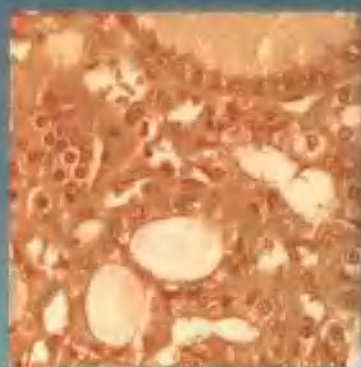




全国高职高专教育“十一五”规划教材



牛桂玲 王英健 主编

# 精细化学品分析



高等教育出版社  
HIGHER EDUCATION PRESS

全国高职高专教育“十一五”规划教材

# 精细化学品分析

牛桂玲 王英健 主编

高等教育出版社

## 内容提要

本书是根据最新高等职业教育化工技术类专业人才培养方案而编写的。

全书共分七章,以常用精细化学品种类为主线,以产品现行技术指标为基础,分别介绍了表面活性剂、洗涤用品、化妆品、香料香精、农药、食品添加剂、水处理剂的分析方法。各章内容包括基础知识和分析方法两部分。教材体系新颖,突出针对性、实用性和应用性,反映了高等职业教育的特色。书中介绍的分析方法均采用国家或行业最新标准,以体现新知识、新技术。

本书适用于应用性、技能型人才培养的各类教育的工业分析专业及相关专业,也可供从事工业分析工作的人员参考。

## 图书在版编目(CIP)数据

精细化学品分析/牛桂玲,王英健主编. —北京:高等教育出版社,2007.1

ISBN 978-7-04-020573-2

I. 精... II. ①牛...②王... III. 精细化工-化工产品-化学分析-高等学校:技术学校-教材 IV. TQ072

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 147368 号

策划编辑 王冰 责任编辑 董淑静 封面设计 于涛 责任绘图 宗小梅  
版式设计 王艳红 责任校对 殷然 责任印制 尤静

---

出版发行 高等教育出版社

社 址 北京市西城区德外大街 4 号

邮政编码 100011

总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司

印 刷 化学工业出版社印刷厂

开 本 787×1092 1/16

印 张 11.25

字 数 270 000

购书热线 010-58581118

免费咨询 800-810-0598

网 址 <http://www.hep.edu.cn>

<http://www.hep.com.cn>

网上订购 <http://www.landaco.com>

<http://www.landaco.com.cn>

畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2007 年 1 月第 1 版

印 次 2007 年 1 月第 1 次印刷

定 价 14.60 元

---

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 20573-00

# 高等职业教育化学化工类专业系列教材编审委员会

---

主任:曹克广 丁志平

副主任:李居参 张方明 杨宗伟 李奠础

委员:(以姓氏笔画为序)

马秉骞	于乃臣	邓素萍	牛桂玲	王宝仁	王炳强
王建梅	王桂芝	王焕梅	田立忠	关荐伊	刘爱民
刘振河	刘登辉	曲志涛	孙伟民	伍百奇	许宁
陈长生	陈宏	初玉霞	冷士良	冷宝林	吴英绵
张正兢	张秉成	张淑新	陆英	林峰	周波
胡久平	胡伟光	侯文顺	侯侠	赵连俊	高琳
耿佃国	索陇宁	徐瑞云	曹国庆	程忠玲	魏培海

# 前 言

---

本书是根据最新的高等职业教育化工技术类专业人才培养方案,以及2005年7月在北京召开的“高职高专化工技术类专业和工业分析专业教材工作会议”的部署和本专业教材审纲会确定的《精细化学品分析编写提纲》而编写的。

本书在编写过程中注重体现高职高专教育的“高等教育”和“职业教育”的特点。具体表现:一是有必需、够用的理论知识,包括相关产品的作用、分类及质量标准,重点介绍分析方法和操作技术;二是分析方法均采用国家或行业的最新标准和方法,以体现规范性和先进性;三是在内容编排上,不局限于具体的检测方法,而是对检测项目的测定意义也做了明确阐述;四是所选择的实验项目具有典型性、综合性;五是每章开篇附有知识目标和能力目标,章后附有思考题和阅读材料,以帮助读者更好地理解 and 掌握有关知识。

本书体系新颖、层次清晰,内容设置从生产生活实际出发,突出实用性,详略得当。全书以常用精细化学品种类为主线,以现行技术指标为基础,分七章分别介绍了表面活性剂、洗涤用品、化妆品、香料香精、农药、食品添加剂、水处理剂等精细化学品的分析方法。实验技能训练安排在每章的最后,强调知识的应用性,学以致用。

本书由牛桂玲、王英健主编。其中:绪论,第一、二、六章由承德石油高等专科学校牛桂玲编写;第三、四章由石家庄职业技术学院卜欣立编写;第五、七章由辽宁石化职业技术学院王英健编写。全书由牛桂玲统稿。

本书承蒙山西综合职业技术学院李冀础教授主审,并提出了许多宝贵意见;审稿会上的诸多专家、同行也给予了很多建议,在此一并表示感谢。

由于编者水平有限,书中难免有疏漏和不妥之处,欢迎读者批评指正。

编者  
2006年8月

## 郑重声明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》，其行为人将承担相应的民事责任和行政责任，构成犯罪的，将被依法追究刑事责任。为了维护市场秩序，保护读者的合法权益，避免读者误用盗版书造成不良后果，我社将配合行政执法部门和司法机关对违法犯罪的单位和个人给予严厉打击。社会各界人士如发现上述侵权行为，希望及时举报，本社将奖励举报有功人员。

反盗版举报电话：(010) 58581897/58581896/58581879

传 真：(010) 82086060

E - mail: dd@hep.com.cn

通信地址：北京市西城区德外大街4号

高等教育出版社打击盗版办公室

邮 编：100011

购书请拨打电话：(010)58581118

# 目 录

绪论 .....	1	问题 .....	78
第一章 表面活性剂分析 .....	3	思考题 .....	78
第一节 表面活性剂的基础知识 .....	3	实验 洗发液中总有效物含量的测定 .....	78
第二节 表面活性剂的理化性质分析 .....	6	第四章 香料香精分析 .....	81
第三节 表面活性剂的基本性能分析 .....	12	第一节 香料分析 .....	81
第四节 阴离子型和非离子型表面活性剂生物降解度测定 .....	21	第二节 香精分析 .....	90
附录 表面活性剂的定量分析 .....	23	阅读材料 香水的使用方法 .....	93
阅读材料 表面活性剂离子型的鉴别 .....	25	思考题 .....	93
思考题 .....	26	实验 香料酸值和酯值的测定 .....	93
实验 洗涤剂中非离子型表面活性剂含量的测定(离子交换法) .....	27	第五章 农药分析 .....	96
f .....		第一节 农药的基础知识 .....	96
第二章 洗涤用品分析 .....	29	第二节 杀虫剂分析 .....	97
第一节 洗涤用品的基础知识 .....	29	第三节 除草剂分析 .....	102
第二节 洗衣粉分析 .....	30	第四节 杀菌剂分析 .....	106
第三节 肥皂分析 .....	37	第五节 植物生长调节剂分析 .....	109
第四节 餐具用洗涤剂分析 .....	45	阅读材料 农药制剂的基本类型和采样方法 .....	114
阅读材料 衣物污渍清洗小窍门 .....	49	思考题 .....	115
思考题 .....	49	实验 代森锰锌含量的测定 .....	115
实验 餐具用洗涤剂去污力的测定 .....	49	第六章 食品添加剂分析 .....	118
第三章 化妆品分析 .....	53	第一节 食品添加剂的基础知识 .....	118
第一节 化妆品的基础知识 .....	53	第二节 甜味剂分析 .....	120
第二节 化妆品原料分析 .....	55	第三节 防腐剂分析 .....	125
第三节 化妆品卫生学检验 .....	64	第四节 护色剂分析 .....	128
第四节 洗发液分析 .....	76	第五节 其他食品添加剂分析 .....	133
阅读材料 常见化妆品的感官质量 .....		阅读材料 如何选购放心食品 .....	141
		思考题 .....	141
		实验 饮料中糖精钠、苯甲酸、山梨酸 .....	

## 目 录

含量的测定 .....	142	阅读材料 我国水处理剂现状及发展 趋势 .....	167
<b>第七章 水处理剂分析</b> .....	144	思考题 .....	168
第一节 水处理剂的基础知识 .....	144	实验 聚合氯化铝中氧化铝 ( $Al_2O_3$ ) 含量的测定 .....	168
第二节 阻垢分散剂分析 .....	145		
第三节 缓蚀阻垢剂分析 .....	152		
第四节 杀生剂分析 .....	158		
第五节 絮凝剂分析 .....	161	<b>参考文献</b> .....	170



# 绪论

## 一、精细化学品的概念和分类

精细化学品是化学工业中用来与通用化工产品 & 大宗化工产品相区别的一个专用术语。我们把凡能增进或赋予一种(类)产品以特定功能,或本身拥有特定功能的小批量、高纯度的化学品,称为精细化学品。

精细化学品的范围十分广泛,我国原化学工业部在 1986 年把精细化学品分为 11 大类,即农药、染料、涂料(包括油漆和油墨)、颜料、试剂和高纯物、信息用化学品(包括感光材料、磁性材料等)、食品和饲料添加剂、黏合剂、催化剂和各种助剂、化学药品和日用化学品、功能高分子材料(包括功能膜、偏光材料等)。但该分类并未包含精细化学品的全部内容,如医药制剂、酶制剂、精细陶瓷等内容便未包括在其中。

从生产角度可将精细化学品划分为以下两大类。

(1) 以分子水平合成、提纯为主,结合少量的复配增效技术得到的有特定功能的化学品,如农药、染料、颜料、试剂和高纯物、信息用化学品、食品和饲料添加剂、催化剂和各种助剂、化学药品和日用化学品、功能高分子材料等。

(2) 以配方技术为主要生产手段,配方技术能左右最终使用性能的化学品,如涂料、洗涤剂、化妆品、香料、黏合剂等。

精细化学品种类多、附加值高、用途广、产业关联度大,直接服务于国民经济的诸多行业和高新技术产业的各个领域。生产精细化学品的经济领域——精细化工是当今化学工业中最具活力的新兴领域之一,大力发展精细化工已成为世界各国调整化学工业结构、提升产业档次和扩大经济效益的战略重点。精细化工率(精细化工产值占化工总产值的比例)的高低已经成为衡量一个国家或地区化学工业发达程度和化工科技水平高低的重要标志。而产品质量是企业的生命,它关系到产品能否有效地进入国内、外市场,创造高效益。精细化学品对原料和中间体要求纯度高,复配以后不仅要保证物化指标,而且更注重使用性能。尽管不同的精细化学品表现出不同的发展趋势,但是质量稳定、环境友好且安全性高的产品需求均在增长。如何评判精细化学品的质量,哪些指标能反映其质量因素,怎样获得准确的质量指标,这些正是精细化学品分析的主要内容。

## 二、精细化学品分析的任务和作用

精细化学品分析的任务是利用化学分析、仪器分析、生化分析、物性测定等手段,来确定精细化学品生产过程中物料(原料、半成品、成品)的化学成分与含量,以及使用性能、安全性、卫生指标、理化指标等是否符合国家规定的质量标准。

精细化学品分析的作用包括:

(1) 检测产品质量 对精细化学品进行质量检测,确保产品质量,促进企业建立健全质量保

证体系,同时对进入流通领域的商品进行质量监督管理。

(2) 为控制工艺条件提供数据 对精细化学品生产过程中的原料、半成品和成品进行适时、准确地控制分析,从而对各生产工序及操作参数及时调整,使生产过程在最佳工艺条件下运行,以保证产品的质量和产率。

(3) 为精细化工新产品的开发,新技术、新工艺的探索提供可靠的依据 在试制新产品,采用新设备,改革生产工艺,改进产品包装、贮运技术等方面的研究中,常需选定适当的项目进行分析对比,以得出结论。

(4) 对精细化学品进行质量仲裁 当生产企业和使用部门对产品质量发生争议时,可根据国际或国家标准进行检验,做出仲裁,以保证供需双方的合法权益。

可见,精细化学品分析是提高精细化工生产技术水平,保证高产、优质、低耗、安全操作的一项重要工作。

### 三、精细化学品分析的主要内容

由于精细化学品种类繁多、组成复杂、测定方法多种多样,所以精细化学品分析的内容十分丰富,归纳起来主要包括以下几方面的内容。

#### 1. 理化指标的分析检验

理化指标是基本检测项目,产品是否合格或优质,要看其是否符合国家标准规定的各项理化指标。精细化学品的理化指标主要包括粒度、密度、熔点、浊点、折射率、溶解度、酸碱度、pH、稳定性、含水量、活性物或有效物含量的测定等。

#### 2. 使用性能分析

各种精细化学品都具有特定功能,例如对于表面活性剂和洗涤剂,其使用性能分析包括分散力的测定、润湿力的测定、发泡力的测定、表面张力及界面张力的测定、去污力的测定等。

#### 3. 原料的成分分析

产品质量的优劣在很大程度上取决于原料的质量,因此原料的主成分和杂质含量的分析是精细化学品分析的重要内容。

#### 4. 卫生指标、微生物指标的检验

精细化学品中的化妆品和食品添加剂等品种,与人们的日常生活息息相关,直接关系到人类的健康和生存,始终是全社会所关注的热点。为此,国家制定了卫生管理法规、使用卫生标准、卫生检验标准和微生物检验标准等。化妆品的卫生检验标准主要是对重金属汞、砷、铅和甲醇等含量的测定;微生物检验标准主要对细菌总数、粪大肠杆菌、绿脓杆菌、金黄色葡萄球菌等项目的检验。食品添加剂的使用卫生标准规定了各类食品添加剂的使用范围、最大使用量。

#### 5. 感官指标的检验

感官指标包括产品外观、包装外观、气味、色泽、香型、白度、浊度、颗粒度等,这些都是产品的重要指标。使用部门和消费者常以感官指标来评价产品的质量优劣,感官指标也确实影响和体现产品的内在质量,因此国家标准也制定了相应的感官指标及其检验方法。所以,感官指标的检验也是精细化学品分析的内容。

# 第一章 表面活性剂分析

## 知识目标

- 了解表面活性剂的概念、分类、功能和在工业中的应用
- 熟悉表面活性剂理化性质分析、基本性能分析和生物降解度测定方法
- 掌握本章介绍的表面活性剂有关性质、性能的分析方法

## 能力目标

- 能根据表面活性剂的种类和分析项目选择合适的分析方法
- 能按照标准方法对表面活性剂有关性质、性能进行分析测试,给出正确结果



## 第一节 表面活性剂的基础知识

### 一、表面活性剂的概念和分类

#### 1. 界面和表面

界面是指物质相与相之间的分界面,包括气液、气固、液液、液固和固固五种。其中包含气相的界面叫表面,包括液体表面和固体表面两种。

表面活性剂的各种功能主要表现在改变液体表面、液液界面和液固界面的性质,而其中液体表面的性质是最重要的。下面我们就以液体表面为例,说明表面张力和表面活性剂的概念。

#### 2. 表面张力和表面活性剂

众所周知,液体的表面有自动收缩的倾向,这表现在当重力可以忽略时液体总是趋向于形成球形,如常见的水银珠和荷叶上的水珠那样。液体表面自动收缩的驱动力源于液体表面上的分子所处的状态与体相内部的分子所处的状态的差别。在体相内部,每个分子所受其周围分子的作用力是对称的;而液体表面上的分子所受液相分子的引力比气相分子的引力大,它所受的力是不对称的,结果产生了表面分子受到指向液体内部并垂直于表面的引力。因此表面上的分子有向液相内部迁移的趋势,使得液体表面有自动收缩现象。这种引起液体表面自动收缩的力就叫表面张力。

一定成分的液体在一定的温度和压力下具有一定的表面张力。纯液体只有一种分子,当固定温度和压力时,其表面张力是一定的。对于溶液就不同了,其表面张力会随溶质的浓度改变而改变。溶质使溶剂表面张力降低的性质叫做表面活性,具有表面活性的物质则称为表面活性物质。我们把加入很少量就能显著降低溶剂(一般为水)的表面张力,改变体系界面状态,从而产生

润湿、乳化、起泡、增溶等一系列作用(或其反作用)的物质称为表面活性剂。

### 3. 表面活性剂的结构和分类

表面活性剂分子由极性的亲水基团和非极性的亲油基团两部分构成。前者使分子溶于水,后者使分子离开水溶于油。这两种基团分别位于分子的两端,造成分子的不对称,因此表面活性剂分子是一种既亲水又亲油的两亲分子。分子中的亲油基团一般是长链的烃基,而亲水基团(头基)则种类较多。各类表面活性剂性质上的差别除了和亲油基团的烃基大小、链的形状有关之外,更主要的是取决于亲水基团。

表面活性剂的分类就是以亲水基团结构为依据的。表面活性剂溶于水时,凡能解离成离子的叫离子型表面活性剂;凡不能解离成离子的叫非离子型表面活性剂。而离子型表面活性剂按其在水中生成的表面活性离子的种类,又可分为阴离子型表面活性剂、阳离子型表面活性剂、两性离子型表面活性剂。一些具有特殊功能或特殊组成的新型表面活性剂,未按离子型、非离子型划分,而是根据其特殊性列入特种表面活性剂。表面活性剂分类如图 1-1 所示。

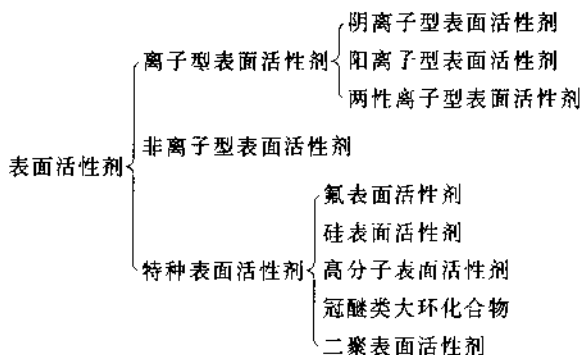


图 1-1 表面活性剂的分类

## 二、表面活性剂的功能和应用

### 1. 表面活性原理与表面活性剂的功能

如前所述,表面活性剂分子具有“两亲结构”,它含有一个亲水基团和一个亲油基团(疏水基团),因此当表面活性剂溶于水时,亲水基团使分子有进入水的倾向,而亲油的碳氢长链则竭力阻止其在水中溶解而从水内部迁移,有逸出水相的倾向,这种疏水基团逃离水环境的性质称为疏水作用。上述两种倾向平衡的结果是表面活性剂在表面富集,亲水基团伸向水中,疏水基团伸向空气。表面活性剂这种从水内部迁至表面,并在表面富集的过程叫吸附。表面活性剂在水表面吸附的结果是水表面似被一层非极性的碳氢长链覆盖,从而导致水的表面张力下降。

表面活性剂在界面上的吸附一般为单分子层,当表面吸附达到饱和时,表面活性剂分子不能继续在表面富集,而疏水基团的疏水作用仍竭力促使其逃离水环境,满足这一倾向的方式是表面活性剂分子在溶液内部自聚,即疏水基团向里靠在一起形成内核,远离水环境,而将亲水基团朝外与水接触。表面活性剂的这种自聚体称为分子有序组合体,其最简单的形式是胶束。开始形成胶束的表面活性剂浓度称为临界胶束浓度(简称为 cmc),此时溶液的表面张力降至最低值。

若浓度再继续增加,溶液的表面张力几乎不再下降,只是溶液中的胶束数目和聚集数增加。以 cmc 为界限,在一较小浓度范围内,其水溶液的许多物理化学性质,如表面张力、渗透压、摩尔电导率、去污能力、增溶能力、浊度等,将发生突变。因此,表面活性剂的水溶液只有在浓度稍高于其 cmc 值时,才能充分地显示其作用。

可见,表面活性剂最基本的功能有两个,第一是在表(界)面上吸附,形成吸附膜;第二是在溶液内部自聚,形成多种类型的分子有序组合体。从这两个功能出发,衍生出表面活性剂的其他多种应用功能。

表面活性剂在表(界)向上吸附的结果是降低了表(界)面张力,改变了体系的表(界)面化学性质,从而使表面活性剂具有起泡、消泡、乳化、破乳、分散、絮凝、润湿、铺展、渗透、润滑、抗静电以及杀菌等功能。

表面活性剂在溶液内部自聚形成了多种形式的分子有序组合体,如胶束、反胶束、囊泡、液晶等。这些分子有序组合体表现出多种多样的应用功能,其中最基本的是胶束的增溶功能。胶束的增溶功能是指一些不溶和微溶于水的物质(如烃类和长链醇)可进入胶束中使其溶解度显著增加的现象。基于胶束及其他分子有序组合体的增溶功能,衍生出胶束催化、形成微乳状液、作为间隔化反应介质和微反应器、药物载体等功能。表面活性剂的洗涤功能在很大程度上也与胶束对油污的增溶作用有关。

## 2. 表面活性剂的应用

表面活性剂用途极其广泛,在国民经济的各个领域几乎无处不在,与人们的衣食住行密切相关。在许多行业中,表面活性剂起到画龙点睛的作用,作为最重要的化学工业助剂常能极大地改进生产工艺和产品性能。鉴于其用量不大,但作用关键,业内人士称之为“工业味精”。表面活性剂在部分工业领域中的应用如表 1-1 所示。

表 1-1 表面活性剂在部分工业领域中的应用

应用领域	表面活性剂作用	类型
洗涤剂工业	洗涤剂、乳化剂、杀菌剂、抗静电剂	阴离子型、阳离子型、非离子型、两性离子型、天然表面活性剂
化妆品工业	乳化剂、分散剂、增溶剂、起泡剂、清洗剂、润滑剂、柔软剂	阴离子型、阳离子型、非离子型、两性离子型
石油工业 (钻井、采油、石油产品)	消泡剂、乳化剂、杀菌剂、增黏剂、稀释分散剂、降水失水剂、润滑剂、防腐剂、驱油剂、清蜡防蜡剂、乳化降黏剂、润湿降阻剂、原油破乳剂、油井堵水剂、固沙剂、清净剂、分散剂、抗氧化剂	阴离子型、阳离子型、非离子型、高分子表面活性剂
矿业(除尘、浮选)	润湿剂、捕获剂、起泡剂、调节剂、调整剂(抑制剂、活化剂)	阴离子型、阳离子型、非离子型、两性离子型
纺织工业	平滑剂、抗静电剂、乳化剂、消泡剂、柔软剂、净洗剂、分散剂、渗透剂、匀染剂、缓染剂、促染剂、洗涤剂、茧层渗透剂、润滑剂	阴离子型、阳离子型、非离子型、两性离子型
金属加工	分散剂、清洗剂、消泡剂、泡沫稳定剂、发泡剂、缓蚀剂、表面调节剂、乳化剂、润滑剂、润湿剂、脱膜剂、光亮剂、烟雾抑制剂、防锈剂	阴离子型、阳离子型、非离子型

续表

应用领域	表面活性剂作用	类 型
制革工业	增溶剂、乳化剂、润滑剂、渗透剂、发泡剂、消泡剂、洗涤剂、匀染剂、固色剂	阴离子型、阳离子型、非离子型
塑料和橡胶加工、涂料和油墨工业	润滑剂、乳化剂、分散剂、消泡剂、发泡剂、增塑剂、抗静电剂、稳泡剂、加蜡剂、增稠剂、稳定剂、凝聚剂、流动性能调节剂	阴离子型、阳离子型、非离子型、两性离子型
建筑业	减水剂、引气剂、砂浆塑化剂、乳化剂、分散剂、润湿剂、稳定剂、消泡剂	阴离子型、阳离子型、非离子型
制浆造纸业	树脂脱除剂、浸透剂、分散剂、脱墨剂、乳化剂、消泡剂、柔软剂、润湿剂、处理剂	阴离子型、阳离子型、非离子型、两性离子型
制药工业	药物载体、乳化剂、增溶剂、起泡剂、清洗剂、润滑剂、柔软剂	非离子型
食品工业	乳化剂、防黏剂、膨松剂、品质改良剂、增稠稳定剂、起泡剂、结晶抑制剂、赋形剂、脱模剂、清泡剂、澄清剂、发泡稳定剂、增溶剂、消泡剂、脱模剥离剂、凝结核合剂	非离子型、天然表面活性剂
化学纤维工业	黏胶添加剂、变性剂、后处理添加剂、润湿剂、乳化剂、抗静电剂、洗净剂、匀染剂、缓染剂、分散剂	阴离子型、阳离子型、非离子型

### 三、表面活性剂分析的主要内容

表面活性剂的种类繁多,功能各异。在表面活性剂研制、开发、生产、应用和环境保护这条产业链中,每个环节都离不开分析。表面活性剂的分析项目归纳起来主要包括以下几个方面:产品质量分析;表面活性剂的化学结构、配方和含量分析;未知物的剖析;环境污染的卫生监测等。本章主要学习其中的表面活性剂理化性质分析、基本性能分析和生物降解度测定方法。

## 第二节 表面活性剂的理化性质分析

表面活性剂的理化性质分析包括在水中溶解度的测定、非离子型表面活性剂浊点的测定、cmc的测定、在硬水中稳定性的测定、水溶液 pH 的测定、酸碱度的测定等,本节介绍前三种性质的测定。

### 一、阴离子型表面活性剂在水中溶解度的测定

表面活性剂的溶解度主要取决于分子结构和溶液的温度。非离子型表面活性剂溶解度与温度的关系与一般常见化合物的情况有所不同。对于离子型表面活性剂,在温度足够低时,溶解度有限并且随温度上升而增加,达到某一温度后,溶解度会陡然上升,这个突变的温度称为 Krafft 温度。表面活性剂的 Krafft 温度越低,其溶解性越好,越有利于实用。一般,离子型表面活性剂应在 Krafft 温度以上使用。

国家标准 GB/T6370—1996,规定了一种表示阴离子型表面活性剂在水中溶解度与温度呈函数关系的方法,从而求得它在给定温度下的溶解度。

此方法适用于纯表面活性剂,也适用于工业产品及液体阴离子型表面活性剂复配产品,只要

这些产品溶液清澈透明、颜色不太深即可。

用纯产品得到的溶解度曲线可确定 Krafft 温度。

### 1. 测定原理

对已知浓度的阴离子型表面活性剂水溶液进行实验温度范围预测定,加热时溶液由浊变清,冷却时由清变浊。将相同浓度的两份溶液,一份溶液较冷显浊,另一份较热显清,置于水浴中,该水浴温度控制在预测定时确定的温度范围内。记下溶液温度与水浴温度相同时两份溶液的外观。

重复实验,在预测定的温度范围内改变水浴温度,直至清液仍清、浊液仍浊或溶液很慢地由浊变清或由清变浊。由表面活性剂的浓度和溶解度的极限温度绘制溶解度曲线。

### 2. 试剂

蒸馏水或纯度与蒸馏水相当的水。

### 3. 仪器

- (1) 试管 直径 20 mm,长 200 mm 的玻璃试管;
- (2) 精密温度计 分度为  $0.1^{\circ}\text{C}$ ;
- (3) 恒温控制水浴锅  $-5\sim 90^{\circ}\text{C}$ ,能控制在  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ ,并带有透明池。

### 4. 测定步骤

(1) 试样的制备 称取一定量的试样,其量相当于待测表面活性剂溶液的某一质量分数(通常为  $1\%\sim 50\%$ ),称准至  $0.01\text{ g}$ ,然后制备成约 100 mL 的实验溶液。

若溶液含有不溶杂质,可将其加热至高于变浊温度后再过滤。该过程不应引起表面活性剂浓度的任何变化。

(2) 预测定 将实验溶液直接加热,使溶液变清,取约 10 mL 倒入试管中,在室温下使之缓慢冷却至溶液变浊,然后再缓慢升温,同时用温度计搅拌溶液,待溶液一变清,立即记下温度  $t_1$ 。再缓慢冷却,同时用温度计搅拌溶液,待溶液一变浊,立即记下温度  $t_2$ 。

$t_1$  与  $t_2$  之间即为预测定温度范围,一般为  $10^{\circ}\text{C}$  左右。

(3) 溶解度极限温度的测定 将恒温水浴的温度设定在预测定温度范围内,并保持恒温,精确至  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

将实验溶液充满两个试管,塞上管塞,分别加热及冷却,使其中一个试管中的溶液变清,而另一个试管中的溶液变浊,然后将两个试管同时放入恒温水浴中。

当两份溶液的温度与水浴温度相同时,记下两份溶液的外观是清还是浊。若两份溶液均清,将水浴温度降低几度;若两份溶液均浊,则稍升温。重复上述实验,调整水浴温度,直到溶液的外观变化(由浊变清或由清变浊)非常缓慢,或清液仍保持清、浊液仍保持浊。采用的最长观测时间为  $2\sim 3\text{ h}$ 。

记下上述情况发生时的温度,精确到  $0.1^{\circ}\text{C}$ ,即为溶解度极限温度。若溶液外观保持不变,则取刚低于两份溶液均保持浊时的温度。

(4) 绘制溶解度曲线 根据设定的浓度范围,称取不同量的试样,分别测定其溶解度极限温度。以浓度为横坐标,相应的溶解度极限温度为纵坐标,绘制溶解度曲线。由此曲线可以推断表面活性剂在给定温度下的溶解度。

若需要,可测定其 Krafft 温度。

## 5. 测定结果

在给定温度下,阴离子型表面活性剂在水中溶解度以质量分数表示。

## 二、非离子型表面活性剂浊点的测定

非离子型表面活性剂一般在温度低时易溶于水,成为澄清的溶液。温度升高,溶解度降低,当温度升高到一定程度后,表面活性剂水溶液变混浊,继而会析出、分层。这个表面活性剂开始变混浊的温度叫做浊点。浊点是非常重要的数据,与表面活性剂的性能,尤其是应用性能密切相关。浊点越高的非离子型表面活性剂适用温度范围越宽,性能较为优越。

标准 GB/T5559-1993 针对不同类型的非离子型表面活性剂,规定了五种(A,B,C,D及E)测定浊点的方法。

方法 A,B 及 C,主要适用于由脂肪醇、脂肪酸、脂肪酸酯、脂肪胺、烷基酚等亲油性化合物与环氧乙烷缩合而成的非离子型表面活性剂浊点的测定。

方法 D 和 E,主要适用于环氧乙烷-环氧丙烷嵌段聚合而成的非离子型表面活性剂浊点的测定。

由脂肪酸或脂肪酸酯一类亲油性化合物与环氧乙烷-环氧丙烷嵌段聚合而成的非离子型表面活性剂,方法 E 通常是不适用的,但只有在测定中被证实具有重现性时方能采用。

## 1. 测定原理

将规定浓度的试样溶液,在测试条件下加热至液体完全不透明,冷却并不断搅拌,观察在不透明消失时的温度。

(1) 方法 A 若试样的水溶液在 10~90℃ 间变混浊,则在蒸馏水中进行测定。

(2) 方法 B 若试样的水溶液在低于 10℃ 时变混浊或试样不能充分溶解于水时,则在 25% 二乙二醇丁醚水溶液中进行测定。本方法不适用于某些含环氧乙烷低的试样,以及不溶于 25% 二乙二醇丁醚溶液的试样。

(3) 方法 C 若试样的水溶液在高于 90℃ 时变混浊,则需在密封安瓿瓶内进行测定。使用密封安瓿瓶可使操作在一定压力下进行,以达到比在大气压下溶液的沸点还要高的温度。

另外,也可用氯化钠水溶液代替蒸馏水,按方法 A 测定试样浊点,但测得的结果与用安瓿瓶测得的结果不呈简单的相关关系。

(4) 方法 D 若试样的酸性水溶液在 10~90℃ 间变混浊,则在浓度  $c(\text{HCl})=1.0 \text{ mol/L}$  的盐酸标准溶液中进行测定。

(5) 方法 E 若试样的酸性水溶液在高于 90℃ 时变混浊,则在每升含 50 g 正丁醇及 0.04 g 钙离子( $\text{Ca}^{2+}$ )的水溶液中进行测定。

## 2. 试剂

(1) 二乙二醇丁醚 化学纯,250 g/L 水溶液;

(2) 氯化钠溶液 50 g/L;

(3) 钙-正丁醇水溶液 每升含 50 g 正丁醇及 0.04 g 钙离子( $\text{Ca}^{2+}$ )的水溶液;

(4) 盐酸标准溶液 浓度  $c(\text{HCl})=1.0 \text{ mol/L}$ 。

## 3. 仪器

(1) 温度计 分度为 0.1℃,具有适用于试样被测温度的温度范围;



- (2) 碘量瓶 250 mL;
- (3) 量筒 100 mL;
- (4) 烧杯 1 000 mL, 装有透明导热体(例如乙二醇);
- (5) 试管 20 mL;
- (6) 安瓿瓶 外径 14 mm, 内径 12 mm, 高 120 mm 的安全玻璃制成, 外罩丝网;
- (7) 具有加热功能的磁力搅拌器。

#### 4. 测定步骤

方法 A 称取试样 0.5 g(精确至 0.01 g)放入碘量瓶中, 加入 100 mL 蒸馏水, 摇匀, 使试样完全溶解。量取 15 mL 试样溶液于试管中, 插入温度计, 然后将试管移入烧杯中, 加热, 用温度计轻轻搅拌直至溶液完全呈混浊状(溶液的温度应不超过混浊温度 10℃), 停止加热。试管仍保留在烧杯中, 用温度计轻轻搅拌溶液, 使其慢慢冷却, 记录混浊消失时的温度。平行测定两次, 平行测定结果之差不大于 0.5℃。

方法 B 称取试样 5 g(精确至 0.01 g)放入碘量瓶中, 加入 45 g 二乙二醇丁醚溶液, 摇匀, 使试样完全溶解。其余操作同方法 A。

#### 方法 C

① 安瓿瓶法 称取试样 0.5 g(精确至 0.01 g)放入碘量瓶中, 加入 100 mL 蒸馏水, 摇匀, 使试样完全溶解。用吸管吸取试样溶液加入安瓿瓶中, 高度约为 40 mm, 用火将安瓿瓶口封死, 再用丝网将安瓿瓶罩住, 移入装有导热体(一般用乙二醇)的烧杯中, 安瓿瓶上端略伸出烧杯。为防止因封口不好而产生的安瓿瓶爆裂, 在装置前应放置安全玻璃或透明塑料保护屏。测试装置如图 1-2 所示。将温度计插入加热浴内安瓿瓶旁, 开动磁搅拌器并加热。当安瓿瓶内液体变混浊时, 停止加热, 继续搅拌, 使其冷却, 记录混浊完全消失时的温度。

平行测定两次, 平行测定结果之差不大于 0.5℃。

② 盐水测定法 称取试样 0.5 g(精确至 0.01 g)放入碘量瓶中, 加入 100 mL 氯化钠溶液, 摇匀, 使试样完全溶解。其余操作同方法 A。

方法 D 称取试样 1 g(精确至 0.01 g)放入碘量瓶中, 加入 50 mL 盐酸标准溶液, 摇匀, 使试样完全溶解, 再加入 50 mL 盐酸标准溶液。其余操作同方法 A。

方法 E 称取试样 1 g(精确至 0.01 g)放入碘量瓶中, 加入 100 mL 钙-正丁醇水溶液, 摇匀, 使试样完全溶解。其余操作同方法 A。

#### 5. 测定结果

平行测定结果之差不大于 0.5℃, 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 并说明测定

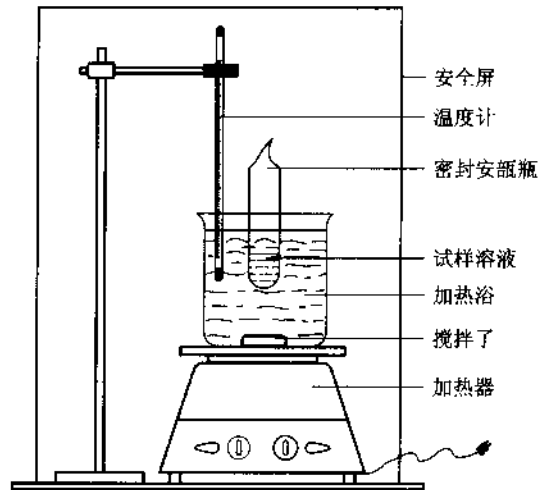


图 1-2 浊点测定装置(方法 C)