

JINGXIHUAGONG GONGYIXUE SHIYAN JIAOCHENG

精细化工工艺学

实验教程

崔传生 赵金生 赫庆鹏 主编
刘军海 主审



中国海洋大学出版社

精细化工工艺学实验教程

主 编 崔传生 赵金生 赫庆鹏
主 审 刘军海

中国海洋大学出版社
• 青 岛 •

图书在版编目(CIP)数据

精细化工工艺学实验教程/崔传生等主编. —青岛:中国海洋大学出版社, 2008. 3

ISBN 978-7-81125-128-9

I. 精… II. 崔… III. 精细化工—工艺学—实验—高等学校—教材 IV. TQ062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 026219 号

出版发行 中国海洋大学出版社
社 址 青岛市香港东路 23 号
网 址 <http://www.ouc-press.com>
电子信箱 xianlimeng@gmail.com
订购电话 0532—82032573(传真)
责任编辑 孟显丽
印 制 日照报业印刷有限公司
版 次 2008 年 7 月第 1 版
印 次 2008 年 7 月第 1 次印刷
成品尺寸 185 mm×260 mm
印 张 7
字 数 165 千字
定 价 12.00 元

邮政编码 266071

电 话 13964215865

前 言

随着生活水平的提高,人们越来越离不开精细化学品。在工农业生产和科学研究中,常常需要能满足其技术要求的精细化学品作为配套原材料使用。新的精细化学品的开发与应用,可促进相关技术的进步和工业产品的更新换代,同时提高精细化工生产的经济效益。掌握化学理论知识、熟悉物质的化学结构与性能关系并具有较强的实验技能的化学工作者,在精细化学品的研究和开发中可以充分发挥他们的专业特长。然而,要想顺利地研制出具有特定功能、符合用户要求的精细化工产品,他们还应掌握基本的精细化学品知识。目前,高等学校的化学、应用化学和化工类的许多专业的学生,对精细化学品课程相当感兴趣,实际上他们以后可能会有较多的机会从事精细化学品的研制和开发工作。鉴于上述情况,部分高等学校已开设《精细化工概论》或《精细化学品合成》等课程,为此,我们编写了《精细化工工艺学实验教程》。

本书简明地阐述了精细化学品的基本知识,编写了 10 余个门类 40 多个不同类型的精细化工实验。

为了适应新形势的需要,培养学生独立进行实验和科学研究的能力,本书还安排了设计实验,由学生自由选做,从查资料到设计实验方案,均由学生独立完成。另外,综合实验部分可供独立工作能力较强的学生选修之用。由于精细化学品的特点之一是它的应用性,所以本书的许多实验,除了合成之外,还注重其应用效果。此外,还选编了一些复配产品的制备实验。这对于学习和实践精细化学品的典型配方技术是十分重要的。

精细化工实验是精细化工专业的必修实验课,亦对其他化工类专业具有较大吸引力。通过本课程的学习,可以使学生的实验操作技能和解决实际问题的能力有较大程度的提高和增强,并掌握较多的精细化学品制备技术,为将来从事精细化学品的研究、开发和生产打下坚实的实验基础。本书也是为加强精细有机合成实验技能的训练而编写的。本书所选的实验,多数在反应类型和实验方法方面,是基础实验课程中未曾实践过的。

本书除适用高等学校的学生之外,还适用于从事精细化工技术工作的人员使用。

限于编者水平,不当之处敬请读者指正。

编 者
2008 年 6 月

目 次

第一章 表面活性剂	(1)
实验 1 表面活性剂溶液临界胶束浓度的测定	(3)
实验 1-1 表面张力法测定表面活性剂临界胶束浓度	(4)
实验 1-2 电导法测定表面活性剂临界胶束浓度	(6)
实验 1-3 染料法测定表面活性剂临界胶束浓度	(8)
实验 2 乳化力的测定——比色法	(10)
实验 3 酸值、碘值、皂化值的测定	(12)
实验 4 乳状液的制备和性质	(15)
实验 5 十二烷基二甲基甜菜碱的合成	(19)
实验 6 十二烷基二甲基苄基氯化铵的合成	(20)
实验 7 月桂醇聚氧乙烯醚的制备	(21)
实验 8 十二烷基硫酸钠的合成	(23)
第二章 胶黏剂及涂料	(26)
实验 9 聚乙烯醇缩甲醛的制备	(30)
实验 10 聚醋酸乙烯乳液的制备	(33)
实验 11 水溶性酚醛树脂胶的制备	(37)
实验 12 醇酸树脂漆——中油度红色醇酸树脂漆	(38)
实验 13 氨基树脂漆——氨基醇酸树脂磁漆的制备	(40)
实验 14 环氧树脂漆——环氧酚醛清漆的制备	(42)
第三章 香 料	(44)
实验 15 苯甲醇的合成	(46)
实验 16 乙酸苄酯的制备	(47)
实验 17 食用樱桃香精的配制	(49)
实验 18 从植物中提取的天然香料	(49)
第四章 日用化学品	(52)
实验 19 洗发香波的准备	(53)
实验 20 餐具洗涤剂的制备	(56)

实验 21 雪花膏的制备	(59)
第五章 人造食品及食品添加剂	(62)
实验 22 乳酸发酵及乳酸饮料的配制	(63)
实验 23 淀粉中葡萄糖的提取及葡萄糖的测定	(65)
实验 24 食品防腐剂——苯甲酸的合成	(67)
实验 25 食品抗氧化剂——丁基羟基茴香醚	(68)
第六章 化工助剂	(70)
实验 26 增塑剂——邻苯二甲酸二丁酯的合成	(70)
实验 27 增塑剂——邻苯二甲酸二辛酯的制备	(71)
实验 28 阻燃剂——四溴双酚 A 的合成	(74)
实验 29 抗氧化剂——双酚 A 的合成	(76)
实验 30 阻燃剂——十溴联苯醚	(77)
实验 31 抗氧化剂——264 的合成	(78)
第七章 新型功能材料	(81)
实验 32 纳米尺寸 TiO_2 胶体光催化剂的制备	(82)
实验 33 温度及酸碱敏感性互穿网络水凝胶	(84)
实验 34 聚丙烯酰胺絮凝剂的制备	(85)
实验 35 高吸水性树脂的制备	(87)
第八章 精细化学品综合实验及设计实验	(90)
实验 36 丙烯酸酯乳液压敏胶的制备——丙烯酸丁酯的精制	(90)
实验 37 丙烯酸酯乳液压敏胶的制备——乳液压敏胶的制备	(92)
实验 38 丙烯酸酯乳液压敏胶的制备——压敏胶的性能测试	(95)
实验 39 甲基丙烯酸甲酯聚合物——甲基丙烯酸甲酯的精制	(96)
实验 40 甲基丙烯酸甲酯本体聚合制有机玻璃板	(98)
实验 41 丙烯酸酯类乳胶漆制备的实验设计	(99)
实验 42 采油助剂胶体聚丙烯酰胺的合成及水解度测定的实验设计	(102)
参考文献	(105)

第一章 表面活性剂

表面活性剂工业是一门新兴的精细化学品工业。近年来,随着石油化学工业的迅速发展,为表面活性剂的生产提供了丰富的原料,世界表面活性剂的产量和品种迅速增加,使用范围也越来越广,现已成为国民经济的基础工业之一。

表面活性剂直接或间接地又有润湿、分散、乳化、增溶、起泡、消光、洗涤、匀染、润滑、渗透、抗静电、防腐蚀、杀菌等多种作用和功能。除了大量应用于合成洗涤剂和化妆品工业外,还直接作为助剂广泛地用于纺织、造纸皮革、医药、食品、石油井采、塑料、橡胶、农药、化肥、涂料、染料、信息、材料、金属加工、选矿、建筑、环保、消防、化学、农业等领域。

随着科学技术的飞速发展,将会开发出更多的新型表面活性剂(目前国外市场表面活性剂的品种牌号已达万种以上),其应用领域也会有更大的突破。

表面活性剂是指加入少量即能显著降低溶剂(一般为水)的表面张力或液-液界面张力,并有形成胶束能力的一类物质。能使溶剂的表面张力降低的性质称为表面活性。

表面活性剂是一种有机化合物,其分子结构中含有两种不同性质的基团:一种是不溶于水的长碳链烷基,称为亲油基或疏水基(憎水基);另一种是可溶于水的基团,称为亲水基。正因为表面活性剂是由亲水基和亲油基组成的,所以它具有能吸附在水油界面的性质,还具有定向排列和生成胶束等基本性质,因而产生润湿、渗透、乳化、扩散、增溶、发泡(或消泡)、洗涤等作用。

表面活性剂的分类有多种方法,但最主要的是按其在水溶液中能否离解成离子和离子所带电荷的性质来分类,可分为离子型表面活性剂和非离子型表面活性剂两大类。在离子型表面活性剂中又分为阴离子型表面活性剂、阳离子型表面活性剂和两性离子型表面活性剂三类。

一、阴离子型表面活性剂

阴离子型表面活性剂是指溶于水后生成的亲水基团为带负电荷的原子团的表面活性剂。按亲水基的不同又分为:

(1)脂肪酸盐类: $R-COONa$;

(2)脂肪酸醇硫酸酯盐类: $R-OSO_3Na$;

(3)烷基磺酸盐类: $R-SO_3Na$;

(4)烷基芳基磺酸盐类: $R-\text{C}_6\text{H}_4-SO_3Na$;

(5)磷酸酯盐类: $R-OPO_3Na_2$ 。

二、阳离子型表面活性剂

阳离子型表面活性剂是指溶于水后生成的亲水基团为带正电荷的原子团的表面活性剂。按其化学结构又分为：

(1)伯铵盐： $R-NH_2 \cdot HCl$;

(2)仲铵盐： $R-\overset{\overset{CH_3}{|}}{N} \cdot HCl$;
 $\quad \quad \quad |$
 $\quad \quad \quad N$

(3)叔铵盐： $R-\overset{\overset{CH_3}{|}}{N} \cdot HCl$;
 $\quad \quad \quad |$
 $\quad \quad \quad CH_3$

(4)季铵盐： $R-\overset{\overset{CH_3}{|}}{N}-CH_3 \cdot HCl$;
 $\quad \quad \quad |$
 $\quad \quad \quad CH_3$

三、两性离子型表面活性剂

两性离子型表面活性剂是指溶于水后生成带正、负电荷两种离子的表面活性剂。此种表面活性剂在酸性溶液中呈阳离子表面活性，在碱性溶液中呈阴离子表面活性，在中性溶液中呈非离子表面活性。按其化学结构分为：

(1)氨基酸型： $R-NHCH_2CH_2COOH$;

(2)脂肪酸醇硫酸酯盐类： $R-\overset{\overset{CH_3}{|}}{N^+}-CH_2COO^-$;
 $\quad \quad \quad |$
 $\quad \quad \quad CH_3$

(3)咪唑啉型： $R-\overset{\overset{CH_2}{|}}{C}=\overset{\overset{N}{|}}{C}-\overset{\overset{CH_2A}{|}}{N^+}-\overset{\overset{B}{|}}{C}$ A 为咪唑啉环上引入的阴离子，一般为羧基。
 $\quad \quad \quad |$
 $\quad \quad \quad CH_3$ B 为羟烷基，一般多为羟乙基。

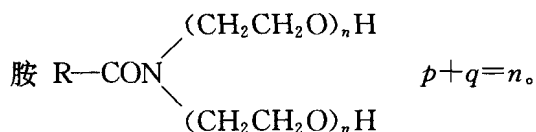
四、非离子型表面活性剂

非离子型表面活性剂是指溶于水后不会解离成离子(自然也不带电荷)的表面活性剂。此种表面活性剂按化学结构又分为：

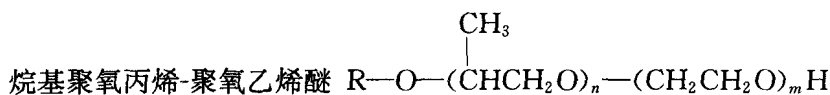
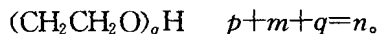
(1)醚类：脂肪醇聚氧乙烯醚 $R-O(CH_2CH_2O)_nH$; 烷基酚聚氧乙烯醚
 $R-\text{C}_6\text{H}_4-O(CH_2CH_2O)_nH$ 。

(2)酯类：脂肪酸聚氧乙烯酯 $R-COO(CH_2CH_2O)_nH$; 羧酸酯 $R-COOR'$ 。

(3) 酰胺类: 烷基醇酰胺 $R-\text{CON}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_n\text{H}$ $n=1, 2$ 或 3 ; 聚氧乙烯烷基酰



(4) 聚醚类高分子表面活性剂: 聚氧乙烯聚氧丙烯醚 $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_p\text{---}(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O})_m\text{---}$



除此之外还有一些特殊类型的表面活性剂, 如氟表面活性剂、硅表面活性剂等。

本章主要安排了两个方面的实验内容:

(1) 表面活性剂和原料的主要物化性质测定实验, 使学生通过实验熟悉并掌握表面活性剂主要物化性质的测定方法和表面活性剂的鉴定方法。

(2) 根据表面活性剂在各个工业部门的应用, 选取代表性的产品。使学生通过实验, 了解各种表面活性剂的性质和用途, 并掌握制备方法。

实验 1 表面活性剂溶液临界胶束浓度的测定

一、实验目的

1. 掌握表面活性剂溶液表面张力的测定原理和方法。
2. 掌握表面活性剂临界胶束浓度的测定原理和方法。

二、实验原理及方法分类

由于表面活性剂溶液的许多物理化学性质随着胶束的形成而发生突变(图 1-1), 故将临界胶束浓度(CMC)看作表面活性剂的一个重要特性, 是表面活性剂溶液表面活性大小的量度。因此, 测定 CMC, 掌握影响 CMC 的因素, 对于深入研究表面活性剂的物理化学性质是至关重要的。

测定 CMC 的方法很多, 原则上只要溶液的物理化学性质随着表面活性剂溶液浓度的变化, 在浓度达到 CMC 处发生突变, 都可以利用来测定 CMC。常用的测量方法如下。

(一) 表面张力法

测定表面活性剂溶液的表面张力随浓度的变化, 在浓度达到 CMC 时发生转折。以表面张力(γ)对表面活性剂溶液浓度的对数($\lg c$)作图。由曲线的转折点来确定 CMC。

(二) 电导法

利用离子型表面活性剂水溶液电导率随浓度的变化关系, 从电导率(κ)对浓度(c)曲线或摩尔电导(λ_m)= $\sqrt{c}$ 曲线上转折点求 CMC。此法仅对离子型表面活性剂适用, 而对 CMC

值较大,表面活性低的表面活性剂因转折点不明显而不灵敏。

(三)染料法

基于有些染料的生色有机离子吸附于胶束之上,其颜色发生明显的改变,故可用染料做指示剂,测定最大吸收光谱的变化来确定临界胶束浓度。

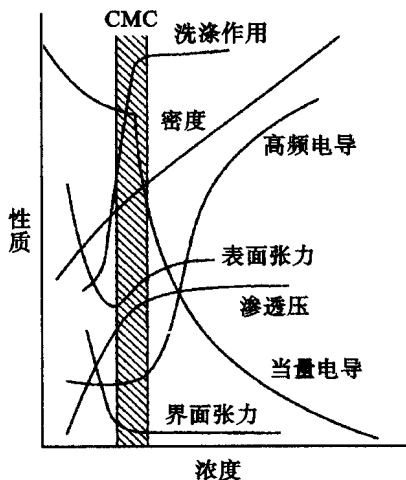


图 1-1 表面活性剂水溶液的一些物化性质

(四)增溶法

利用表面活性剂溶液对有机物增溶能力随浓度的变化,CMC 处有明显的改变来确定。

本实验采用表面张力法、电导法与染料法测定表面活性剂溶液的临界胶束浓度。

实验 1-1 表面张力法测定表面活性剂临界胶束浓度

一、实验原理

表面张力法适合各种类型的表面活性剂,准确性好,不受无机盐的影响,只是当表面活性剂混有高表面活性的极性有机物时,曲线中出现最低点。

表面张力的测定方法有多种,较为常见的有滴体积法(滴重法)和拉起液膜法(环法及吊片法)。

(一)滴体积法(滴重法)

滴体积法是测量液体表面张力方便而又精确的一种方法。此法的基本根据是,当液体在毛细管端头缓慢形成的液滴滴落时,液滴的大小(体积或重量)与液体的表面张力有关。Tate 提出联系液滴质量 W 和表面张力 γ 的关系式

$$W = mg = 2\pi r \gamma f \quad (1-1)$$

式中, m ——液滴质量;

g ——重力加速度;

r ——毛细管半径。

液体能润湿毛细管端平面时为管端外径,否则为管口内径。式(1-1)实际上认为液滴滴落时支持该液滴的力等于毛细管端周长与表面张力的乘积。但是,实验结果表明,液滴在形成过程中,会形成圆柱形细颈,进一步收缩就会在此处断开。因此,在管端形成的液滴并不能全部滴落,而有一部分留在管端。此外,由于形成细颈时表面张力的方向与重力作用方向并不一致,而是有一定的角度,这使得表面张力所支持的液滴质量变小。图 1-2 是液滴滴落时的高速摄影图。

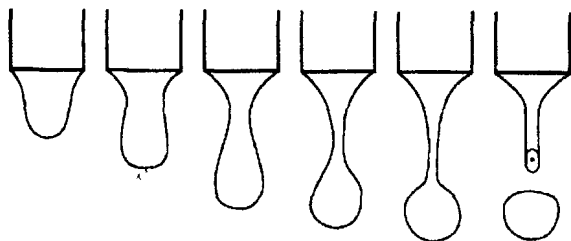


图 1-2 落滴的高速摄影图

根据以上所述,用式(1-1)不能计算出正确的表面张力值,必须予以校正。即

$$W = 2\pi r f \quad (1-2)$$

式中, f ——校正系数。

若令 $F = 2\pi f$, 且将液滴质量换算为液滴体积, 则有

$$\gamma = \frac{V \rho g F}{r} \quad (1-3)$$

式中, V ——液滴体积;

ρ ——液体密度。

实验证明,校正因子 F 是 V/r^3 的函数。因此,若测得液滴体积和毛细管半径即可从 $F-V/r^3$ 表中,查出相应的 F 值,从而可计算出正确的表面张力值。

对于一般的活性较高的表面活性剂水溶液,其密度与水差不多,故用式(1-3)计算表面张力时,可直接用水代替,而无不可允许的误差。

滴体积法对界面张力的测定亦比较适用。可将滴头插入油中(如油密度小于溶液时),让水溶液自管中滴下,按式(1-4)计算表面张力

$$\gamma_{1,2} = \frac{V(\rho_2 - \rho_1)gF}{r} \quad (1-4)$$

式中, $\gamma_{1,2}$ ——界面张力;

$\rho_2 - \rho_1$ ——两种不相溶液体的密度差。

滴体积(滴重)法对于一般液体或溶液的表(界)面张力测定都很适用,但此法非完全平衡方法,故对表面张力有很长的时间效应的体系,不太适用。

(二) 环法

一个平整的圆环放在待测的表面活性剂溶液中,被向上提出液面时,会在圆环与液面之间形成一液膜,此液膜对圆环产生一个垂直向下的力,测定出拉破圆环下所用的最小的

力,即该待测溶液的表面张力。

实际表面张力值 $\gamma(\text{mN/m})$ 应根据测得的表面张力值 p 乘以校正因子 F 而得,计算式如下

$$\gamma = pF \quad (1-5)$$

环法中直接测得的量为拉力 P ,各种测量力的仪器皆可使用。一般最常用的仪器是扭力丝天平。

环法不适用于阳离子表面活性剂表面张力的测定。

二、实验内容

取 1.44 g 十二烷基硫酸钠(SDS),用少量二次蒸馏水溶解(要小心操作,尽量避免产生泡沫),然后在 50 mL 的容量瓶中定容(浓度为 $1.00 \times 10^{-1} \text{ mol/L}$)。

从 $1.00 \times 10^{-1} \text{ mol/L}$ 的 SDS 溶液中移取 5 mL,放入 50 mL 容量瓶中定容(浓度为 $1.00 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$)。然后依次从上一浓度的溶液中移取 5 mL 稀释 10 倍,配制 $1.00 \times 10^{-5} \text{ mol/L} \sim 1.00 \times 10^{-1} \text{ mol/L}$ 五种浓度的溶液。

用滴体积法或环法首先测定二次蒸馏水的表面张力,对仪器进行校正。然后从稀到浓依次测定 SDS 溶液(测定温度高于 15°C),并计算表面张力,作出表面张力-浓度对数曲线,拐点处即为 CMC 值。如希望准确测定 CMC 值,在拐点处增加几个测定值即可实现。

三、注意事项

1. 配制表面活性剂溶液时,要在恒温条件下进行。温度变化应在 0.5°C 之内。
2. 为减少误差,要在高于克拉夫(krafft)特点的温度下进行测定。
3. 溶液的表面对于大气灰尘或周围的挥发性化学溶剂非常敏感,所以不要在测定的房间内处理挥发性的物品,全部的仪器应该用保护罩保护起来。

四、思考题

1. 为什么表面活性剂表面张力-浓度曲线有时会出现最低点?
2. 为什么环法不适用于阳离子表面活性剂表面张力的测定?

实验 1-2 电导法测定表面活性剂临界胶束浓度

一、实验原理

对于一般的电解质溶液,其导电能力由电导 L ,即电阻的倒数($1/R$)来衡量。若所用电导管电极面积为 a ,电极间距为 h ,用此管测定电解质溶液电导,则

$$L = \frac{1}{R} = \kappa \frac{a}{h} \quad (1-6)$$

式中, κ —— $a=1 \text{ m}^2$ 。 $h=1 \text{ m}$ 时的电导,称作比电导或电导率,其单位为 Ω^{-1}/m ; a/h ——电导管常数。

电导率 κ 和摩尔电导 λ_m 有下列关系

$$\lambda_m = \frac{\kappa}{c} \quad (1-7)$$

式中, λ_m ——1 mol 电解质溶液的导电能力;

c ——电解质溶液的摩尔浓度。

λ_m 随电解质浓度而变, 对电解质的稀溶液

$$\lambda_m = \lambda_m^\infty - A\sqrt{c} \quad (1-8)$$

式中, λ_m^∞ ——浓度无限稀释时的摩尔电导;

A ——常数。

对于离子型表面活性剂溶液, 当溶液浓度很稀时, 电导的变化规律也和强电解质一样, 但当溶液浓度达到临界胶束浓度时, 随着胶束的形成, 电导率发生改变, 摩尔电导急剧下降, 这就是电导测定 CMC 的依据。

二、实验内容

1. 电导的测量。交流电桥法测溶液的电阻, 其线路如图 1-3 所示。图 1-3 中, R_1 为待测溶液的电阻(待测溶液放在电导管中), R_2 为四钮或六钮电阻箱的电阻, R_3 和 R_4 为电位计的滑线电阻, 阻值为 10 Ω , 均分为 1 000 等份, 音频振荡器供给交流信号, 示波器(图中用 OSC 表示)检波, 也可用耳机。滑线上的接触点固定在 A, 调节 R_2 , 使示波器上荧光屏上的正弦波变为一条水平线为止, 此时 A 与 B 的电位相等, 即电桥达到平衡, 则

$$\frac{R_1}{R_2} = \frac{R_3}{R_4} = \frac{A}{1\,000 - A} \quad (1-9)$$

$$R_1 = R_2 \frac{A}{1\,000 - A} \quad (1-10)$$

若 L, H 两点接柱改接 L', H', 则

$$R_1 = R_2 \frac{4\,500 + A}{4\,500 - A} \quad (1-11)$$

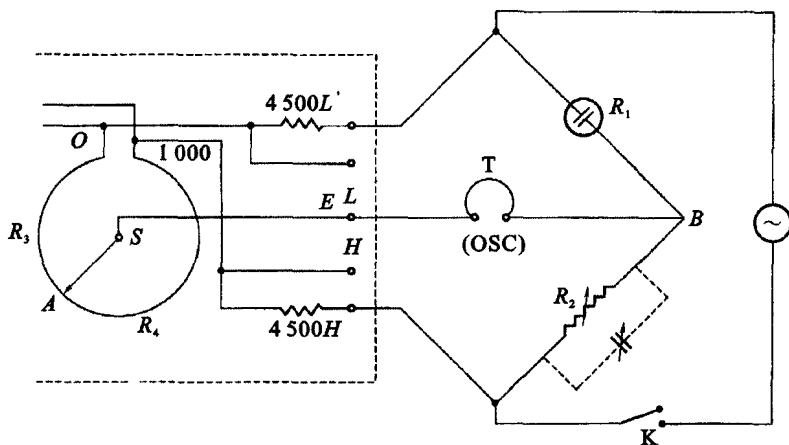


图 1-3 交流电桥法测溶液电阻线路

采用示波器检波比耳机灵敏度高,且不受噪声干扰,测量时 A 的位置可固定在 500 的位置,使相对误差趋于最小,也减少处理数据的麻烦。

按图 1-3 接好电路,准备测量。

2. 安装好恒温槽,温度调到 $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。

3. 测定电导管常数。用电导水将电导管冲洗干净,用少量 0.02 mol/L 的 KCl 溶液刷洗 2 次,测量时先恒温 10 min,按前所述进行测量。

4. 用 25 mL 的容量瓶精确配制浓度范围为 $3 \times 10^{-3} \sim 3 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$, 8~10 种不同浓度的十二烷基硫酸钠水溶液。配制时最好用新蒸出的电导水。

5. 从低浓度到高浓度依次测定表面活性剂溶液的电阻值。每次测量前电导管都得用待测溶液刷洗 2~3 次。

三、结果处理

1. 由 0.02 mol/L KCl 水溶液在 25°C 时的电导率(可以直接查处)及测出的电阻值,求出电导管的电导管常数。

2. 计算各浓度的十二烷基硫酸钠水溶液的电导率和摩尔电导。

3. 将数据列表 $\kappa-c$ 图和 $\lambda_m-\sqrt{c}$ 图,由曲线转折点确定临界胶束浓度 CMC 值。

四、思考题

1. 电导法测定表面活性剂临界胶束浓度的优势是什么?

2. 如何对测定的数值进行处理?

实验 1-3 染料法测定表面活性剂临界胶束浓度

一、实验原理

染料法是测定表面活性剂溶液临界胶束温度 CMC 的一种简单方法。其主要原理是某些染料在水中未被加溶时的颜色或吸收光谱与在表面活性剂溶液中由于浓度达到 CMC 以后形成胶束,染料被加溶,其颜色或吸收光谱有很大的差异,利用这一特点测定表面活性剂的 CMC。

用分光光度计测定吸收光谱是根据比尔定律

$$A = abc \quad (1-12)$$

式中, A ——吸光度(又称光密度);

c ——溶液的浓度, mol/L ;

b ——吸收液层厚度,即所用液槽的厚度, cm ;

a ——吸光系数, $\text{cm}^{-1} \cdot (\text{mol/L})^{-1}$ 。

比尔定律仅适用于单色光,同一溶液对于不同波长的单色光,它的吸光系数 a 值不

同,因此测得的吸光度 A 也不同,在应用比尔定律时,常需选择适当的波长,为此须做吸光光谱(又称吸收曲线)。将吸光度(A)对波长作图,便可得到吸收光谱,它是吸光物质的特性,常被用于定性分析。选定了对被测组分有强烈吸收的波长后,在此波长的条件下,测定该溶液不同浓度(c)时的吸光度(A),即可做定量分析。

本实验利用频哪氰醇氯化物,相对分子质量为 388.5,在月桂酸钾水溶液形成胶束后,吸收光谱的变化来测定临界胶束浓度。频哪氰醇氯化物在水中的吸收谱带在 520 nm 和 550 nm,当加入到浓度为 2.3×10^{-2} mol/L 的月桂酸钾水溶液中(此浓度大于月桂酸钾的 CMC 值),吸收光谱发生变化。原有的 520 nm 和 550 nm 的吸收带消失,与此同时 570 nm 和 610 nm 的吸收谱带增强。后面的两谱带是该染料在有机溶剂即在丙酮中的谱线特征,因此可通过此吸收光谱的变化来测定月桂酸钾的 CMC 值。

二、实验内容

(一)溶液的配制

1. 分别配制浓度为 1×10^{-4} mol/L 的频哪氰醇氯化物的水溶液和丙酮溶液各 25 mL。
2. 配制含频哪氰醇氯化物浓度为 1.0×10^{-4} mol/L 的不同浓度的月桂酸钾溶液各 25 mL。月桂酸钾的浓度范围为 $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-1}$ mol/L,可配成 1×10^{-3} mol/L, 1×10^{-2} mol/L, 2×10^{-2} mol/L, 2.5×10^{-2} mol/L, 5×10^{-2} mol/L, 1×10^{-1} mol/L 6 种不同浓度的溶液。

(二)吸收光谱的测定

用分光光度计,在波长 450~650 nm 的范围内间隔 10~20 nm 的条件下对已配制的溶液进行波长扫描。

1. 对浓度 1×10^{-4} mol/L 的频哪氰醇氯化物水溶液测定不同波长的吸光度,约在 520 nm 与 550 nm 处出现波峰。
2. 对上述染料的丙酮溶液测定吸收光谱,约在 570 nm 与 610 nm 处出现波峰。
3. 选择含频哪氰醇氯化物浓度为 1×10^{-4} mol/L 的月桂酸钾浓度为 2.5×10^{-2} mol/L 与 5×10^{-2} mol/L 的溶液进行吸收光谱的测定。
4. 将上述几组数据作吸光度(A)对波长的图,以最大吸光度数对应的波长为它的特征吸收峰。

(三)月桂酸钾 CMC 值的测定

在上述实验中的特征波长(约 610 nm)的条件下,测定含染料的 6 个不同浓度的月桂酸钾溶液的吸光度。并作 $A-c$ 图,由曲线的突变点求出它的 CMC 值。

三、思考题

比较三种测定临界胶束浓度的方法,哪个方法更便捷?

实验2 乳化力的测定——比色法

一、实验目的

掌握乳化力的测定方法。

二、实验原理

本方法适用于流出油处理剂乳化能力的测定。

乳化剂与具有颜色的油类以一定的比例进行混合后,加到水中,经过振荡,生成乳化液。静置分层后用溶剂萃取乳化层中的油,测量萃取液的吸光度。从工作曲线上找到对应的乳化油量,从而算出乳化力的大小。

三、试剂和溶液

1. 三氯甲烷(氯仿)(化学纯)。
2. 燃料油(船用内燃机燃料油)赛式黏度为400~500 s;密度(20℃)为0.887 2 g/cm³。
3. 蒸馏水(pH=7~8)。
4. 无水硫酸钠(化学纯)。

四、仪器和设备

1. 球形分液漏斗(60 mL)。
2. 移液管(10 mL,20 mL,25 mL)。
3. 容量瓶(25 mL,50 mL,100 mL)。
4. 具刻度烧杯(50 mL)。
5. 水平振荡器(220 V,240 次/min)。
6. 搅拌器不锈钢制浆式搅拌器及圆柱形杯(图1-4)。
7. 手持式转速表(测定搅拌速度)。
8. 秒表。

五、实验操作

(一)绘制工作曲线

称取燃料油0.5 g(精确至0.001 g),用三氯甲烷稀释至100 mL。分别吸取1 mL,2 mL,3 mL,4 mL,5 mL,6 mL,各稀释至50 mL,测定吸光度。根据所测得6个吸光度值,与已知油的含量作一工作曲线,如图1-5所示。