

高等院校实验实践课程“十一五”规划教材

精细化工实验

JINGXI HUAGONG SHIYAN

主 编 李浙齐



国防工业出版社
National Defense Industry Press

高等院校实验实践课程“十一五”规划教材

精细化工实验

主编 李浙齐

國防工業出版社

· 北京 ·

内 容 简 介

精细化工包括染料、医药、农药、表面活性剂、颜料、助剂、香料、涂料及化学试剂等诸多领域。精细化工实验涵盖的内容繁多,本书以精细化工中最常用的领域为内容,精选了难易程度不同的实验,较为详细地介绍了精细化学品的性质、用途及制备方法。

全书共分10章,介绍了64个实验,包括表面活性剂(7个)、助剂(10个)、胶黏剂(4个)、涂料(5个)、食品添加剂(3个)、香料(7个)、日用化学品(10个)、染料与颜料(7个)、催化剂(5个)、综合性实验(6个)。附录中介绍了精细化工常用仪器与设备的使用方法、部分精细化学品的国家标准及常用实验参数。

本书可作为高等院校精细化工专业及其他相关专业的本科、专科实验教材或教学参考书,也可作为化学、化工等领域的生产、科研人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

精细化工实验/李浙齐主编. —北京:国防工业出版社,
2009.3
高等院校实验实践课程“十一五”规划教材
ISBN 978-7-118-06158-1

I. 精... II. 李... III. 精细化工—化学实验—
高等学校—教材 IV. TQ062—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 008782 号

※

国防工业出版社 出版发行

(北京市海淀区紫竹院南路 23 号 邮政编码 100048)

北京诚信伟业印刷有限公司印刷

新华书店经售

*

开本 787×1092 1/16 印张 15½ 字数 358 千字

2009 年 3 月第 1 版第 1 次印刷 印数 1—4000 册 定价 25.00 元

(本书如有印装错误,我社负责调换)

国防书店:(010)68428422

发行邮购:(010)68414474

发行传真:(010)68411535

发行业务:(010)68472764

前 言

精细化工是化学工业发展的战略重点之一,属于技术密集型产业,涉及的行业多,产品种类繁多,与农业、国防、人民生活和尖端科技密切相关,是工业生产和人民生活不可或缺的部分。为适应国民经济发展的需要,培养更多的精细化工专业人才,许多高校相继开设了精细化工专业。精细化工实验是精细化工专业方向的必修课,由于精细化工领域发展迅速,实验内容应不断更新。本书在内容选择上尽量避免与基础有机实验相重复的基本操作、实验方法介绍和化合物的合成,选编了一些较新的精细化工实验,扩大了涵盖范围,并将综合性实验作为独立的一章编写。实验内容更注重系统性、规范性、通用性、综合性,有利于培养学生的实验操作能力、分析和解决问题的能力以及创新能力。

本书以精细化工中最常用的领域作为教材内容,在参阅了国内、外部分实验教材及各类精细化工产品生产工艺的基础上编写而成。全书共分 10 章,64 个实验,具体包括表面活性剂、助剂、胶黏剂、涂料、食品添加剂、香料、日用化学品、染料与颜料、催化剂、综合性实验等内容。实验内容分布清晰,表述严谨,易于理解,难易程度不同,可供不同的院校和人员自主选择。

本书由大连交通大学李浙齐主编。第一章表面活性剂、第三章胶黏剂、第五章食品添加剂、第九章催化剂、附录 B 部分精细化学品的国家标准由吴艳波和陈艳敏编写;第二章助剂、第七章日用化学品、第八章染料与颜料、第十章综合性实验、附录 C 常用参数由李浙齐编写;第四章涂料、第六章香料由沈昱编写,附录 A 常用仪器与设备由曹魁和王莹编写。

由于编者水平有限,书中出现的不足与错误之处,恳请广大读者批评指正。

编 者

2009 年 2 月于大连

目 录

第一章 表面活性剂	1
实验一 阴离子表面活性剂——十二烷基苯磺酸钠的制备	2
实验二 阳离子表面活性剂——十二烷基二甲基苄基氯化铵的制备	3
实验三 两性离子表面活性剂——十二烷基二甲基甜菜碱的制备	5
实验四 非离子表面活性剂——月桂醇聚氧乙烯醚的制备	6
实验五 非离子表面活性剂—— <i>N,N</i> -双羟乙基十二烷基酰胺的制备	8
实验六 酸值、碘值、皂化值的测定	9
实验七 表面活性剂溶液临界胶束浓度的测定	11
第二章 助剂	18
实验一 抗氧化剂——双酚 A 的制备	18
实验二 增塑剂——邻苯二甲酸二丁酯的制备	20
实验三 阻燃剂——四溴双酚 A 的制备	22
实验四 石油钻井液助剂——腐植酸钾的制备	23
实验五 混凝土减水剂——磺化腐植酸钠的制备	25
实验六 采油助剂——胶体聚丙烯酰胺的制备及水解度测定	26
实验七 苯乙烯—马来酸酐共聚物的制备	28
实验八 织物低甲醛耐久整理剂 2D 的合成	30
实验九 织物防皱防缩整理剂 UF 的制备	32
实验十 水质稳定剂——羟基亚乙基二膦酸的制备	33
第三章 胶黏剂	35
实验一 水溶性胶黏剂酚醛树脂胶的制备	36
实验二 双酚 A 型低相对分子质量环氧树脂的制备与应用	37
实验三 聚乙烯醇缩甲醛胶的合成	40
实验四 环氧树脂胶黏剂的配制及应用	43
第四章 涂料	48
实验一 聚醋酸乙烯乳胶漆的配制	48
实验二 白色热固性丙烯酸酯烘漆的制备	52

实验三 氨基醇酸树脂磁漆的制备	53
实验四 环氧酚醛清漆的制备	55
实验五 聚氨酯乳液涂料的制备	57
第五章 食品添加剂	60
实验一 食品防腐剂——苯甲酸的制备	61
实验二 防腐剂——对羟基苯甲酸正丁酯的制备	62
实验三 甜味剂——糖精钠的制备	63
第六章 香料	67
实验一 苯甲醇的制备	67
实验二 苯乙酮的制备	69
实验三 乙酸苄酯的制备	72
实验四 β -萘甲醚的制备	73
实验五 香豆素的制备	75
实验六 香蕉水的制备	76
实验七 香料吲哚的制备	78
第七章 日用化学品	80
实验一 液体洗衣剂的配制	80
实验二 发用凝胶的配制	84
实验三 洗发香波的配制	86
实验四 护发素的配制	88
实验五 沐浴露的配制	90
实验六 漱口水的配制	92
实验七 润肤乳的配制	93
实验八 化妆水的配制	96
实验九 脱毛膏的配制	97
实验十 指甲油的配制	99
第八章 染料与颜料	102
实验一 酸性纯天蓝 A 的制备	104
实验二 活性艳红 X-3B 的制备	105
实验三 分散蓝 2BLN 的制备	107
实验四 直接冻黄 G 的制备	110
实验五 阳离子翠蓝 GB 的制备	112
实验六 颜料永固黄的制备	115

实验七 酞菁绿 G 的制备	116
第九章 催化剂	120
实验一 油脂氢化催化剂的制备	120
实验二 纳米 TiO_2 胶体光催化剂的制备	122
实验三 负载型纳米 TiO_2 光催化剂的制备	124
实验四 威尔金森均相加氢催化剂的制备	125
实验五 骨架镍催化剂的制备	127
第十章 综合性实验	129
实验一 香料溴代苏合香烯的制备	129
实验二 洗洁精的配制及脱脂力的测定	132
实验三 中油度醇酸树脂的制备和醇酸清漆的配制	136
实验四 食用樱桃香精的配制	139
实验五 化学卷发液的配制及测定	142
实验六 食品色素苋菜红的制备	146
附录 A 常用仪器与设备	149
附录 B 部分精细化学品的国家标准	175
附录 C 常用参数	206
参考文献	241

第一章 表面活性剂

表面活性剂是一类具有两亲性结构的有机化合物,一般含有极性与亲液性两种截然不同的基团,能溶于水或其他有机溶剂,并在界面上定向排列,改变界面性质。

表面活性剂的理论和应用研究的历史并不长,但它独特多样的功能性使其发展非常迅速,逐渐形成了一种新兴的精细化学品产业。尤其是石油化工的迅速发展,为表面活性剂的生产提供了丰富的原料,使表面活性剂的产量和品种迅速增加,几乎应用到所有领域,成为国民经济的重要组成部分。

表面活性剂的基本作用是降低水或其他液体的表面张力,即液-液界面张力,并形成胶束,因此具有润湿、渗透、分散、乳化、增溶、发泡、消泡及洗涤等作用。另外,还具有平滑、柔软、抗静电、匀染、防锈、杀菌等多种功效。主要用于合成洗涤剂和化妆品工业,还能直接作为助剂用于纺织、造纸、皮革、医药、食品、石油开采、塑料、橡胶、农药、化肥、涂料、染料、金属加工、信息材料、选矿、建筑、环保、消防等各个领域。

表面活性剂的分类方法有多种,通常依据表面活性剂溶解性进行分类,有水溶性和油溶性两大类。油溶性表面活性剂的应用极少,水溶性表面活性剂按其是否解离又可分为离子型和非离子型两大类,前者在水中解离成离子,后者在水中不解离。离子型表面活性剂根据其活性部分的离子类型又分为:阴离子、阳离子和两性离子表面活性剂。常用的表面活性剂分类如图 1-1 所示。

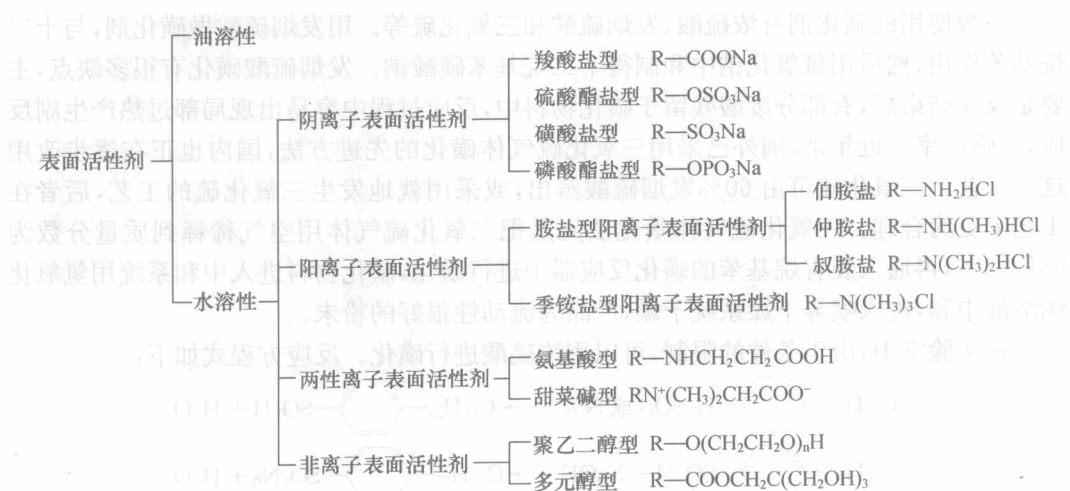


图 1-1 常用表面活性剂分类

实验一 阴离子表面活性剂——十二烷基苯磺酸钠的制备

一、实验目的

- (1) 掌握十二烷基苯磺酸钠(LAS)的制备原理和方法。
- (2) 了解烷基芳基磺酸盐类阴离子表面活性剂的性质、用途和使用方法。
- (3) 熟悉溶液相对密度的测定方法。

二、性质与用途

1. 性质

十二烷基苯磺酸钠(Sodium Dodecyl Benzo Sulfonate)又称石油磺酸钠,简称 LAS, ABS-Na , 为白色浆状物或粉末,易溶于水,在碱性、中性及弱酸性溶液中比较稳定;在硬水中有良好的润湿、乳化、分散、发泡和去污能力。易生物降解,降解度大于 90%;易吸水,遇浓酸分解,热稳定性较好,是重要的阴离子表面活性剂。

十二烷基苯磺酸的铵盐也能溶于水,呈中性,对水的硬度不敏感,遇酸碱稳定;其钙盐和镁盐在水中的溶解度相对较低,但可溶于烃类溶剂中。

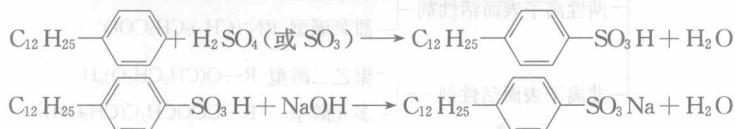
2. 用途

十二烷基苯磺酸钠可用于生产各种洗涤剂、乳化剂、香波、沐浴乳等日用品中,也可用做纺织工业的清洗剂、染色助剂,电镀工业的脱脂剂,造纸工业的脱墨剂,国内多用于洗衣粉的制造。另外,由于直链烷基苯磺酸盐对氧化剂十分稳定,溶于水,因此适合制备添加氧化漂白剂的洗衣粉。

三、实验原理

一般使用的磺化剂有浓硫酸、发烟硫酸和三氧化硫等。用发烟硫酸做磺化剂,与十二烷基苯作用,然后用氢氧化钠中和制得十二烷基苯磺酸钠。发烟硫酸磺化有很多缺点,主要是反应结束后,有部分废酸残留于磺化物料中,反应过程中容易出现局部过热产生副反应,影响产率。近年来,国外已采用三氧化硫气体磺化的先进方法,国内也正在逐步改用这一工艺。三氧化硫可由 60% 发烟硫酸蒸出,或采用就地发生三氧化硫的工艺,后者在工艺上更为合理。三氧化硫气体磺化法先是把三氧化硫气体用空气稀释到质量分数为 3%~5%,再通入装有烷基苯的磺化反应器中进行磺化,磺化物料进入中和系统用氢氧化钠溶液中和,进入喷雾干燥系统干燥,产品为流动性很好的粉末。

在实验室中,由于条件的限制,可以用浓硫酸进行磺化。反应方程式如下:



四、主要仪器和药品

烧杯、四口烧瓶、滴液漏斗、分液漏斗、量筒、温度计、锥形瓶、回流冷凝管、托盘天平、

水浴锅、电动搅拌器。

NaOH、NaCl、98%硫酸、十二烷基苯、pH 试纸。

五、实验内容

1. 磺化

在装有搅拌器、温度计、滴液漏斗和回流冷凝管的 250mL 的四口烧瓶中加入 35mL (34.6g) 十二烷基苯, 搅拌下缓慢加入 35mL 98% 的浓硫酸, 温度控制在 40℃ 以下, 加完后升温至 65℃~70℃, 反应 2h。

2. 分酸

将上述磺化混合物降温至 40℃~50℃, 缓慢滴加约 15mL 的水, 倒入分液漏斗中, 静置分层, 放掉下层的水和无机盐, 保留上层有机相。

注意: 如果分酸的温度过低, 析出的无机盐会堵塞分液漏斗, 使分酸困难。

3. 中和

配制 80mL 10% NaOH 溶液, 取 60mL~70mL 加入到 250mL 的四口烧瓶中, 搅拌下缓慢加入上述有机相, 控制温度为 40℃~50℃, 用 10% NaOH 调节 pH=7~8, 并记录下 10% NaOH 的总用量。

4. 盐析

于上述反应体系中, 加入少量氯化钠, 渗圈实验清晰后过滤, 得到白色膏状烷基苯磺酸钠, 称重。

六、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) 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。

七、思考题

(1) 影响磺化反应的因素有哪些?

(2) 烷基苯磺酸钠可用于哪些产品配方中?

(3) 烷基、芳基磺酸盐有哪些主要性质?

(4) 试计算废酸量。

实验二 阳离子表面活性剂——十二烷基二甲基苄基氯化铵的制备

一、实验目的

(1) 掌握季铵盐型阳离子表面活性剂的制备原理及方法。

(2) 了解季铵盐型阳离子表面活性剂的性质和用途。

二、性质与用途

1. 性质

十二烷基二甲基苄基氯化铵(Dodecyl Dimethyl Benzyl Ammonium Chloride)又称匀染剂 TAN、DDP、洁尔灭、1227 表面活性剂等。产品为无色或淡黄色透明黏稠状液体,易溶于水,不溶于非极性溶剂,具有良好的泡沫性和化学稳定性,耐冻、耐酸、耐硬水,还具有杀菌、乳化、抗静电、柔软调理等多种性能,是一种季铵盐型阳离子表面活性剂。其黏度为 $120\text{cm}^2/\text{s}(20^\circ\text{C})$;相对密度为 $0.985(20^\circ\text{C})$ 。刺激皮肤并严重刺激眼睛。

2. 用途

本品用做餐馆、酿酒厂、食品加工厂等处的消毒杀菌剂,也可用做游泳池的杀藻、杀菌剂,油田助剂,阳离子染料和腈纶染色的缓染匀染剂,织物柔软剂、抗静电剂,石油化工装置的水质稳定剂等。国内应用比较普遍,使用时如掺入少许非离子表面活性剂,杀菌效果更强。

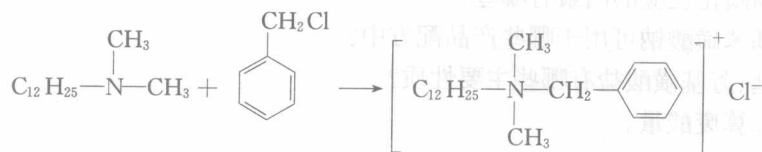
三、实验原理

阳离子表面活性剂在水溶液中解离后,生成带正电荷的活性基团。按化学结构可分为(伯、仲、叔)胺盐、季铵盐、胺氧化物等。应用较多的是胺盐和季铵盐两大类,胺盐和季铵盐在制备方法和性质上有很大差别,在酸性介质中,胺盐和季铵盐都易溶于水,但在碱性介质中只有季铵盐可溶于水。胺盐直接由伯、仲、叔胺与各种酸反应来制取,反应极易进行;季铵盐一般需要由叔胺和烷基化剂反应才能制备,反应较难进行。

阳离子表面活性剂一般是具有长链烷基的胺盐和季铵盐,因此作为极性亲水基的原料主要是各类胺化合物。阳离子表面活性剂的结构与阴离子表面活性剂的结构相似,亲油基与亲水基可通过酯、醚、酰胺、铵等键连接。

制取季铵盐所使用的烷基化剂是烷基卤化物或其他易给出烷基的化合物。常用的烷基化剂有一氯甲烷、氯化苄、溴甲烷、硫酸二甲酯、硫酸二乙酯、环氧乙烷、苄基环氧乙烷等。

本实验以十二烷基二甲基叔胺为原料、氯化苄为烷基化剂来制取十二烷基二甲基苄基氯化铵。反应方程式如下:



四、主要仪器和药品

电动搅拌器、电热套、温度计、回流冷凝管、三口烧瓶、烧杯。

十二烷基二甲基叔胺、氯化苄。

五、实验内容

在装有搅拌器、回流冷凝管、温度计的 250mL 三口烧瓶中,加入 44g 十二烷基二甲基叔胺、24g 氯化苄,搅拌并升温至 $90^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$,回流反应 2h,即得到产品。

六、思考题

- (1) 季铵盐类和胺盐类阳离子表面活性剂的性质有何区别?
- (2) 制备季铵盐型阳离子表面活性剂常用的烷基化剂有哪些?
- (3) 试述季铵盐型阳离子表面活性剂的工业用途。

实验三 两性离子表面活性剂——十二烷基二甲基甜菜碱的制备

一、实验目的

- (1) 掌握甜菜碱型两性离子表面活性剂的制备原理和方法。
- (2) 了解甜菜碱型两性离子表面活性剂的性质和用途。
- (3) 熟悉熔点的测定方法。

二、性质与用途

1. 性质

十二烷基二甲基甜菜碱(Dodecyl Dimethyl Betaine)又名 BS-12, 为无色或浅黄色透明黏稠液体, 在碱性、酸性和中性条件下均溶于水, 即使在等电点也无沉淀, 不溶于乙醇等极性溶剂, 任何 pH 值下均可使用; 有良好的去污、起泡、乳化和渗透性能; 对酸、碱和各种金属离子都比较稳定; 杀菌作用温和, 刺激性小; 生物降解性好, 并具有抗静电等特殊性能; 属两性离子表面活性剂。

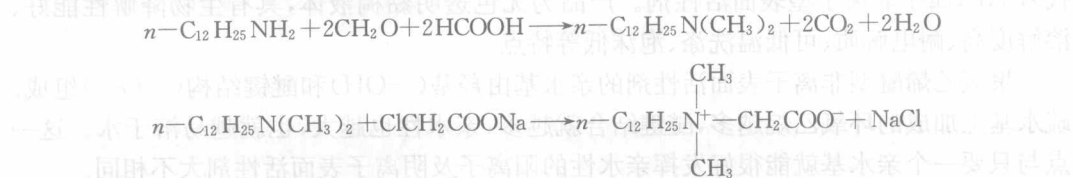
2. 用途

本品适用于制造无刺激性的调理香波、纤维柔软剂、抗静电剂、匀染剂、防锈剂、金属表面加工助剂和杀菌剂等。

三、实验原理

两性离子表面活性剂的亲水基是由带正电荷和负电荷的两部分构成的, 在水溶液中呈现两性的状态, 会随着介质不同表现出不同的活性。两性离子呈现的离子性随着溶液的 pH 值而变化, 在碱性溶液中呈阴离子活性, 在酸性溶液中呈阳离子活性, 在中性溶液中呈两性活性。

甜菜碱型两性离子表面活性剂是由季铵盐型阳离子部分和羧酸盐型阴离子部分构成。十二烷基二甲基甜菜碱是甜菜碱型两性离子表面活性剂中最普通的品种, 以 N,N-二甲基十二烷胺和氯乙酸钠反应来制取。反应方程式如下:



四、主要仪器和药品

电动搅拌器、熔点仪、电热套、三口烧瓶、烧杯、回流冷凝管、玻璃漏斗、温度计。

N,N -二甲基十二烷胺、氯乙酸钠、乙醇、浓盐酸、乙醚。

五、实验内容

在装有温度计、回流冷凝管、电动搅拌器的 250mL 三口烧瓶中,加入 10.7g 的 N,N -二甲基十二烷胺,再加入 5.8g 氯乙酸钠和 30mL 50% 的乙醇溶液,在水浴中加热至 $60^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$,并在此温度下回流至反应液变成透明。

冷却反应液,在搅拌下滴加浓盐酸,直至出现乳状液不再消失为止,放置过夜至十二烷基二甲基甜菜碱盐酸盐结晶析出,过滤。每次用 10mL 乙醇和水(1:1)的混合溶液洗涤两次,然后干燥滤饼。

粗产品用乙醚:乙醇=2:1 溶液重结晶,得到精制的十二烷基二甲基甜菜碱,测定熔点。

六、注意事项

- (1) 玻璃仪器必须干燥。
- (2) 滴加浓盐酸至乳状液不再消失即可。
- (3) 洗涤滤饼时,洗涤剂要按规定量使用。

七、思考题

- (1) 两性表面活性剂有哪几类? 在工业和日用化工方面有哪些用途?
- (2) 甜菜碱型与氨基酸型两性表面活性剂相比,其性质的最大差别是什么?

实验四 非离子表面活性剂——月桂醇聚氧乙烯醚的制备

一、实验目的

- (1) 掌握月桂醇聚氧乙烯醚的制备原理和方法。
- (2) 了解聚氧乙烯醚型非离子表面活性剂的性质、用途和使用方法。

二、性质与用途

1. 性质

月桂醇聚氧乙烯醚(Polyoxyethylene Lauryl Alcohol Ether)又称聚氧乙烯十二醇醚,代号 AE,属于非离子型表面活性剂。产品为无色透明黏稠液体,具有生物降解性能好、溶解度高、耐电解质、可低温洗涤、泡沫低等特点。

聚氧乙烯醚型非离子表面活性剂的亲水基由羟基($-\text{OH}$)和醚键结构($-\text{O}-$)组成。疏水基上加成的环氧乙烷越多,醚键结合就越多,亲水性也越大,也就越易溶于水。这一点与只要一个亲水基就能很好发挥亲水性的阳离子及阴离子表面活性剂大不相同。

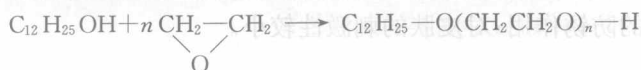
主要用于配制家用和工业用的洗涤剂,也可作为乳化剂、匀染剂。价格低廉,应用范围广泛。

三、实验原理

非离子表面活性剂是一种在水中不解离的,以羟基和醚键结构为亲水基的表面活性剂。由于羟基和醚键结构在水中不解离,因而亲水性极差。只靠一个羟基或醚键结构并不能将很大的疏水基溶解于水,因此,必须同时具有几个羟基或醚键结构才能发挥其亲水性。

聚氧乙烯醚型非离子表面活性剂是非离子表面活性剂中最重要的一类产品,是用亲水基原料环氧乙烷与疏水基原料高级醇进行加成反应而制得的。由于在不同反应温度条件下,其反应机理不同,高碳醇($C_{10} \sim C_{18}$)在碱催化剂(金属钠、甲醇钠、氢氧化钾、氢氧化钠等)存在下和环氧乙烷的反应,随反应温度不同而异。当反应温度在 $130^{\circ}\text{C} \sim 190^{\circ}\text{C}$ 时,虽所用催化剂不同,但其反应速度没有明显差异。但在温度低于 130°C 时,反应速度则按催化剂不同而有如下顺序:烷基醇钾 > 丁醇钠 > 氢氧化钾 > 烷基醇钠 > 乙醇钠 > 甲醇钠 > 氢氧化钠。

月桂醇聚氧乙烯醚是聚氧乙烯醚型非离子表面活性剂中最重要的一种,它由 1mol 的月桂醇和 3mol~5mol 的环氧乙烷加成制得,反应方程式如下:



四、主要仪器和药品

电动搅拌器、电热套、三口烧瓶、回流冷凝管、温度计。

月桂醇、液体环氧乙烷、氢氧化钾、氮气。

五、实验内容

取 46.5g(0.25 mol)月桂醇,0.2 g 氢氧化钾加入装有搅拌器、回流冷凝管、通气管的 250mL 三口烧瓶中,将反应物加热至 120°C ,通入氮气,置换空气。然后升温至 160°C ,边搅拌边滴加 44g(1mol)液体环氧乙烷,控制反应温度在 160°C ,环氧乙烷在 1h 内加完。保温反应 3h。冷却反应物至室温即得产品。

六、注意事项

(1) 严格按照钢瓶使用方法使用氮气钢瓶。氮气通入量不要太大,以冷凝管口看不到气体为宜。

(2) 反应自身放热,注意控温。

七、思考题

(1) 非离子表面活性剂按化学结构可分为哪些类型?

(2) 脂肪醇聚氧乙烯醚类非离子表面活性剂有哪些主要性质? 用做洗涤剂的根据是什么?

(3) 本实验成败的关键是什么?

实验五 非离子表面活性剂—— N, N -双羟乙基十二烷基酰胺的制备

一、实验目的

- (1) 掌握脂肪醇酰胺型非离子表面活性剂的制备原理和方法。
- (2) 了解脂肪醇酰胺型非离子表面活性剂的性质、用途和使用方法。
- (3) 熟悉表面张力、泡沫性能和黏度的测定方法。

二、性质与用途

1. 性质

N, N -双羟乙基十二烷基酰胺(N, N -Dihydroxyethyl Dodecyl Amide)又名椰子酸二乙醇酰胺、脂肪酸二乙醇酰胺、尼诺尔,代号 FFA-6501,为非离子型表面活性剂。其为淡黄色或琥珀色黏稠液,易溶于水,具有良好的发泡和稳泡性能;渗透力、脱脂力、去污力较强;没有浊点,有很好的增稠作用,抗硬水能力好;有一定的抗静电作用,对电解质敏感;对金属有一定的防锈作用;对皮肤的刺激性较小。

2. 用途

广泛用于配制香波、液体洗涤剂、液体皂及除油脱脂清洗剂等,有防锈作用;还可做纤维调理剂,使织物柔软、抗静电,是合成纤维油剂的组分之一。

三、实验原理

脂肪酸与乙醇胺或二乙醇胺共热到 180°C , 发生酰胺化反应。其中最重要的是脂肪酸与二乙醇胺反应得到的脂肪醇酰胺,该反应比较复杂,除酰胺外,还有酯生成。而酯可与过量的二乙醇胺经过一些中间产物或直接地转化成酰胺。在反应中剩余的二乙醇胺也会自动与脂肪酸生成盐。由于反应复杂,产物是多组分的混合物,并且随脂肪酸与二乙醇胺的分子比以及反应条件而变化。工业上脂肪醇酰胺有两种类型,即 2:1 型醇酰胺和 1:1 型醇酰胺。

2:1 型醇酰胺采用 1 mol 脂肪酸与 2mol 二乙醇胺,在 $160^{\circ}\text{C}\sim 180^{\circ}\text{C}$ 加热 2h~4h, 其中 1mol 二乙醇胺与生成的酰胺配合,生成可溶于水的配合物。其反应方程式如下:



1:1 型醇酰胺则用 1mol 脂肪酸与 1mol 二乙醇胺,在 $100^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 加热 2h~4h,脱水缩合。1:1 型醇酰胺的纯度很高。其反应方程式如下:



四、主要仪器和药品

电动搅拌器、旋转黏度计、电热套、三口烧瓶、回流冷凝管、分水器、温度计、罗氏泡沫

仪、表面张力仪。

月桂酸、二乙醇胺、氮气。

五、实验内容

在装有搅拌器、回流冷凝管、分水器、温度计的 250 mL 三口烧瓶中,加入 50g 月桂酸和 26g 二乙醇胺。反应物加热到 120℃,通入氮气,持续升温至 160℃,恒温 4h~6h。当从分水器中放出反应生成水量达 4mL 时,反应基本完成,冷却反应物至室温,即得产品。测定表面张力、泡沫性能和黏度。

六、注意事项

- (1) 严格按照钢瓶使用方法使用氮气钢瓶。
- (2) 反应的温度很高,应注意防火。
- (3) 氮气流量不要太大,以冷凝管口看不到气体为宜。

七、思考题

- (1) 本实验除主反应外,还可能发生哪些副反应?
- (2) 脂肪醇二乙酰胺在液体洗涤剂中起什么作用?
- (3) 非离子表面活性剂有哪几类? 它们在结构上有什么不同?

实验六 酸值、碘值、皂化值的测定

一、实验目的

- (1) 掌握酸值、碘值、皂化值的测定原理及方法。
- (2) 了解酸值、碘值、皂化值的应用。

二、实验原理

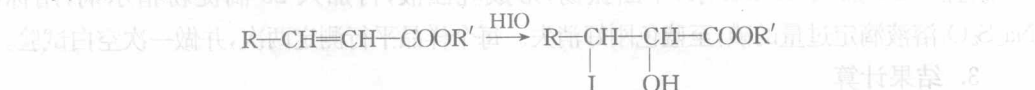
酸值、碘值、皂化值是评定油类、脂肪的质量和属性的三个重要参数。

(1) 酸值是指中和 1g 物料中的游离酸所需消耗氢氧化钾的质量(mg)。酸值的大小反映了脂肪酸中游离酸含量的多少。

(2) 碘值是指 100g 物料与碘加成时所消耗碘的克数,以 $\text{g(I}_2\text{)}/100\text{g}$ 试样表示。碘值是用来测定油类或脂肪不饱和性的一个指标,并以此衡量油脂的属性。碘值的测定方法有很多,有标准法、碘—酒精法、韦氏试剂法等。本实验采用碘—酒精法。

碘的酒精溶液与水作用生成次碘酸:

与碘相比,次碘酸能更迅速地与不饱和酸反应:



碘的酒精溶液滴加过量,然后用碘量法以硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)溶液来滴定过量的碘。

(3) 皂化值是指中和 1g 物料完全水解后得到的酸所消耗 KOH 的质量(mg)。皂化值通常用来表示在 1g 油脂中游离态和化合态的脂肪酸总含量,也表示油或脂肪的平均相对分子质量。一般游离脂肪酸的数量较大,皂化值也较高。例如,棕榈红油主要是由月桂酸、豆蔻酸和油酸的甘油酯组成,其皂化值为 245~255。测量时,是以过量的氢氧化钾乙醇溶液在回流条件下煮沸试样,接着用盐酸标准溶液滴定过量的 KOH。由所得结果即可得到皂化值。

三、实验内容

(一) 酸值的测定

1. 主要仪器和药品

锥形瓶、碱式滴定管、滴定台、分析天平、回流冷凝管、恒温水浴。

0.1mol/L KOH 标准溶液、饱和食盐水、1%酚酞、乙醚酒精混合液[乙醚:95%酒精=2:1(体积比),加 5 滴 1%酚酞,呈酸性时可加碱液中和]。

2. 操作步骤

取两份 5g 样品分别加入两个锥形瓶中,加 50mL 乙醚酒精混合液摇匀,冷却至室温,再加入 3 滴酚酞指示剂和 10mL 饱和食盐水,用 KOH 标准溶液滴定至呈粉红色。

3. 结果计算

$$X = \frac{Vc \times 56.11}{m}$$

式中 X ——酸值,mgKOH/g;

V ——消耗 KOH 标准溶液体积,mL;

c ——KOH 标准溶液实际浓度,mol/L;

m ——试样质量,g;

56.11——KOH 的摩尔质量,g/mol。

4. 注意事项

(1) 如油不溶,可在水浴上加热摇动,瓶口加冷凝管,防止乙醚酒精蒸出。

(2) 除指示剂外,每种物质均需精确称量。

(二) 碘值的测定

1. 主要仪器和药品

滴定台、酸式滴定管、分析天平、碘量瓶、移液管。

0.1mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液、1%淀粉指示剂、0.2mol/L 碘—酒精溶液、无水乙醇。

2. 操作步骤

取两份 0.2g~0.4g 样品分别加入两个碘量瓶中,加 10mL 无水乙醇,待样品溶解后(如不溶可稍加热再冷至室温),用移液管准确量取 10mL 0.2mol/L 碘—酒精溶液加入碘量瓶中,放置 5min,加入 100mL 水,不断振荡,形成乳浊液,再加入 25 滴淀粉指示剂,用标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定过量的碘,至蓝色刚好消失。每个样品平行测定两次,并做一次空白试验。

3. 结果计算