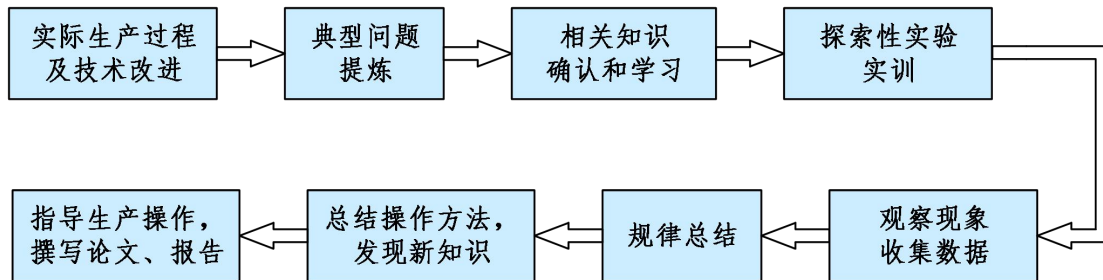


## 凝炼教学案例，开发实训项目

学校教师通过参与企业技术改造和校企应用性研发合作，注重实际生产案例收集，提炼典型教学内容，开发“源自产研、典型提炼”新实训项目，将校企应用性研发融入到专业教学改革，拉近了生产、研发和教学的距离，提高了学生专业学习的兴趣。同时，教师通过合作研发，对实际生产过程有了深入的了解，对于实际生产所需的知识和技能有了进一步的认识，这为专业教学课程体系的改革和完善打下了良好的基础。据不完全统计，近十年来，仅炼油团队教师提炼的代表性实训项目和课程设计、毕业设计项目就达 60 多项。

“源自产研、典型提炼”的新实训项目开发与应用过程如下：



### 【案例 36】开发的实训项目《水-正丁醇-乙烷基正丁基醚三元非均相共沸精馏》

#### 1、项目提炼人、项目来源、适用专业及实施基地

项目提炼人：伍家卫、杨兴锴、唐蓉萍

项目来源：兰州红叶精细化工公司 T601 装置技术改造

适用专业：石油化工、炼油技术

实施基地：化工单元操作、石油化工工艺

#### 2、实训目的

若被分离组分间形成共沸物，则不能用普通精馏的方法分离液体混合物，可以采用特殊精馏的方法。此外，当物质的相对挥发性过低，采用一般精馏方法需要的理论塔板数太多，回流比太大，使设备投资及操作费用两方面都不够经济，此时也有采用特殊精馏的必要。共沸精馏是常用的特殊精馏方法，即在被分离溶液中加入第三组分，且第三组分能与溶液中的某一组分形成最低共沸物，并以新的低沸点共沸物形式从塔顶馏出，从而达到分离液体混合物的目的。

通过本实训项目掌握共沸精馏特别是非均相共沸精馏的概念、原理、工艺流程及操作方法。

### 3、理论基础

乙烯基正丁基醚是 T601 增粘剂的单体，乙烯基正丁基醚能与正丁醇形成二元共沸物，因而不能与正丁醇有效分离，加水后，水与乙烯基正丁基醚形成新的低沸点共沸物，且汽相共沸物冷凝后形成不相溶的二相，即水相和醚相，以此可得到乙烯基正丁基醚单体。

### 4、实训设备

带塔顶产品分液罐的连续或间歇精馏系统均可。（具体略）

所需化学品为：蒸馏水、正丁醇、乙烯基正丁基醚。

### 5、操作方法和步骤

以间歇式操作精馏为例说明。

（1）将正丁醇—乙烯基正丁基醚混合物加入精馏釜中，之后釜中加入适量蒸馏水。

（2）加热精馏，在塔顶产品接收及分液罐中回流水相，而醚相则抽出作为产品。

（3）根据塔顶温度改变确定分离过程完成。

### 6、报告内容

（1）练习精馏塔操作，特别是非均相共沸精馏系统的操作。

（2）在填料高度一定的情况下，考察回流比对醚相纯度的影响及规律。

（3）在回流比一定的情况下，考察填料层高度对醚相纯度的影响及规律。

（4）观察液泛现象。

### 7、讨论题

（1）试分析蒸馏水加入方式，如一次性加入、塔釜滴加、塔顶滴加等，对非均相共沸精馏系统有什么影响？

（2）在处理量和分离精度要求一定的情况下，试分析回流比对塔高要求及塔釜加热量的影响。



教师指导学生进行实验

### 【案例 37】开发的实训项目《用溶液缩聚法制备改性酚醛树脂》

#### 1、项目提炼人、项目来源、适用专业及实施基地

项目提炼人：吕维华、伍家卫、何小荣

项目来源：山东潍坊振兴宏盛精细化工公司

适用专业：精细化学品生产技术、高聚物生产技术

实施基地：高分子材料实验室

#### 2、实训目的

山东潍坊振兴宏盛精细化工公司主要生产对甲酚产品，在对甲酚生产过程中会产生大量富含酚类单体的工业废渣，环境污染大，且难以有效利用。本实训项目是以此废渣为主要原料，通过溶液缩聚，制备能用于酚醛涂料生产的改性酚醛树脂，为企业找到一个合理处理废渣的有效途径，从而达到废旧利用、保护环境的目的。

通过本实训项目，让学生掌握均相溶液缩聚、非相溶液缩聚、官能度、聚合度和交联度的概念，掌握聚合反应原理、催化反应原理、材料改性原理、实验仪器设备正确安装和使用、树脂配方设计原理、分子量控制方法、工艺流程及操作方法、固液分离工艺、正兑稀和反兑稀工艺、过滤工艺、产品检测方法及相关影响因素分析，从而全面提高学生动手能力和分析问题、解决问题的能力。

### 3、理论基础

由于甲苯磺化碱熔法生产对甲酚过程中所产生的工业废渣约含 20%左右的混合酚，如苯酚、邻/间/对甲酚、叔丁基酚、对苯二酚等，利用这些不同官能度的酚单体，通过非均相溶液缩聚合成酚醛树脂，均相溶液缩聚合成涂料用改性酚醛树脂液，在整个聚合过程中可涉及到酚醛缩聚反应、酯化反应、热交联反应、Diels-Alder 反应等。

### 4、实训设备

间歇釜式反应器、直型冷凝器、油水分离器、压滤器、分析天平、烘箱、滴定管等。（具体略）

所需化学品为：对甲酚废渣、甘油、一缩二乙二醇、季戊四醇、苯酐、顺酐、苯甲酸、甲醛、松香、豆油、甲苯、二甲苯等。

### 5、操作方法和步骤

非均相溶液缩聚：

(1) 将适量水、对甲酚废渣、甲醛、催化剂等加入反应釜中，升温，待物料溶解后，开搅拌。

(2) 当聚合反应达到一定程度时，发生相分离，上层为水相，下层为聚合物。根据软化点、油溶性、甲苯溶解性、残余甲醛含量测定，确定聚合反应终点，然后进行固液分离，得到固态酚醛树脂。

均相溶液缩聚：

(1) 将上述反应得到的固态酚醛树脂、多元醇、多元酸、催化剂、有机溶剂加入反应釜中，升温，当物料全部融化后，开动搅拌，在聚合反应温度下保持一定时间。

(2) 根据检测聚合物溶液粘度、酸值、羟基值、固体分，确定反应终点。

(3) 降温，进行正兑稀或反兑稀工艺，搅拌均匀后，进行过滤，得到细度  $\leq 20\mu\text{m}$  的改性酚醛树脂液。

### 6、报告内容

(1) 聚合反应仪器、设备正确安装和使用。

(2) 催化原理、反应原理、聚合方法、分离工艺、兑稀工艺、检测方法与数据分析。

(3) 考察单体官能度、配比、聚合反应温度、聚合时间、对聚合工艺稳定性和合成树脂性能的影响规律。

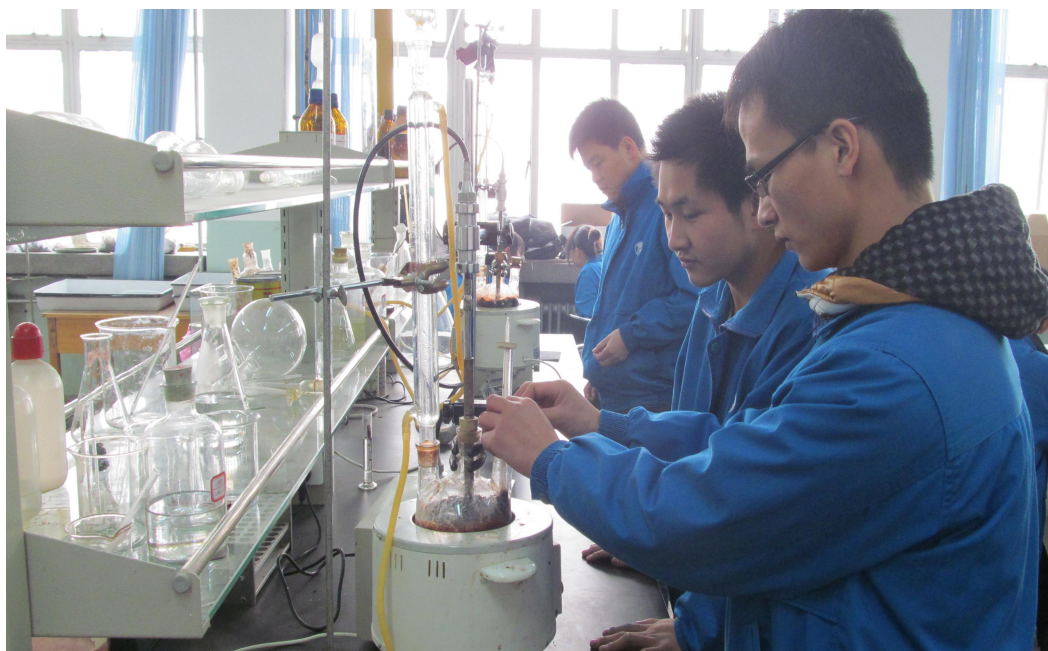
(4) 观察爆聚现象、爆沸现象、胶化现象。

#### 7、讨论题

(1) 试分析升温速度、保持温度、加料速度、加料方式对聚合工艺稳定性、树脂性能有何影响？

(2) 试比较正兑稀与反兑稀工艺的优缺点。

(3) 试分析单体官能度对树脂分子量、交联度的影响。



学生在进行实训

#### 【案例 38】通过研究课题内容的教学化处理，使学生接触新型有机合成技术

缩氨基硫脲是一类特殊的化合物，其分子结构中的一些基团如酰胺、脲和硫脲等基团能够与阴离子有选择性地通过氢键或静电作用键合而生成配合物，如果事先给阴离子受体键联不同的荧光基团，将使配合物发生特殊的荧光变化或颜色变化。开发作为以阴离子的识别为基础的环境阴离子污染物监控、有害阴离子的医疗诊断和微量分析等方面灵敏的荧光化学传感器具有重要意义和广阔的应用前景。

团队教师伍家卫、周艳青、何小荣等多年从事相关化合物合成研究，利用学院精细化学品生产技术专业配备的微波合成装置，通过改变不同反应底物，合成系列缩氨基硫脲化合物，并对该反应在回流条件和微波辐射条件下的反应效果进

行评价,结果表明其中只有两个化合物适合于高温回流和微波辐射条件下进行反应,其它化合物出现了分解或变质现象,并且这两个化合物在微波辐射条件下进行反应时,仅仅3分钟,反应几乎定量完成,是目前发现的最高效的合成方法。

实训指导教师将研究课题中的多个子项目分别设计成若干个实训子项目,由不同班级的同学完成。通过本实训项目,将研究课题与理论和实践教学有机结合起来,并通过此项目使学生接触新型有机合成技术微波合成方法,体验微波合成技术为现代精细化工带来的进步。

### 【案例 39】实训项目《KT-02 镍催化剂用于 5-硝基邻甲酚催化加氢》教学应用效果

2009 年,团队教师唐蓉萍、伍家卫、吴海霞与甘肃中科药源签定了校企合作项目“甘肃中科药源 KT-02 催化剂加氢法生产芳香胺类化合物工艺过程研究及中试优化”,同年 12 月,该项目获得甘肃省高校科研基本业务费专项财政支持。5-氨基邻甲酚主要用做生产染发剂的中间体,目前国内普遍采用的生产工艺是用铁粉还原法,该方法是将 5-硝基邻甲酚在酸性条件下,加入铁粉进行还原。该方法工艺简单,设备投资少,生产较易控制,但产品质量差,且产生大量废渣,造成严重的环境污染;另一方法是由对硝基甲苯经氯化后水解,再经还原而得。此法收率可达 98%,但水解较难需在高温、催化或压力下才能进行,条件较苛刻。而催化加氢还原法具有对环境友好、生产能力高,产品质量稳定等特点,因此成为最佳替代方法。

近年来出现了较多负载型镍催化剂用于硝基苯类加氢的报道,但这类催化剂的研制目前还处于实验室阶段。本实训项目采用工业负载型 KT-02 镍催化剂(甘肃中科药源生物工程股份有限公司市售商品),以甲醇为溶剂,经过液相加氢还原法制备 5-氨基邻甲酚,可考察温度、氢气压力、溶剂以及催化剂用量等因素对工艺的影响,继而探索出优化的 5-氨基邻甲酚小试生产新工艺。

通过本实训项目,学生可有以下收获:

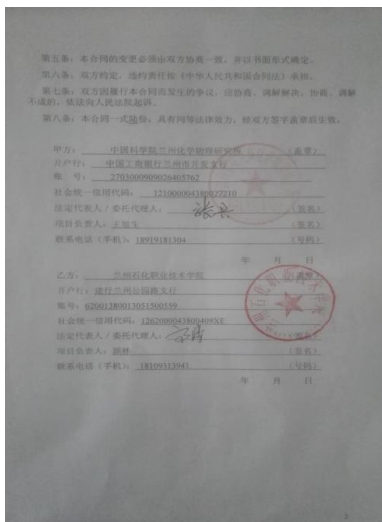
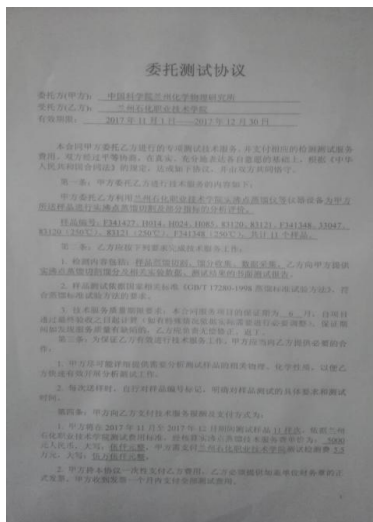
- (1) 学会多功能反应釜的操作方法及注意事项。
- (2) 掌握催化加氢装置的操作规程,反应设备试压、试漏方法及故障处理。
- (3) 熟悉气相色谱仪的工作原理,建立加氢反应中间控制及产品分析方法。
- (4) 为甘肃中科药源生物工程股份有限公司 KT-02 催化剂的工业应用提供参考工艺条件。

通过实验室评价和工业装置上的应用，取得可工业化的工艺条件，实现了校企合作，既发挥了学校和企业的各自优势，又培养了具有一定理论知识和操作能力的“应用型”人才。

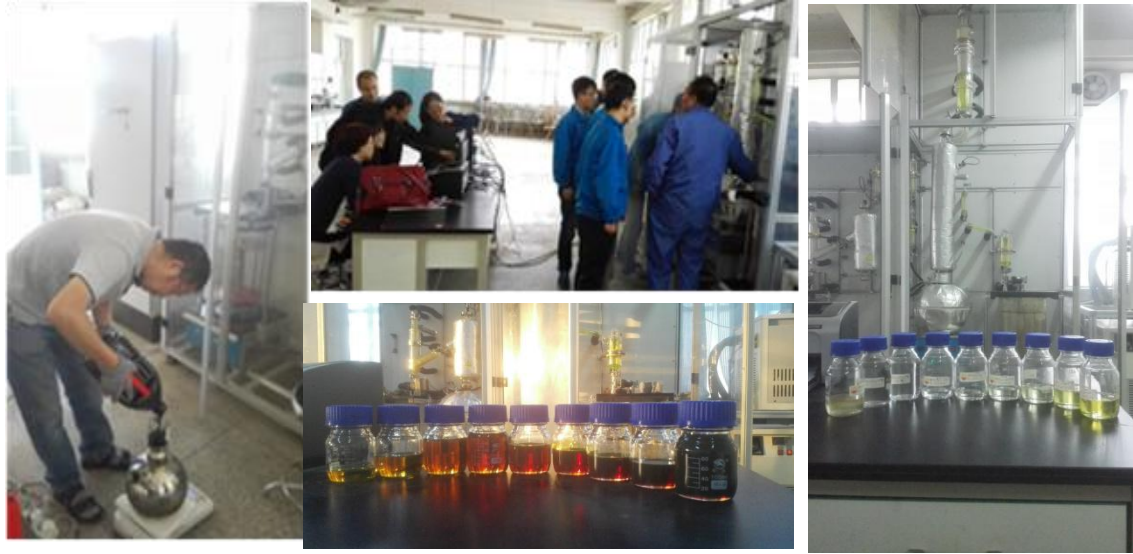
### 【案例 40】校企深度融合，培养创新型拔尖人才

2017 年 11 月教研室老师杨兴锴和甄林负责为中科院兰州化学物理研究所进行原油实沸点蒸馏切割和分析评价，2018 年 2 月顺利完成验收，为学校引进经费约 5.5 万。在此次校企合作技术服务中，本教研室教师充分利用新建炼油设备资源，与企业进行技术合作，在掌握实训设备性能的同时，也开发了一些新的实训项目。极大地提升了本专业师生的合作服务适应力和科研能力，通过深入地校企合作，有机的将合作项目转化为实训教学项目。

此外，16 级石油炼制技术专业拔尖学生也积极参与本次校企合作项目过程中，通过具体项目训练，引导学生了解创新创业知识，激发学生的创业热情，培养学生创新精神和创业意识，提高学生创新创业能力，对学生的就业、创业和职业发展无疑会有极大地影响



委托协议书



实验现场与样品展示