

衍生气相色谱法测定 AES 的疏水基分布

金雅凤

(浙江传化股份有限公司,浙江 杭州 311215)

摘 要: AES 经化学预处理衍生化后,运用气相色谱法测定其疏水基分布,结果表明该方法具有操作简单、实用、易行等特点。

关键词: AES; 预处理; 衍生化; 气相色谱; 疏水基分布

中图分类号: O658 **文献标识码:** A **文章编号:** 1671-8798(2003)S0-0015-02

AES(脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸钠),结构通式为 $\text{RO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{SO}_3\text{Na}$,是一个重要的阴离子表面活性剂,广泛应用于工业及日用化工产品,其疏水基分布与表面活性剂的润湿、起泡、去污力以及生物降解性等特性有密切的关系。因此,准确地测定 AES 的疏水基分布,控制其质量是非常重要的。以往采用国标法测定其活性物质含量^[1],但无法测得其疏水基分布。本文采用衍生气相色谱法测定其疏水基分布,为产品质量控制及结构分析提供了简便、实用的分析方法。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

6890 型气相色谱仪。无水碳酸钠,磷酸,正戊烷,碘化钾等均为分析纯,正构高碳醇色谱标样,10%的盐酸溶液,饱和氯化钠溶液。

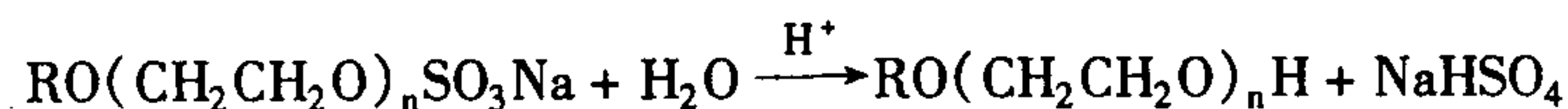
1.2 气相色谱分析条件

HP-5 毛细管柱:柱温 170~250℃(升温速率 6℃/min),FID 检测器温度 300℃,汽化室温度 300℃。

1.3 实验方法

1.3.1 样品的化学预处理

称取 5~7 g 纯物质的试样加入锥形瓶中,加入 10% 盐酸溶液约 50 mL,回流 2 h 进行分解,水解后的产物用乙醚进行萃取,并用饱和氯化钠溶液充分洗涤,馏去乙醚即得脂肪醇。

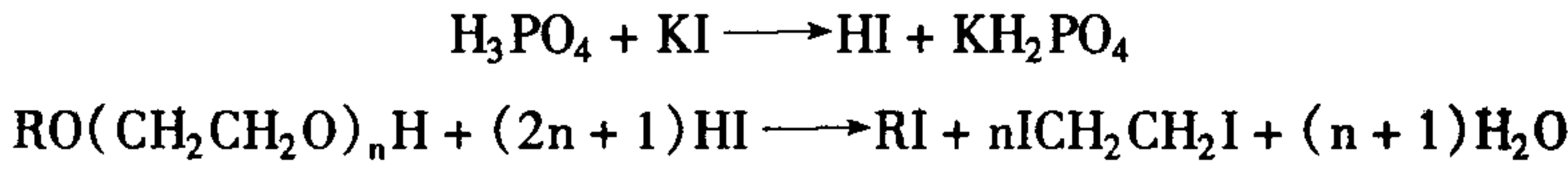


1.3.2 衍生化处理

在 250 mL 圆底三口烧瓶中,称取 1.3.1 乙醚萃取的样品 0.1 g 左右,以 0.5 mL/min 的流速通入氮气,并充分置换系统 10 min,氮气导出管插入盛有 10% 碘化钾溶液的容器的液面下,依次加入 5 g 碘化钾固体,10 mL 浓磷酸于 160℃ 油浴中恒温反应 30 min 以上,冷却至室温,用 10% (W/W) 的硫代硫酸钠以淀粉为指示剂滴定至终点后,用正戊烷进行萃取并水洗两次,正戊烷萃取液用无水碳酸钠脱水、过滤,水浴赶除大部分溶剂,然后用色谱法测定其疏水基分布。用外标法进行定量。

收稿日期: 2003-09-15

作者简介: 金雅凤 (1963—),女,技术员,浙江杭州人,主要从事色谱分析等方面的研究。



2 结果与讨论

取不同疏水基分布的两个样品分别进行测定。疏水基分布见图 1,碳数百分含量精密度测试结果见表 1。

66 4.8x7

67 4.8x6.8

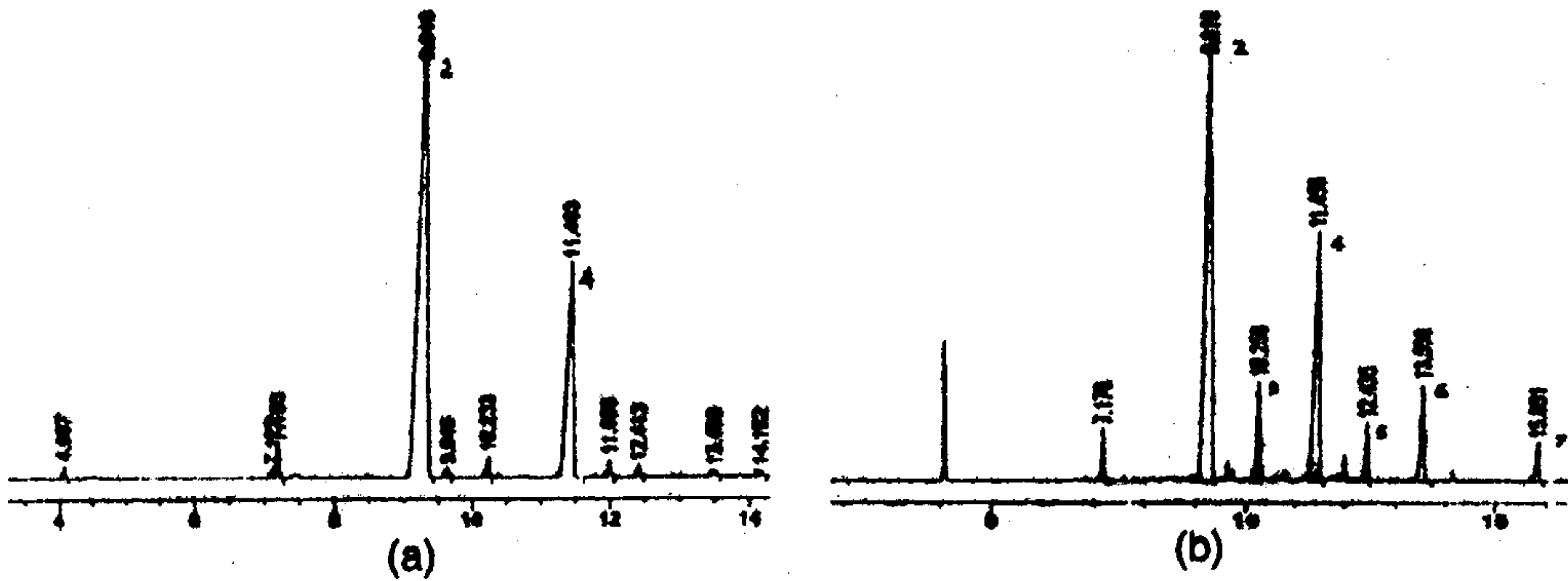


图 1 AES 的疏水基分布(A)天然醇 AES (B)合成醇 AES

1 C₁₀; 2 C₁₂; 3 C₁₃; 4 C₁₄; 5 C₁₅; 6 C₁₆; 7 C₁₈

表 1 碳数百分含量精密度测试结果

样品名称	碳 数	1	2	3	平均值 X	标准偏差 S	变异系数/σ%
天然醇 AES	C ₁₀	2.1	2.0	2.1	2.1	0.07	3.33
	C ₁₂	57.3	57.5	57.5	57.4	0.12	0.21
	C ₁₃	5.3	5.2	5.1	5.2	0.10	1.92
	C ₁₄	24.0	24.2	24.3	24.2	0.16	0.66
	C ₁₅	2.8	2.7	2.8	2.8	0.07	2.50
	C ₁₆	6.8	6.8	6.7	6.8	0.07	1.03
	C ₁₈	2.2	2.1	2.3	2.2	0.10	4.54
合成醇 AES	C ₁₀	1.5	1.5	1.4	1.5	0.07	4.67
	C ₁₂	70.3	70.2	70.5	70.3	0.16	0.23
	C ₁₄	24.1	24.0	24.3	24.1	0.16	0.66

3 结 论

从实验可知,该方法有很好的精密度,可以完全适用于脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸钠的疏水基分布测定,并具有操作简单、准确、实用、易行等特点,有一定的推广价值。

参考文献:

[1] 苏聚汉等译. 非离子表面活性剂的制造、性能和分析[M]. 北京:轻工业出版社,1988.
[2] 刘 移. 表面活性剂应用大全[M]. 北京:北京工业大学出版社,1992.
[3] 梁梦兰. 表面活性剂和洗涤剂制备、性质、应用[M]. 北京:科学技术文献出版社,1992.

(下转第 14 页)