搜集和分析，对搜來的少量样品，也僅只够作化驗用，很难作代表性。因此对今后的研究工作，有进一步深入的必要，同时希望各專区，如遇有关含單宁植物有投入生產的价值的，請寄我所，共同研究，为建厂作出技术資料和創造条件。

黑麴菌的培养和脫膠方法

江西省輕工业厅工业試驗所

(一) 黑麴的培养方法

1. 培养基:

培养液: (czapek)

蒸溜水	1 立升
碳酸鈉	2 克
磷酸氫二鉀	1 克
氯化鉀	0.5 克
硫酸鎂	0.5 克
硫酸低鉄	0.01 克
蔗糖	30 克

先將上列藥品制成液体培养液后，再加入 1——2 % 凉菜煮沸加蛋白，除去不純物，過濾得透明液，注入試管中制成斜面供接种用。为了省事起見，可不加蛋白，但需將加了凉菜的培养液培置燒杯中，待凝固后切去底部不透明部分，再溶解裝入試管（注：試管是先已塞好棉塞，在高溫 160°C 左右殺菌一小时）。

不用人工培养液用麴浸出液也可，其方法为取良好麴一份，和水五份相混合，在 50°C 左右放置数小时，再煮沸 1——2 小时，過濾得透明液，其中含糖份应在 10——12%，

做成液体培养液，再在此液中加入 1——2 % 凉菜煮沸，亦可制得固体。培养基提取純淨培养基法与人工培养培的方法相同。

2. 培养基的殺菌：

固体培养装入管后用棉塞塞好管口，装入蒸汽殺菌器內殺菌0.5小时，每日殺菌一次，連續三日。殺菌完畢后將此已殺过菌的培养培放置二周后，檢查有无雜菌侵入，再进行接种（注：若需进行斜面培养，可在第三次殺菌后將試管斜放即得斜面培养基）。

3. 接种：

接种在无菌箱內进行（注：无菌箱应先用 2——5 % 甲醛液涂沫殺菌），用白金耳在酒精灯上燒紅殺菌，同时將管口和棉塞用酒精灯火燒殺菌，一面拔开棉塞，管口应向下，一面用白金耳取菌种，移入新的試管內，移入时应將白金耳伸入試管底部，再沿培养基面取出（即是在培养基面上划一綫），塞紧棉塞，火燒管口和塞殺菌。

4. 培养：

將接种好的試管在 23°C 左右保溫箱內培养备用（注：此菌种每月要新接种一次以保留菌种）。

5. 擴大培养：

用經殺菌后培养皿內裝面包，將試管內的黑麴孢子散布于面包上，將盖盖好，在 37°C 保溫箱內，培养 5——6 天后，面包則全部長好黑麴菌，試驗时，即可直接用此培养菌种。如需大量培养时，則可用麥麸作为培养基进行擴大培养，將培养皿中的麴种散布于麥麸上，在 37——40°C 的保溫箱