

文章编号:1002-1124(2004)03-0033-02

环氧乙烷和环氧丙烷组成比的测定

秦伟¹,马晶²,赵以明¹

(1. 齐齐哈尔市自来水集团有限公司,黑龙江 齐齐哈尔 161001;2. 齐齐哈尔市劳动教育保护中心,黑龙江 齐齐哈尔 161001)

摘要:本文采用乙酰-对甲苯磺酸试剂断裂聚氧乙烯聚氧丙烯聚合物中的醚键,用气相色谱法测定了裂解产物乙二醇二乙酸酯和丙二醇二乙酸酯的相对量,从而计算环氧乙烷和环氧丙烷的组成比,取得了较好的结果。

关键词:聚氧乙烯聚氧丙烯聚合物;醚键断裂;气相色谱;组成比

中图分类号:O657.7⁺1 **文献标识码:**A

Determination of the ratio of epoxyethane and epoxy propane

QIN Wei¹, MA Jing², ZHAO Yi-ming³

(1. Qiqihar City Water Co., Qiqihar 161001, China; 2. Qiqihar City Work Education Protect Centur, Qiqihar 161001, China)

Abstract: It's determination of the relative amount of pyrolysis product - diacetate glycol ester and diacetate propylene glycol ester by gas chromatography, the paper adopts acetyl p-methyl benzenesulfonic acid to break out ether bond of polymer of polyoxyethylene and polyoxypropylene, so that the ratio of epoxyethane and epoxy propane is counted, good result gotten.

Key words: polymer of polyoxyethylene and polyoxypropylene; break out ether bond; gas chromatography; ratio

聚氧乙烯聚氧丙烯共聚型非离子表面活性剂在很多领域中具有广泛的应用,特点是氧乙烯基是亲水基团,氧丙基是憎水基团,故测定环氧乙烷和环氧丙烷的组成比具有十分重要的意义。由于活性剂的沸点太高,必须经过前处理才能进行气相色谱分

析。三甲基硅醚化是测定环氧乙烷加成数分布的主要方法,但不具有广泛性。本文根据聚氧乙烯聚氧丙烯型非离子表面活性剂的特点,使用乙酰-对甲苯磺酸作为醚键断裂试剂,醚键断裂后,氧乙烯基生成乙二醇二乙酸酯,氧丙基生成丙二醇二乙酸酯,用气相色谱法测定此二种酯的峰面积比,进而计算出环氧乙烷与环氧丙烷的组成比。

收稿日期:2004-01-18

作者简介:秦伟,男,从事水体及食品分析工作。

噪声,对大气环境和声环境造成污染。

2.2 生产工艺的改进

糠醛生产中是多个水解塔连续生产,当一个水解塔(称为A塔)需要泄压时,其它的塔(称为H塔)中有刚刚装塔需要加温、加压的,此时将A塔与H塔并联,使A塔内的压力和蒸汽转移至H塔中,这样经过适当的并联分压后,A塔可以出渣,H塔可以加压。这样使能源和资源都得到了充分合理的利用,又避免了对大气和声环境的污染,糠醛生产中的主要废气污染源做到零排放。

3 废渣的产生量及处理方法

一个年产量1000t的糠醛厂,产生废渣的量约13000t。大多数糠醛厂采用以糠醛渣为燃料,为糠

醛的生产提供能源,大约可以消耗糠醛渣10000t左右,剩余的糠醛渣随意堆放,造成二次扬尘和环境污染,针对糠醛渣腐殖酸含量高、不含重金属毒物,而且量大集中的特点,成功地研制以糠醛渣为原料经过生物发酵而制成有机肥,并且得到了实际应用,从农用资源化角度治理糠醛渣污染,使之转化为新型有机肥,变害为利,成为糠醛渣变废为宝的又一条新途径。

4 结语

随着我国糠醛生产过程中污染治理措施的不断完善,糠醛的收率有所增加,生产成本随之下降。在取得可观的经济效益的同时,也使糠醛行业的清洁生产有了很大的提高。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

103型气相色谱仪。

乙酐(A.R);对甲苯磺酸(A.R);正己烷(A.R);氯化钠(A.R);甲酸乙酯(色谱纯);乙醚(A.R);浓硫酸(A.R);50%碳酸钠水溶液。

1.2 样品处理

1.2.1 去除聚丙二醇、聚乙二醇 取3g样品用20mL乙酸乙酯转至250mL分液漏斗中,在35℃下用40mL饱和氯化钠溶液重复萃取3次,然后将乙酸乙酯层放入烧瓶中,在水浴上蒸去乙酸乙酯,剩余物质供醚键断裂用。

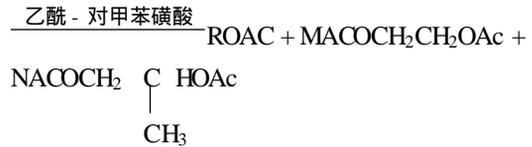
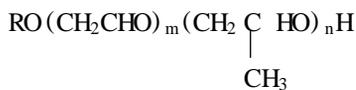
1.2.2 试剂制备 取60g对甲苯磺酸于250mL四颈烧瓶中,用滴液漏斗滴加40g乙酐,在120℃油浴中搅拌40min,生成褐色粘稠液体冷却至室温。为醚键断裂试剂。

1.2.3 醚键断裂 取20mL处理过的样品于50mL烧瓶中,加2g醚键断裂试剂,在120℃油浴上回流120min,冷却后加0.1mL浓硫酸分解,再次冷却后,小心加入50%Na₂CO₃溶液中和至pH=7,然后用20mL乙醚萃取,抽出液水洗后加无水硫酸钠脱水,将乙醚层转移至25mL带塞比色管中,在水浴上浓缩至干,然后向浓缩物中加入1mL1%苯甲酸乙酯乙醚溶液。此液供气相色谱分析用。

1.2.4 气相色谱分析条件 色谱柱:10%RRAP固定液/chromosorbG;DMCS 60~80目;柱长:2m;柱温:130℃;载气:N₂,40mL/min;FID进样量:1μL。

2 结果与讨论

2.1 醚键断裂试剂的选择反应



式中 Ac:乙酰基;R:烷基或H(本文所测样品中R为正丁基)。

2.2 裂解条件的选择

乙酐-对甲苯磺酸是一种较温和的断裂试剂,反应条件对醚键断裂有很大的影响,本实验选择了不同反应温度和时间,以确定最佳条件,测定结果见表1、2。

表1 生成酯量与反应时间的关系

时间 / min	60	70	80	90	100	110	120	130
$\frac{A_1}{A_s}$	1.020	1.033	1.050	1.068	1.080	1.087	1.088	1.088
$\frac{A_2}{A_s}$	1.002	1.014	1.027	1.036	1.041	1.043	1.045	1.045

表2 生成酯量与反应温度的关系(120min)

温度 / °C	100	105	110	115	120	125
$\frac{A_1}{A_s}$	0.425	0.679	0.902	1.066	1.088	1.088
$\frac{A_2}{A_s}$	0.301	0.574	0.834	0.984	1.045	1.045

其中 A₁:乙二醇二乙酸酯的峰面积;A₂:丙二醇二乙酸酯的峰面积;A_s:内标峰面积。

依据表1、表2数据可见,反应时间、温度影响测定结果,本文选择了反应时间为120min,反应温度为120℃,此时A₁、A₂与A_s比值为最大。

乙二醇二乙酸酯和丙二醇二乙酸酯均为极性物质,故选用如上固定相,可使保留时间短,分离效果好,峰形对称。

新型蛋白质合成纤维问世

一种新型的蛋白质合成纤维技术日前在郑州天羽蛋白纤维有限公司研制成功。这种以各种植物油料饼粕、动物毛皮废料和富含蛋白质的昆虫等为原料提取蛋白质,再制成新型纺织面料的技术,已获得国家专利,并通过专家鉴定。蛋白质合成纤维是现代生物化学在纺织领域中的一项创新高科技产品。该新型蛋白质纤维性能指标接近天然蚕丝,不仅纤维强度高,而且具有吸湿、透气、无静电等优点,导湿性能优异,其他纤维无法比拟,颇有市场前景。