

# 应用化学实验讲义

张丹阳 张晓娟 王凤洁 贾长英 徐恒启

沈阳工业大学

二 00 七年十月

# 目录

## 第一篇 绪论

## 第二篇 实验部分

实验 01	文化污渍祛除剂的制备	6
实验 02	内墙涂料的制备	9
实验 03	洗涤剂（洗洁精）的制备	11
实验 04	磷酸三辛酯的合成	13
实验 05	邻苯二甲酸二异辛酯（DOP）的合成	15
实验 06	邻苯二甲酸三异壬酯（DINP）的合成	17
实验 07	双酚 A 的合成	19
实验 08	苯并三氮唑（BTA）的合成	21
实验 09	月桂醇磷酸酯钾盐的合成	23
实验 10	司盘-80 的合成	26
实验 11	聚乙二醇磷酸酯的合成	28
实验 12	磺基琥珀酸双十八烷基酯钠盐的合成	30
实验 13	耐蒸煮型聚氨酯胶粘剂的合成	32
实验 14	洗衣膏的制备	37
实验 15	十二醇硫酸钠的合成	39
实验 16	油酸正丁酯硫酸酯钠盐的合成	41
实验 17	免水洗手膏的制备	43
实验 18	十二烷基苯磺酸钠的合成	45
实验 19	天然皂的制备	48
实验 20	护发素的制备	50
实验 21	十二烷基二甲基甜菜碱的合成	52
实验 22	固体酒精有制备	54
实验 23	乙酸苄酯的合成	56
实验 24	$\beta$ -萘甲醚的合成	58
实验 25	羧甲基淀粉胶粘剂的制备	60
实验 26	精细化工工艺专业设计实验	64

## 第三篇 附录

附录一	酸值的测定	65
附录二	皂化值的测定	66
附录三	比重的测定	67
附录四	粘度的测定	68
附录五	折光率的测定	70
附录六	熔点的测定	71

## 第四篇 实验原始数据记录表

## 第五篇 实验预习报告

# 第一篇 绪论

## 应用化学实验基本知识

### 一、 实验室消防知识与安全用电

#### 1. 实验室消防

实验室常用的消防器材包括以下几种

(1) 灭火砂箱 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。砂子能隔绝空气并起到降温作用而灭火,但砂中不能混有可燃性杂物,并且要保持干燥。由于砂箱中存砂有限,故只能扑灭局部小规模的火源;大规模火源,可用不燃性固体粉末扑灭。

(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,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,胆外装用碳酸氢钠和发泡剂(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。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) 其它灭火器材

- ① 四氯化碳灭火器,适用于扑灭电器设备火灾;
- 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 1 2 1 1 灭火剂,适用于扑救油类、电器类、精密仪器等火灾。

#### 2. 安全用电常识

电对人的伤害可分为内伤与外伤两种,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 220~380 V、频率为 50 Hz 的交流电,人体的心脏每跳动一次大约有 0.1~0.2 s 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极大。

人体电阻分为皮肤电阻(潮湿时约为 2000 $\Omega$ ,干燥时约为 5000 $\Omega$ )和体内电阻(150~500 $\Omega$ )。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人体电阻骤然降低,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,戴橡胶皮手套等防护用具。
- ③ 安装漏电保护装置。一般规定其动作电流不超过 30 mA,切断电源时间低于 0.1 s。
- ④ 实验室严禁随意拖拉电线。

### 二、 实验室环保知识

实验室排放的废气、废渣等虽然数量不大,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,应该用吸耳球等方法吸

取：

③处理有毒或带刺激性物质时，必须在通风橱内进行，防止误用和因情况不明而处理不当造成事故；

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等。

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，必须在进行中和后用水大量稀释，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，在通风橱内进行。

### 三、 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

被酸或碱液灼伤时，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 % 的醋酸洗。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。

## 应用化学实验课的要求

### 一、实验室一般注意事项

- ① 遵守实验室的各项制度，听从教师的指导，尊重实验室工作人员的职权。
- ② 保持实验室的整洁，在整个实验过程中，保持桌面和仪器的整洁，保持水槽干净。不得将废液等倒入水槽。
- ③ 公用仪器和工具在指定地点使用，公用药品不能任意挪动，要爱护仪器，节约药品。
- ④ 实验完毕离开实验室时，应关闭水、电、气体、门、窗等。

为了保证实验的顺利进行，以达到预期的目的，要求学生必须做到如下几点。

#### 1. 充分预习

实验前要做好预习，并查阅有关手册和参考资料，掌握原料和产品的物性数据，了解实验原理和步骤。

#### 2. 认真操作

实验时要认真操作，仔细观察各种现象，积极思考，注意安全，保持整洁，不得脱岗。

#### 3. 做好记录

实验过程中，要及时、准确地记录实验现象和数据，以便对实验现象做出分析和解释。切不可在实验结束后补写实验记录。

#### 4. 书写报告

实验结束后写出实验报告，实验报告一般应包括：实验日期、实验名称、仪器药品、反应原理、操作步骤、结果与讨论、意见和建议等。报告应力求条理清楚、文字简练、结论明确、书写整洁。

# 第二篇 实验部分

## 实验 1 文化污渍祛除剂的制备

液体洗涤剂是合成洗涤剂中发展最快的，它所占的比例越来越大，品种最多圆珠笔迹去除剂便是其中的一种，这主要是因为它的生产工艺比较简单，操作方便，设备投资少，节省能源，加工成本低，产品性能好，包装漂亮等优点。它既适合机洗，也适合手洗，也适合于机械化洗涤，低温洗涤效果也较好。圆珠笔迹去除剂在使用前不需溶解，且使用方便，溶解（分散）速度快。由于它有这么多的优点，故而迅速的发展，越来越受人们的欢迎。

圆珠笔迹去除剂是人们生活中所必不可少的日用化工产品，它在合成洗涤剂中占据着重要的位置。液体洗涤剂的产生、发展为人们的生活解决了很多的困难，为人们的生活做出了巨大的贡献。液体洗涤剂总的发展趋势，就商品的形成而论，粉状产品的发展减慢，由粉状逐渐向液体、膏体、浓缩型、超浓缩型转变；就洗涤对象而论，逐渐由通用型过渡到专用型，在配方中加入各种各样添加剂，向着品种专用化发展，圆珠笔迹去除剂正是适应这种要求，达到节约资源，物尽其用，节省劳动力，提高洗涤效率的目的。预测各种专用洗涤剂将逐渐细分化、高档化、环保型。

### 一、实验目的

- 1、掌握圆珠笔迹去除剂的制备方法
- 2、掌握乳化反应的特点
- 3、掌握如何选取配方的HLB值

### 二、实验原理

在我们的日常生活中，常常会因为不小心而使圆珠笔油沾染到衣物上，像学生、文员、办公室人员，他们经常会因为不小心使衣服被圆珠笔油弄脏。

常见的圆珠笔油有三种颜色：蓝色、红色和黑色。

蓝色圆珠笔油的主要成分：蓝色可溶性染料、苯氧基乙醇、苯甲醇、烷酮树脂、羊毛脂脂肪酸聚氧乙烯甘油酯。

红色圆珠笔油的主要成分：艳红（6B）、合成胶、高沸点溶剂、低沸点溶剂、润滑剂、

黑色圆珠笔油的主要成分：碳黑和酞菁蓝、高沸点溶剂、低沸点溶剂、润滑剂（硬脂酸等）。

污垢的形成过程中，可伴随着化学反应，如氧化还原反应，就存在于漂白中，一些来自茶、啤酒、果汁的天然饮料色素的成分在漂白过程中被劈裂成无色的小分子。含蛋白酶的洗涤剂可以使得含强键的蛋白质污垢去除。

对于任何给定的洗涤方法和条件，洗涤效率取决于污垢和洗涤组分间的相互作用，甚至污垢与污垢之间的相互作用。从纤维上最难去处的污垢是颜料，如碳黑，无机盐、改性蛋白质和某些染料色素，这些污垢通常以混合污垢的形式存在。

一般把洗涤过程简化成以下公式： $F \cdot S + D = F + S \cdot D$  其中 F：代表织物，S：代表污垢，D：代表洗涤剂。

在许多情况下，在洗涤的过程中，除了漂白剂以外，洗涤剂中还存在表面活性剂、水溶性的螯合剂，近年来还有水不溶性离子交换剂等组分对污垢起着不同的作用。

污垢去除的物理作用包括表面活性剂到各种表面活性剂到各种表面的正常吸附和螯合剂在极性污垢表面的特殊性吸附，还有通过离子交换从污垢中交换钙离子，从而疏松了残留

的污垢；通过电解质效应压缩界面双电层，这些效应的综合交应促成了污垢从纤维表面的去除。洗涤剂组分在吸附到各界面上的过程中，包括以下几种作用。

空气—水界面 包括表面张力、泡沫产生的能力、膜的弹性力和膜的粘着力。

液—液界面 包括表面张力、表面粘度、乳化性、电荷情况的活性物的穿透力。

尽管在洗涤的过程中涉及的因素很多，但总的来说，洗涤活性物的吸附力越强大，吸附力越大，则该种洗涤剂效果越好。

实验步骤

### 三、实验仪器

实验仪器

仪器	规格型号
数显恒温水浴锅	HH—2
温度	0—100
量筒	20ml.50ml
烧杯	250ml.500ml
天平	JP—1000
精密增力电动搅拌	JJ—1

### 四、实验药品

实验药品

名称	类型	产地
醋酸	分析纯试剂	沈阳试剂一厂
正丁醇	分析纯试剂	沈阳市新化试剂厂
乙醇胺	化学纯试剂	上海化学试剂总厂所
斯盘—20	工业纯试剂	辽宁旅顺化工厂
十二醇硫酸钠	工业纯试剂	
三乙醇胺	工业纯试剂	
十二烷基磺酸钠	化学纯试剂	中国医药公司北京采购供应站
丙二醇	工业纯试剂	
烷基酚聚氧乙烯醚	工业纯试剂	

### 五、实验方法

实验中，配方选用的乳化剂是斯盘—20，过程为在40℃的恒温水浴中，向250ml烧杯中依次加入配方原料，即水37.5克，壬基酚聚氧乙烯19克，丙二醇6.5克，十二烷基磺酸钠7.8克，三乙醇胺4.0克，十二醇硫酸钠2.7克，斯盘—20 1.0克，单乙醇胺13.5克，正丁醇6.0克，醋酸2.0克。与此同时，边加入边搅拌，反应2小时后即得产品。

产品制备完毕后，一般要对其进行稳定性的测定，PH的测定，去污力的测定。

### 六、注意事项

- 1、反应烧杯要带夹套，避免操作过程中烧杯松动。
- 2、搅拌器接头处要连接好，防止搅拌过程中松动打破烧杯。
- 3、搅拌速度不易过快，避免产生大量泡沫，影响实验进行。
- 4、加料顺序应是先加水相再加乳化剂，最后加油相。

#### 七、思考题

- 1、配方中的药品的加料顺序如何
- 2、配方中的H L B值如何确定
- 3、如何选取乳化剂



## 实验 2 内墙涂料的制备

聚乙烯醇——水玻璃内墙涂料制法简单，原料易得，无毒无味，而且有阻燃作用，此类涂料操作方便，施工中干燥快，大量用于内墙涂装。此涂料是一种典型的水性涂料。

聚乙烯醇（PVA）是本涂料的主要成分，起成膜作用。是白色至奶黄色的粉末固体，是由聚醋酸乙烯酯经皂化作用而成的高聚物。

在工业上使用碱皂化的甲醇工艺来生产聚乙烯醇，故该皂化又称为醇解。由聚醋酸乙烯酯转化为聚乙烯醇的程度，称为皂化度或醇解度，醇解度不同的聚乙烯醇在水中的溶解度差异很大。本实验使用的聚乙烯醇，要求醇解度在98%左右。聚合度约为1700。

### 一、实验目的

- 1、学习内墙涂料的基本知识
- 2、掌握聚乙烯醇——水玻璃内墙涂料的制备方法和实验技术
- 3、掌握涂氏粘度的测定方法。

### 三、实验原理

本内墙涂料的制备和成膜原理，是利用表面活性剂的乳化作用。在剧烈搅拌下将聚乙烯醇和水玻璃充分混合并高度分散在水中，形成乳胶液，然后加入其它成分搅匀，成为产品，将涂料涂覆在内墙面上，在水分挥发之后，可形成一层光洁的，包含有填充料和其它成分并起装饰和保护作用的涂膜。

### 三、实验药品

聚乙烯醇、水玻璃（模数=3），乳化剂BL，钛白粉（300目）、立德粉（300目）、滑石粉（300目），铬黄或铬绿，轻质碳酸钙（300目）。

### 四、实验操作

1、向装有电动搅拌器，滴液漏斗和温度计的三口瓶中加入128ml水，搅拌下加入7g聚乙烯醇，用水浴加热，逐步升温至90℃，搅拌至完全溶解，成为透明的溶液，冷却降温至50℃加入0.5~1.0g的乳化剂BL，在50℃以下搅拌0.5h，再降温至30℃，慢慢滴加10g水玻璃。滴加完毕升温至40℃，继续搅拌0.5~1.0h，形成白色的胶体溶液，停止加热。

2、搅拌下慢慢加入5g钛白粉，8g立德粉、8g滑石粉，32g轻质碳酸钙和适量的铬黄或铬绿颜料，充分搅拌均匀，即可得到成品约200g。

3、测产品的粘度。

4、应用：本产品涂装前墙面要清扫干净，若有旧涂层最好将其清除，若有麻面或孔洞，可用本涂料加滑石粉调成的腻子埋补，再涂刷1—2遍可成美观的涂层。实验时间3~4h。

### 五、注意事项

- 1、水浴加热要逐步升温，而且要充分搅拌。
- 2、滴加水玻璃时要控制温度为40℃。
- 3、久置的涂料使用前要先搅匀，但不可加水稀释，以免脱粉。

### 六、思考题

- 1、聚乙烯醇要求的醇解度是多少？何为醇解度？

- 2、什么是水玻璃的模数？
- 3、内墙涂料的制备成膜原理是什么？
- 4、为什么不适当的操作能导致聚乙烯醇结块？

## 实验 03 洗涤剂（洗洁精）的制备

洗洁精（cleaning mixture）又叫餐具洗涤剂或果蔬洗涤剂，洗洁精是无色或淡黄色透明液体。主要用于洗涤碗碟和水果蔬菜。特点是去油腻性好、简易卫生、使用方便。洗洁精是最早出现的液体洗涤剂，产量在液体洗涤剂中居世界第二位，世界总产值为  $2 \times 10^6$ kt/a。

### 一、实验目的

- 1、掌握洗洁精的配制方法。
- 2、了解洗洁精各组分的性质及配方原理。

### 二、实验原理

设计洗洁精的配方结构时，应根据洗涤方式、污垢特点，以及其他功能要求，具体可归纳为以下几条：

#### 1 基本原则

- ①对人体安全无害。
- ②能较好地洗净并除去动植物油垢，即使对粘附牢固的油垢也能迅速除去。
- ③清洗剂和清洗方式不损伤餐具、灶具及其他器具。
- ④用于洗涤蔬菜和水果时，无残留物，不影响其外观和原有风味。
- ⑤手洗时，产品发泡性良好。
- ⑥消毒洗涤剂能有效地杀灭有害菌，而不危害人的安全。
- ⑦产品长期贮存稳定性好，不发霉变质。

#### 2 配方结构特点

- ①洗洁精应制成透明状液体，要设法调配成适当的浓度和粘度。
- ②设计配方时，一定要充分考虑表面活性剂的配伍效应，以及各种助剂的协同作用。如阴离子表面活性剂烷基聚氧乙烯醚硫酸酯盐与非离子表面活性剂烷基聚氧乙烯醚复配后，产品的泡沫性和去污力均好。配方中加入乙二醇单丁醚，则有助于去除油污。加入月桂酸二乙醇酰胺可以增泡和稳泡，可减轻对皮肤的刺激，并可增加介质的粘度。羊毛酯类衍生物可滋润皮肤。调整产品粘度主要使用无机电解质。

- ③洗洁精一般都是高碱性，主要为提高去污力和节省活性物，并降低成本。但PH不能大于10.5。

- ④高档的餐具洗涤剂要加入釉面保护剂，如醋酸铝、甲酸铝、磷酸铝酸盐、硼酸酐及其混合物。

- ⑤加入少量香精和防腐剂。

#### 3 主要原料

洗洁精都是以表面活性剂为主要活性物配制而成的。手工洗涤用的洗洁精主要使用烷基苯磺酸盐和烷基聚氧乙烯醚硫酸盐，其活性物的质量分数大约为10%~15%。

### 三、主要仪器和药品

电炉、水浴锅、电动搅拌器、温度计（0~100℃）、烧杯（100ml、150ml）、量筒（10ml、100ml）、托盘天平、滴管、玻璃棒。

十二烷基苯磺酸钠、脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸钠、椰子油酸二乙醇酰胺、壬基酚聚氧乙烯醚、乙醇、甲醛、乙二胺四乙酸、三乙醇胺、香精、PH试纸、苯甲酸钠、氯化钠、硫酸。

## 四、实验内容

### 1、配方

配方见附表，同学们可自选。

### 2、操作步骤

- ① 将水浴锅中加入水并加热，烧杯中加入去离子水加热到 60℃左右。
- ② 加入 AES 并不断搅拌至全部溶解，此时水温要控制在 60-65℃。
- ③ 保持温度 60-65℃，在连续搅拌下加入其他表面活性剂，搅拌至全部溶解为止。
- ④ 降温至 40℃以下加入香精，防腐剂，螯和剂，增溶剂，搅拌均匀。
- ⑤ 测溶液的酸度，用硫酸调节酸度至 9-10.5。

加入食盐调节到所需黏度。调节之前应把产品冷却到市温，调节后既成产品。

附表	洗洁精配方	质量分数 / %			
名称	配方 I	配方 II	配方 III	配方 IV	
AES-NA (质量分数 30 %)		16.0	12.0	16.0	
AES (质量分数 70 %)	16.0		5.0	14.0	
尼诺尔 (质量分数 70 %)	3.0	7.0	6.0		
OP-10		8.0	8.0	2.0	
三乙醇胺				4.0	
EDTA	0.1	0.1	0.1	0.1	
乙醇		6.0	0.2		
甲醛			0.2		
苯甲酸钠	0.5	0.5		0.5	
双十八烷基二甲基氯化铵	3.0				
壬基酚基醚 (4) 硫酸钠 (质量分数 50 %)	5.0				
丙二醇		2.0	5.0		
柠檬醇		5.0			
柠檬酸 (质量分数 20 %)	适量	适量	适量	0.3	
氯化钠	1.0		适量	1.0	
香精、防腐剂、色素	适量	适量	适量	适量	
去离子水	加至 100	加至 100	加至 100	加至 100	

## 五 注意事项

AES 应慢慢加入水中。

AES 在高温下极易水解，因此溶解温度不可超过 65℃。

## 六 思考题

配制洗洁精有那些原则？

洗洁精的酸度应控制在什么范围？为什么？

## 实验 04 磷酸三辛酯的合成

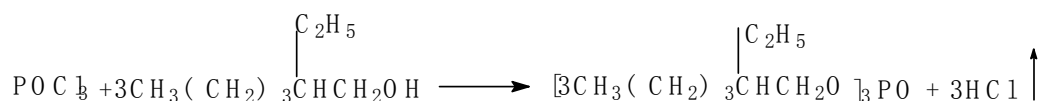
磷酸三辛酯 (trioctyl phosphate) 代号为 TOP, 本品为无色液体, 密度为 0.920 (20 °C), 水中溶解度 0.01g, 可与矿物油、汽油混溶。本品是聚氯乙烯的优良耐寒增塑剂之一, 低温性能优于己二酸酯类, 且具有防霉和阻燃作用, 热稳定性和塑化性能较差, 与磷酸三甲苯酯并用可得到改善。与 DOP 并用可得到自熄性制品。主要用于聚氯乙烯电缆料、涂料以及合成橡胶和纤维素塑料。

### 一、实验目的

1. 了解磷酸盐系增塑剂的主要性质和用途。
2. 掌握磷酸三辛酯的合成原理和合成方法。

### 二、实验原理

磷酸三辛酯由三氯氧磷与 2-乙基己醇反应制得, 反应式为



在低温下三氯氧磷与 2-乙基己醇混合后在 60°C 反应, 控制氯化氢的排除使反应进行到底。然后经纯碱中和、水洗至中性、减压蒸馏而制得。

### 三、主要仪器和药品

四口烧瓶 (250ml)、滴液漏斗 (60ml)、玻璃水泵、氯化氢吸收装置、锥形瓶 (100ml)、分液漏斗 (250ml)、烧杯 (500ml)、电热套、温度计 (0-100°C、0-300°C)、分馏装置。

三氯氧磷、2-乙基己醇、碳酸钠、氢氧化钠。

### 四、实验内容

#### 1. 合成磷酸三辛酯

将 80g 2-乙基己醇加入四口烧瓶中, 升温至 50°C 开始用滴液漏斗滴加 30g 三氯氧磷, 控温 (60±2) °C, 在 30min 内加完, 继续反应 3h。反应产生的氯化氢用质量分数 5% 氢氧化钠溶液吸收。将反应物倒入烧杯中, 用质量分数 10% 碳酸钠溶液中和至 pH 7~8。再加入 80°C 的热水水洗三次, 每次 100ml 热水, 用水分液漏斗分离。以除去水、三氯氧磷等。

#### 2. 产品分离

将磷酸三辛酯溶液加入蒸馏烧瓶中, 减压蒸馏, 将水和未反应的 2-乙基己醇蒸出, 剩余物为磷酸三辛酯。称重, 并计算收率。

### 五、注意事项

1. 注意反应装置密封。
2. 氯化氢吸收装置要防止水倒流。
3. 三氯氧磷遇水分解, 所用仪器必须干燥。

## 六、 思考题

1. 反应的四口烧瓶和滴液漏斗等反应器为什么必须干燥？
2. 合成的粗磷酸三辛酯用什么方法精制？

## 实验 05 邻苯二甲酸二异辛酯 (DOP) 的合成

常温下 DOP 为无色粘稠液体, 熔点 $-55^{\circ}\text{C}$  (常温下), 沸点  $384^{\circ}\text{C}$  (常温下), 折光率 1.4853, 闪点  $207^{\circ}\text{C}$ , 可溶于大多数有机溶剂, 微溶于甘油、乙二醇、有特殊气味。

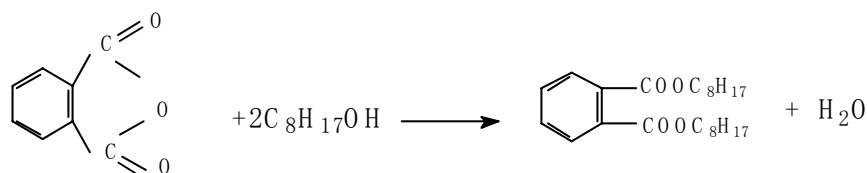
DOP 是邻苯二甲酸酯类增塑剂中最重要的品种之一, 主要用作聚乙烯、硝化纤维素、电线包皮等塑料中的增加剂。

采用间歇法制备, 配料比一般为苯酐: 2-乙基己醇为 1: 2, 硫酸为苯酐的 0.3% (wt%), 酯化同时加入总物料量 0.1~0.3% (wt%) 的活性炭, 酯化液用氢氧化钠中和、水洗、减压蒸馏, 回收过量的 2-乙基己醇, 再经脱色, 压滤, 即得成品。

### 一、实验目的

1. 学习主要增塑剂 DOP 的制备原理和掌握其制备方法。
2. 掌握酯化、减压蒸馏等单元操作。
3. 学习酯的测定方法。

### 二、实验原理



邻苯二甲酸酯是苯酐与相应的醇在硫酸或对甲苯磺酸性催化剂存在下酯化制得, 酸性催化剂的用量一般以苯酐计为 0.2—0.5% (wt%)。在反应过程中不断把酯化反应所生成的水从反应系统中除去。由于该反应是可逆反应, 当达到平衡时,  $(\text{酯})(\text{水}) / (\text{酸})(\text{醇}) = K$  (平衡常数), 不断除去水可使反应向正方向进行, 一般在反应物中加入一种能与水形成共沸物的溶剂做为带水剂。本实验采用过量醇作带水剂。现在工业催化剂的品种越来越多, 在传统的硫酸催化酯化基础上, 出现了许多催化效果更好的催化剂, 本实验用了 MS 催化剂, 同硫酸作催化剂的效果进行了比较。

### 三、主要试剂与仪器

1. 试剂: 苯酐, 异辛醇, 氢氧化钠, 活性炭, 中性乙醇, 酚酞, 硫酸, MS.
2. 仪器: 减压装置一套, 电子恒速搅拌器, 电热套等.

### 四、实验步骤

#### 1. 酯化

将 40g 苯酐, 100g 异辛醇, 0.3g 硫酸 (0.3gMS) 加入 500ml 四口瓶中, 异辛醇配比是过量的, 在反应中同时作为水的共沸剂。反应过程用电子恒速搅拌器不断搅拌, 常压下加热酯化。不在有水生成表明反应结束, 需要 3 小时。

#### 2. 中和与水洗

在搅拌下，以热的 2—5 %氢氧化钠溶液中和粗酯数次，澄清后分去碱液，在用水洗至中性或微酸性。

### 3 减压蒸馏

将粗酯吸入脱醇的四口烧瓶中进行减压蒸馏，蒸出醇和水分，经过脱醇的粗酯酸值应在 0.03

## 5. 分析实验

5.1 测酸值(方法见附录一)。

5.2 测闪点(闭口)。

5.3 测皂化值及酯含量测定。

将催化剂浓硫酸改用 MS 重复上述各步骤，比较产品的性质，反应时间。

## 五、思考题

1. 酯化反应的特点是什么？
2. 非酸性催化剂和酸性催化剂相比在制备工艺上有什么不同？
3. 硫酸催化反应可能有哪些副反应？
4. 酸性催化原理是什么？
5. 活性炭脱色原理如何？

## 六、附注

1. 苯酚有毒，应小心加药。如果苯酚沾到手上、脸上，应用水快速冲洗。
2. 减压前要严格检查减压装置的密封性。
3. 细心观察酯化第一滴水流出的时间、温度。



## 实验 06 邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP) 的合成

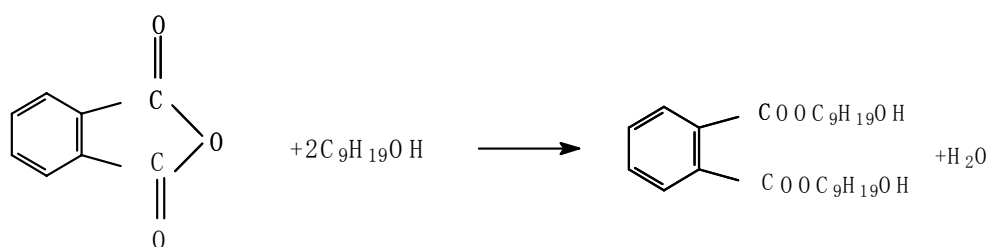
DINP 在常温下是透明油状液体, 比重 0.372 (20°C)。沸点 252°C (5 毫米汞柱), 闪点 213°C, (开口)。粘度 480 厘泊 (25°C), 折光率 1.4812 (25°C)。

DINP 是近几年发展起来的邻苯二甲酸酯类增塑剂最有发展前途的一种。本品与聚氯乙烯、氯乙烯—醋酸乙烯共聚物、聚苯乙烯等相容, 与聚乙烯醇缩丁醛聚醋酸乙烯酯、醋酸丁酸纤维素、硝酸纤维素等部分相容, 与醋酸纤维素、乙基纤维素、聚甲基丙烯酸甲酯等不相容。本品主要用作乙烯基树脂的通用型增塑剂, 具有挥发性低、迁移性小、能赋予制品良好的耐光性、耐热性、耐老化性和电绝缘性的优良性能。本品的耐水抽出性比 DOP 好。DINP 是今后 10 年当中最有发展前途的邻苯二甲酸酯类增塑剂, 它将取代 DOP 在邻苯二甲酸酯类增塑剂中的位置, 其一般性能类似于 DOP, 粘度稳定性好, 特别适合用作增塑剂。

### 一、实验目的

1. 了解 DINP 的应用, 掌握 DINP 的合成方法。
2. 掌握粘度、折光率、闪点的测定方法。
3. 加深对邻苯二甲酸酯类增塑剂的了解。

### 二、原理



投料时苯酐与异壬醇的克分子比为 1: 2.3, 硫酸用量为投料量的 0.25~0.3%(wt%), 活性炭用量占投料量的 0.1%(wt%)。酯化在减压下进行, 真空度为 700 毫米汞柱, 反应温度控制在 135~140°C。此反应是典型的酯化反应, 如果能把生成的酯或水两者中任何一个从反应系统中除去, 就能使化学平衡向正反应方向移动。为了除去酯化反应所生成水, 一般在反应混合物中加入一种能与水形成共沸点混合物的溶剂。由于一般酸的沸点比醇高, 为了便于循环使用和简化工艺, 大都使醇过量。为了缩短达到平衡所需的时间, 本反应加入了催化剂, 所用催化剂的种类如下

1. 铝的化合物, 如氧化铝, 铝酸钠, 含水 等
2. IV 族元素的化合物, 特别是原子序数 $\geq 22$  的 IV 族元素的化合物, 如氯化钛, 钛酸四丁酯, 氯化镁等。
3. 碱土金属氯化物。如氯化亚锡等。
4. V 族元素化合物, 如氯化锑, 羧酸铋等。

### 三、试剂与仪器

1. 试剂: 苯酐, 异壬醇, 氢氧化钠, 活性炭, 浓硫酸, 钛酸四丁酯, 氧化亚锡。
2. 仪器: 减压装置一套, 电热大意民子恒速搅拌器, 闪点测定仪, 阿贝折射仪等。

### 四、实验步骤

1. 准确称取苯酐 40 克, 异壬醇 81 克, 浓硫酸 0.3 克, 一起加入到四口烧瓶中, 在电子恒速搅拌器搅拌下进行减压酯化反应, 反应温度控制在  $135\sim 140^{\circ}\text{C}$ , 真空度为 700 毫米汞柱, 反应时间约 3 小时。观察出现第一滴水时的反应温度、时间。反应后得到的粗酯液用 7% 氢氧化钠溶液中和, 中和温度控制在  $70\sim 75^{\circ}\text{C}$ 。往静置分离后的粗酯液中加入 0.2 克活性炭, 在 10 mm Hg 下真空脱醇, 最终控制液相温度为  $170^{\circ}\text{C}$ 。脱醇后的酯液经压滤得成品。

## 2. 产品分析

2.1 测粘度(见附录四)。

2.2 测折光率(见附录五)。

2.3 测闪点。

3. 用钛酸四丁酯作催化剂重复述实验后, 重新考察产品的性能以及工艺流程情况。

## 五、思考题

1. 写出异壬醇的分子式及其在工业上的合成方法。
2. 促进酯化反应进行的因素有哪些?
3. 在实验中, 杂质、副产品对产品的颜色有何影响? 如何去杂质及副产品?
4. 酯值与产品性能有何关系?
5. 对本酯化反应有何建议?

## 六、附注

1. 注意控制真空度为给定值。
2. 注意表压和真空度的区别。

## 实验 07 双酚 A 的合成

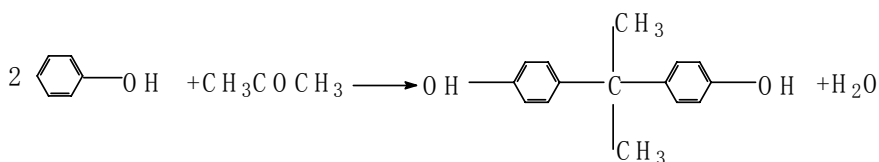
塑料、橡胶以及其它高分子材料在成型、贮存、使用过程中会发生结构的变化，逐渐地失去使用价值，这就是高分子材料的老化。为了延缓聚合物的氧化降解速度，延长高分子材料的使用寿命，通常使用抗氧化剂，即能减缓高分子材料自动氧化的反应速度的物质，双酚 A 就是抗氧化剂的一种。除此之外，它还是双酚 A 型环氧树脂、聚碳酸酯、聚酚氧及聚砜的原料，亦可作聚氯乙烯的热稳定剂、电线防老剂和农用杀虫剂的合成原料。

双酚 A 是白色粉末或片状晶体，微有苯酚气味和苦味，不溶于水，溶于乙酸，室温下微溶于苯、二甲苯甲苯，易溶于乙醇、乙醚和苛性碱溶液，熔点  $152\sim 153^{\circ}\text{C}$ ，沸点  $250\sim 252^{\circ}\text{C}$ 。

### 一、实验目的

1. 掌握双酚 A 的合成方法。
2. 了解抗氧化剂的抗氧化作用原理。

### 二、实验原理



本反应用巯基乙酸和四氯化硅，替代传统的硫酸作催化剂，同时，为了除去生成的水，使反应向生成双酚 A 的方向移动，加入了脱水剂（四氯化硅）。反应中采用甲苯作溶剂。

### 三、实验仪器与试剂

1. 仪器：电子恒速撑器，减压装置一套。
2. 试剂：苯酚，丙酮，四氯化硅，巯基乙酸，甲苯，氯化钠。

### 四、实验步骤

#### 1. 合成

在 500ml 四口烧瓶中放置 47 克苯酚，7.3 克丙酮，0.94 克四氯化硅，0.3 克巯基乙酸和适量甲苯，装上回流冷凝器（顶端安装氯化钙干燥器），在  $30\sim 40^{\circ}\text{C}$  下反应 3~4 小时。

#### 2. 精制

反应混合物冷却至  $10^{\circ}\text{C}$  以下，析出结晶后抽滤，对滤饼进行减压蒸馏，收集  $180\sim 200^{\circ}\text{C}/60\text{mmHg}$  馏分（主要为苯酚）。倒出剩余物，固化后用甲苯重结晶，最后称量并计算产率。

### 五、产品分析

测熔点（参阅附录六）。

### 六、思考题

1. 如何回收催化剂？
2. 如果玻璃仪器干燥不完全，对实验有什么影响？

3. 本实验能否用其它物质来代替四氯化硅作脱水剂？若有替代物，试写出一种。

## 七、附注

1. 本反应是在无水情况下进行，实验所用玻璃仪器必须干燥。
2. 减压蒸馏收集的  $180\sim 200^{\circ}\text{C}/60\text{mmHg}$  的馏分主要是苯酚，四口瓶中剩下的物质才是产品。

## 实验 08 苯并三氮唑 (BTA) 的合成

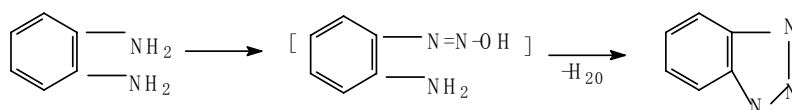
光稳定剂是能提高高分子材料光稳定性的一种物质, 它能屏蔽紫外线, 或者强烈地吸收紫外线后再通过能量转换, 把吸收的紫外线转化为热能或无害的较长波长的光释放出来, 从而使高分子材料免受紫外线破坏, 避免了光氧化。光稳定剂具有良好的光稳定性、热稳定性、无毒性和低挥发性。作为一种光稳定剂的 BTA, 具有良好的紫外线吸收能力, 因此可以保护对紫外光敏感的制品, 例如, 它可能防止重氮染料褪色, 防止纸、编织物、胶片、金属硬币等变色。

BTA 别名连三氮茛、苯并三氮杂茂、苯三唑。它是白色或浅粉色针状晶体, 在空气中逐渐氧化变为红色。它微溶于水, 溶于醇、苯、甲苯、三氯甲烷和二甲基甲酰胺, 熔点  $98.5^{\circ}\text{C}$ , 沸点  $201\sim 204^{\circ}\text{C}/15$  毫米汞柱。

### 一、实验目的

1. 掌握 BTA 的合成方法。
2. 掌握紫外光谱的测定方法。
3. 掌握熔点测定仪的使用方法。

### 二、实验原理



邻苯二胺与亚硝酸发生重氮化反应, 生成邻氨基重氮苯醋酸盐, 再进一步发生同环偶合反应, 生成苯并三氮唑。为了稳定重氮盐, 加入了过量的醋酸。

2. 高效的紫外线吸收剂, 对  $290\sim 400$  毫米的紫外线应有尽可能高的吸收系数或尽可能低的透过率。常以吸收曲线来衡量紫外吸收剂的优劣, 实验时把试样溶于溶剂中, 利用分光光度计或紫外光谱仪作出紫外光谱图, 测量光稳定剂的最大吸收波长及吸收系数, 作出吸收曲线, 即可判断光稳定性能优劣。

### 三、实验试剂及仪器

1. 试剂: 邻苯二胺, 冰乙酸, 亚硝酸钠, 正己烷, 乙醇。
2. 仪器: 电子恒速搅拌器, 电热套, 减压装置一套。

### 四、实验步骤

#### 1. 制备

在 500ml 四口烧瓶中加入 27 克邻苯二胺、30 克冰乙酸 (即 29ml), 再加入 75ml 水, 加热、搅拌使之溶解后, 将烧瓶置冰浴中, 当温度降至  $5^{\circ}\text{C}$  时, 搅拌的同时慢慢加入 19 克亚硝酸钠和 30ml 水配成的冷溶液, 反应物发生重氮化反应, 渐渐变暗绿色, 当溶液变为桔红色时撤去冰浴, 于室温下搅拌 1 小时, 然后将装有粗产品的烧杯置冰水浴中, 不断搅拌,

油状物渐渐固化，冷却 3 小时后滤出结晶，用 200ml 冰水洗涤，抽干，在 45~50℃ 下干燥后计算初产率。对粗产品减压蒸馏，将收集的 201~204℃/15mmHg 的馏分倒入 42.5ml 苯中，冷却 2 小时，析出结晶后抽滤，干燥，得产品并计算产率。

2. 测熔点（见附录六）。

3. 光稳定剂的特性试验。

取少量产品溶于正己烷中，利用分光光度计或紫外光谱仪作出紫外光谱图，测定 BTA 的最大吸收波长及吸收系数。

## 五、思考题

1. 本实验中，冰醋酸有什么作用？
2. 影响重氮化反应的因素有哪些？
3. 以 BTA 为例说明光稳定剂的光稳定原理？

## 六、附注

重氮化、偶合过程中，应严格控制反应在规定温度下进行。

## 实验 09 月桂醇磷酸酯钾盐的合成

抗静电剂是添加在树脂中或深附在塑料制品、合成纤维表面以防止静电危害的一类化学添加剂。抗静电剂的作用是使体积电阻高的高分子材料表面层电阻率降低到 10 欧姆以下，从而减轻高分子材料在加工和使用过程中的静电积累。抗静电剂一般都具有润滑作用和吸湿作用。抗静电剂能降低塑料表面的摩擦系数，因而减少了电荷的产生。从化学结构来看，抗静电剂分子结构中都有亲水基团和疏水基团，疏水基团使抗静电剂与高聚物有一定的相溶性，而亲水基团使它有一定的吸水性，从而使塑料表面形成了一个含水导电层，它起到抗静电的作用。

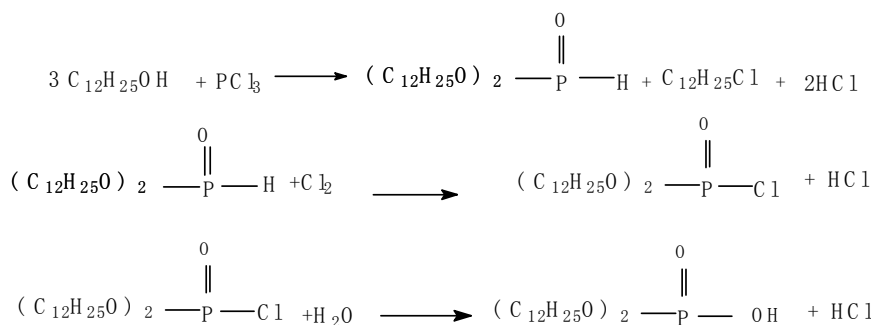
磷酸酯盐的抗静电效果很好，是纺织工业不可缺少的抗静电剂，它广泛用作纤维的油剂成分、塑料的内部抗静电剂和外部抗静电剂。

### 一、实验目的

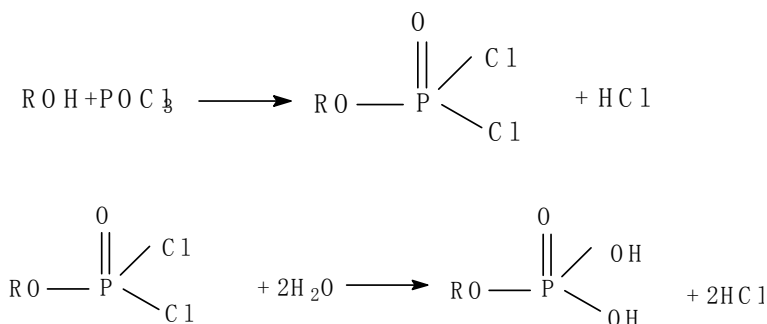
1. 掌握月桂醇磷酸酯钾盐的合成方法。
2. 了解单、双酯的不同性质以及测定方法。

### 二、实验原理

1. 用三氯化磷制备双酯



2. 用三氯氧磷制备单酯



### 三、试剂和仪器

1. 仪器：三口瓶，电子恒速搅拌器，冷凝器，分光光度计，容量瓶，漏斗等。
2. 试剂：月桂醇，三氯氧磷，三氯化磷，氯气，乙醇，氢氧化钾，硝酸，钼酸铵，浓硫酸，偏钒酸铵，中性洗涤剂，中性洗衣粉。

## 四、实验步骤

### (一) 三氯化磷制备双酯

1. 在装有冷凝器、搅拌器和温度计的三口瓶中加入月桂醇 28 克。在激烈搅拌下滴加 14 克 三氯化磷，温度控制在 30~40℃。
2. 滴完三氯化磷后，于 30~40℃ 反应 1 小时，在真空下脱出氯化氢气体，并蒸出氯代烷，最终得到二烷基亚磷酸酯。
3. 在 0~5℃ 通入稍过量的氯，反应 20 分钟后往反应物中加水 100ml。回流 2 小时。然后冷却，静置，分去水层，最后粗产品进行真空脱水。
4. 将酸性酯溶于乙醇中，再加入计量的碱，便得产品。

### (二) 用三氯氧磷制取单酯

1. 在 25℃ 条件下将月桂醇 28 克缓慢加入 28 克的 中，在减压下除去反应生成的氯化氢气体。
2. 在 25℃ 下反应 1 小时，再升温至 50℃，继续反应 5 小时。
3. 将混合物滴入过量的冷水中，在 30℃ 下水解 5 小时，然后用乙醇萃取产物。
4. 将酸性酯溶于乙醇中，再加入计量的氢氧化钾，搅拌，得到产品。

### (三) 磷酸分析

#### 1. 定性分析

1. 1 将各种洗涤剂分别配制成 0.5% 的溶液，各取 2ml 分别加入试管中。
1. 2 再分别向每支试管中加入 6N 硝酸 2ml 及钼酸铵试剂 2ml。
1. 3 将这些试管放入装有 500ml 水的烧杯中，加热煮沸 5 分钟，然后取出试管，比较黄色沉淀量。

#### 2. 定量分析

##### 2. 1 试样溶液配制

将试样约 5 克，准确称入 250ml 锥形瓶中，加入浓硫酸 10ml 和 150ml 水，平稳地煮沸 10 分钟后冷却，移至 250ml 容量瓶中，加水至标线，容量瓶中的溶液经过过渡即成为试样溶液。

##### 2. 2 标准曲线绘制

取磷酸盐标准溶液 0、1、2、3、4、5ml，分别放入 100ml 容量瓶中，各加水 50ml 和偏钒酸铵溶液 20ml 后加水至 100ml，放置 30 分钟，用空白试液作对比，使用 1cm 样品池和 420nm 单色光，在分光光度计中测各瓶溶液的旋光度，绘制出标准曲线。

##### 2. 3 测定

将 2ml 试样溶液放入 100ml 容量瓶中，加水约 50ml 和偏钒酸铵溶液 20ml，随后即进行相同条件的实验，由测出数据绘成曲线，根据曲线求出

五氧化二磷的含量：

$$\text{五氧化二磷的百分含量} = (a/1000) / [b(2/250)] \times 100 = 12.5a/b$$

式中 a 为标准曲线求出的五氧化二磷毫克数

b 为配制试样溶液的克数

## 五、思考题

1. 磷酸酯盐的溶解度与哪些因素有关？



2. 反应温度对制备磷酸酯有何影响？为什么变为不超过 100℃为宜？

## 六、附注

单酯制备时间要控制在 5 小时。

## 实验 10 司盘—80 的合成

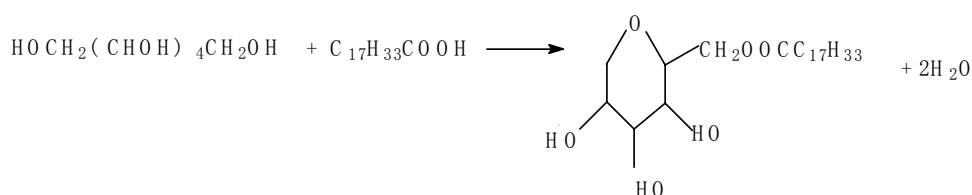
(适合实验室中的模拟中试)

司盘—80 (span - 80) 是合成吐温—80 的中间体, 也是一种亲油性能较强的非离子型表面活性剂。化学名: 失水山梨醇单十八烯—(9)—油酸酯或山梨醇糖酐单十八—(9)—油酸酯。山梨醇是由葡萄糖加氢制得, 来源广泛, 是生产多元醇酯类表面活性剂的重要原料, 山梨醇与脂肪酸反应的过程中, 既发生分子内的失水形成醚键, 同时也发生酯化反应, 得到失水山梨醇酯, 因此失水山梨醇脂肪酸酯(司盘—span)及其环氧乙烷化合物(吐温 tween)是重要的商品表面活性剂。失水山梨醇酯不溶于水, 在许多情况下限制了它的使用, 但它与其它水溶性表面活性剂复配, 却具有良好的乳化性能。

### 一、实验目的

1. 掌握一种非离子表面活性剂 (span - 80) 合成原理及工艺条件。
2. 了解非离子表面活性剂的鉴别方法。

### 二、实验原理



### 三、实验仪器与试剂

#### 1. 实验仪器

减压装置, 100 升蒸馏锅, 搅拌装置, 50 升蒸馏锅, 脱色锅。

#### 2. 实验试剂

油酸, 山梨醇, 氢氧化钾, 活性炭, 双氧水, 漂土。

### 四、实验步骤

#### 1. 原料的精制

1. 1 将工业用油酸 60 千克置于 100 升蒸馏锅内进行减压蒸馏, 收集 190~235℃/0.09 兆帕之间馏分, 即得淡黄色或无色的精油酸。

1. 2 将山梨醇 20 千克(折纯量)置于 50 升蒸馏锅内蒸去水分, 得浓度为 70~80%的山梨醇。

#### 2. 酯化

2. 1 将精制的油酸 50 千克及浓缩的山梨醇投入酯化锅内, 再加入 50 克氢氧化钾。

2. 2 在搅拌下对反应物进行减压升温, 于 205℃±5℃/0.09 兆帕条件下, 反应 7 小时。

2. 3 待反应物冷却, 放置 24hr, 分去黑色胶状物, 将上层澄清液抽入脱色锅内。

2. 4 加热至 65℃, 加入 4%活性炭及 4%漂土, 继而在搅拌下于 80℃脱色 1hr。

2. 5 过滤, 在滤液中加入双氧水 500ml, 于 65℃搅拌半小时, 再升温至 85℃脱水 1 小时。

2. 6 最后升温至 105~110℃保温 5hr，即得司盘-80 精品。

## 五、产品分析

1. 测产品的表面张力。
2. 测产品的泡沫高度。
3. 测产品的酸值（参阅附录一）。

## 六、思考题

1. 在此合成实验中产生哪些副产品？其中哪些是主要副产品？
2. 副产品有哪些特点？对产物的 HLB 值是否有影响？
3. 在合成司盘-80 过程中，除须采取保证酯化反应顺利进行的措施外，还必须注意什么？

## 实验 11 聚乙二醇磷酸酯的合成

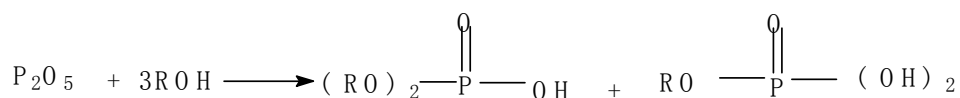
磷酸酯类表面活性剂是一种重要的阴离子表面活性剂。大多数磷酸酯是芳香的琥珀色粘性液体或浆状物，一般都个有润湿、去污、溶解、乳化、降低表面张力、发泡、防尘、抗静电、润滑、防腐蚀、分散和抗污垢再沉积等许多重要性质。此外，具有良好的酸碱稳定性、优良的热稳定性、很高的耐电离子性，在碱性溶液里还有良好的溶解性、配伍性，所以磷酸酯具有很广泛的用途。

### 一、实验目的

1. 掌握聚乙二醇磷酸酯的合成方法。
2. 了解用混合指示剂法测定高碳醇磷酸酯中单、双酯及磷酸含量的方法。
3. 掌握利用罗氏泡沫仪测定泡沫性能的方法。

### 二、实验原理

脂肪醇与五氧化二磷反应通常生成单酯和双酯的等摩尔混合物，并有极少量的三酯生成。



### 三、实验仪器与试剂

#### 1. 实验仪器

电子恒速搅拌器、电热套、水浴、三品瓶、温度计（0~100℃）、升降台、容量瓶、罗氏泡沫仪等。

#### 2. 实验试剂

聚乙二醇（PEG）1500，五氧化二磷，无水乙醇，催化剂，甲苯，氢氧化钠，氯化钙，溴甲酚绿，酚酞。

### 四、实验步骤

1. 称取聚乙二醇（PEG1500）70克，加热溶解后投入 250ml 三口瓶中。
2. 用带盖的表面皿称取五氧化二磷 2.21 克。
3. 在 45℃ 剧烈搅拌下，分批均匀地加入五氧化二磷于三口瓶中。
4. 加入适量的催化剂（约占投料量的 0.1~0.2%）。
5. 剧烈搅拌（20~30 分钟），使 逐渐溶解。
6. 将反应物升温至 80~90℃，反应 5 小时后即得成品。
7. 将产物冷却至略高于熔点，然后倾出、称重、进行分析。

### 五、产品分析

1. 用混合指示剂法测定高碳醇磷酸酯中单、双酯及磷酸含量。

#### 1. 1 操作步骤

精确称取产品 1.2 克于 250ml 三角烧瓶中，加入 20 毫升无水乙醇。微热产品，使之溶解，冷却后加入 20 毫升甲苯、摇匀、加入溴甲酚绿指示剂三滴，用 0.5N NaOH 滴定到样

品呈兰绿色,耗去毫升数记为  $V_1$  , 再加入酚酞指示剂三滴, 继续滴定至青紫色, 耗去毫升数记为  $V_2$  , 然后加入 6 毫升 10% 氯化钙溶液、摇均, 溶液呈兰色, 最后用 0.5NNaOH 标准溶液滴定至青紫色, 达到终点, 耗去毫升数记为  $V_3$  。

1. 2 计算

$$\text{双酯 \%} = (v_1 - v_2) / v_1 \times 100 \%$$

$$\text{单酯 \%} = (v_2 - v_3) / v_1 \times 100 \%$$

$$\text{游离磷酸 \%} = v_3 / v_1 \times 100 \%$$

$$\text{总酸值} = (V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times 56.1) / W \quad (\text{mg/g})$$

式中

$v_1 - v_2$  耗用在双酯上的 NaOH 毫升数

$v_2 - v_3$  耗用在单酯上的 NaOH 毫升数

$v_3$  耗用在游离磷酸上的 NaOH 毫升数

$$v_{\text{NaOH}} = (v_1 + v_2 + v_3) \text{ ml}$$

2. 用罗氏泡沫仪测定产品泡沫性能。

## 六、思考题

1. 磷酸酯化反应为什么要求在尽可能的温度下进行? 会伴随哪些副反应?
2. 为防止产物颜色过深, 可采取何种办法?
3. 磷酸酯在水或水蒸汽存在下会水解, 采取哪些措施可以降低水解速度?

## 实验 12 磺基琥珀酸双油酯钠的合成

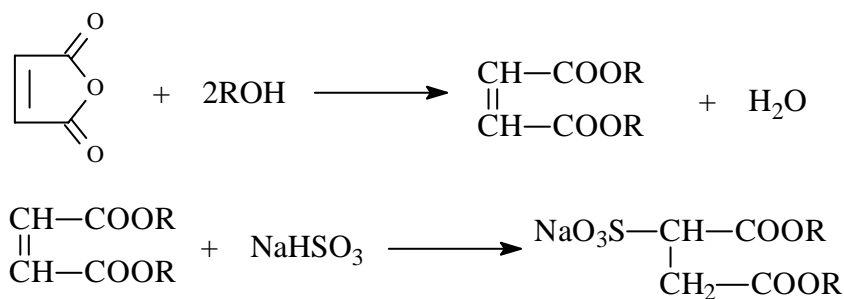
磺基琥珀酸酯钠盐系列表面活性剂因在水中电离成阴离子而属于阴离子表面活性剂。最早的工业产品之一是磺基琥珀酸二辛酯钠，在美国商品名为 Aerosol OT，作为性能优良的工业用渗透剂和分散剂至今仍被广泛使用。磺基琥珀酸双十八油酯钠盐 (SDSS) 是磺基琥珀酸酯钠盐系列产品的一种，是重要的双酯类表面活性剂，有极好的润湿性，不仅可用于纺织工业，通过在有机溶剂中形成反胶束，在分离提取蛋白质领域展现了较好的应用前景。

### 一 实验目的

- 1 掌握磺基琥珀酸双十八油酯钠盐的合成方法。
- 2 了解酸值、阴离子活性物含量及产品性能的测定方法。

### 二 实验原理

SDSS 的合成由酯化和磺化两步反应组成。化学反应式如下：



式中 ROH 为  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CH}_2\text{OH}$ ，酯化反应中加入催化剂。

### 三 试剂和仪器

- 1 试剂：油醇、顺丁烯二酸酐、对甲苯磺酸、无水亚硫酸氢钠、乙醇、氯仿、新洁尔灭等。
- 2 仪器及装置：连续可调控温电热套，电子恒速搅拌器，减压装置一套，表面张力仪等。

### 四 实验步骤

#### 1 酯化反应

在装有温度计和分水回流装置的四口瓶中，按醇酐摩尔比 2.20:1，催化剂用量 1%（占顺酐质量）加入一定量的油醇、顺丁烯二酸酐及催化剂，在减压下加热搅拌酯化反应，20min 内温度升高到预定温度，保持此温度（反应温度 120℃，真空度为 2.67kPa）并开始计时，每隔 0.5h 取样，用 0.2 mol/L 的氢氧化钠-乙醇溶液滴定，分析酸值，并计算酯化率。也可根据反应的出水量计算酯化率。反应最终的酯化率控制在 95%即可，少量未反应的单酯产物经中和成盐（单酯钠盐）后用作磺化反应的相转移催化剂。（酯化反应时间约 2.5~3.0 h）。

#### 2 磺化反应

取酯化产物，用 30%氢氧化钠-水溶液中和至 pH=7，可观察到单酯钠盐的絮状沉淀，按亚硫酸氢钠:顺酐=1.05:1（摩尔比）称取亚硫酸氢钠，用一定量水（水与双酯质量比为 0.8:1）将亚硫酸氢钠配成溶液，加入到盛有酯的四口瓶中，并装上温度计和回流装置，减压条件下 30min 内温度升高到 110℃，保持此温度进行磺化反应并计时，每隔 0.5h 取样 1mL 置于 50mL

水中,轻轻搅动后观察漂油情况并测定 pH 值,至无明显漂油和 pH=7~8 时,即为反应终点(磺化反应时间约 3.0~3.5 h)) 通过检测样品活性物质量分数来计算反应的磺化率。产品经萃取,蒸出溶剂后得到白色半固体。

### 3 产品分析

分析产品酸值、阴离子活性物质量分数,分别根据酸值、计算酯化率和磺化率,并进行熔点测定。

$$\text{酯化率} = (1 - X/Y) \times 100\%$$

X: 反应某时刻酸值; Y: 反应的初始酸值。

磺化率=阴离子活性物质量分数的测定值/阴离子活性物质量分数的理论值。

## 五 思考题

- 1 SDSS 属哪类表面活性剂,用化学方程式写出其合成过程。
- 2 本实验中的磺化反应机理属于哪种类型?
- 3 工业上常用的酯化催化剂有哪些类型?

## 实验 13 耐高温蒸煮型聚氨酯胶粘剂的合成与应用

随着食品工业的蓬勃发展，软包装占有越来越重要的地位，而软包装的质量不仅与所用包装材料的性质密切相关，还紧紧依赖于胶粘剂的性能。它要求胶粘剂具有良好的柔韧性，耐腐蚀性，抗水性，耐高温性，耐食品酸、碱腐蚀等等。

蒸煮胶主要用于制造高温蒸煮袋。据中国食品工业协会专家预测，方便化、工程化、功能化、专用化和国际标准化食品将是 21 世纪食品工业发展的大趋势。方便化主要是方便面、米饭、粥、面包等以及方便畜肉、蓄肉、水产品、蛋、菜等熟食制品的生产。其中许多在制作时将半熟/熟食品装入复合薄膜包装袋内，抽真空或充氮气，封口后于高温蒸煮消毒 20-70min，可不用添加剂，使食品最大程度地保持色、香、味和营养价值，深受消费者青睐，可见耐高温蒸煮胶市场前景广阔。

### 一、实验目的

1. 掌握耐高温蒸煮胶粘合剂的合成原理和方法。
2. 了解固化剂的制备工艺。
3. 掌握耐高温蒸煮胶粘合剂的分析检测方法。

### 二、实验原理

工业上生产聚酯多元醇的生产方法，其原理基本相同。第一阶段把羧酸与二元醇加入反应器中，迅速加温进行脱水。第二阶段，进一步加热进行缩聚反应，除去过量的二元醇和副产物。

### 三、原料与仪器

对苯二甲酸二甲酯，乙二醇，新戊二醇，催化剂，己二酸，间苯二甲酸，癸二酸，偏苯三酸酐，吡啶，甲苯，乙醇，酚酞，邻苯二甲酸酐，氢氧化钠（上述试剂均为分析纯），蒸馏水，TMP（三甲醇丙烷），乙酸乙酯，邻苯二甲酸二甲酯，乙二胺，壬二酸，甲苯二异氰酸酯 TDI（80/20），1, 4-丁二醇，二正丁胺，耐高温复合薄膜。

HV-1 型标准真空搅拌器，KMD 连续可调控温电热套，JP-1000 架盘物理天平，分析天平，布氏漏斗，杯-4 粘度计，磁力加热搅拌器。

### 四、实验方法

聚酯多元醇的合成

#### （1）酯交换反应。

将对苯二甲酸二甲酯 16.17 g，乙二醇 12.4g，新戊二醇 17.3 g，及催化剂 0.009g，依次加入反应釜（500ml 四口烧瓶）；先通入氮气，对反应器及空管中的氧气及其它气体进行吹扫，然后关小氮气通入量；启动搅拌器，使之均匀混合；缓慢升温以免局部过热，当温度到达 160℃开始进入酯交换反应温度；控制温度在 160℃—200℃；温度达到 170℃反应器内开始出现回流；温度 190℃时有馏出物，经测定为甲醇，此时出口温度为 68℃；反应大约



2 个小时后, 可以蒸出理论值为 95% 的甲醇, 实际收集甲醇量为 93.6 %至此, 酯交换反应阶段结束。

### (2) 酯化反应

在以上步骤完成后, 分别加入间苯二甲酸 13.8g, 于 200℃—220℃进行反应蒸出反应生成的水, 再加如壬二酸 33.6g, 继续搅拌; 缓慢升温至 180℃, 开始进入酯化反应温度阶段; 控制温度 180℃—200℃, 温度达到 180℃, 反应器内又开始有回流。于 200℃—220℃进入酯化反应; 时时监测酸值, 当酸值为大约 20 时, 酯化进程完毕, 反应时间大约为 2 个半小时。至此, 酯化反应阶段结束。

### (3) 减压缩聚反应

将反应器慢慢减压(利用缓冲瓶的空气调节阀来控制减压程度)于 220℃—230℃缩聚 1 小时后再最大程度减压。同时关小氮气通入量, 但是不关闭, 压强稳定后, 关闭氮气通入, 温度控制在 200℃—220℃。在此温度内进行缩聚反应。缩聚 3 个半小时左右, 制得两端基为羟基的聚酯多元醇。时时监测其羟值及酸值, 当测得的样品的羟值为 10, 酸值为 0.5 的时候, 缩聚反应完成, 至此, 缩聚反应阶段结束。

## 2 (对苯二甲酸二甲酯—间苯二甲酸—壬二酸—乙二醇—新戊二醇—环氧树脂) 主剂的合成

将以上反应得到的聚酯多元醇 50 克, 溶解于 67 克醋酸乙酯中, 加入苯酐 2 克、磷酸 0.1 克、环氧树脂 (Epikote 1002) 15 克, 于 60℃加热搅拌 4h, 制得固含量为 50%粘稠液(主剂)

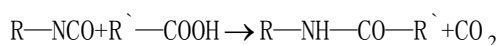
## 3 异氰酸酯固化剂的合成

异氰酸酯化合物与醇类化合物的反应, 是聚氨酯合成中最常见的反应, 也是聚氨酯胶粘剂制备和固化过程最基本的反应, 反应式如下:



异氰酸酯与醇类(含伯羟基或仲羟基)的反应产物为氨基甲酸酯, 多元醇与多异氰酸酯生成聚氨基甲酸酯(简称聚氨酯, PU)

异氰酸酯与羧酸的反应, 这类反应比较少见, 不过在含—COOH 聚酯体系或含侧羧基的离聚体体系中, 过量的异氰酸酯可与羧基反应:



芳香族异氰酸酯与羧酸在室温下反应, 主要生成酸酐、脲和二氧化碳。



异氰酸酯固化剂的合成步骤:

将反应釜内加 24.65kg 甲苯二异氰酸酯 TDI (80/20) 和 21.2kg 醋酸乙酯及一定量的 1,4-丁二醇, 开动搅拌器, 升温至 50—90℃反应, 滴加预先熔融的三羟甲基丙烷 TMP6.0kg, 控制滴加温度 65—70℃, 1h 滴完, 并在 70℃保温 1h。冷却到室温, 制得外观为浅黄色的粘稠液, 产率为 98%。其间每隔半小时测一次 NCO 含量(%)值, 当产物的 NCO 含量和粘度达到我们预定的指标时, 然后降温出料备用。用乙酸乙酯配制成固含量为 50%的溶液。

## 4 耐高温蒸煮型聚氨酯胶粘剂的应用与检测

#### 4. 1 酸值测定

操作步骤：准确称取 4-10g 样品，加入 30ml 甲苯-乙醇（2/1）溶液，充分摇动使样品溶解。对于溶解缓慢的高分子量聚酯样品，可用丙酮或甲乙酮温热溶解之。加 3-5 滴 1% 酚酞指示剂，用 0.1mol/L 标准 NaOH 或 KOH 溶液滴定到出现桃红色 15s 内不褪色为终点。并做空白实验。

$$A_v = \frac{56.1c(V_s - V_0)}{m}$$

式中：

$A_v$ -----为样品的酸值（mgKOH/g）

$V_s, V_0$ ----分别为滴定样品和空白滴定所消耗的碱液体积（ml）

$C$ ---为标准 NaOH 溶液的浓度（mol/L）

$m$ ---为称取样品的质量（g）

56.1----为 KOH 的摩尔质量（g/mol）

实验平行做两份，取两次试验结果的平均值为最终结果。

#### 4. 2 羟值测定

苯酐-吡啶法

操作步骤：用分析天平精确称取样品 2-4g，加入磨口锥形瓶，用移液管加入 10.00ml 苯酐-吡啶酰化剂，在磨口锥形瓶瓶口处用吡啶湿润，接上回流冷凝管。将酰化瓶用油浴或电热包加热，在 115℃ 下回流，酰化反应 1-1.5h 后，取出瓶子，冷至室温，用适量吡啶（例如 10ml）冲洗冷凝管及瓶口处，加 10ml 蒸馏水摇晃数分钟，使过量的苯酐水解。加 5 滴 1% 酚酞指示剂，用 0.5mol/L 标准 NaOH 溶液滴定至桃红色，保持 15s 不褪色为终点。另做空白试验（除了不加样品，其他条件相同）。

$$Q_v = \frac{56.1c(V_0 - V_s)}{m}$$

式中： $Q_v$ ----为样品的羟值（mgKOH/g）

$V_0, V_s$ ----分别为空白实验及样品测定所消耗的碱液体积（ml）

$C$ -----为标准 KOH 溶液的浓度（mol/L）

$m$ ----为称取样品的质量（g）

56.1----为 KOH 的摩尔质量（g/mol）

实验平行做两份，取两次试验结果的平均值为最终结果。

#### 4. 3 由羟值计算分子量

在聚氨酯胶粘剂制备时,为了直观或方便计算,经常需要知道低聚物多元醇的分子量。分子量可由凝胶渗透色谱(GPC),气相渗透色谱(VPO)等仪器方法测定,不过最普遍采用的方法是由所测定的羟值计算。

$$M_r = \frac{56.1 \times n \times 1000}{\text{校正羟值}}$$

式中,  $M_r$  为多元醇的相对分子质量,  $n$  为羟基的官能度; 校正羟值=羟值+酸值。

#### 4. 4 预聚体中 NCO 基含量

操作步骤: 准确称取 3g 左右的样品于干净锥形瓶中, 加入 20ml 无水甲苯, 使样品溶解, 用移液管加入 10.0ml 二正丁胺-甲苯溶液, 摇晃使瓶内液体混合均匀, 室外温放置 20-30 min, 加入 40-50ml 异丙醇(或乙醇), 以几滴溴甲酚绿为指示剂, 用 0.5mol/L HCl 标准溶液滴定, 当溶液由蓝色变黄色为终点。并做空白实验。

$$w_{NCO} = \frac{(V_0 - V_s) \times c \times 42}{1000m} \times 100\%$$

式中:

$V_0, V_s$ ---分别为空白滴定和样品滴定消耗盐酸标准溶液的体积 (ml)

$C$ ---为盐酸溶液的浓度 (mol/L)

$m$ ---为取样量 (g)

42---为 NCO 基的摩尔质量 (g/mol)

实验平行做两份, 取两次试验结果的平均值为最终结果。

#### 4. 5 粘度的测定

涂 4 杯法 涂 4 杯法粘度计一般用于测定低粘度液体(如涂料)的粘度, 在工业上有时也用于测定低中粘度胶粘剂的粘度。涂 4 号杯是一种由塑料或金属制成具有规定容积(100ml)的厚壁漏斗, 上部为圆柱形, 下部为圆锥形, 锥形底部有漏嘴, 漏嘴孔直径为 4mm, 孔长为 4mm。将涂 4 粘度杯水平安置在托架上, 下面放一只烧杯。用手指堵住漏嘴孔(或用球形阀控制漏嘴开与关), 将胶粘剂试样倒满涂 4 号杯, 使液面与杯上边缘相平。突然移开手指(或打开阀门), 使胶粘剂流出, 并同时按动秒表, 当胶粘剂基本流完, 液流中断, 并再滴下一滴时, 按停秒表。记录胶粘剂从杯中流出所需的时间, 即为粘度数据, 以 s(秒)为单位。

具体做法如下:用纱布蘸溶剂将粘度计内部擦拭干净, 在空气中干燥或用冷风吹干,

对光观察粘度计漏嘴应洁净，调整水平螺钉使粘度计处于水平位置，在粘度计漏嘴下面放置 150ml 的搪瓷杯，用手堵住漏嘴孔，将试样倒满粘度计中，用玻璃棒将多余的试样和气泡刮入凹槽，然后松开手指使试样流出，同时开动秒表，当试样流丝中断时停止秒表，记录的时间即为试样的粘度值。实验要进行 2-3 次，且两次测定值之差不应大于平均值的 3%，实验在  $25 \pm 1^\circ\text{C}$  条件下进行。

#### 4. 6 应用

大多数聚氨酯胶粘剂在粘接时不立即具有较高的粘接强度，还需进行固化。所谓固化就是指粹态胶粘剂变成固体的过程，固化过程也包括后熟化，即初步固化后的胶小剂中的可反应基团进一步反应或产生结晶，获得最终固化强度。对于聚氨酯胶粘剂来说，固化过程是使胶中 NCO 基团反应完全，或使溶剂挥发完全、聚氨酯分子链结晶，使胶粘剂与基材产生足够高的粘接力的过程。聚氨酯胶粘剂可室温固化，对于反应性聚氨酯胶来说，若室外温固化需较长时间，可加催化剂促进固化。为了缩短固化时间，可采用加热的方法。加热不仅有利于胶粘剂本身的固化，还有利于加速胶中的 NCO 基团与基材表面的活性氢基团相反应。加热还可使胶层软化，以增加对基材表面的浸润，并有利于分子运动，在粘接界面上找到产生分子作用力的“搭档”。加热对提高粘接力有利。

双组分聚氨酯胶粘剂是由含羟基基团—OH 组成的主剂和以含异氰酸酯基基团—NCO 组成的固化剂组成。使用时将主剂和固化剂按一定比例混合均匀，经化学反应进行分子扩链后形成高分子量双组分聚氨酯胶粘剂的聚合物。双组分聚氨酯胶粘剂是通过主剂和固化剂混合后，发生化学反应形成大分子聚合物（固化）进行粘接，这一过程所需时间较长，常温下一般需要 48h。固化后蒸煮，测定剥离强度。

### 五、思考题

1. 双组分聚氨酯胶粘剂的组成如何？
2. 耐高温蒸煮型聚氨酯胶粘剂的应用与检测方法有哪些？

## 实验 14 洗衣膏的制备

洗衣膏 (detergent paste) 又名浆状洗涤剂, 是一种膏状洗衣用品。洗衣膏外观为白色或着色细腻膏体。要求固体物质分数在 50%~60%, 贮存稳定性好, 40 度以下贮存 48h 不分层, 质量分数 1%, 水溶液 PH 小于等于 10.5, 去污力大于指标洗衣粉。由于洗衣膏生产设备简单, 节约能源, 使用方便而受到很大重视, 产品发展较快。

### 一、实验目的

- 1 掌握洗衣膏的配制方法。
- 2 了解洗衣膏中各组分的作用。

### 二、实验原理

洗衣膏由起降低表面张力及起渗透, 乳化等作用的表面活性剂和助洗剂组成, 助洗剂有抗污垢 再沉积剂, PVP, CMC, CMS。软水剂, 三聚磷酸钠, 柠檬酸钠等组成。硅酸钠与碳酸氢钠反应产生胶态二氧化硅, 使膏体粘稠, 无机盐吸收水分对膏体粘度也有很重要的作用。典型配方如下:

名称	质量分数/%
烷基苯磺酸钠	10
脂肪醇聚氧乙烯醚 (AE09)	3
脂肪醇硫酸钠 (K12)	2
NaOH (质量分数 30%)	6
羧甲基纤维素 (CMC)	2
水玻璃 (Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> )	15
NaHCO <sub>3</sub>	3
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5
三聚磷酸钠 (五钠)	15
NaCl	3
水	36

### 三. 主要仪器和药品

烧杯 (50ml. 200ml), 水浴锅, 温度计 (0~100 度) 托盘天平, 电动搅拌器。

烷基苯磺酸, 脂肪醇聚氧乙烯醚, 脂肪醇硫酸钠 (质量分数 30%), 氢氧化钠, 甲基纤维素, 水玻璃, 碳酸氢钠, 碳酸钠, 三聚磷酸钠, 氯化钠。氯化钾

### 四、实验内容

1 CMC 的溶解

将 2g CMC, 15g 水加入 200ml 烧杯中, 浸泡 30min 搅拌均匀, 待用。

氯化钾的溶解

另取 50ml 烧杯, 加入 2g 氯化钠, 17g 去离子水, 放入水浴锅中加热溶解。

3, 洗衣膏的配制

将 10g 烷基苯磺酸, 3g AE09 加入配制好的 K12 溶液中, 在水浴锅上加热并搅拌溶解, 控温在(60 正负 5)度, 加入 6g NaOH 配好的 CMC 溶液, 15g 水玻璃, 3g NaHCO<sub>3</sub> (注意 Na<sub>2</sub>HCO<sub>3</sub>) 要分批少量加入, 并不断搅拌), 15g 三聚磷酸钠, 3g NaCl 搅拌下冷却到室温即得成品。

#### 4 质量标准

质量分数 1% 产品水溶液 PH 小于等于 10.5; 泡沫大于等于 150mm 去污力大于指标洗衣粉, 贮藏稳定性好, 在 40 度以下贮存 48h 不分层, 白色或着色膏体, 泡沫丰富, 无异味。

### 五、思考题

- 1 洗衣膏中各组分有什么作用?
- 2 NaHCO<sub>3</sub> 可否在加水玻璃前加入? 为什么?
- 3 洗衣膏的膏体粘稠靠什么?
- 4 影响洗衣膏膏体稳定的因素有哪些?

附: 洗衣膏配方

名称	配方 1	配方 2
烷基苯磺酸钠	14.0	10.0
脂肪醇聚氧乙烯醚	----	2.0
脂肪酸单乙醇胺缩合物	----	1.0
烷基酚聚氧乙烯醚	----	1.0
三聚磷酸钠	14.0	14.0
碳酸钠	3.5	3.0
醇醚硫酸钠	---	1.0
硅酸钠	4.5	4.0
羧甲基纤维素	1.0	15
乙醇	1.0	1.0
香精, 色素	适	适
氯化钠	2.5	2.5
水	余	余

## 实验 15 十二醇硫酸钠的合成

十二醇硫酸钠 (sodium dodecyl benzo sulfate, 代号 AS) 是重要阴离子表面活性剂。脂肪醇硫酸钠是白色至淡黄色固体, 易溶于水, 泡沫丰富, 去污力和乳化性都比较好, 有良好的生物降解性, 耐硬水, 适于低温洗涤, 易漂洗, 对皮肤刺激性小。

十二醇硫酸钠是硫酸酯盐型阴离子表面活性剂的典型代表, 熔点 180~185 度, 185 度分解, 易溶于水, 有特殊气味, 无毒。它的泡沫性能, 去污力, 乳化力都比较好, 能被生物降解, 耐碱, 耐硬水, 在强酸性溶液中易发生水解, 稳定性较磺酸盐差, 可做矿井灭火剂, 牙膏起泡剂, 洗涤剂, 纺织助剂及其他工业助剂。

### 一、实验目的

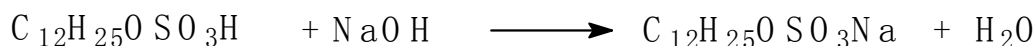
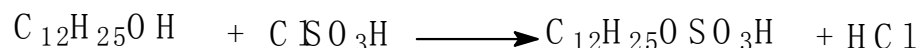
- 1 掌握高级醇硫酸酯盐型阴离子表面活性剂的合成原理和合成方法。
- 2 了解高级醇硫酸酯盐型阴离子表面活性剂的主要性质和用途。
- 3 学习泡沫性能的测定方法。

### 二、实验原理

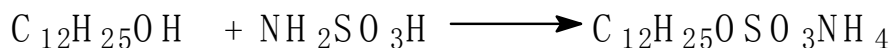
合成原理

由月桂醇与氯磺酸或氨基磺酸作用后经中和而制得, 其反应原理如下:

1 用氯磺酸硫酸化



2 用氨基磺酸硫酸化



### 三、仪器和药品

电动搅拌器, 电热套, 研钵, 托盘天平, 氯化氢吸收装置, 罗氏泡沫仪, 四口烧瓶 (250ml), 滴液漏斗 (60ml) 烧杯 (50ml 250ml 500ml), 温度计 (0~100 度, 0~150 度), 量筒 (10ml 100ml)。

月桂醇, 氢氧化钠, 尿素, 氯磺酸, 氨基磺酸, 氢氧化钠溶液 (质量分数 5%, 30%), 氯仿, 甲醇, 硫酸, 硅胶 G, 广泛 PH 试纸。

### 四、实验内容

1 用氯磺酸硫酸化

在装有氯化氢吸收装置, 温度计和电动搅拌器和滴液漏斗的 250ml 四口烧瓶中加入 62g, 月桂醇, 控温 25 度, 在充分搅拌下用滴液漏斗于 30min 内缓慢滴加 24ml 氯磺酸, 滴加时温度不要超过 30 度, 注意起泡沫, 勿使物料溢出, 加完氯磺酸后, 于 (30 正负 2) 度反应 2h, 反应中产生的氯化氢气体用质量分数 5% 氢氧化钠溶液吸收。

硫酸化结束后, 将硫酸化物缓慢地倒入盛有 100g 冰和水的混合物的 250ml 烧杯中 (冰: 水=2: 1) 同时充分搅拌, 外面用冰水浴冷却, 最后用少量水把四口烧瓶中的反应物全部洗出, 稀释均匀后, 在搅拌下滴加质量分数 30% 氢氧化钠溶液中和到 PH 为 7~8。取样作薄层分

析，用烧杯取 2g，样品测活性物含量和泡沫性能。

### 2 用氨基磺酸硫酸化

在装有电动搅拌器，温度计的 250ml 四口烧瓶中加入 74g 月桂醇。称取 40g 氨基磺酸，8g 尿素放入研钵中研细，混合均匀，在 30~40 度时将研细的混合物分多次慢慢加入四口烧瓶中，同时充分搅拌，使混合物分散均匀，加完后升温到 105~110 度，反应 1.5~2h。

反应结束后，加入 150ml 水，搅拌均匀，趁热倒出，在搅拌下用质量分数 30%氢氧化钠中和到 PH 为 7.0~8.5，取样作薄层层析，测固形物含量和泡沫性能。

### 3 薄层层析

用玻璃棒取少量样品放入试管中，配成约质量分数 2%的溶液，用毛细管点样。

吸附剂：硅胶 G

展开剂：氯仿：甲醇（质量分数 5%。0.5mol.L-1H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>）=80:20

展开高度：12cm

本产品为白色或淡黄色固体，溶于水，呈半透明溶液。

## 五、注意事项

- 1 氯磺酸遇水会分解，帮所用玻璃仪器必须干燥。
- 2 氯磺酸的腐蚀性很强，使用时要戴橡胶手套，在通风橱内量取。
- 3 氯化氢吸收装置要密封好。

## 六、思考题

- 1 硫酸酯盐型阴离子表面活性剂有哪几种？写出结构式。
- 2 高级醇硫酸酯盐有哪能些特性和用途？
- 3 滴加氯磺酸时，温度为什么要控制在 30 度以下？
- 4 产品的 PH 为什么控制在 7.0~8.5



## 实验 16 油酸正丁酯硫酸酯钠盐的合成

油酸正丁酯硫酸酯钠盐 (n-butyl oleate sodium sulfate) 又称磺化油 (sulphonating oil 简称 AH), 是一种阴离子型表面活性剂。本品为棕红色油状透明液体, 能溶于水, 可燃, 并具有润湿, 乳化, 分散, 润滑, 渗通, 洗涤, 匀染, 助溶等功能。广泛用于纺织, 制革, 造纸, 金属加工等行业, 也用作农药乳化剂。

### 一、实验目的

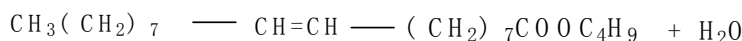
- 1 掌握油酸正丁酯硫酸酯钠盐的合成原理及方法。
- 2 了解磺化油 AH 的主要性质和用途。

### 二、实验原理

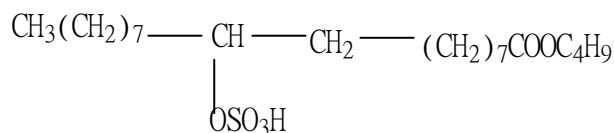
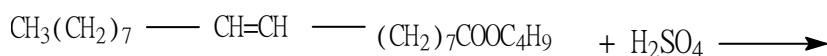
合成原理

油酸和正丁醇在硫酸催化下, 生成油酸正丁酯, 再与发烟硫酸作用进行磺化反应, 然后经中和分离得产品。各步反应式为

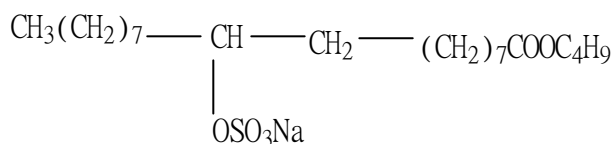
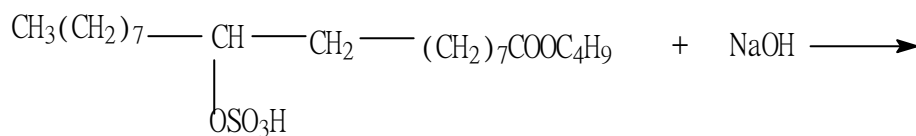
1 酯化反应



2 磺化反应



3 中和反应



### 三、主要仪器和药品

分水器, 电动搅拌器, 托盘天平, 四口烧瓶 (250ml), 球形冷凝管, 直形冷凝管, 蒸馏烧瓶 (100ml), 分液漏斗 250ml 烧杯 250ml, 量筒 100ml, 温度计 0-100 度, 0-200 度。

油酸, 正丁醇, 发烟硫酸 (质量分数 20%), 氢氧化钠 (质量分数 200%), PH 试纸。

### 四、实验内容

### 1 酯化反应

在装有温度计，电动搅拌器和球形冷凝管的 250ml 四口烧杯中，加入 60g 油酸，20g 正丁醇和 0.5g 硫酸，开动搅拌器，加热回流，通过分水器将正丁醇回流入四口烧杯中，当温度升至 140 度以上，分出水量达 3.4g 后停止回流。将反应物倒入蒸馏烧瓶中，在 145 度时蒸出过量的正丁醇。

### 2 磺化反应

在三口烧杯中，加入 60g 油酸丁酯，搅拌下，在 0-5 度慢慢加入 60g 质量分数 20% 发烟硫酸，加完后在搅拌下反应 1h。

### 3 中和反应

在 250ml 烧杯中加 100ml 水，冷却至 20 度以下，在充分搅拌下加入磺化物，温度控制在 30 度，加完磺化物后搅拌 15min .

将物料倒入分液漏斗中，静置过夜，分出下层废酸，将上层倒入烧杯中，在搅拌下用质量分数 20% 氢氧化钠中和到 PH4-6。

## 五、思考题

酯化反应中为什么加入 0.5g 硫酸？

磺化反应的温度是如何控制的？

## 实验 17 免水洗手膏的制备

有不少行业的操作者的手会接触到油污，这些油污用肥皂是难以洗干净的。有的需要在野外进行，往往缺水甚至无水，或者是处于严寒的环境中，去除满手的油污就更成问题。有些操作者常用汽油等溶剂洗手，但容易造成皮肤脱脂和干裂。免水洗手膏为膏状科洗涤剂，涂于手上经揉擦片刻，直接用布或柔质纸擦拭即可将手上的油污清除干净，不需再经水洗，十分省事。清洁后手上不留有异味，可留护肤成分，防止皮肤干裂。本品适合于从事机械维修的工人、司机和其他沾上油污者使用，对旅行者也十分方便实用。

### 一、 实验目的

学习免水洗手膏的配制方法，并了解其配方组分的作用及其应用。

### 二、 原料与配方

配方 1		配方 2	
原料	重量百分组成/%	原料	重量百分组成/%
脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸钠(AES)	16.0	食用 200 型硬脂酸	5.0
脂肪醇聚氧乙烯醚(匀染剂 102)	13.0	食品级单硬脂酸甘油酯	1.0
椰子油酰二乙醇胺(净洗剂 6501)	5.0	十六醇	1.2
丙二醇	2.0	白油	2.0
乙二胺酒石酸二钠	0.2	乙酰化羊毛脂	0.8
合成沸石粉末(A 型)	11.0	1 号无味煤油	25.0
黏土	11.0	甘油	4.0
二氧化硅(白炭黑)	2.0	三乙醇胺	3.0
蒸馏水	39.8	蒸馏水	57.5
防腐剂	适量	防腐剂	0.2
香精	适量	香精	0.3

匀染剂 1 0 2 的结构为  $R-(OCH_2CH_2)_n-OH$ 。式中 R 为油醇、月桂醇、椰子油醇或蓖麻油醇等的烷基， $n=25\sim 30$ 。

表面活性剂 应选择对皮肤没有刺激、无粘腻感、脱油去污能力强的表面活性剂。

润湿剂 如丙二醇、甘油等有洗涤助剂作用。

金属离子屏蔽剂 用于络金属离子，以免它们使表面活性剂失效。常用柠檬酸钠和乙二胺酒石酸钠。

填料 取粒度细微的 A 型合成沸石粉末和质地松软的粘土混合作用。它们主要起着吸附携污、磨擦、增稠作用。

其他 防腐剂、香料等。

### 三、 实验操作

方法一：将除了三种填料以外的其余物料混合、溶解成浓溶液，再加入所有其余的三种填料，慢慢搅成膏状（防止带入很多空气）。可视情况增加水或填料，调至合适的软硬

度，装入软管或广口容器中即成为产品。

方法二：采用一般的乳化设备。在水相釜中加入蒸馏水，搅拌下加入甘油、三乙醇胺，加热一至 85℃。油相釜中加入硬脂酸、单硬脂酸甘油酯、十六醇、白油和乙酰化羊毛脂，加热熔化，加入 1 号无味煤油后搅拌，加热至 83℃。油相原料加入乳化釜，搅拌下逐渐加入水相原料，即形成白色乳液。而后在搅拌下逐渐降温，乳液粘度增加，一般在 35~38℃出料。

#### 四、应用实验

挤出本品 3~5g 涂于有油污的手中，擦遍全手数次，然后用布或柔质纸擦拭，可将油污除油。用过的布用清水即能冲干净。

#### 五、思考题

- 1 配方中各组分的作用是什么？
- 2 什么时候停止反应？

## 实验 18 十二烷基苯磺酸钠的合成

十二烷基苯磺酸钠 (sodium dodecyl benzo sulfonate) 又称石油磺酸钠, 简称 LAS ABS-Na, 是重要的阴离子表面活性剂, 本品为白色固体, 易溶于水在碱性, 中性及弱酸性溶液中较稳定, 在硬水中有良好的润湿, 乳化, 分散, 起泡和去污能力, 易生物降解, 易吸水, 遇浓酸分解, 热稳定性较好。

本品主要用做洗涤剂, 国内大都用于制洗衣粉, 在纺织, 印染行业用作脱脂剂, 柔软剂, 匀染剂等。

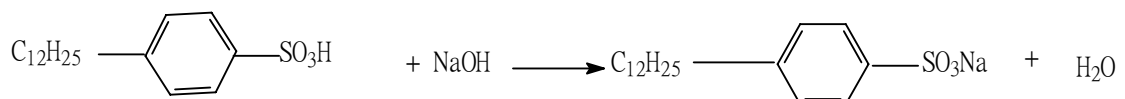
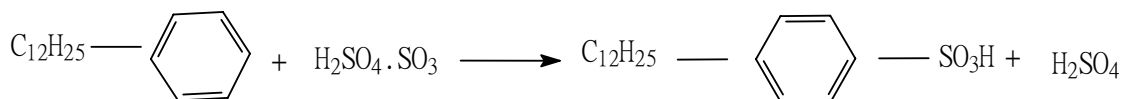
### 一、实验目的

- 1 掌握十二烷基苯磺酸钠的合成原理和合成方法。
- 2 了解烷基芳基磺酸盐类阴离子表面活性剂的性质和用途。
- 3 学习溶液相对密度的测定方法。

### 二、实验原理

合成原理

主要的磺化剂为浓硫酸, 发烟硫酸和三氧化硫等。以发烟硫酸做磺化剂, 由烷基苯与磺化剂作用, 然后用氢氧化钠中和制成, 反应方程式为。



用硫酸作磺化剂, 反应中生成的水使硫酸浓度降低, 反应速度减慢, 转化率低。用发烟硫酸作磺化剂, 生成硫酸, 该反应是可逆反应, 为使反应向右移动, 需加入过量的发烟硫酸, 结果产生大量的废酸需处理。

用  $\text{SO}_3$  作磺化剂, 反应可按化学计算量定量进行, 无小分子物质生成。

### 三、主要仪器和药品

烧杯 (100ml, 500ml) 四口烧瓶 (250ml), 滴液漏斗 (60ml), 分液漏斗 (250ml), 量筒 (100ml), 温度计 (0~50 度, 0~100 度), 锥形瓶 (150ml), 托盘天平, 碱式滴定管,

滴定台。相对密度计，二孔水浴锅，电动搅拌器。

NaOH 溶液（质量分数 15%）NaOH 溶液（0.1mol·L<sup>-1</sup>），NaOH（固体），发烟硫酸，十二烷基苯，酚酞指示剂，PH 试纸。

## 四. 实验内容。

### 1 药品量取

用相对密度计分别测定烷基苯与发烟硫酸的相对密度，用量筒量取 50g（换算为体积）烷基苯转移至干燥的预先称量的四口烧瓶中，用量筒量取 58g 发烟硫酸倒入滴液漏斗中。

### 2 磺化

装配实验装置，在搅拌下将发烟硫酸逐滴加入烷基苯中，滴加时间 1h，控制反应温度在 30~35 度，加料结束后停止搅拌。保温反应 30min，反应结束后记下混酸质量。

### 3 分酸

在原实验装置中。按混酸：水=85：15（质量比）计算出需加水量，并通过滴液漏斗在搅拌下将水逐滴加到混酸中，温度控制在 45~50 度，加料时间为 0.5~1h。反应结束后将混酸转移到事先称量的分流漏斗中，静止 30min 分去废酸（待用），称量，记录。

### 4 中和值测定

用量筒取 10ml 水加于 150ml 锥形瓶中。并称取 0.5g 磺酸于锥形瓶中，摇匀，使磺酸分散，加 40ml 水于锥形瓶中，轻轻摇动，使磺酸溶解，滴加 2 滴酚酞指示剂，用 0.1mol·L<sup>-1</sup>NaOH 溶液滴定到出现粉红色，按下式计算出中和值 H。

$$H=40Cv/100m$$

式中 C-----NaOH 溶液浓度，mol·L<sup>-1</sup>

V-----消耗 NaOH 溶液的体积，ml

M-----磺酸质量。G

### 5 中和

按中和值计算出中和磺酸所需 NaOH 质量，称取 NaOH，并用 500ml 烧杯配成质量分数 15%NaOH 溶液，置于水浴中。在搅拌下，控制温度 35~40 度，用滴液漏斗将磺酸缓慢加入，时间 0.5~1h，当酸快加完时测定体系的 PH 值，控制反应终点的 PH 值为 7~8（可用废酸和质量分数 15%~20%NaOH 溶液调节 PH）。反应结束后称量所得烷基苯磺酸钠的质量。

## 五. 注意事项

1 磺化反应为剧烈放热反应，需严格控制加料速度及反应液温度。

2 分酸时应控制加料速度和温度，搅拌要充分，避免结块。

3 发烟硫酸，磺酸。废酸，氢氧化钠均有腐蚀性。操作时切勿溅到手上和衣物上。

## 六. 思考题

- 1 磺化反应的反应温度如何确定？
- 2 分酸时为什么要求混酸：水=85：15？
- 3 烷基，芳基磺酸盐有哪些主要性质？

## 实验 19 天然皂的制备

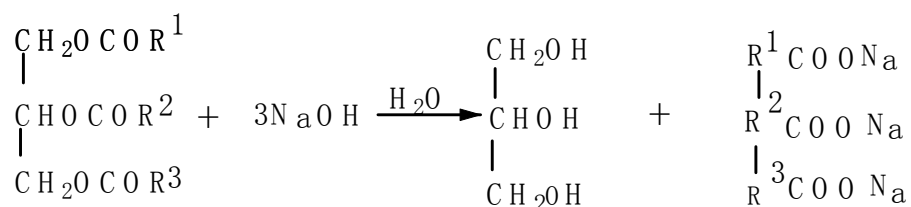
肥皂是高级脂肪酸金属盐（钠、钾盐为主）类的总称，包括软皂、硬皂、香皂和透明皂等。肥皂是最早使用的洗涤用品，对皮肤刺激性小，具有便于携带、使用方便、去污力强、泡沫适中和洗后容易去除等优点。所以尽管近年来各种新型的洗涤剂不断涌现，但它仍是一种深受用户欢迎的去污和沐浴用品。

### 一、实验目的

学习洗涤剂的基本知识；熟悉制造肥皂的基本操作。

### 二、实验原理

以各种天然的动、植物油脂为原料，以碱皂化而制得肥皂，是目前仍在使用的生产肥皂的传统方法。



不同种类的油脂，由于其组成有别，皂化时需要的碱量不同。碱的用量与各种油脂的皂化值（完全皂化 1g 油脂所需的氢氧化钾的毫克数）和酸值有关。以下是一些油脂的皂化值。

现将用于制肥皂的主要原料的性质和作用作一简介。

油脂	椰子油	花生油	棕仁油	牛油	猪油
皂化值	185	137	250	140	196

**油脂** 油脂指植物油和动物脂肪，在制肥皂过程中它提供长链脂肪酸。由于以 C<sub>12</sub>~C<sub>18</sub> 的脂肪酸所构成的肥皂洗涤效果最好，所以制肥皂的常用油脂是椰子油（C<sub>12</sub> 为主）、棕榈油（C<sub>16</sub>~C<sub>18</sub> 为主）、猪油或牛油（C<sub>16</sub>~C<sub>18</sub> 为主）等。脂肪酸的不饱和度会对肥皂品质产生影响。不饱和度高的脂肪酸制成的皂，质软而难成块状，抗硬水性能也较差。所以通常要把部分油脂催化加氢使之成为氢化油（或称硬化油），然后与其它油脂搭配使用。

**碱** 主要使用碱金属氢氧化物。由碱金属氢氧化物制成的肥皂具有良好的水溶性。由碱土金属氢氧化物制得肥皂一般称作金属皂，难溶于水，主要用作涂料的催干剂和乳化剂，不作洗涤剂用。

**其它** 为了改善肥皂产品的外观和拓宽用途，可加入色素、香料、抑菌剂、消毒药物以及酒精、白糖等，以制成香皂、药皂或透明皂等产品。

### 三、实验仪器与试剂

**仪器：**电热恒温水浴锅、电子恒速搅拌器、万用电炉、铝盆等。

**试剂：**牛油、棕仁油或椰子油、氢氧化钠、蓖麻油、95%乙醇、甘油、香料。

### 四、实验步骤

1、在 250 ml 烧杯中加入 100 ml 水和 12.5 g (0.3 mol) 氢氧化钠，搅拌溶解备用。称取 4.9 g (0.05 mol) 牛油和 2.1 g (0.03 mol) 棕仁油或椰子油置入 400 ml 烧杯中，用热水



浴加热使油脂熔化。搅拌下将碱液慢慢加入油脂中，然后置入沸水浴中加热进行皂化。皂化过程中要经常搅拌，直至反应混合物从搅拌棒上流下时形成线状并在棒上很快凝固为止。反应时间约需 2 ~ 3 h。反应完毕，将产物倾入模具中（或留在烧杯内）成型，冷却即为肥皂，约 1 7 0 g。

本实验制得的产品是含有甘油的粗肥皂。实际生活中要分离甘油并将制得的肥皂进行挤压、切块、打印、干燥等机械加工操作，才能成为供应市场的产品。

2、透明皂 将 1 0 g 牛油、1 0 g 椰子油和 8 g 蓖麻油加入烧杯中，加热至 80℃ 使油脂混合物熔化。搅拌下快速加入 1 7 g 30% 氢氧化钠和 5 g 95% 乙醇的混合液。在 7 5℃ 的水浴上加热皂化，到达终点后停止加热。在搅拌下加入 2. 5 g 甘油和由 5 g 蔗糖与 5 g 水配成的预热至 8 0℃ 的溶液，搅匀后静置降温。当温度下降至 6 0℃ 时可以加入适量的填料，搅匀后出料，冷却成型，即可得到透明香皂。配方中加了乙醇、甘油和蔗糖等，使产品透明、光滑、美观，而且内含保湿剂，是较好的皮肤洗洁用品。

## 五、思考题

- 1、制备肥皂的油脂，如果选用的是不饱和度高的脂肪酸，它对产品会有何影响？
- 2、在用作洗涤用品的肥皂制备过程中，用碱土金属氢氧化物代替碱金属氢氧化物，可否？为什么？

## 实验 20 护发素的制备

护发素 (hair-protecting agent) 又称护发剂润丝膏、膏状漂洗剂或头发调理剂, 是一种发用化妆品, 外观呈乳膏状。

### 一、实验目的

- 1 了解护发素成分。
- 2 掌握护发素的配制方法。

### 二、实验原理

护发素主要组分是阳离子表面活性剂。阳离子表面活性剂能吸附于毛发表面, 形成一层薄膜, 从而使头发柔软, 并赋予自然光泽, 还能抑制静电产生, 减少脱发和脆断作用, 易于梳理。膏体应细腻, 不分离, 稀释液刺激皮肤和眼睛。其基本配方如下:

名称	质量分数 / %
1631 (十六烷基三甲基溴化铵)	4
十八醇	2
硬脂酸单甘油酯	1
三乙醇胺	1
脂肪醇聚氧乙烯醚	1
甘油	3
香料	适量
去离子水	余量

### 三、主要仪器和药品

电炉、烧杯 (200ml)、玻璃棒、托盘天平。

1 6 3 1、十八醇、硬脂酸单甘油酯、三乙醇胺、脂肪醇聚氧乙烯醚、香料、甘油。

### 四、实验内容

取 4g1631、2g 十八醇、1g 硬脂酸单甘油酯、88ml 去离子水于 200ml 烧杯中, 搅拌溶解后, 加入已经加热的 1g 三乙醇胺, 1g 脂肪醇聚氧乙烯醚, 3g 甘油和少量香料, 搅拌均匀, 冷却即得产品。

### 五、注意事项

- 1、溶解缓慢时可微热。
- 2、产品同学们可带回试用。

### 六、思考题

护发素的护发原理是什么?

## 七、附：护发素配方

名称	质量分数 / %	
	配方 1	配方 2
烷基二甲基苄基氯化铵	5.0	
烷基二甲基氯化胺	3.0	3.0
丙二醇		4.5
十六醇		3.5
乙醇	5.0	
尼泊金甲酯	0.2	0.2
香精、色素	适量	适量
去离子水	加至 100	加至 100
	透明护发素	乳液护发素

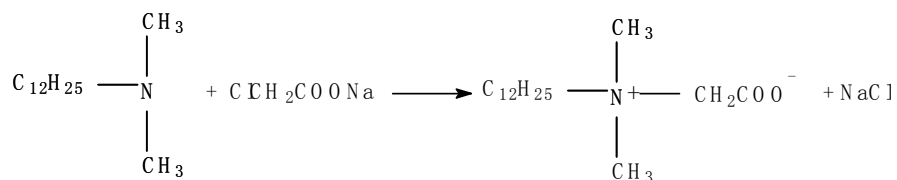
## 实验 21 十二烷基二甲基甜菜咸的合成

两性表面活性剂是指同时具有两种离子性质的表面活性剂，两性表面活性剂的分子结构即不同于阴离子表面活性剂，也不同于阳离子表面活性剂，因此具有许多优点，具有良好的去污，发泡和乳化能力，耐硬水性好，对酸，碱和各种金属离子都比较稳定，具有搞静电，杀菌，防腐蚀等性能，使其在日用化学品领域的应用范围不断扩大，甜菜碱型两性表面活性剂无论在酸性，碱性或中性条件下都溶于水，且在任何 PH 值时均可使用。

### 一、实验目的

- 1 掌握甜菜碱型两性表面活性剂的合成方法。
- 2 了解两性表面活性剂的结构特点。
- 3 掌握表面张力的测定方法。
- 4 学会非离子型表面活性剂的鉴定方法。

### 二、实验原理



### 三、实验仪器与试剂

实验仪器：三品瓶，温度计，界面张力仪，搅拌器，球形冷凝管。

实验试剂：N，N-二甲基十二烷胺，乙醇，盐酸，氯乙酸钠。

### 四、实验步骤

1、在装有搅拌器，温度计和球形冷凝器的 250 毫升三口烧瓶中，加入 10.7 克 N，N-二甲基十二烷胺，5.8 克氯乙酸钠和 30 毫升 50%乙醇溶液。

2、在水浴中加热至 60-80 度，并在此温度下回流至反应液变成透明为止。

反应液冷却后，在搅拌下滴加浓盐酸，直至物系呈乳状且不再消失为止，放置过夜。

待十二烷基甜菜碱盐酸盐结晶析出后，过滤。

每次用 10 毫升乙醇和水（1：1）的混合液洗涤两次后干燥滤饼，

所得粗产品用乙醇：乙醚（2：1）混合液得结晶，得精制的十二烷基甜菜碱。

产品分析

测产品的熔点（参阅附录六）。

测产品的表面张力。

## 五、思考题

两性表面活性剂有哪几类？基在工业和日用化工方面有哪些用途？

甜菜碱型与氨基酸型两性表面活性剂性质的最大差别是什么？

## 实验 22 固体酒精的制备

酒精的学名是乙醇，燃烧时无烟无味，安全卫生，但由于是液体，较易挥发携带不便，如制成固体酒精，降低了挥发性且易于包装和携带，使用更加安全。

### 一、实验目的

掌握固体酒精的配制原理和实验方法。

### 二、实验原理

硬脂酸钠受热软化，冷却后又重新固化，将液态酒精与硬脂酸钠搅拌共热，冷却后硬脂酸钠将酒精包含其中，成为团状产品。

西方中加入虫胶，石蜡作为粘结剂，可得到质地更加结实的固体酒精。同时可以助燃，使其燃烧得更加持久，并释放更多的热量。

### 三、实验仪器与试剂

实验仪器

电炉子（0—1000W 可调），水浴锅（500ml），球形冷凝管，250ml 三口烧瓶（24），温度计（1—100 度），秒表 1 块，燃烧盆，烧杯（100ml 13 个），模具（贺柱形，V—200ml）

#### 2. 实验试剂

工业酒精（酒精含量>等于 95%

硬脂酸钠 AR

虫胶片（工业级）

固体石蜡 AR

氢氧化钠 AR

沸石

实验步骤

方法一：

称取 0.8g（0.02mol）氢氧化钠，迅速研碎成小颗粒，加入 250ml 的烧瓶中，再加入 1g 虫胶片，80ml 酒精和数粒小沸石，装置回流冷凝管，水浴加热回流至固体全部溶解为止，

在 100ml 烧杯中加入 5g（约 0.02mol）硬脂酸和 20ml 酒精，在水浴上温热硬脂酸全部溶解，然后从冷凝管上端将烧杯中的物料加入含有氢氧化钠，虫胶片和酒精的三口烧瓶中，摇动使其混合均匀，回流不同时间后一去水浴，反应混合物自然冷却，待降温到 50 度时倒入模具中，加盖以避免酒精挥发，冷至室温后完全固化，从模具中取出即得到成品，

切不同回流时间的产品进行燃烧实验，并进行比较。

方法二：

向 250ml 三口烧瓶中加入 9g (约 0.035mol) 硬脂酸，2g 石蜡，50ml 酒精和数粒小沸石，装置回流冷凝管，摇匀，在水浴上加热约 60 度并保温至固体全部溶解为止。

将 1.5g (约 0.037mol) 氢氧化钠和 13.5g 水加入 100g1 烧杯中，搅拌溶解后再加入 25ml 酒精，搅匀。

将碱液加进含硬脂酸，石蜡，酒精的三口烧瓶中，在水浴上加热回流 15 分钟使反应完全，移去水浴，待物料稍冷而停止回流时，趁热倒入横具，冷却后取出成品，进行燃烧实验。

## 五、思考题

- 1、虫胶片，石蜡的作用是什么？
- 2、固体酒精的配制原理是什么？

## 实验 23 乙酸苄酯的合成

乙酸苄酯是一种无色液体，具有水果得和茉莉花香气，气味清甜，密度 1.0563 (18 度,) 沸点 216 度，折光率 1.5032 (20 度)，可作皂用和其他工业用香精，对花香和幻想香型香精的香韵具有提升作用，故常在茉莉，白兰，王和月下香，水仙等香精中大量使用，也可少量用于生梨，苹果，香胶，桑椹子等食用香精中。

### 一、实验目的

了解苯甲醇酯化反应原理和合成方法。

掌握乙酸苄酯的分离技术和分离方法。

掌握用阿贝析光测定光率来确定产品的名称和纯度的方法。

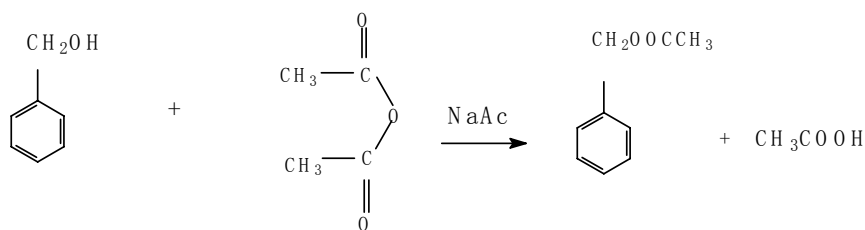
### 二、实验原理

#### 1 主要性质和用途

乙酸苄酯 (benzyl acetate)，别名醋酸苯甲酯或苯甲酸乙酯

酯化反应是醇和羧酸相互作用以制取酯类化合物的重要方法之一。此法又称直接酯化法，一般需要在少量催化剂量存在条件下，将醇和羧酸加热回流，常用的酸性催化剂量，有硫酸，盐酸等。但是，这个反应进行得很慢，为提高酯和产率，必须使反应向右进行，一般用恒沸法或合适的脱水剂把反应中所生成的水去掉，另一方法是在反应时加过量的醇或酸，以改变反应达到平衡时反应物和产物的组成。

乙酸苄酯合成的反应式如下：



### 三、主要仪器和药品

三口烧瓶 (250ml)，电动搅拌器温度计 (0 度-200 度)，球形冷凝器，真空蒸馏装置，阿倍析光光仪，电热套，分离漏斗 (125ml)。

苯甲醇，乙醇酐，碳酸钠 (15%)，无水醋酸钠，无水氯化钙，氯化钠 (15%)，硼酸。

### 四、实验内容

在 250ml 三口烧瓶中加入 30g 苯甲醇，30g 乙醇酐和 1g 无水醋酸钠，搅拌升温至 110



度，回流 4h-6h。反应物降温后。在搅拌下慢慢加入 15%的碳酸钠，直至无气泡放出为止，然后交有机相用 15%的氯化钠洗涤至中性，分出有机相，用少量无水氯化钙干燥粗产品。

在粗产品中加入少量硼酸减压（1.87KPa）蒸馏，收集 98 度-100 度的馏分，即得产品，产品称重，并计算产率，并测其折光率进行检验。

## 五、注意事项

乙酸酐有强烈的腐蚀性和刺激性，操作时要小心。

用碳酸钠溶液洗涤粗产品时要在搅拌下慢慢加入，以免大量 CO<sub>2</sub> 放出，冲料。

## 六、思考题

乙酸苯酯的合成方法有哪几种，试比较各种方法的优缺点。

减压蒸馏操作中应注意哪些问题

## 实验 24 $\beta$ -萘甲醚的合成

$\beta$ -萘甲醚 (naphthol methyl ether), 别名, 甲基  $\beta$ -萘基醚, 2-甲氧基萘, 2-萘甲醚, 橙花醚。本品是一种白色片状晶体, 具有浓郁的橙花香气, 熔点 72-73 度, 沸点 274 度, 易升华, 它广泛用于花香型香精中, 尤其在皂用香精和花露水中常常使用。

### 一、实验目的

了解制取烷基芳基醚的反应原理和合成方法。

掌握固体物质减压蒸馏和重结晶等分离的原理和提纯技术。

### 二、实验原理

醚可以看作是水的两个氢原子被烃基取代所得到的化合物, 也可以说是两分子醇之间失去一分子水生成的化合物。因而也可以说羟基化合物 (醇酚, 萘酚等) 中羟基的氢被烃基取代的衍生物。若醚中的两个基团相同, 则该醚称为单醚或对称醚。若两个基团不同, 则称为混醚或不对称醚。

醚的制备方法有三种。

威廉森 (A. W. Williamson) 合成法, 此法是指醇盐和卤代烷的反应, 其反应式如下:

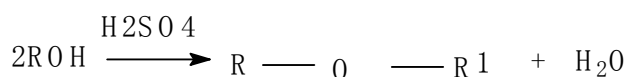


式中 R, R' 为烷基或芳基;

X 为 I, Br, Cl

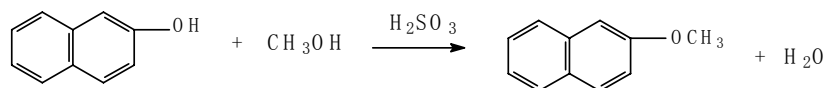
M 为 K, Na

在酸催化下醇分子间失水, 即指在浓硫酸作用下, 由醇制备对称醚的方法, 如



烷氧汞化-去汞法。

本实验采用方法 2, 即在硫酸存在下, 由  $\beta$ -萘酚和甲醇相互作用而得。



### 三、主要仪器和药品

三口烧瓶 (250ml), 温度计 (0 度-200 度), 球形冷凝管, 布氏漏斗, 吸滤瓶, 真空

蒸馏装置。空气冷凝管。电吹风机，电热套，玻璃水泵，烧杯（200ml），滴液漏斗（60ml）。

萘酚，甲醇，浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>，氢氧化钠溶液（10%）。

## 四、实验内容

在装有温度计，球形冷凝管，滴液漏斗的 250ml 三口烧瓶中加入 30ml 无水甲醇和 24.2g β 萘酚，微热。待 β 萘酚分解后，用滴液漏斗滴入 5.4ml 的浓硫酸，从滴加开始注意三口烧瓶内温度的变化。当浓硫酸加完后，加热回流，从回流开始每一个 5min 记录一次温度（注意回流的气流面高度要一致），当回流到 4h-6h，回流温度变化较小时，即可认为反应结束，此时将反应液倒入已经成为预热到 50 度左右手的盛 90ml 10% 的氢键氧化钠溶液的烧杯中，在热的碱水中物料呈油状物，在冷却过程中，要用玻璃充分搅拌，尤其是当一出现凝固的砂粒状时，要快速搅拌，否则固体的颗粒过大，将凝固成均匀砂粒的反应混合物冷至室温，用抽滤瓶抽滤，然后将固体放在小烧杯中在 40 度-45 度下干燥（温度较高时，固体熔化）。

将充分干燥的粗产品放入连有空气冷凝管的 50ml 蒸馏烧瓶中，进行减压蒸馏，收集沸点 160 度-180 度的馏分，注意用热风机吹空气冷凝管。馏出液凝固后为带有浅黄色固体，可加热溶解于 100ml 乙醇中生结晶精制得白色片状晶体，称重，并计算产率。

## 五、注意事项

甲醇毒性大，操作要注意。

易燃药品要注意安全。

浓硫酸加入要缓慢，并使之均匀。

无论用乙醇还是甲醇，加热的温度都要在沸点以下。

5，未反应的 β 萘酚可以部分回收，将分出粗产品后的碱性滤液用硫酸小心酸化至刚果红试纸变紫色（此时呈酸性），析出萘酚的沉淀，过滤，干燥，称重，并从原料中减去。

## 五、思考题

制备 β 萘甲醚还有哪些方法？写出反应式。

后处理为什么用热的氢氧化钠溶液？其目的何在？

为什么用热风机吹空气冷凝管？

回收未反应的 β 萘酚对产率是否有影响？

## 实验 25 羧甲基淀粉胶粘剂的制备

用天然玉米淀粉经氧化处理可以制备水溶性好的改性聚合物，在涂料，粘合剂等方面氧化淀粉可替代传统的成膜物质 PVA，这不但是科学技术发展的结果，也是环境保护的需要。

### 一、实验目的

掌握用氧化剂氧化淀粉的原理和操作技术。

了解玉米淀粉胶结剂的合成工艺。

了解水溶性粘剂，粘度，羧基含量的测定方法。

### 二、实验原理

淀粉是不溶于水的多糖类碳水化合物，淀粉受热糊化，粘度大，流动性差。不能直接用作粘合剂或涂料等，可以通过多种方法对其进行改性处理，使其分子量引入亲水性基团等，本次实验是用氧化剂氧化的方法，使大分子氧化裂解，改变分子结构，使淀粉分子中部分还原性端基（2, 4, 6 碳位上的羟基—OH）氧化成羧基（—COOH），玉米淀粉经氧化处理后，成为含有醛基羟基为主，同时含有部分羧基的分子量大小不等的变性淀粉，氧化淀粉胶的性能优良。粘结强度高，稳定性，流动性均佳，具有很好的水溶性和强的亲和力。

直链淀粉+氧化剂-----羧基淀粉

### 三、实验仪器与试剂

实验仪器

90W 调速搅拌器 一台

500ml 烧杯 4 个

起级恒温水浴 一台

100 度温度计 2 点

恒温干燥箱 一台

升降台架 2 架

100ml 量筒 2 支

玻璃搅拌棒 2 支

酸式滴定管 各一支

涂 4 粘度计 一台

100ml 滴液漏斗 2 支

2000ml 水浴槽 一台

真空泵 一台

抽滤瓶漏斗 各一台

实验试剂

玉米淀粉，氢氧化钠，高锰酸钾，浓硫酸，去离子水，亚硫酸氢钠，硫酸亚铁，三氧化铁。

实验步骤

淀粉的预处理和氧化

1 安装好实验装置

1. 2 淀粉预处理

在 500ml 烧杯中加入 90 毫升去离子水，开动搅拌器，在搅拌下慢慢加入淀粉 50g，打成乳后加入 NaOH 水汩适量调到 PH 为 11 反应 1 小时以除去酯类。

3 上边预处理后，再加入适量的液体，调节乳液的 PH 在 11 左右并开通恒温水加热，控制水槽温度在 55-65 度之间，同时从滴液漏斗中滴加配好的高锰酸钾饱和溶液，在 6-8 小时内分 6-8 次分批滴加，注意不时测反应液的 PH，当不足 11 时要加碱调节，这段时间主要是大分子的氧化裂解和端基氧化反应，现象是高锰酸钾红色乳液变白或灰黄色。

1. 4 当氧化反应液的色泽逐渐变白时，可以停止氧化反应，进行下一步氧化液的后处理操作，向反应液中滴加 50%硫酸少许，使 PH 在 3-4，再搅拌半小时使之充分酸化。

5 在搅拌下向反应液中加入亚硫酸氢钠适量，使生成的副产二氧化锰转化成可溶性盐 ( $MnSO_4$ )，这一步也叫腿色反应，时间大约 1 小时，现象氧化液由土黄色逐渐变白，同时有难闻异味放出，放置沉淀，放去上部的水，洗涤 3 次，使 PH 为 7-8 或无异味时可用真空抽滤法脱水，处理完毕。

6 淀粉的干燥

取上边抽滤脱水的淀粉饼，将其平铺在盘器中在室内风干，半小时

氧化淀粉的糊化

2. 1 加热糊化，取上边已风干的淀粉（含湿度 15-20%），50g 放进 200 度的油浴锅中，进行热糊化反应，时间为 1.5-2 小时（当淀粉发黄时停止反应）。

2. 2 挤压膨化糊化。略

产品性能分析

色泽，用目测，合格产品应当是微黄色细粉

氧化淀粉中羧基含量的测定。

先将试样浸泡在 0.1mol/l 盐酸中，使羧基盐转变成游离酸基，用蒸馏水将置换出的  $Na^+$  ( $K^+$ ) 和过量的盐酸洗净，将洗好的样品混入水中，加热糊化，用标准 0.1000mol/L 氢氧化钠滴定，用原淀粉进行空白滴定，并计算羧基含量。

20%氧化淀粉水溶液粘度测定

产品的粘度是一项重要指标,粘度大表明淀粉氧化效果不好,羧基含量不足,分子量也大。粘度小,表明氧化完全,将氧化,糊化好的淀粉 20g 溶于 80g 水中,而后测其流度,流度一秒是粘度的倒数,即氧化淀粉的粘度越大,在一定时间内流过毛细管的液体量越少,

## 五、思考题

1. 玉米淀粉在氧化前为什么要进行预处理?
2. 淀粉氧化反应为什么要碱性条件下进行?
3. 氧化反应的温度为什么要控制在 55-65 度之间?
4. 氧化反应结束后加硫酸,亚硫酸氢钠的作用是什么?
5. 加热糊化的目的,方法?

### 实验 44 精细化工工艺专业设计实验

设计实验是在专业实验的基础上,开设的具有系统性中和性,联系实际的具有一定应有性的实验.其目的是培养学生的综合科研能力,为毕业论文及实际工作打下良好基础.其教学方法是老师出题,学生通过文献的查阅,确定较合理的设计方案,经教师检查认定,学生在通过实验验证自己的设计合理性.

精细化学品种类繁多,而每一种精细化学品又有多种合成路线和制备方法。根据精细化工的特点和精细化工专业人才培养的需要,我们编选几个典型的例子,供同学们自行设计合成产品时参考。开阔眼界,拓展思路,调动学生主动学习的积极性,提高独立思考,独立分析问题和解决问题的能力。

#### 实验 香豆素的的合成

设计方案: 1 不同原料的合成

2 不同工艺条件的设计

(1) 不同反应装置

(2) 不同原料配比

(3) 不同工艺参数

3 不同产品不同应用性能测定

#### 实验 环保型酸性橙 II 染料的合成及应用

设计方案: 1 不同原料的合成

2 不同工艺条件的设计

(1) 不同反应装置

(2) 不同原料配比

(3) 不同工艺参数

3 不同产品不同应用性能测定

实验 聚脂脱漆剂的制备

设计方案: 1 选择不同的溶剂

2 选择不同的制备温度

3 不同的二元酸二甲酯

实验 热熔胶的制备

1 选择不同的溶剂

2 选择不同的制备温度

3 不同的松香

## 实验 26 精细化工工艺专业设计实验

设计实验是在专业实验的基础上, 开设的具有系统性中和性, 联系实际的具有一定应有性的实验. 其目的是培养学生的综合科研能力, 为毕业论文及实际工作打下良好基础. 其教学方法是老师出题, 学生通过文献的查阅, 确定较合理的设计方案, 经教师检查认定, 学生在通过实验验证自己的设计合理性.

精细化学品种类繁多, 而每一种精细化学品又有多种合成路线和制备方法. 根据精细化工的特点和精细化工专业人才培养的需要, 我们编选几个典型的例子, 供同学们自行设计合成产品时参考. 开阔眼界, 拓展思路, 调动学生主动学习的积极性, 提高独立思考, 独立分析问题和解决问题的能力。

### 实验 香豆素的合成

- 设计方案: 1 不同原料的合成
- 2 不同工艺条件的设计
    - (1) 不同反应装置
    - (2) 不同原料配比
    - (3) 不同工艺参数
  - 3 不同产品不同应用性能测定

### 实验 环保型酸性橙 II 染料的合成及应用

- 设计方案: 1 不同原料的合成
- 2 不同工艺条件的设计
    - (1) 不同反应装置
    - (2) 不同原料配比
    - (3) 不同工艺参数
  - 3 不同产品不同应用性能测定

### 实验 聚脂脱漆剂的制备

- 设计方案: 1 选择不同的溶剂
- 2 选择不同的制备温度
  - 3 不同的二元酸二甲酯

### 实验 热熔胶的制备

- 1 选择不同的溶剂
- 2 选择不同的制备温度
- 3 不同的松香



# 第三篇 附录

## 附录一 酸值的测定

### 方法概述

酸值是指 1 克试样耗用氢氧化钾的毫克数。

测定是通过在乙醇溶液中，用标准碱滴定游离酸来完成的。

### 仪器和试剂

锥形瓶：(250ml)

0.2N 氢氧化钾溶液，95%中性乙醇，1%酚酞指示剂，

### 操作步骤

称取过滤干燥样品 10 克(精确至 0.001 克)置于锥形瓶内，加入 95%中性乙醇 80-90ml 加热使样品溶解，然后加入酚酞批示剂 6-8 滴左右，立即以 0.2N 氢氧化钾标准溶液滴定，当溶液呈微红色，并能维持 30 秒不退色，即达终点。

### 计算

$$\text{酸值} = VN \times 56.1 / W$$

式中：V---耗用氢氧化钾的体积 (ml)

N---氢氧化钾的当量浓度

W---样品重 (克)

## 附录二 皂化值的测定

### 方法概述

皂化值是指皂化 1 克试样耗用氢氧化钾的毫克数。

当酯被过量的碱液皂化后，可用酸标准溶液滴定过量的碱，从而确定酯所消耗碱的量，

### 仪器和试剂

锥形瓶（250ml），空气冷凝管。

0.5N 盐酸标准溶液，0.5N 氢氧化钾乙醇溶液，1%酚酞指示剂，精制乙醇。

### 操作步骤

精制乙醇的制备，称取硝酸银 1.5-2 克，溶于 3ml 水中，然后将其倒入 1000ml 乙醇中并摇匀，另取化学纯氢氧化钾 3 克，溶于 15ml 热乙醇中，准予却后再注入以上的溶液中，摇匀，静置使之澄清后，移出澄清液再进行蒸馏，得精制乙醇。

称取干燥过滤的样品 1 克（精确至 0.001 克）置于 250ml 锥形瓶中，用移液管移入氢氧化钾乙醇溶液 50ml，然后装上空气冷凝管，置于水浴锅上维持沸腾状态 60 分钟（勿使蒸汽逸出冷凝管）。再加入精制乙醇 20ml 和酚酞批示剂 6-10 滴左右。趁热以 0.5N 盐酸标准溶液滴定至红色消失为止。

在相同条件下作一空白试验。

### 计算

$$\text{皂化值} = (V_0 - V)N \times 56.1 / W$$

式中：V<sub>0</sub>——空白试验耗用盐酸标准溶液的体积（ml）

V——样品试验耗用盐酸标准溶液的体积（ml）

N——盐酸标准溶液的当量浓度

W——样品重量（克）

注：平均试验结果的允许误差为 1.0

## 附录三 比重的测定

### 方法概述

比重是指物质在一定温度时的密度与水在 4 度时的密度之比，用符号 D 表示，常见的测量比重方法有比重计法，比重天平法，比重容器法等等。

本文介绍了比重容器法。

### 仪器与试剂

仪器：比重瓶等。

试剂：无水乙醇，乙醚等。

### 实验步骤

将比重瓶及瓶塞洗净后干燥，然后冷却至室温，称重得 G1

将蒸馏水的温度升至接近 Tc，然后取出比重并用滤纸擦干，立刻称重得 G3。

倒出蒸馏水，依次用少量酒精，乙醚洗涤比重瓶，然后烘干，冷却，按照第 2 步所述方法测样品及瓶重后，得 G2。

### 计算

按下式求得样品在 T 度的比重

$$d_4^t = \frac{G_2 - G_1}{G_3 - G_1} \cdot \frac{\rho_{\text{水}}^t}{0.999973}$$

$$\rho_{\text{水}}^t$$

水在 T 度时的密度

## 附录四 粘度的测定

### 方法概述

粘度的测定方法：常见的有毛细管法，落球法（或拉球法），转筒法，扭摆振动法，转筒法，测量的粘度范围很广，但需要精密的测量仪器，本文所介绍的 NDJ—79 型旋转式粘度计就是其中的一种，仪器用一个微型的同步电动机驱动，电动机的壳体采用悬挂式来安装，它通过转轴和挂钩带动转筒旋转，当旋转的转筒在被测液体中受到粘滞阻力作用时，产生反作用而使电动机壳体偏转，由于电动机壳体与两根具有正反力矩的金属游丝相连，壳体的转动就会使游丝产生扭矩，当游丝的扭矩与粘滞阻力矩达到平衡时，与电动机壳体相连接的指针便在刻度盘上指示出某一确定数值，此数值与转筒所受粘滞阻力成正比，于是刻度数乘上转筒因子就等于动力粘度的数值。

### 操作步骤

开启电源开关，使电动机在空载下运转，待稳定后用调零螺丝将指调到刻度的零点，关闭电源。

将被测液体小心地注入测定器，直至液面达到到锥形面下部边缘为止（约需液体 15 毫升左右），将转筒浸没于液体中，接上专用温度计，恒温水源，然后将测定器放在粘度计托架上，并将转筒悬挂于挂钩上，

开启电源开关，起动电动机，使转筒从晃动直到对准中心，为加速对准中心，可将测定器在托架上前后左右微量移动。

当指针稳定后，记录读数，如果读数小于 10 格，应当换用直径大一号的转筒，所用转筒的因子乘以读数即得以厘泊表示的粘度，然后关闭电源开关，将测定器内孔和转筒洗净，擦干，

### 附注

本粘度为精密测量仪器，必须严格按照规定的步骤细致的操作。

开启电源开关后，电动机就应起动旋转，如负荷过大或其他造成电机不运转，应关闭电源开关，排除故障后再启动电机。

开启电源开关，起动电动机，使转筒从开始晃动直到对准中心，为加速对准中心，可将测定器在托架前后左右微量移动。

当指针稳定后，记录读数，如果读数小 10 格，应当换用直径大一号的转筒，所用转筒的因子乘以读数即得以厘泊表示的粘度。然后关闭电源开关，将测定器内孔和转筒洗净，擦干。

### 附注

本粘度为精密测量仪器，必须严格按照规定的步骤细致地操作。

开启电源开关后，电动机就应起动旋转，如负荷过大或其他原因造成电机不动转，就应关闭电源开关，排除故障后再启动电机。

电动机不得长时间连续运转，以免损坏。

使用前和使用后都应转筒及测定器内孔洗净，擦干，保证测量精度。

本粘度的测量范围为 10-104 厘泊，对于更小或更高粘度的测量办法，请详见仪器说明书。

## 附录五 折光率的测定

### 方法概述

光在不同介质中的传播速度不同,因此,当光线通过两种不同介质的界面时会发生折射,若固定一种介质,,则临界折射角的大小和折射率(表征第二种介质的性质)有简单的函数关系,阿贝折射仪正是根据这个原理而设计的。

### 仪器与试剂

仪器:阿贝折射仪等。

试剂:丙酮(或乙醇)。

### 步骤

将校正好的阿贝折射仪(校正方法见附注)与恒温水浴连接,校正保温套的温度计后,调节浴温至所需温度,打开直角棱镜,用丝绢或擦镜纸沾少量乙醇或丙酮轻轻擦洗镜面(单向擦洗),晾干后待用。

当达到所需温度( $\pm 0.1$ 度)后,用滴管取2-3滴待测样品,均匀地置于磨沙面棱镜上,关紧棱镜,调节反光镜使入射光线达到最强,然后轻轻转动左面刻度盘,在左面镜筒内找到明暗分界线并使分界线位于十字线的交叉点。这时通过放大镜(左面镜筒)可在标尺上读出液体的折光率,记录温度和折光率后,用擦镜纸擦拭镜面,晾干后关闭棱镜。

### 附注

阿贝折射仪的校正:将标准液体涂于棱镜上,调节温度至某一确定值,然后将刻度尺上所读数调节在该温度下标准液体的已知折射率,此时若从目镜中看到的明暗分界线不在交叉点,则可用专用工具转动校准仪器用的螺钉(位于嵌目镜的金属筒上),使分界线移动到十字交叉点上,

在棱镜上涂置样品时,注意不要使滴管尖端直接接触镜面,以防划伤棱镜。

观察时若目镜筒内出现彩色带,可调节消色棱镜,使色带消除。

## 附录六 熔点的测定

### 方法概述

熔点的测定通常采用毛细管法。采用此法测得的不是一个温度点，而是样品从开始熔化到完全熔化为液体，这个过程的温度范围。

纯净的物质通常都有固定的熔点，但如果混有其它物质，则熔点有显著的变化，使得熔化时温度范围（即熔距）增大，而且熔距与纯物质的熔点相比，常常是降低的，因此，可以用测定熔点的方法鉴别物质，定性的检验物质的纯度。

### 仪器与试剂

仪器：齐列熔点测定管，酒精喷灯，毛细管，玻璃管等。

试剂：甘油，工业酒精等。

### 实验步骤

放少许（约 0.1 克）待测熔点的干燥样品于干净的表面皿上，研成很细的粉末，堆积在一起，用毛细管（一端已经封闭）集取 2-3 毫米的样品，然后，将毛细管开口一端朝上轻轻在桌面上敲几下，再取一支长约 30-40cm 的干净玻璃管，垂直立于桌面上，将熔点管（即毛细管）从玻璃管上端自由落下，以使粉末样品装填紧密，装入样品如有空隙则受热不均匀，影响测定结果，沾附于管外的粉末须擦去，以免污染熔点浴（加热用）。

### 熔点测定

将齐列管安装好，放入熔点浴液（一般用石蜡，甘油），温度计水银球蘸少量熔点浴液后，小心地将熔点管粘附在温度计壁上，使装样品的部位紧在水银球中部，用橡皮筋固定后，将粘附有熔点管的温度计小心地插入熔点浴中（温度计位于齐列管两支管的中间），以小火加热，开始时升温速度可以快些，当温度距离该化合物熔点约 10-15 度时，调整火焰，使温度上升速度约 1-2 度/每分钟，愈接近熔点升温速度越慢，升温速度的控制是准确测定熔点的关键，这是因为，控制好升温速度，一方面可以使样品均匀受热，从而缩短熔距，减小偶然误差，另一方面，观察温度计和样品时存在时间差，控制好升温速度，就可以减少此种原因造成的系统误差，最后，记录样品开始塌陷并有液滴产生，和样品完全熔化时的温度得到一组数据，再用一新毛细管另取样品，重复上述操作，得另一组数据。综合两组数据，得到样品的熔距。

注：1，熔点测定前，应校正温度计的读数。

2，样品的熔点若是未知的，应先粗略测一次，得到大致的熔距，以便于以后测量时控制升温速度。

预 习 报 告

年 月 日

科目:	题目:		
班级:	学号:	姓名:	同组人
实验目的:			
实验原理:			
实验装置:			
实验过程注意事项			
备注:			



## 原始数据记录表

年 月 日

科目:	题目:		实验台号	
班级:	学号:	姓名:	同组人	
时 间	压 力	温 度	实验内容及现象	说 明
备注:				