

精细化工实验讲义

张丹阳 张晓娟 王凤洁 贾长英 徐恒启

沈阳工业大学

二〇〇七年十月

目录

第一篇 绪论

第二篇 实验部分

实验 01	烷醇酰胺的合成	6
实验 02	环缩酮香料的合成	8
实验 03	对硝基苯甲酸的合成	9
实验 04	苯磺酸钠的合成	11
实验 05	食品防腐剂丙酸钙的合成	13
实验 06	从植物中提取天然香料	14
实验 07	浴用香波的制备	16
实验 08	硬脂酸单甘酯的合成	18
实验 09	2-甲基苯并咪唑的合成	19
实验 10	对氨基苯磺酸的合成	21
实验 11	乙酸丁酯的合成	23
实验 12	聚乙二醇磷酸酯的合成	25
实验 13	十二醇硫酸钠的合成	27
实验 14	雪花膏的制备	29
实验 15	固体酒精的制备	31
实验 16	己二酸二(2-乙基乙醇)酯(DOA)的合成	33
实验 17	磷酸三丁酯(TBP)的合成	35
实验 18	苯并三氮唑(BTA)的合成	37
实验 19	邻苯二甲酸二异辛酯(DOP)的合成	39
实验 20	硝基苯的合成	41
实验 21	乙酸异戊酯的合成	43
实验 22	通用液体洗衣剂的制备	44
实验 23	文化污渍去除剂的制备	47
实验 24	免水洗手膏的制备	51
实验 25	内墙涂料的制备	53
实验 26	天然皂的制备	55
实验 27	酸性橙 II 染料的合成及应用	57
实验 28	羧甲基淀粉胶粘剂的制备	60

第三篇 附录

附录一	酸值的测定	62
附录二	皂化值的测定	63
附录三	比重的测定	64
附录四	粘度的测定	65
附录五	折光率的测定	67
附录六	熔点的测定	68

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

精细化工实验基本知识

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 220~380V、频率为 50Hz 的交流电,人体的心脏每跳动一次大约有 0.1~0.2s 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 Ω ,干燥时约为 5000 Ω)和体内电阻(150~500 Ω)。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 30mA,切断电源时间低于 0.1s。
- 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，应及时挤出出血，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。

精细化工实验课的要求

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 烷醇酰胺的合成

由脂肪酸二乙醇胺、一乙醇胺或类似结构的氨基醇缩合面生成的酰胺俗称烷醇酰胺。实际上通常使用的是以椰子油酸、十二酸、十四酸、硬脂酸或油酸与二乙醇胺为原料制得的酰胺（N，N-二羟乙基脂肪酰胺）。这是一类非离子型的表面活性剂，商品名为净洗剂 6501 或 6502。烷醇酰胺的亲水基是羟基，相对于庞大的疏水基团，两个羟基的亲水性是很小的，因此由等摩尔脂肪酸与二乙醇胺制成的烷醇酰胺（1：1 型）的水溶性很差。在实用中烷醇酰胺通常由脂肪酸与过量一倍的二乙醇胺制成的烷醇酰胺（1：2 型），所得产物是等摩尔酰胺与二乙醇胺的缔合物，具有良好的水溶性。由于二乙醇胺的存在，1：2 型烷醇酰胺的水溶液的 pH 值约为 9。若往此溶液中加入酸使 pH 值降至 8 以下，就会出现混浊。

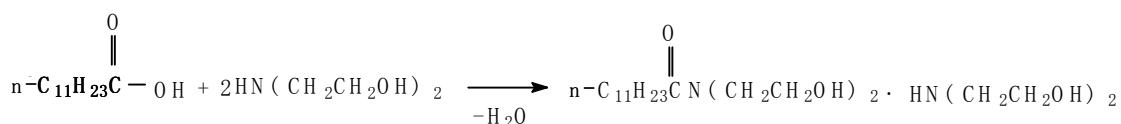
烷醇酰胺具有良好的去油、净洗、润湿、渗透、增稠、起泡和稳定泡沫的性能，对金属也有一定的防锈作用。常用作纺织品、皮肤、毛发和金属等方面清洗剂的配方成分。在工业上，烷醇酰胺的制法通常有二种：①将植物油（如椰子油、棕榈油）水解所得混合脂肪酸制成甲酯（或乙酯）再与二乙醇胺反应，这种方法由于植物油价廉和反应副产物少而较常使用；②脂肪酸直接与二乙醇胺缩合。本实验采用后一种方法制备 N，N-二羟乙基月桂酰胺。

一、实验目的

学习烷醇酰胺类非离子型表面活性剂的基本知识和一般工业制法。

二、实验原理

反应式如下：



三、实验原料

脂肪酸 本实验选用月桂酸为原料，含量在 98%以上。

二乙醇胺 化学纯试剂，浅黄色。

四、实验操作

1. 电磁搅拌器和恒温油浴上装一个 100mL 的圆底烧瓶并安装成蒸馏装置，用橡胶管使接引管的出气口与水循环泵连接起来。向圆底烧瓶中加入 20g (0.1mol) 月桂酸和 21g (0.2mol) 二乙醇胺，投入一粒电磁搅拌子。开动电磁搅拌器和水循环泵，加热并控制油浴温度在 130℃左右反应 2h，直至没有水蒸出为止。停止加热并撤去油浴，烧瓶内物料冷却至接近室温后，解除减压状态。将瓶内物料取出，称重，得浅黄色粘稠状液体，即为可供应用的产物，约 37~39g。
取少许样品滴入清水中，搅匀后应能完全溶解，否则反应仍未达到终点。

2. 实验时间约 3.5h。

五、产品性能检验

本实验的产品为混合物，pH 值 9~10，常温粘度约 160s（涂-4 粘度计），10%水溶液澄清透明，5min 泡沫高度为 130mm 以上。产品中月桂酰二乙醇胺的含量为 60%~70%，游离二乙醇胺含量为 30%~35%。

产品纯度的分析可参考文献 2 介绍的资料，用气相色谱法可测出烷醇酰胺的总含量及其中脂肪酰基的组成以及游离二乙醇胺的含量。

产品应用性能的检验操作如下：

1. PH 值 直接取样用精密 pH 试纸检测。
2. 水溶性 称取样品 1g，放入小烧杯中，加入蒸馏水 9mL，搅匀后静置观察溶解情况。
3. 常温粘度 测定标准方法见 GB1723-79。取适量的样品装入涂-4 杯粘度计内直至超过上沿，用一根直玻璃棒沿杯的上边刮去溢出的部分。使样品从杯的底部流出，同时立即开启秒表计时，至液体完的一刻立即停表，读取秒数。在 25℃时，产品粘度约为 160s。读数会因温度改变而有所变化。
4. 起泡力测定

六 思考题

1. 油浴时应控制温度为多少？为什么？
2. 测定粘度时为什么应严格控制温度？
3. 烷醇酰胺的制备方法有几种？
4. 反应终点如何断定？

实验 2 环缩酮香料的合成

根据香气的不同和香气持久性的不同，环缩酮香料大体上可分为两种：一类是乙酰乙酸乙酯分别和乙二醇，1，2-丙二醇发生缩合反应，生成具有苹果，草莓，柑橘香气系列的缩酮，另一类是环己酮和二元醇缩合合成具有花香和木香，薄荷香气的环缩酮。

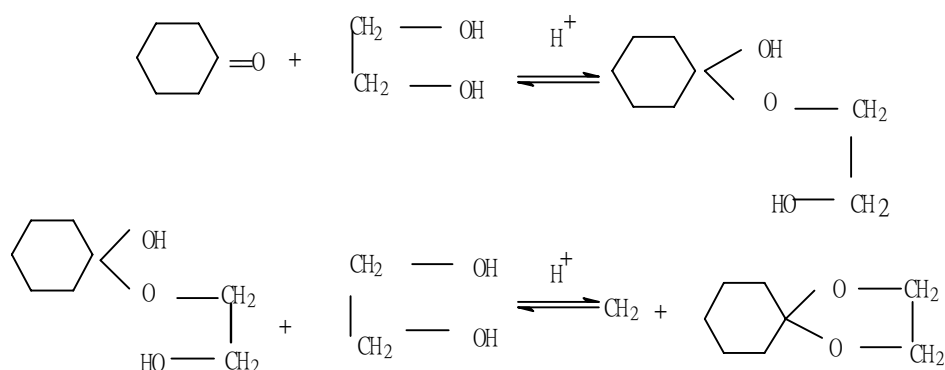
环缩酮类香料属于羰基化合物与二元醇在酸性条件下缩合制得的产物。这一类化合物是近十几年来发展起来的新型香料，具有香气类型多，原料来源丰富，生产工艺简单，化学性质稳定，添加量少等特点。近年来，在日用香料和食用香料中均有广泛的用途，例如：酒类，软饮料，化妆品等的调香。据国内外资料报道，缩羰基香料已达到 200 多种，目前仅在食用香料上的缩酮就有 30 多种，而且，新的缩酮类香料还在不断的开发。

一、实验目的

- 1、学习香料基本知识，了解环缩酮香料的发展及应用。
- 2、掌握环缩酮香料的合成原理及工艺过程。

二、实验原理

反应方程式如下：



三、实验原料

环己酮（纯度 $\geq 99\%$ ）乙二醇（纯度 $\geq 99\%$ ）环己烷（纯度 $\geq 99\%$ ）氯化亚锡（SnCl₂）大孔径阳离子交换树脂 无水三氯化铝。

四、实验步骤

在安装有温度计、分水器、回流冷凝管和电动搅拌器的 250 ml 四口瓶中按比例加入环己酮（20.7ml, 0.2mol）、乙二醇（26.7ml 0.3mol）、带水剂 4g，不断搅拌下加热回流反应，反应一定时间（0.75h）、至无水生成，冷却，滤出催化剂，改为蒸馏装置，回收带水剂，收集 174~180℃馏分，即产品，测折光率，计算产率。

五、思考题

- 1、合成缩酮的反应哪能种类型的反应？所用催化剂有哪些？
- 2、反应过程中为什么要分出生成的水？常用带水剂有哪些？
- 3、反应结束后为什么将催化剂滤出？

实验 3 对硝基苯甲酸的合成

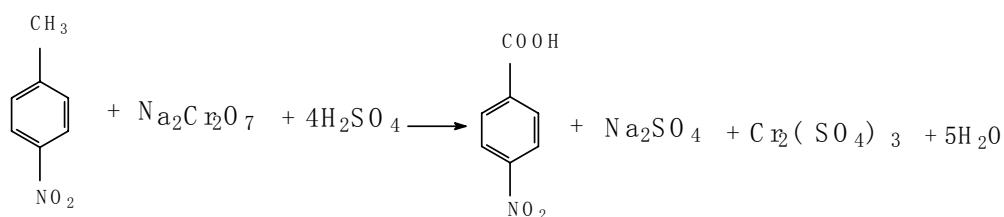
一、实验目的

学习化学氧化反应的原理及其合成方法

二、实验原理

在有机物分子中引入氧原子，形成新的含氧基，使产物分子中含氧量增加的反应称为氧化反应。氧化反应的类型很多，其中在液体中使用化学氧化剂称为化学氧化。

铬化合物是常用的氧化剂，铬化合物的种类和反应条件不同，氧化能力有显著的区别，常用的有重铬酸盐。应用这类氧化剂可得对硝基苯甲酸，其反应式如下：



此法的缺点是消耗较贵的化学剂、有含铬废水处理问题、设备生产能力低、设备腐蚀严重。但也有独特的优点，即反应温度较空气氧化法低、容易控制、操作简便。对于产量小、价值高的精细化工产品，仍有应用的价值。

三、实验仪器与试剂

对硝基甲苯、重铬酸钠、硫酸钠、盐碱、三口烧瓶、搅拌器、温度计、球形冷凝管、滴液漏斗等。

四、实验步骤

在装有搅拌器、球形冷凝器、温度计的 250 毫升三口烧瓶中，在良好搅拌下加入 120 克对硝基甲苯。加热至 80℃，于 4-5 小时内，往反应物中滴加重铬酸钠溶液（140 克重铬酸钠溶解于 100-150 毫升热水中）。

加完重铬酸钠溶液后，升温至 90℃，并在此温度下保持 1 小时。冷却反应物至室温，过滤，沉淀，用 200 毫升小洗涤。然后将此糊状物悬浮在 150-160 毫升热的（70-80℃）10% 纯碱溶液洗涤沉淀，直至酸化滤液不再呈混浊为此。

在良好搅拌下，慢慢往滤液中加入盐酸酸化至对刚果红试纸呈酸性反应。过滤对硝基苯甲酸沉淀，水洗至滤液不呈酸性，然后在 80-90℃干燥。

产量 20 克 60% 熔点 234-236℃。

五、产品分析

测熔点（参阅附录六）

气相色谱分析

六、思考题

滴加重铬酸钠的速度为什么不能太快？

粗制对硝基苯甲酸可能含有哪些杂质，如何除去？

附注

滴加重铬酸钠溶液时，温度不能过高。

实验 04 苯磺酸钠的合成

苯磺酸钠 (sodium benzene acid) 为白色针状晶体, 熔点 450 度, 易溶于水, 易溶于热水, 微溶于热醇, 主要用于染料, 医药, 感光材料, 农药, 香料和塑料稳定剂。

一、实验目的

- 1, 掌握制备苯磺酸钠的原理和方法。
- 2, 了解除武装苯磺酸的性质及其分离方法。

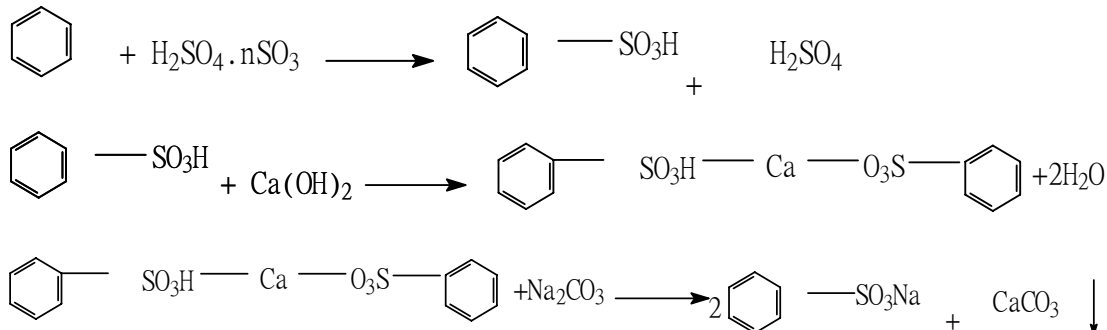
二、实验原理

磺化是指直接用磺化剂以—SO₃H 基团取代有机化合物中氢原子的反应。磺化是亲电取代反应, 芳烃衍生物磺化的难易, 取决于芳烃上取代基的性质, 芳环上有亲核取代基时有利于磺化反应, 磺化反应要根据被磺化物的性质来选择磺化剂。最常用的磺化剂有: 硫酸, 氯磺酸, 发烟硫酸。苯的磺化较难, 宜用发烟硫酸做磺化剂。

磺化反应要求有适宜的温度范围, 温度过高易发生多磺化等副反应。加料次序一般是: 加入被磺化物, 然后再慢慢加入磺入剂, 这样可减少多磺化物的生成。

磺化产物有分离与不分离两种情况, 本实验需要分离出磺酸盐, 磺化产物的分离方法主要有: 稀释酸板法, 直接盐析法, 脱硫酸钙法。萃取分离法等。本实验采用脱硫酸钙法。磺化物稀释后用氢氧化钙的悬浮液中种, 生成的苯磺钙溶于水, 而硫酸钙不溶, 过滤即可除掉, 最后再用碳酸钠溶液处理, 使苯磺酸钙转变为磺酸钠。

由苯制苯磺酸钠的反应式如下:



三、主要仪器和药品

三口烧瓶 (250ml), 温度计 (0 度-100 度), 球形冷凝管, 滴液漏斗, 烧杯 (500ml, 800ml), 量筒 (10ml, 100ml) 托盘天平, 电热套, 布氏漏斗, 玻璃水泵, 抽滤瓶 (500ml), 电炉。
苯, 发烟硫酸 (8%), 碳酸钙, 氢氧化钙, 碳酸钠。

四、实验内容

在装有球形冷凝管, 滴液漏斗和温度计的 250ml 三口烧瓶加入 40ml 苯, 并在不断搅拌下慢慢滴加 88ml 8% 的发烟硫酸 (约在 1h 加完, 并用冷水浴控制反应液温度不超过 75 度。发烟硫酸加完后, 用电热套加热回流 2h), 使球形冷凝管内的苯蒸气的冷凝界限不超过第一球为宜。当反应液的温度达到 100 度, 且球形冷凝管内无苯蒸气冷凝现象时, 则说明磺化完成。将物料冷却至 50 度以下, 倒入 2 只盛有 500ml 水的 800ml 烧杯中, 用氢氧化钙和碳酸钙中和至 PH=6

过滤中和液，以除去硫酸钙，用 100ml 热水淋洗滤饼，取出滤饼放入 500ml 烧杯中，加入 100ml 热水，搅拌，过滤，滤液再用 100ml 热水淋洗，并将洗液与滤液合并。滤液中加入碳酸钠，将苯磺酸钙转变为钠盐。过滤（抽滤，用双层滤纸）除去碳酸钙，并用少量水洗滤饼。将滤液先用烧杯蒸发，然后转入蒸发皿中蒸发至有苯磺酸钠结晶出现时为止，冷却，结晶，过滤，干燥，称重，并计算产率。

五、注意事项

- 1, 磺化反应的温度应控制在 110 度，高于此温度会增加副产物。
- 2, 用碳酸钙中和苯磺酸时，有二氧化碳气体放出，所以碳酸钙必须分批加入并不断搅拌反应混合物。
- 3, 将苯磺酸钙全部转变为钠盐时，要不断地取少量的滤液加入少量的碳酸钠试验，直至不再有碳酸钙沉淀析出为止。
- 4, 若要得到高纯产品，需用 95% 的乙醇进行重结晶，每克苯磺酸钠约需要 18ml 95% 的乙醇。
- 5, 发烟硫酸为强腐蚀性液体，应小心操作，防止灼伤，配制时应戴防护眼镜和手套，并在通风橱内操作。

六、思考题

- 1, 苯的磺化可否用浓硫酸作磺化剂？
- 2, 影响磺化的因素有哪些？
- 3, 磺化反应时有哪些副反应发生？写出化学方程式。
- 4, 怎样配制不同浓度的发烟硫酸？

实验 05 食品防腐剂丙酸钙的合成

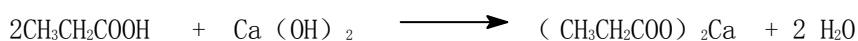
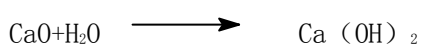
水溶性食品防腐剂丙酸钙是白色结晶, 无臭, 微溶于乙醇易溶于水, 虽其防腐作用较弱, 但因为它是人体正常代谢中间物, 故使用安全. 丙酸钙主要用于面包和糕点的防霉.

一、实验目的

熟悉防腐剂丙酸钙的制备方法, 掌握利用减压浓缩方法获得水溶性固体的操作。

二、实验原理

将丙酸与氧化钙或碳酸钙反应即可得丙酸, 本实验按以下反应制备:



三、实验药品

丙酸 氧化钙

四、实验步骤

1. 在装有搅拌器、回流冷凝管和滴液漏斗的 100mL 三口烧瓶中, 加入 6mL 蒸馏水和 5.6g (0.1mol) 氧化钙, 搅拌使反应完全, 然后在搅拌下由滴液漏斗缓慢滴加 15g (0.2mol) 丙酸。滴加完毕, 取下滴液漏斗并装上温度计, 温度计下端没入液面。升温到 80~100℃ 并保温反应 3~3.5h (当反应液 pH 值为 7~8 时即为反应终点)。趁热过滤, 得到丙酸钙水溶液。

将丙酸钙水溶液移入圆底烧瓶中并组成减压蒸馏装置, 加热减压浓缩到有大量细小晶粒析出为止, 冷却, 抽滤, 烘干, 得到白色结晶的丙酸钙约 15g, 产率约 80%。

2. 实验时间 5h。

五、注意事项

- 1 丙酸的滴加速度要缓慢
- 2 称取丙酸时如不小心溅到皮肤上要快速用水冲洗

六、思考题

- 1 反应的终点如何控制?
- 2 理论产量, 产率, 转化率有何区别?

实验 06 从植物中提取天然香料

天然香料大多从植物中提取得到。上文已经提到，植物天然香料有四种提取方法，即水蒸气蒸馏、压榨、浸提和吸收等方法。

一、实验目的

学习香料的基本知识和提取天然香料的实验方法。

二、实验原理

蒸馏法 芳香成分多数具有挥发性，可以随水蒸气逸出，而且冷凝后因其水溶性很低而易与水分离。因此水蒸气蒸馏是提取植物香料应用最广的方法。但由于提取温度较高，某些芳香成分可能被破坏，香气或多或少地受到影响，所以，由水蒸气蒸馏所得到的香料其留香性和抗氧化性一般较差。

压榨法 用压榨法可从果实（例如柠檬、柑橙等）中提取芳香油。此类果实的香味成分包藏在油囊中，用压榨机械将其压破即可将芳香油挤出，经分离和澄清可得到压榨油。压榨加工通常在常温下进行，精油中的成分很少被破坏，因而可以保持天然香味。但制得的油常带颜色，而且含有蜡质。

浸提法（萃取法） 适用于香组分易受热破坏和易溶于萃取溶剂的香料。目前主要用于从鲜花中提取浸膏和精油。通常是将鲜花置于密封容器内，用有机溶剂冷浸一段时间，然后将溶剂在适当减压下蒸馏回收，得到鲜花浸膏。这样得到的香料，其香气成会一般比较齐全，留香持久。但也含色素和蜡质，并且水溶性较差。必要时，萃取可在适当加热的条件下进行。

吸收法较不常用。

三、原料

所需药品取决于所选的实验内容，可根据实验确定。

四、实验操作

蒸馏法提取姜油

称取生姜 50g，洗净后先切成薄片，再切成小颗粒，放入 250mL 圆底烧瓶中，加水 50mL 和沸石 2-3 粒。在瓶上装有恒压滴液漏斗，漏斗上装接回流冷凝管。将漏斗下端旋塞关闭，加热使烧瓶内的水保持较猛烈地沸腾，于是水蒸气夹带着姜油蒸气沿着恒压漏斗的支管上升进入冷凝管。从冷凝管回流下来的冷凝水和姜油落下，被收集在恒压漏斗中，冷凝液在漏斗中分离成油、水两体。每隔适当的时间将漏斗下端旋塞拧开，把下层的水排入烧瓶中，姜油则总是留在漏斗中。如此重复操作多次，约经 2-3h 后，降温，将漏斗内下层的水尽量分离出来，余下的姜油则作为产物移入回收瓶中保存。

用松针、香茅草、胡椒、柠檬叶、桉叶等等代替生姜，可得到相应的清油，只是收率各不相同。

实验时间约 3.5h。

冷榨法提取橙油

将新鲜的柑桔皮的里层朝外，晒干或晾干（1-2 天）备用。

取干柑桔皮 200g，切成小颗粒，放入研钵中研烂，尽量将油水挤出（有条件的可用小型压榨机）。将榨出物用布氏漏斗抽滤，滤渣用少量水冲洗 1-2 次，抽滤至干。合并所有的油水混合物并将之移入试管中，用高速离心机进行离心分离。5min 后停机，将橙黄的油层用吸管吸出。残液在适当加水搅拌后，再重复上述操作，离心分离一次。将两次得到的橙油合并，得到粗橙油。为把粗橙油中所含上层清油吸出，得到质量较好的冷榨橙油。

实验时间 2-3h

浸提法取茉莉花的平面上铺开，风干一天备用。

称取 300g 茉莉花，装入 500mL 的三角玩世不恭中，加入约 400mL 沸程为 30-60℃ 的石油醚至浸没全部茉莉花为止。塞好后静置 24h 以上，然后将浸提液移入圆底烧瓶中，水浴加热回收溶剂。为降低蒸馏温度，可使用水流喷射泵适度减压进行蒸馏（最好在旋转蒸发器中蒸馏）赶走大部分溶剂后，降温，将残余物移入小烧瓶内，继续用不溶加健谈次溶剂全蒸除。冷后可行到油状或软膏状产物。新采摘的鲜花不经风干同样可用于浸提，但带入更从的水分。

实验时间 3-4h（不含静置浸提时间）。

此步操作的目的是精制得的醚，以除去未反应的在禁酚。在氢氧化钠作用下，后者转变为溶于水的藻酸钠。

用减压蒸馏的方法，也可得到精制的一萘乙醚，沸点为 140℃/1.6kPa

五、思考题

1, 植物天然香料通常有几种提取方法?

2, 如何提高天然香料的产率?

实验 7 浴用香波的制备

浴用香波 (bathing shampoo) 也叫沐浴液, 属皮肤清洁剂的一种。浴用香波有真溶液、乳浊液、胶体和喷雾剂型等多种产品。高档产品有称为浴奶、浴油、浴露、浴乳等。有时产品中还加入各种天然营养物质, 还有的加入各种药物, 使产品具有多种功能。

一、实验目的

- 1、掌握浴用香波的配方原理及配制方法。
- 2、了解浴用香波各组分的作用。

二、实验原理

浴用香波的主要原料是合成的低刺激的表面活性剂和一些泡沫丰富的烷基硫酸酯盐及烷基酰胺等表面活性剂。

大部分产品使用多种添加剂, 以便得到满意的综合性能。常用的助剂主要有: ①螯合剂 (乙二胺四乙酸钠是最有效的螯合剂, 除此之外还有柠檬酸、酒石酸等); ②增泡剂 (浴用香波要求有丰富和细腻的泡沫, 对泡沫的稳定性也有较高的要求); ③增稠剂; ④珠光剂; ⑤滋润剂; ⑥缓冲剂; ⑦维生素; ⑧色素; ⑨香精等。

浴用香波和洗发香波在配方结构和设计原则上有许多相似之处, 但也有差别。例如, 产品对人体的安全性仍然是第一位的原则。洗涤过程首先应不刺激皮肤, 不脱脂。洗涤剂在皮肤上的残留物对人体不发生病变, 没有遗传病理作用等。产品应有柔和的去污力和适度的泡沫。要求产品具有与皮肤相近的 PH 值, 中性或微酸性, 避免对皮肤的刺激。另外对产品要求既有去污作用又不脱脂是不可能的。所以在配方时不用脱脂性强的原料, 最好加入一些对皮肤有加脂和滋润作用的辅料, 使产品更加完美。还可添加一些具有疗效、柔润、营养性的添加剂, 使产品增加功能, 提高档次。香气和颜色也是一个重要的选择性指标, 要求产品香气纯正、颜色协调, 使使用过程真正成为一种享受, 用后留香并给人以身心舒适感。配方中还要考虑加入适量的防腐剂、抗氧剂、紫外线吸收剂等成分。总之, 要综合考虑各种要求和相关因素, 使配制的产品满足更多的消费者的需求。

三、主要仪器和药品

电炉、水浴锅、电动搅拌器、温度计 (0 ~ 100 °C)、烧杯 (100ml、250ml)、量筒 (10ml、100ml)、托盘天平、滴管、玻璃棒。

十二醇硫酸三乙醇胺盐 (质量分数 40%)、醇醚硫酸盐 (质量分数 70%)、月桂酰二乙醇胺、甘油一软脂酸酯、羊毛酯衍生物、丙二醇、椰子基二乙醇酰胺、柠檬酸、脂肪酰胺烷基甜菜碱、乙醇酰胺、壬基酚基醚 (4) 硫酸钠、双十八烷二甲基氯化铵、尼诺尔。

四、实验内容

1、配方

配方见附表

2、操作步骤

按配方要求将去离子水加入烧杯中, 加热使温度达到 60 °C, 边搅拌边加入难溶的醇醚硫酸钠, 待全部溶解后再加入其他表面活性剂, 并不断搅拌, 温度控制在 60 °C 左右。然后再加入羊毛酯衍生物, 停止加热, 继续搅拌 30 mm 以上。等液温降至 40 °C 时加入丙二醇、色素、香精等。并用柠檬酸调整 PH 值至 5.0~7.5, 待温度降至室温后用氯化钠调节粘度。

即为成品。(这里没有固定所用药品,目的是让同学们根据实验条件设计配方)

按配方III配制时不需加热,只按顺序加入水中,搅拌均匀即可。

附表给出的配方中,配方I为盆浴浴剂,配方III、IV为淋浴浴剂,配方II即可盆浴用,也可淋浴用。

用罗氏泡沫仪测定香波的泡沫性能。

五、注意事项

1、配方中高浓度表面活性剂的溶解,必须将其慢慢加入水中,而不是把水加入到表面活性剂中,否则会形成粘度极大的团状物,导致溶解困难。

3、产品同学们可带回试用。

六、思考题

1、浴用香波各组分的作用是什么?

2、浴用香波配方设计的主要原则有哪些?

附表 浴用香波配方

质量分数 / %

名称	配方1	配方2	配方3	配方4
AES(百分之七十)	33.0	12.0	4.0	
尼诺尔(百分之七十)	3.0			
十二醇硫酸三乙醇胺盐(百分之四十)		20.0		
硬酯酸乙二醇酯		2.0	2.0	
月桂酰乙二醇胺		5.0		6.0
甘油软酯酸酯		1.0		
十二烷基二甲基甜菜碱(百分之三十)			6.0	15.0
乙醇酰胺			1.5	
聚氧乙烯油酸盐(百分之七十)			15.0	1.0
羊毛酯		2.0	5.0	
壬基酚基醚硫酸钠				15.0
尼泊金甲酯				2.5
丙二醇		5.0		
柠檬酸(百分之二十)	适量	适量	适量	适量
氯化钠	2.5	2.0	适量	适量
香精、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

实验 08 硬脂酸单甘酯的合成

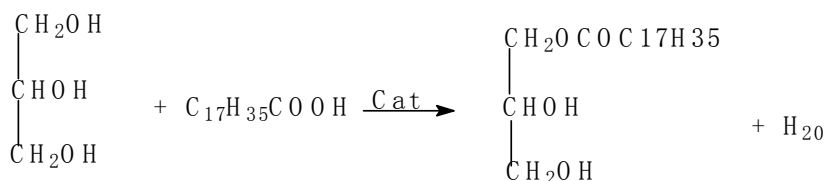
硬脂酸单甘酯又称甘油单硬脂酸酯或单硬脂甘油酯，是甘油分子的三个羟基中有一个羟基与硬脂酸酯化生成的产物，属非离子型表面活性剂，同时甘油可以用伯醇基与硬脂酸生成酯，所以硬脂酸单甘酯有两种异构体，熔点分别为 81.5 度和 74.4 度，一般制品的熔点约为 56-57 度，碘值约 3-4，PH 值 25 度为 9.3-9.7 (3%)，在冷水中不溶，可分散于热水中，能溶于乙醇，植物油和矿物油中，硬脂酸单甘酯对人体没有毒性，主要作为乳化剂广泛应用多种工业。

一、实验目的

学习多元醇类非离子型表面活性剂的知识及合成路线选择，掌握直接酯化反应的实验操作。

二、实验原理

反应方程式如下：



三、实验原料与仪器

丙三醇 杂多酸 乙醇 酚酞 N,N-二甲基甲酰胺 硬脂酸钠
甲苯 硫酸等。

四、实验操作

1 硬脂酸缩水甘油酯的制备

在装有电动搅拌器，温度计和回流冷凝管的三口瓶中，加入 25g 硬脂酸，18 毫升甘油，24 毫升 N,N-二甲基甲酰胺，及 0.5g 杂多酸剧烈搅拌 2h，冷却后滤去固体，滤液用 50ml 水分三次，洗涤，经无水硫酸钠干燥，得到硬脂酸缩水甘油酯粗品。

再中和水洗减压在真空度为 220mmHg 下搅拌加热，蒸出温度至 140 度，此时烧瓶中温度为 220 度。保持温度不变，而蒸出温度降低时，表明溶剂已脱尽，停止加热，冷却至 70-80 度停止减压。加入热水 200 毫升趁热震荡后静置分层分出油层，重复几次。放入烘箱中烘干破乳，得到油相为产品。

五. 测定产品的酸值，皂化值。

六. 思考题

1. 在合成硬脂酸单甘酯的合成中。应注意的问题有那些？
2. 硬脂酸单甘酯的合成主要有几条路线？
3. 如何提高硬脂酸单甘酯的含量？

实验 09 2-甲基苯并咪唑的合成

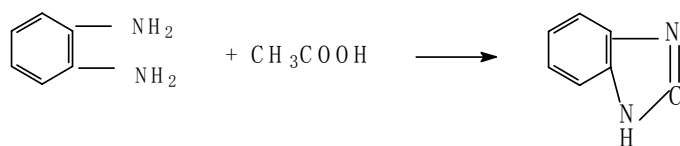
将线型或轻度支链形聚合物转化为三维网状结构的过程称为交联，能使聚合物产生交联的物质称为交联剂，交联是聚合物改性的一个重要手段，它可显著提高聚合物的耐热、耐油、耐磨、力学强度等性能。扩大制品的应用范围。在实际的聚合物生产中，交联剂常被称为固化剂、强化剂、硫化剂等。2-甲基苯并咪唑主要作为环氧树脂固化促进剂，应用于粉末成型和粉末涂装中。

一、实验目的

1. 掌握 2-甲基苯并咪唑的合成方法。
2. 了解成环缩合反应的特点。
3. 掌握熔点测定仪的使用方法。

二、实验原理

成环缩合反应是形成新的环状化合物的缩合反应，这一反应过程常称为闭环或环化。本实验就是通过邻苯二胺与乙酸进行成环缩全反应来制得 2-甲基苯并咪唑。反应式如下：



三、仪器及试剂

1. 仪器：电子恒速搅拌器，电热套，保温瓶，熔点测定仪。
2. 试剂：邻苯二胺，乙酸、氢氧化钠，石蕊试纸，活性炭。

四、实验步骤

1. 成环缩合

在 500ml 四口烧瓶中，投入 54 克 (0.5mol) 邻苯二胺及 45 克乙酸。混合物于 100℃ 反应 2 小时，冷却后，缓慢加入 10% 氢氧化钠溶液，摇动烧瓶使之混合均匀，用石蕊试纸检验合液，应刚好显碱性，然后将粗产品抽滤（抽滤过程中用冷水洗涤固体产品）。

2. 在 1.5L 烧瓶中，将上述固体产品溶于 750ml 沸水，冷却后加入 2 克活性炭，再煮沸，15 分钟后快速抽滤（抽滤前预热漏斗），然后将滤液冷却至 10~15℃，再滤出固体产品（过滤过程中用少量冷水洗涤），最后于 100℃ 下干燥产品并称重，计算产率。

五、产品分析

测熔点（参阅附录六）。

六、思考题

1. 为什么 2-甲基苯并咪唑的熔点很高？
2. 2-甲基苯并咪唑有没有旋光性？有没有异构体？

3. 在产品精制过程中，加入活性炭的目的是什么？
4. 在成环缩合过程中加入 NaOH 的目的是什么？

七、附注

1. 本品有毒，应密封贮存。
2. 加入 NaOH 时要小心，避免过量。

实验 10 对氨基苯磺酸的合成

对氨基苯磺酸是一种重要的精细化工中间体，常用于制造偶氮染料等，也可用作防治麦锈病的农药。

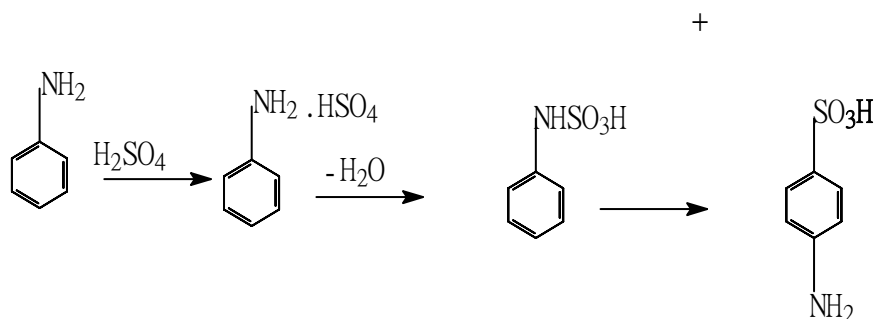
一、实验目的

掌握对氨基苯磺酸的制备方法。

加深对磺化过程及氨基化合物的重氮化方法。理解。

二、实验原理

芳胺在浓硫酸中首先生成芳胺硫酸盐，然后在高温下脱水并发生分子内重排，生成产物。



三、实验仪器与试剂

实验仪器：250ml 三口瓶，250ml 烧杯，搅拌器，酸式滴定管，球形冷凝器，布氏漏斗，锥形瓶，300 度温度计，表面皿。

实验试剂：苯胺（15.5 克），盐酸（8ml），亚硝酸钠，活性炭，浓硫酸（50 克），氨水 3ml，溴化钾，淀粉碘化钾试纸。

四、实验步骤

在干燥的 250ml 圆底三口烧瓶中放置 27.1ml（0.5mol）浓硫酸，在搅拌下缓慢滴入 15.1 毫升（0.167mol）苯胺，升温到 180 度，反应 5 小时，取少量反应混合物，加入氢氧化钠溶液，若无苯气味则反应完全。

冷却后将反应混合液倾至盛有 100ml 水的烧杯中静置，过滤出氨基磺酸的白色沉淀，烘干，称重。

在盛有精产品的烧杯中加入 100ml 水，加热至沸腾，再加水煮沸，直到固体全部溶解为止，然后将溶液稍冷却，加入少放活性炭后煮沸，再趁热过滤，滤液自然冷却后，过滤得到无色对氨基苯磺酸晶体，最后烘干，称重。

五、产品分析

氮值滴定实验，取干燥的无水对氨基苯磺酸约 0.5 克，精确称重，加入蒸留水 30ml，浓氨水 3ml，使之溶解后，加入浓盐酸 8ml，搅拌，加溴化钾少放，在冰水浴中滴加已标定

的亚硝酸钠溶液 (0.1N 左右), 接近终点时, 放慢滴定速度, 用玻璃棒蘸少放药液滴在碘化钾试纸上, 当出现兰色时, 停止滴定, 过一分钟再试, 若试纸仍为蓝色, 即为终点 (约消耗 NaNO_2 液 37ml), 由 NaNO_2 溶液耗量用下列公式计算出产品的含量: 对氨基苯磺酸含量 $\% = 200VN/M/1000G$

式中

M----对氨基苯磺酸分子量

G----试样重量 (克)

N----亚硝酸钠溶液的当量浓度

V----消耗的亚硝酸钠溶液毫升数

六、思考题

为什么反应结束后, 将反应液倒入水中, 产品能析出? 若有未反应苯胺, 是否也能析出?

产品含量分析的原理是什么?

反应终点是怎么判定的?

实验 11 乙酸丁酯的合成

乙酸丁酯 (butyl acetate) 亦称乙酸正丁酯, 无色液体, 具有水果香味, 微溶于水, 能溶于乙醇, 乙醚和烃类, 密度 0.8826 (20 度), 沸点 126.3 度, 凝固点度, 折光率 1.3591 (20 度)。

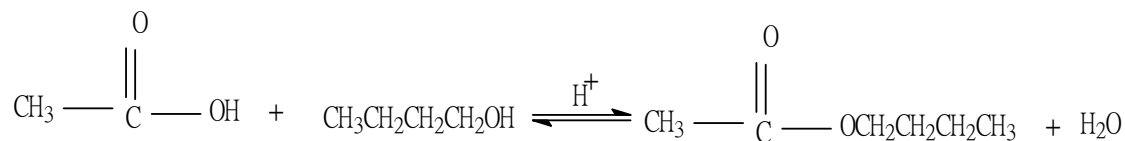
乙酸丁酯是良好的有机溶剂, 可用于火棉胶, 清漆, 人造革, 塑料及香料工业, 并可用作萃取剂和脱水剂。

一、实验目的

1. 掌握有机酸酯的制备原理和乙酸丁酯的制备方法。
2. 学习用恒沸混合物除去酯化产物中水的方法。

二、实验原理

有机酸酯通常用醇和羧酸在少量催化剂 (如浓硫酸) 的存在下制得。酯化反应是一个典型的酸催化可逆反应, 为使反应平衡向右移动, 可用过量的醇或羧酸, 也可将反应中生成的酯或水及时蒸出, 实验中要注意控制反应的温度, 原料滴加的速度和产品蒸出速度, 从而使反应进行得比较完全。在制备乙酸丁酯时, 采用等摩尔的乙酸和丁醇, 加入极少量的浓硫酸作催化剂, 进行回流。让回流冷凝液先进入一个分水器分层, 水分留在分水器中, 有机液不断地流回反应器中, 这样, 在酯化反应进行是, 生成的水可以从平衡混合物中除去, 使反应几乎可进行到底, 得到高产率的乙酸丁酯, 反应方程式如下:



三、主要仪器和药品

电热套, 三口烧瓶 (250ml) 球形冷凝管, 直型冷凝管, 接引管, 分水器, 分液漏斗 (125ml) 锥形瓶 (50ml, 100ml), 蒸馏烧瓶 (50ml), 量筒 (10ml, 100ml) 温度计 (0 度-200 度)。

正丁醇, 冰醋酸, 浓硫酸, 碳酸钠溶液 (10%), 无水硫酸镁, PH 试纸。

四、实验内容

在干燥的 250ml 三口烧瓶中加入 28.9ml 正丁醇和 14.4ml 冰醋酸, 再加 10 滴浓硫酸, 投入沸石, 混合均匀, 装上分水器 and 球形冷凝管, 加热回流, 反应一段时间后将水逐渐分去, 约 40min 后不再有水生成, 则说明反应完毕, 停止加热, 记录分出的水量, 冷却后取下回流冷凝管, 把分水器中分出的酯层和三口烧瓶中反应液一起倒入分液漏斗中, 用 20ml 水洗涤, 分去层, 酯层用 25ml 10% 碳酸钠溶液洗涤, 并检验是否仍有酸性 (如仍有酸性怎么办), 分去水层, 将酯层再用 20ml 水洗涤一次, 分去水层, 将酯层倒入干燥的锥形瓶中, 加入无水硫酸干燥。

将干燥后的乙酸正丁酯倒入干燥的 50ml 蒸馏烧瓶中 (注意不要将硫酸镁倒进去), 加入沸石, 安装好蒸馏装置, 加热蒸馏, 收集 124 度-126 度的馏分倒入指定的回收瓶中。

产品称重, 并计算产率。

注意事项

1 浓硫酸在反应中起催化剂作用，只需少量。

2 本实验利用恒沸混合物除去酯化反应中生成的水，正丁醇，乙酸和水可能形成下表中的几种恒沸混合物：)

二元 乙酸正丁酯-水

正丁醇-水

乙醇正丁酯-正丁醇

三元 乙醇正丁酯-正丁醇-水

含水的恒沸混合物冷凝为液体时，分为两层，上层为含少量水的酯和醇，下层主要是水。

3 根据分出的总水量（注意扣去预先加到分水器中水量），可以粗略地估计酯化反应完成的程度。

五、思考题

本实验是根据什么原理来提高乙酸正丁酯产率的？

计算反应完全时应分出的水量？

反应中生成的水是怎样分去的？

实验 12 聚乙二醇磷酸酯的合成

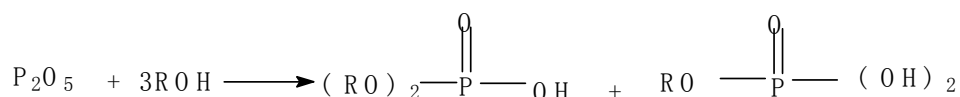
磷酸酯类表面活性剂是一种重要的阴离子表面活性剂。大多数磷酸酯是芳香的琥珀色粘性液体或浆状物，一般都个有润湿、去污、溶解、乳化、降低表面张力、发泡、防尘、抗静电、润滑、防腐蚀、分散和抗污垢再沉积等许多重要性质。此外，具有良好的酸碱稳定性、优良的热稳定性、很高的耐电离子性，在碱性溶液里还有良好的溶解性、配伍性，所以磷酸酯具有很广泛的用途。

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 V1 ，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 V2 ，然后加入 6 毫升 10% 氯化钙溶液、摇均，溶液呈兰色，最后用 0.5N NaOH 标准溶液滴定至青紫色，达到终点，耗去毫升数记为 V3 。

1. 2 计算

$$\text{双酯 \%} = (v1-v2)/v1 \times 100 \%$$

$$\text{单酯 \%} = (v2-v3)/v1 \times 100 \%$$

$$\text{游离磷酸 \%} = v3/v1 \times 100 \%$$

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

式中

v1-v2 耗用在双酯上的 NaOH 毫升数

v2-v3 耗用在单酯上的 NaOH 毫升数

v3 耗用在游离磷酸上的 NaOH 毫升数

$$v_{\text{NaOH}} = (v1+v2+v3) \text{ ml}$$

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 13 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

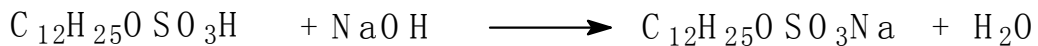
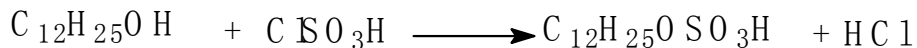
- 1 掌握高级醇硫酸酯盐型阴离子表面活性剂的合成原理和合成方法。
- 2 了解高级醇硫酸酯盐型阴离子表面活性剂的主要性质和用途。
- 3 学习泡沫性能的测定方法。

二、实验原理

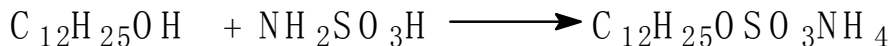
合成原理

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-1H₂SO₄）=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 14 雪花膏的制备

雪花膏 (vanishing cream) 是白色膏状乳剂类化妆品, 乳剂是指一种液体以极细小的液滴分散于另一种互不相溶的液体中所形成的多相分散体系。雪花膏涂在皮肤上, 遇热容易消失, 因此, 被称为雪花膏。

一、实验目的

- 1 了解雪花膏的配制原理和各组分的作用。
- 2 掌握雪花膏的配制方法。

二、实验原理

配制原理和护肤机理

雪花膏通常是以硬脂酸皂为乳化剂的水包油型乳化体系。水相中含有多元醇等水溶性物质, 油相中含有脂肪酸, 长链脂肪醇, 多元醇脂肪酸酯等非水溶性物质。当雪花膏被涂于皮肤上, 水分挥发后。吸水性的多元醇与油性组分共同形成一个控制表皮水分过快蒸发的保护膜, 它隔离了皮肤与空气的接触, 避免皮肤在干燥环境中由于表皮水分过快蒸发导致的皮肤干裂。也可以在配方中加入一些可被皮肤吸收的营养物质。多年来, 雪花膏的基础配方变化不大, 它包括硬脂酸皂 (质量分数 3.0%~7.5%), 硬脂酸 (质量分数 10%~20%), 多元醇 (质量分数 5%~20%), 水 (质量分数 60%~80%)。配方中, 一般控制碱的加入量, 使皂的质量分数占全部。脂肪酸的质量分数 15%~20%。我国轻工业部雪花膏的理化指标要求包括: 膏体耐热, 耐寒稳定性, 微碱性 PH 小于等于 8.5, 微酸性 PH 为 4.0~7.0; 感官要求包括: 色泽, 香气和膏体结构 (细腻, 擦在皮肤上应润滑, 无面条状, 无刺激)。

三、主要仪器和药品

烧杯 (250ml), 电动搅拌器, 温度计, 显微镜, 托盘天平, 电炉, 水浴锅。

硬脂酸, 单硬脂酸甘油酯, 十六醇, 白油, 丙二醇, 氢氧化钠, 香精, 防腐剂, 精密, PH 试纸。

四、实验内容

1 配方

名称	质量分数/%
硬脂酸	15.0
单硬脂酸甘油酯	1.0
白油	1.03
十六醇	1.0
丙二醇	10.0
KOH	0.6
NaOH	0.05
香精	适量
防腐剂	适量
水	加至 100

2, 配制

按配方中的量分别称量硬脂酸, 单硬脂酸甘油酯, 白油, 十六醇和丙二醇, 将称量好的原料加入 250ml 烧杯中, 水和碱称量后加入另一 250ml 烧杯中, 分别加热至 90 度, 使原料溶化, 溶解均匀, 装水的烧杯在 90 度下保持 20min 灭菌, 然后在搅拌下将水慢慢加入到油相中, 继续搅拌, 当温度降至 50 度时, 加入防腐剂, 降温至 40 度后, 加入香精, 搅拌均匀, 静置, 冷却至室温, 调整膏体的 PH, 使其在要求的范围内。

五、注意事项

- 1 加入少量 NaOH 有助于增加膏体粘度, 也可以不加。
- 2 降温到 55 度以下, 继续搅拌使油相分散, 加速皂与硬脂酸结合形成结晶, 出现珠光现象。
- 3 降温过程中。粘度逐渐增大, 搅拌带入膏体的气泡不易逸出, 因此, 粘度较大时, 不易过分搅拌。
- 4 使用工业一级硬脂酸, 可使产品的色泽及储存稳定性提高。

六、思考题

- 1 配方中各组分的作用的什么?
- 2 配方中硬脂酸的皂化百分率是多少?
- 3 配制雪花膏时。为什么必须两个烧杯中药品分别配制后再混合到一起?

附: 雪花膏配方

名称	质量分数/%	
原料名称	配方 1	配方 2
硬脂酸	20.0	13.0
鲸蜡醇	0.5	1.0
硬脂醇		0.9
甘油硬脂酸单酯		1.0
矿物油		0.5
橄榄油		1.0
甘油	8.0	4.0
尼泊金异丙酯	适量	0.2
苛性钠	0.36	
苛性钾		0.4
三乙醇胺	1.20	
香料	适量	适量
蒸馏水	加至 100	加至 100

实验 15 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

1. 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 \geq 95%）

硬脂酸钠 AR

虫胶片（工业级）

固体石蜡 AR

氢氧化钠 AR

沸石

四、实验步骤

方法一：

- 1, 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，
- 2, 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，
- 3, 切不同回流时间的产品进行燃烧实验，并进行比较。

方法二：

- 1, 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。
- 2, 将 1.5g (约 0.037mol) 氢氧化钠和 13.5g 水加入 100ml 烧杯中，搅拌溶解后再加入 25ml 酒精，搅匀。

- 3, 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 16 己二酸二(2-乙基己醇)酯(DOA)的合成

增塑剂是一种添加到聚合物体系中,能使聚合物玻璃化温度降低、可塑性、柔韧性或膨胀性增加、易于加工的物质。DOA 常用作辅增塑剂。

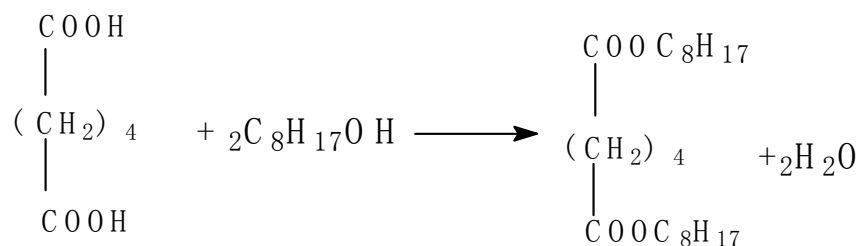
常温下 DOA 是无色或微黄色的油状液体,沸点 210°C/5 毫米汞柱,折光率 1.4470,闪点 193°C,溶于多数有机溶剂,微溶于乙二醇类,不溶于水,有特殊气味。

DOA 是聚氯乙烯的优良耐寒增塑剂,它赋予制品优良的低温柔软性、一定的光热稳定性和耐水性,常与 DOP 等并用于耐寒的农用薄膜、电线、户外用水管及冷冻食品的包装薄膜。此外还可作为许多合成橡胶的低温增塑剂,气相色谱固定相。

一、实验目的

1. 掌握 DOA 的合成原理及合成方法。
2. 掌握酯化、减压蒸馏等单元操作。

二、实验原理



本反应为酯化反应,为了使化学平衡向有利于生成物方向移动,就需不断地除去生成的水。实验中选用苯做为带水剂,苯和水形成的共沸物在分水器中冷凝后,将苯蒸出,再减压蒸馏可制得 DOA。催化剂的采用可以大大加快酯化反应的速度,缩短达到平衡时所需的时间。本实验对作为催化剂的浓硫酸和对甲苯磺酸的催化性能进行了比较。

三、试剂与仪器

1. 试剂: 己二酸, 异辛醇, 氢氧化钠, 浓硫酸, 对甲苯磺酸, 中性乙醇, 苯。
2. 仪器: 减压装置一套, 电子恒速搅拌器, 闪点测定仪, 超级恒温水浴等。

四、实验步骤

1. 称量 30 克己二酸, 50 克 2-乙基己醇, 3 毫升浓硫酸和 33ml 苯一起加入到 500ml 四口烧瓶中, 在电子恒速搅拌器搅拌情况下, 于真空度 650~680 毫米汞柱, 进行催化减压酯化, 反应温度控制在 120~130°C, 反应时间 2 小时。观察第一滴水出现时的温度和时间。酯化反应后用 2% 的烧碱中和, 中和温度保持在 60~65°C。在相同温度下进行水洗。然后在真空度 700 毫米汞柱条件下脱醇、脱苯得粗产品, 粗酯经压滤成品。最后计算收率。

2. 分析实验

2.1 测闪点。

- 2.2 测酸值(方法见附录一)。
- 2.3 测比重(方法见附录三)。
3. 改用对甲苯磺酸作催化剂, 重复上述实验, 对反应时间、产品性能进行比较。

五、思考题

1. 以 DOA 为例, 分析增塑剂增塑原理?
2. 增塑剂的增塑方法有几种?
3. 如何停止减压操作?
4. 收率、产率、理论产率三者有什么区别?

六、附注

1. 细心观察酯化反应中第一滴水流出时的时间以及温度。
2. 分水器外壁要用石棉布保温。
3. 减压操作前, 各个玻璃磨口都要用真空酯涂抹, 以保持良好的密封性。

实验 17 磷酸三丁酯 (TBP) 的合成

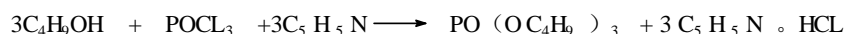
随着塑料工业的发展,塑料制品在建筑、航空、日用家俱等领域中已广泛使用。塑料一般都具有可燃性,因此,由于塑料燃烧造成的事很多,为了解决这一问题,所以在塑料中加入阻燃剂,以提高它的难燃性。常用作阻燃剂的化合物是元素周期表中 v、vii 和 III 族元素的化合物,如 V 族的磷化合物。当有机磷化合物暴露于火焰中时,会发生以下的转化:有机磷化合物→磷酸→偏磷酸→聚偏磷酸,最终生成的聚偏磷酸是非常强的脱水剂,能促使有机化合物炭化,生成的炭黑皮膜能起到阻燃作用。

TBP 是一种阻燃剂,由三氯氧磷和丁醇反应制得。常温下,TBP 是无色液体,沸点 289℃(常压),比重 0.7929(25℃),闪点 146℃(闭口),易溶于有机溶剂,微溶于水。

一、实验目的

1. 掌握阻燃剂 TBP 的制备方法。
2. 了解磷酸酯的特点,掌握单酯、双酯、三酯含量的测定方法。
3. 掌握高效液相色谱的使用以及电极电位的测定方法。

二、实验原理



本反应是典型的酯化反应,生成酯和氯化氢气体。为了使酯化反应向正方向充分进行,须不断地除去生成的氯化氢气体。实验中,采用加入吡啶,生成吡啶盐酸盐的方法,将氯化氢除去。用苯做共沸剂,除去过量醇。

三、试剂与仪器

1. 试剂:正丁醇,三氯氧磷,氢氧化钠,苯,吡啶,硫酸钠,无水乙醇。
2. 仪器:减压装置一套,电子恒速搅拌器,烧杯,分液漏斗,电热套。

四、实验步骤

1. 制备

在装有回流冷凝器,电子恒速搅拌器,滴液漏斗和温度计的 500ml 四口烧瓶中加入 68.5ml 正丁醇、66ml 吡啶和 68ml 干燥苯,将溶液进行搅拌,并将烧瓶放在冰盐混合液中冷却,直到温度降至-5℃,再搅拌下向混合物滴加 22.8ml 的三氯氧磷,调节滴加速度,使反应温度不超过 10℃,滴加完毕后继续加热回流 2 小时,然后将混合物冷却至室温,加入 400~500ml 水以溶解吡啶盐酸盐,再分出苯层,用 100~150ml 水洗至中性,然后用 20 克无水硫酸钠干燥。

减压蒸馏上面得到的粗产品,收集 160~162℃/15 毫米汞柱馏分,产品称重后计算产率。

2. 分析

- 2.1 取少量样品进行液相色谱分析或电极电位测量,从而得出单酯、双酯、三酯含量。
- 2.2 测皂化值(见附录二)。

五、思考题

1. 以 TBP 为例,说明阻燃剂的阻燃原理?
2. 皂化值的高低与酯化反应有什么关系?

3. 反应温度对制备磷酸酯有什么影响？为什么本实验酯化温度要控制在 10℃ 以下进行？

一、附注

1. 加三氯氧磷时一定要一滴一滴地滴加。
2. 严格控制酯化温度不超过 10℃。

实验 18 苯并三氮唑 (BTA) 的合成

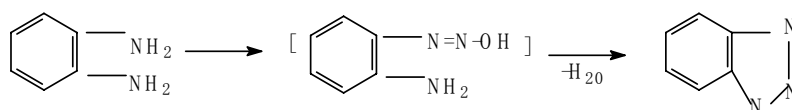
光稳定剂是能提高高分子材料光稳定性的一种物质, 它能屏蔽紫外线, 或者强烈地吸收紫外线后再通过能量转换, 把吸收的紫外线转化为热能或无害的较长波长的光释放出来, 从而使高分子材料免受紫外线破坏, 避免了光氧化。光稳定剂具有良好的光稳定性、热稳定性、无毒性和低挥发性。作为一种光稳定剂的 BTA, 具有良好的紫外线吸收能力, 因此可以保护对紫外光敏感的制品, 例如, 它可能防止重氮染料褪色, 防止纸、编织物、胶片、金属硬币等变色。

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 °C, 沸点 201~204°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 290~400 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°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 19 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°C (常温下), 沸点 384°C (常温下), 折光率 1.4853, 闪点 207°C , 可溶于大多数有机溶剂, 微溶于甘油、乙二醇、有特殊气味。

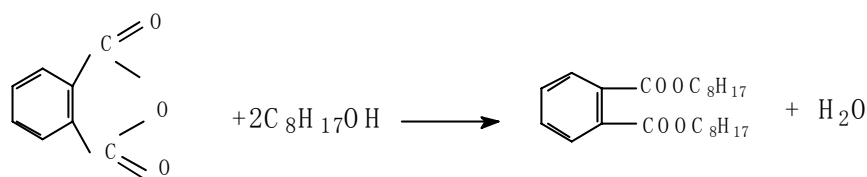
DOP 是邻苯二甲酸酯类增塑剂中最重要的品种之一, 主要用作聚乙烯、硝化纤维素、电线包皮等塑料中的增加剂。

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

2. 酯化反应的特点是什么？
3. 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？
4. 硫酸催化反应可能有哪些副反应？
5. 酸性催化原理是什么？
6. 活性炭脱色原理如何？

六、附注

1. 苯酐有毒，应小心加药。如果苯酐沾到手上、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 20 硝基苯的合成

硝基苯 (nitrobenzene) 是芳香族硝基化合物, 为黄绿色晶体或黄色油状液体, 有杏仁气味, 能溶于乙醇, 乙醚和苯, 微溶于水, 密度 1.19867 (20 度, 凝固点 5.70 度, 沸点 210.85 度。硝基苯是重要的精细化工原料, 是医药和染料的中间体, 可用于制备二硝基苯, 苯胺, 间氨基苯, 磺酸等, 还可做有机溶剂, 有机反应的弱氧化剂等。

一、实验目的

1. 了解硝化反应中混酸的浓度, 反应温度和反应时间与硝化产物的关系。
2. 掌握硝基苯的制备原理和方法。

二、实验原理

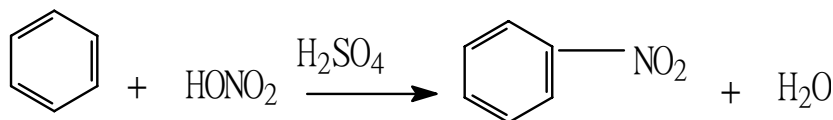
芳香族硝基化合物一般由芳香族化合物直接硝化制得, 最常用的硝化剂是浓硝酸与浓硫酸混合液, 常称混酸。

在硝化反应中, 因被硝化物结构的不同, 所需的混酸浓度和反应温度也各不相同, 硝化反应是不可逆反应, 混酸中浓硫酸的作用不反在于脱水, 更重要的是有利于 NO_2^+ 离子的生成, 增加 NO_2^+ 离子的浓度, 加快反就速度, 进而提高硝化能力。

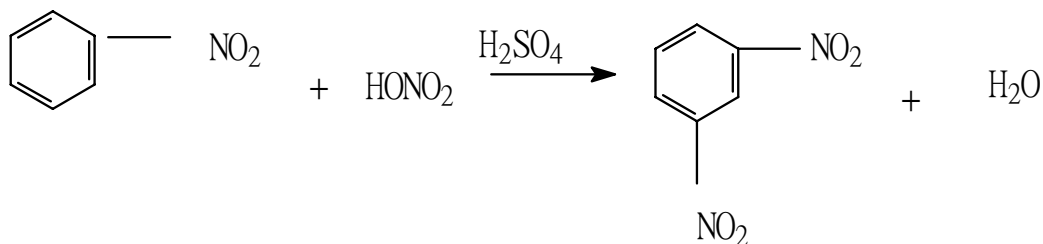
硝化反应是强放热反应, 进行硝化反应时, 必须严格温度和加料速度, 同时进行充分的搅拌。

以苯为原料, 用混酸做硝化剂制备硝基苯的反应式如下:

主反应



副反应



三、主要仪器和药品

三口烧瓶 (250ml), 温度计 (0 度-100 度-250 度, 量筒 (10ml), 分流漏斗 (120ml) 玻璃漏斗 (20mm), 玻璃 (8mm, L300ml) 蒸馏烧瓶 (50ml), 锥形瓶 (50ml) 空气冷凝管, 电热套。

浓硝酸, 浓硫酸, 碳酸钠溶液 (10%), 饱和食盐水, 无水碳酸钠, PH 试纸等:

四, 实验内容

在 250ml 三口烧瓶中加入 17.8ml 苯，三口烧瓶配上一支 300mm 长的玻璃管作为空气冷凝管，左口装一支 0 度-100 度温度计，右口装上液滴漏斗，将冷却的混酸分批加入，每加一次后，必须充分振荡烧瓶，使苯和混酸充分接触，此时反应液温度升高，待反应液温度不再上升，且趋于下降时，再继续加混酸（为什么），加酸时，要使反应的温度控制在 40 度-50 度，若超过 50 度，可用冷水浴冷却，加料完毕后，将烧瓶放在 50 度的水浴中，并加热使烧瓶中的反应液的温度控制在 60 度-65 度并保持 40min。在此期间应间歇地摇荡烧瓶。

反应结束后，将烧瓶移出水浴，待反应液冷却后，将其倒入分液漏斗中，静置，分层，分出酸层（注意哪一层是酸层，怎样判断和检验）。将酸液倒入指定的回收瓶中，粗硝基苯用等体积的冷水洗涤，再用 10%的碳酸钠溶液洗涤多次，直到洗涤液不显酸性，最后用去离子水洗至中性（如何检验），将粗硝基苯从分液漏斗中放入干燥的小锥形瓶中，加入无水氯化钙干燥，并间歇地摇荡锥形瓶。

把澄清的硝基苯倒入 50 ml 蒸馏烧瓶中，装上 250 度水银温度计和空气冷凝管，用电热套加热蒸馏，收集 204 度-210 度的馏分，为了避免残留在烧瓶中的二硝基苯在高温下分解而引起爆炸，注意切勿将产物蒸干，称重，并计算产率。

四、 注意事项

3. 混酸配法：在 50ml 锥形瓶中加入 20.0ml 浓硫酸，把锥形瓶放冷水浴中，在摇动条件下将 14.6ml 的硝酸慢慢加入浓硫酸中，混匀。
4. 苯的硝化是一个放热反应，在开始加入混酸时，硝化反应速度较快，每次加入的混酸量宜为 0.5ml-1.0ml。随着混酸的加入，硝基苯逐渐生成，反应混合物中苯的浓度逐渐降低，硝化反应的速度也随之减慢，所以在加后一半混酸是，每次混酸可加入 1.0ml-1.5ml。
5. 用吸管吸取少量上层反应液，滴到饱和食盐水中，当观察到油珠下沉时，则表示硝化反应已经完成。
6. 硝基苯有毒，处理时需多加小心，如果溅到皮肤上，可先用少量酒精洗擦，再用肥皂水洗净。
7. 如果使用工业硫酸，因其中含有少量汞盐等杂质具有催化作用，使反应物中含有微量的多硝基酸，如苦味酸和 2,4, 二硝基苯酚，它们的碱溶液呈深黄色，因而产物水洗时应洗至接近无色。

五、 思考题

- 1, 硫酸和硝酸在硝化时各起什么作用？
- 2, 混酸若一次加完，将产生什么结果？
- 3, 若用比重为 1.52 的硝酸来配制混酸进行苯的硝化，将得到什么产物？
- 4, 硝化反应温度过高将会怎么样？
- 5, 如何判断硝化反应已经结束？

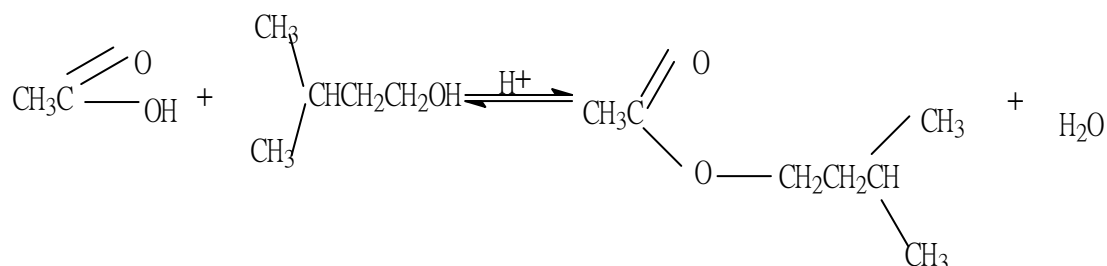
实验 21 乙酸异戊酯的合成

酯是一类广泛分布于自然界的有机物，大都有令人愉快的气味，花和水果的特殊香味，大部分是由带有酯官能团的化合物造成的，因此，这些酯常被用作添加剂，使点心或饮料，是十分必要的。

一、实验目的

- 1, 掌握酯化过程的基本操作技能。
- 2, 熟悉一种香料的合成方法。
- 3, 了解酯的常规分析方法。

二、实验原理



三、实验仪器和试剂

- 1, 实验仪器：100 毫升园底烧瓶，250 毫升分流漏斗，直形冷凝管，250 毫升烧杯，分馏柱，电热套，球形回流冷凝器（直形回流冷凝器 1 只），100 毫升蒸馏瓶（分水器），100 毫升三角瓶。
- 2, 实验试剂：异戊醇（21, 7 毫升），浓硫酸（5 毫升），碳酸钠（10%）（30 毫升），氯化钠饱和溶液（5 毫升），冰醋酸（25 毫升），硫酸镁（3 克），石蕊试纸，沸石。

四、实验步骤

- 1, 干燥所有的仪器。
- 2, 将 21.7 毫升异戊醇和 25 毫升冰醋酸倾入 100 毫升园底烧瓶中。
- 3, 在园底烧瓶中加入几粒沸石，在不断摇动下，向瓶中慢慢加入 5 毫升浓硫酸。
- 4, 安装一套回流装置（用球型冷凝管），用电热套至反应特沸腾，回流 1 小时，然后取下烧瓶将它在冰浴中冷却到 10 度左右。
- 5, 将冷却后的反应混和液倾入 250 毫升分流漏斗中，用 50 毫升冰水洗涤反应瓶（分 2-3 次），将洗涤液也倒入分流漏斗中。
- 6, 搅拌混合液，然后塞住分液漏斗，振摇几分钟，使有机溶液与水分开，并弃去水层。
- 7, 小心地加入 30 毫升 10%的碳酸钠溶液至盛于分液漏斗中的有机层中，缓缓旋摇分液漏斗直至不再有气泡冒出，放出下层溶液，用石蕊试纸对它进行检验，看其是否呈碱性，若不是碱性，再重复上术操作，最后，弃去碱性洗液。
- 8, 用 25 毫升的水萃取有机层，加入 5 毫升饱和氯化钠水溶液以助分层，缓缓地搅拌混合物（不要振摇它），小心地分出下层（水层）并弃去然后，从分液漏斗顶部将酯 倾入烧瓶中，加入约 2 克无水硫酸镁来干燥酯，约 15 分

钟（若溶液经过时间后仍呈混浊，则将溶液倾出，并在其中加入 1 克左右的新鲜干燥剂）

- 9, 蒸馏乙酸异戊酯 溶液，收信 134-141 度的馏分于一干燥的烧瓶中，称量产物的重量并计算出产率。

五、 产品分析

- 1, 测定样品的沸点，折光率及密度，并与文献值比较。
- 2, 测定红外光谱，将此光谱与与乙酸异戊酯（标准）的红外光谱比较。
- 3, 测定其皂化值（参阅附录二）
- 4, 液相色谱分析。

六、 思考题

8. 为什么加入饱和氯化钠溶液能促使有机物与水的分离？
9. 在洗涤过程中为什么会产生二氧化碳气体？
10. 促使平衡向右移动的方法有几种？
11. 用苯做带水剂，结果如何？
12. 试写出乙酸和异戊醇在酸催化下的反应机理？
13. 本实验的副反应有哪些？

七、 附注

- 1, 硫酸必须慢慢加入到液体中，以便产生的热量及时散失，
- 2, 不要用明火加热。
- 3, 倾倒液体时，不要将沸石倒入分流漏斗中。

实验 22 通用液体洗衣剂（洗涤剂）的制备

通用液体洗衣剂（liquid detergent）为无色的或淡蓝色的粘稠液体，是液体洗涤剂的一种，易溶于水。液体洗涤剂是仅次于粉状洗涤剂的第二大类洗涤制品。因为液体洗涤剂具有诸多显著的优点，所以洗涤剂由固态向液态发展是一种必然趋势，最早出现的液体洗衣剂是不加助剂的或加很少助剂的中性液体洗衣剂，基本属于轻垢型，这类液体洗衣剂的配方技术比较简单。而后出现的重垢液体洗衣剂，其中虽有不加助剂的，但更多的是加洗涤助剂的，重垢型号液体洗衣剂量中的表面活性物含量比较高，加入的助剂种类也比较多，配方技术比较复杂。液体洗衣剂出了上述两种外，还有织物干洗剂，它是无水洗衣剂，专门用于洗涤毛呢，丝绸，化纤等高档衣物。另外还有预去斑剂，用于衣物局部（如领口，袖口）的重垢洗涤。还有织物漂白剂，柔软整理剂，消毒洗衣剂等。

一、实验目的

1. 掌握配制通用液体洗衣剂的工艺。
2. 了解各组分的作用和配方原理。

二、实验原理

配方设计原理

设计这种洗衣剂时首先考虑的是洗涤性能，即既要有强的去垢力，还不得损伤衣物，其次要考虑的是经济性，即要工艺简单，配方合理，价格低廉。再次要考虑的是产品的适用性，即既要适合我国的国情和人民的洗涤习惯，还要考虑配方的先进性等。总之要通过合理的配方设计，使制得的产品性能优良而成本低廉，且有广阔的市场。液体洗衣剂主要由以下几部分组成：

1. 表面活性剂

液体洗衣剂中使用最多的是烷基苯磺酸钠，但国外已基本实现了液体洗衣剂原料向醇系表面活性剂量的转向。以脂肪醇为起始原料的各种表面活性剂广泛用于家用液体洗涤剂中，包括：脂肪醇聚氧乙烯醚，脂肪醇硫酸酯盐，脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸酯盐等。在阴离子表面活性剂中， α -烯基磺酸盐被认为是最有前途的活性物。高级脂肪酸盐已是公认的液体洗衣剂原料。

2. 洗涤助剂

液体洗衣剂常用的助剂主要有：(1)螯合剂，最常用的，性能最好的是三聚磷酸钠，但它的加入会使洗衣剂变浑浊，并会污染水体，近年来逐渐被淘汰，乙二胺四乙酸二钠对金属离子的螯合能力最强，而且可使溶液的透明度提高，但价格较高。(2)增稠剂，常用的有机增稠剂为天然树脂和合成树脂，聚乙二醇酯类等。无机增稠剂用氯化钠或氯化铵。(3)，助溶剂，常用的增溶剂或助溶剂除烷基苯磺酸钠外还有低分子醇或尿素。(4)，溶剂，常用的溶剂是软化水或去离子水，(5)。柔软剂，常用的柔软剂主要是阳离子型和两性离子型（在一般洗衣剂中不用）。(6)，消毒剂。目前大量使用的仍是含氯消毒剂，如次氯酸钠，次氯酸钙，氯化磷三钠，氯铵 T，二氯异氰尿酸钠等（一般洗衣剂中不用）(7) 酶制剂，有淀粉酶，蛋白酶，脂肪酶等，酶制剂的加入可提高产品的去污力。(8)，抗污垢再沉降剂，常用的有四基纤维素钠，硅酸钠等。(9)。常用的有纯碱，小苏打，乙醇胺，氨水，硅酸钠，磷酸三钠等，(10)，香精，色素等。

上述各种表面活性剂和洗涤助剂我们可以根据它们的性能和配制产品的要求选取不同的数量进行复配。

三、 主要仪器和药品

电炉，水浴锅，电动搅拌器，烧杯（100 ml 250 ml），量筒（10 ml 100 ml ），滴管，托盘天平，温度计（0~100C）。

十二烷基苯磺酸钠[ABS-Na（质量分数 30%）]椰子油酸二乙醇酰胺[尼诺尔，FFA（质量分数 70%）]，壬基酚聚氧乙烯醚[OP-10（质量分数 70%）]，食盐，纯碱，水玻璃[（Na₂SiO₃（质量分数 40%））]五钠（STPP），香精，色素，PH 试纸，脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸钠[AES（质量分数 70%）]，硫酸（质量分数 10%）。

四、 实验内容

1. 配方

配方见附表

2. 操作步骤

1 按配方将蒸馏水 250ml 烧杯中，再将烧杯放入水浴锅中，加热使水温升到 60 度，慢慢加入 AES，并不断搅拌，到全部溶解为止，搅拌时间约 20min，在溶解过程中，水温控制在 60~65 度。

2 在连续搅拌下依次加入 ABS-Na。OP-10，尼诺尔等腰三角形表面现象活性剂，一直搅拌到全部溶解为止，搅拌时间约 20min，保持温度 60~65 度。

3 在不断搅拌下将纯碱，二甲苯磺酸钾，荧光增白剂，STPP，CMC 等依次加入，并使其溶解，保持温度在 60~65 度。

4 停止加热，待温度降至 40 度以下时，加入色素，香精等，搅拌均匀。

5 测溶液的 PH 值，并用磷酸调节反应液的 PH<10。

6 降至室温，加入食盐调节粘度。使其达到规定粘度。本实验不控制粘度指标。

名称	质量分数/%			
	A	B	C	D
ABS-Na（质量分数 30%）	20.0	30.0	30.0	10.0
OP-10（质量分数 70%）	8.0	5.0	3.0	3.0
尼诺尔（质量分数 70%）	5.0	5.0	4.0	4.0
AES（质量分数 70%）			3.0	3.0
二甲苯磺酸钾			2.0	
BS-12				2.0
荧光增白剂			0.1	0.1
Na ₂ CO ₃	1.0		1.0	
Na ₂ SiO ₃ （质量分数 40%）	2.0	2.0	1.5	
STPP		2.0		
NaCl	1.5	1.5	1.0	2.0
色素	适量	适量	适量	适量
香精	适量	适量	适量	适量
CMC（质量分数 50%）				5.0
去离子水	加到 100	加到 100	加到 100	加到 100

五、 注意事项

- 1 按次序加料，必须使前一种物料溶解后再加后一种。
- 2 温度按规定控制好，加入香精时的温度必须 <40 度，以防挥发。

六、思考题

- 1 通用液体洗衣剂有哪些优良的性能？
- 2 通用液体洗衣剂配方设计的原则有哪些？
- 3 通用液体洗衣剂的 PH 值是怎样控制的？为什么？

实验 23 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
结力。

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250
ml 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 24 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 102 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 25 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，含有填充料和其它成分并起装饰和保护作用的涂膜。

四、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）。

五、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。

六、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。

七、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 26 天然皂的制备

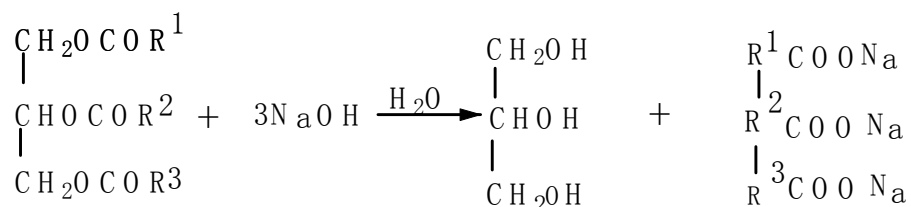
肥皂是高级脂肪酸金属盐（钠、钾盐为主）类的总称，包括软皂、硬皂、香皂和透明皂等。肥皂是最早使用的洗涤用品，对皮肤刺激性小，具有便于携带、使用方便、去污力强、泡沫适中和洗后容易去除等优点。所以尽管近年来各种新型的洗涤剂不断涌现，但它仍是一种深受用户欢迎的去污和沐浴用品。

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 $\text{C}_{12}\sim\text{C}_{18}$ 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_{12} 为主）、棕榈油（ $\text{C}_{16}\sim\text{C}_{18}$ 为主）、猪油或牛油（ $\text{C}_{16}\sim\text{C}_{18}$ 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？
- 3、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 27 酸性橙 II 染料的合成及应用

染料是能使其它物质获得鲜明而坚牢色泽的有机化合物，偶氮染料是其中一种，也是合成染料中最大最重要的一组。其特征是分子中含有偶氮基（—N=N—）样一个发色基团，它是由芳香族伯胺和亚硝酸发生重氮化反应，再与酚类、萘酚类及芳香胺类偶合后形成的，在形成偶氮键时，ArNH₂与 Ar'NH₂（或ArOH）的结合有多种可能性，这就导致形成颜色范围广泛的各种染料。酸性橙 II 是偶氮染料之一，其生产工艺流程图如下：

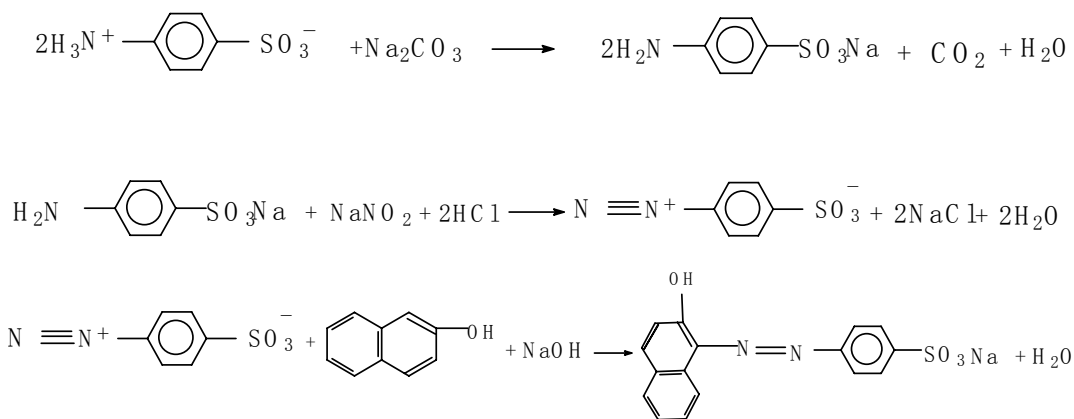
对氨基苯磺酸钠→重氮化→偶合→盐析→过滤→干燥→粉碎→混合→成品包装

一、实验目的

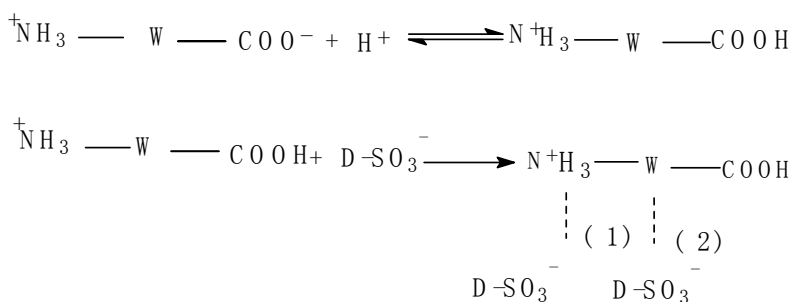
1. 掌握偶氮染料的合成方法及染色方法。
2. 了解重氮偶合反应机理及酸性染料的性能。
3. 掌握偶氮型染料的鉴别方法。

二、实验原理

1.



2. 用酸性染料染色时，对于丝、羊毛、尼龙等有良好的染着性。由于酸性染料中的酸基带有负电荷，故能使染料分子在溶液中成为阳离子。被除数染的丝、毛和尼龙等结构中含氨基能够和这类纤维中存在的羧基上氢离子结合成正离子，也可能吸收酸性染料中的氢离子成为正离子。酸性橙 II 为弱性染料，分子结构复杂，分子量较大，对羊毛纤维的亲合力较大。染色时可以和被染物质间借盐键结合，还可以靠二者之间的非极性范德华吸引力结合。



- ①盐键结合 ②范德华吸引力
这类染料耐洗，耐缩绒，牢度好。

三、实验试剂及仪器

1. 试剂： β -萘酚，盐酸，亚硝酸钠，碳酸钠，氢氧化钠，食盐，对氨基苯磺酸，无水硫酸钠，醋酸，净洗剂 LS，醋酸铵，保险粉，双氧水，过硫酸钾，H 酸钠盐，涤纶。

2. 仪器：烧杯，容量瓶，吸管，磁力搅拌器，滴液漏斗，布氏漏斗，吸滤瓶，水抽子，温度计，表面皿等。

四、实验步骤

1. 酸性橙 II 制备：称取 8.7 克对氨基苯磺酸于 200 毫升烧杯中，加水 56 毫升，在磁力搅拌器搅拌条件下，加入 2.7 克碳酸钠使其全部溶解，需半小时。

2. 向上述溶液中加入 13 克冰冷却至 5℃，缓缓加入 9ml 浓盐酸。在激烈搅拌下，自滴液漏斗缓缓滴加已配好的亚硝酸钠水溶液（3.45 克亚硝酸钠溶于 10ml 水的溶液），此时温度升高到 10~15℃之间，用刚果红试纸检验为蓝色、淀粉碘化钾试纸呈微蓝色。过量的，亚硝酸用少量尿素破坏，并应对淀粉碘化钾试纸不显色。

3. 在 150 毫升烧杯中，将 7.2 克 β -萘酚溶解在 80ml 水中，向其中加入 30%的氢氧化钠水溶液 3ml，将混合物加热至 80℃，此时， β -萘酚应全部溶解。

向所得的对氨基苯磺酸重氮化溶液中加入硫酸钠 1.5 克，恰好使溶液对刚果红试纸呈中性（不变色）。将此溶液搅拌 10 分钟，并加到 β -萘酚溶液中，调节加入速度，使反应温度不超过 10℃，PH 值应 3~4 之间，继续搅拌约 2 小时，直至反应液中重氮盐消失为止。

将上述杯中溶液加热至 40℃，加入烧杯溶液体积 20%~25%的固体食盐，抽滤，干燥，粉碎得成品，最后计算收率。

2. 染色实验

2.1 羊毛制品的染色

2.1.1 配方 羊毛织物 2 克 色度 2% 溶比 1: 50

药品	配比（以纤维或织物重量计，%）	用量（克）
染料	2	0.04
无水硫酸钠	10	0.2
醋酸	1	0.02

2.1.2 羊毛织物的预处理 在 40℃~50℃时把羊毛织物放入 50 毫升浓度为 5 克/升的净洗剂 LS 中，加 1 克碳酸钠，处理 20 分钟，充分洗净备用。

2.1.3 染液配制 将 1 克染料放入 100 毫升烧杯中，加少量蒸馏水调成浆状，再加 50 毫升沸蒸馏水搅拌，使之全部溶解，移入 100 毫升容量瓶中，烧杯用蒸馏水洗二次，洗液一并倒入容量瓶，冷至室温后用冷蒸馏水稀释到刻度，得 1%染料溶液。

2.1.4 染色过程 吸取 5 毫升 1%染料溶液，放入 200 毫升烧杯中，加 10 毫升 2.5%硫酸钠溶液，3 毫升 1%醋酸溶液，加蒸馏水得体积为 100 毫升的染浴。染浴加热到 40℃，将羊毛入染，在 30 分钟内均匀升温至沸，保持沸腾 50~60 分钟。将羊毛不断翻动，使上色均匀。为了保持浴比不变，可随时补入小量蒸馏水。如染料尚未吸尽，可酌加 2~3 毫升 1%醋酸溶液，再沸染 20~30 分钟，然后冷至室温，取出羊毛织物，洗涤晾干（放在实验报告中交上来）。

2.2 锦纶织物的染色

2.2.1 配方 锦纶织物 2 克 色度 2% 浴比 1: 50

药品	配比 (以纤维或织物重量计, %)	用量 (克)
染料	2	0.04
醋酸铵	2	0.04

2.2.2 锦纶织物的预处理 在 70℃ 时, 将锦纶织物放入 50 毫升浓度为 2 克/升的净洗剂 LS, 再加入 5 毫升 2% 碳酸钠溶液处理 30 分钟, 然后取出洗净备用。

2.2.3 染液配成 1% (染料溶液的配制见上述 2.1)。

(4) 染色过程 吸取 5 毫升 1% 染料溶液, 放入 200 毫升烧杯中, 再加 4 毫升 2% 醋酸铵溶液, 加蒸馏水至体积为 100 毫升的染浴。染浴加热到 40℃, 将织物入染, 在 30 分钟内逐渐升温至 90~95℃, 续染 45 分钟, 染色时应不断翻动, 并维持浴比不变, 使上色均匀。如染料尚未吸尽, 可酌加数毫升 2% 醋酸铵溶液, 再继续染 20 分钟。冷至室温, 取出织物洗涤晾干, 夹在实验报告中一起交上来。

3. 染料的一般物性试验——染料类别鉴定

取染料样品少许, 溶于碱液中, 煮沸。加保险粉还原, 待染料溶液褪色后, 加几滴双氧水或几粒过硫酸钾氧化。观察染料溶液颜色变化情况, 判断染料所属类别。如染料溶液结构。

五、思考题

1. 为什么要用过量的盐酸? 否则会发生什么副反应?
2. 如何作渗圈试验?
3. 重氮液对刚果红试纸呈蓝色, 淀粉碘化钾试纸呈微蓝色说明什么?
4. 为什么加亚硝酸过量用尿素除去?
5. 好的重氮盐就是什么颜色?

六、附注

1. 必须严格控制好重氮化、偶合反应的温度、PH 值、反应时间。
2. 染色完后, 染样悬挂于无有害气体之空气流通处晾干, 应避免阳光直接照射, 或悬挂于温度不超过 60℃ 的烘干箱中烘干

实验 28 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。
了解水溶性粘结剂，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。

四、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 水沬适量调到 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 当氧化反应液的颜色逐渐变白时，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 (MnSO₄)，这一步也叫褪色反应，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？

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：V₀——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(± 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，使装样品的部位紧靠在水银球中部，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:				