

红外光谱法测定石油环烷酸单乙醇酰胺

唐 军 王 强 韩晓强^a

(新疆大学理化测试中心 乌鲁木齐市胜利路 14 号 830046)

^a(新疆石油管理局采油工艺研究院 新疆克拉玛依市胜利路 14 号 834000)

摘 要 利用石油环烷酸单乙醇酰胺在 1646cm^{-1} 处的红外特征吸收峰, 测定其含量。石油环烷酸单乙醇酰胺的回收率为 96.8%—97.3%, 标准偏差为 0.04%。操作简便快捷, 是一种可靠实用的测定方法。

关键词 红外光谱法, 石油环烷酸单乙醇酰胺。

中图分类号: O 657.33

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2007)05-0778-03

1 前言

烷醇酰胺类化合物, 是属于特殊的非离子型表面活性剂, 它的起泡力强, 泡沫稳定性好, 具有较强的去油污能力和抑制烷基苯磺酸钠氧化变质的能力, 并具有无毒、无害、生物降解率高的特点。以石油环烷酸甲酯为原料制备的烷醇酰胺^[1], 具有优良的表面性能和应用价值。对其中活性物烷醇酰胺的测定, 一般采用胺值测定法或柱层析测定游离脂肪酸烷醇酰胺的方法^[2], 但这种方法操作时间长、繁杂, 如用气相色谱法和液相色谱法需要有标准物才能定性、定量^[3], 而石油环烷酸本身是一种混合酸, 很难得到标准物质。在此我们利用红外光谱法对其活性物含量进行了测定, 结果令人满意。

2 实验部分

2.1 主要仪器和试剂

德国 Bruker 公司 VERTEX 70 型红外光谱仪(具备计算机谱峰分析软件 OPUS 5.5);

0.1mm 固定厚度液体池 NaCl 晶体。

石油环烷酸单乙醇酰胺(自制 纯化处理后备用)。

硅胶: 30—100 目大连粗孔硅胶, 经水洗于 130℃, 活化 8h。

石油醚: 沸程 30—60℃;

无水乙醇、丙酮、氯仿、乙醚、四氯化碳均为分析纯。

2.2 实验方法

2.2.1 石油环烷酸单乙醇酰胺的提纯

利用脂肪酸甲酯法制备脂肪酸单乙醇酰胺是目前较为先进的方法, 具有产品纯度高、副反应

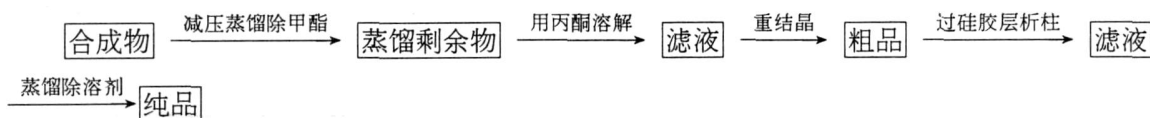
新疆大学院校联合资助项目

联系人, 手机: (0)13619904225;

作者简介: 唐军(1971—), 男, 新疆博乐市人, 高级工程师, 主要从事仪器分析工作。

收稿日期: 2007-06-15; 接受日期: 2007-06-25

少、色泽浅、反应条件温和等优点,而且有利于石油环烷酸单乙醇酰胺的纯化。石油环烷酸单乙醇酰胺在制备的过程中引入的杂质主要为:单乙醇胺、石油环烷酸甲酯^[4]。可采用下述方法进行提纯与精制^[5-7]。



2.2.2 校准曲线绘制

采用四氯化碳液膜法进行红外光谱定量分析,并根据酰胺的特征谱带 1646cm^{-1} 进行定量分析。将纯化处理后的样品配制成一系列不同浓度的溶液。装入固定厚度为 0.1mm 的液体池,液体池窗片为 NaCl 晶体。在 4000cm^{-1} — 750cm^{-1} 范围内测量其红外吸收光谱图(见图1),以 1646cm^{-1} 处的峰高 h 绘制校准曲线。测量温度为 23°C ,相对湿度为 45% 。

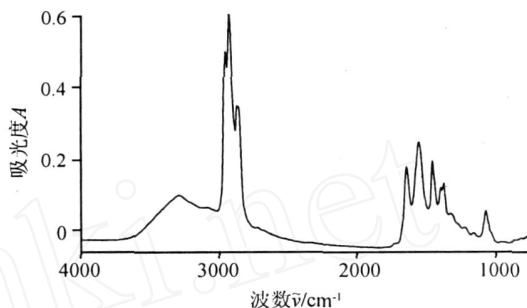


图1 石油环烷酸单乙醇酰胺红外光谱图

3 结果与讨论

3.1 特征吸收峰的选取与溶剂的选择

由图1可知, 1646cm^{-1} 为石油环烷酸单乙醇酰胺的酰胺 I 带吸收峰, 1557cm^{-1} 为酰胺 II 带吸收峰, 1074cm^{-1} 为羟基吸收峰, 3300cm^{-1} 为仲酰胺特征吸收峰。在此采用 1646cm^{-1} 处的吸收峰作为定量分析峰。

3.2 校准曲线和线性相关性

准确称取 0.5004g 标准样品于 50mL 容量瓶中,用 CCl_4 溶解并稀释至刻度,再定量稀释成 $1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00\text{mg/mL}$ 的标准溶液系列,测量其红外吸收光谱图(见图2)。利用 OPU S 软件求出 1646cm^{-1} 处的峰高 h ,以 h 为纵坐标,溶液浓度为横坐标作图,得到校准曲线(见图3)。从图3可知,石油环烷酸单乙醇酰胺含量在 0.50 — 3.00mg/mL 范围内呈线性。线性回归方程为: $h = -0.0556 + 0.0273C$, 相关系数 $r = 0.997$ 。

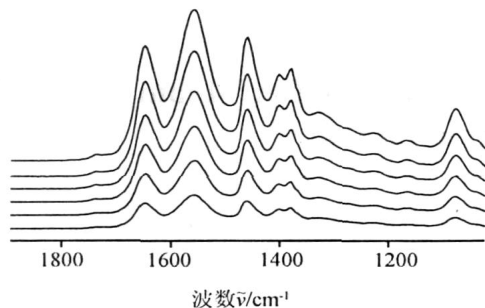


图2 不同浓度下石油环烷酸单乙醇酰胺红外吸收光谱图

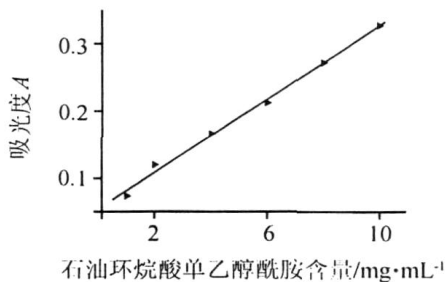


图3 定量分析校准曲线

3.3 红外定量分析的精密度试验

对已知石油环烷酸单乙醇酰胺标液进行测定分析,结果见表1。

由表1的数据可知,测定结果与标准含量相近,相对标准偏差符合要求。

表 1 标液样品测定结果

	标准溶液浓度 (5.00mg/mL)							
测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8
实际测定结果 (mg/mL)	4.83	4.90	4.81	4.85	4.86	4.85	4.82	4.84
平均值 (mg/mL)				4.85				
SD				0.04				
RSD				0.008				

3.4 方法回收率实验

将标准石油环烷酸单乙醇酰胺溶液加入到待测样品溶液中, 进行红外光谱测定后, 计算峰高, 求出溶液的浓度, 计算回收率。结果见表 2。

表 2 回收率实验

测定次数	1	2	3
回收率 (%)	97.32	96.88	97.10
平均值 (%)		97.10	

3.5 样品的检测

对 4 批合成反应后的混合物样品分别采用胺值测定法和红外光谱法进行定量分析, 结果见表 3。

表 3 样品检测结果

编号	1	2	3	4
红外光谱法 (%)	63.44	87.65	47.81	72.82
胺值测定法 (%)	62.84	86.12	46.59	71.06

4 结论

采用红外光谱法对石油环烷酸单乙醇酰胺表面活性剂进行定量分析, 结果准确, 精密度好, 操作简便快捷。

参考文献

- [1] 唐军, 贾殿赠, 韩晓强. 石油环烷酸单乙醇胺硫酸酯盐的合成及其复配体系的界面张力研究[J]. 精细化工, 2003, 20(9): 543—545
- [2] 张如芬. 烷醇酰胺的性质与分析[J]. 云南冶金, 1994, (1): 21—24
- [3] 北原文雄. 表面活性剂分析与实验法(日). 毛培坤译. 北京: 轻工业出版社, 1988. 267—268
- [4] 盛蕊, 贾殿赠, 唐军等. 石油环烷酸单乙醇酰胺磺基琥珀酸单酯二钠盐的合成及其界面张力研究[J]. 精细化工, 2002, 19(5): 249—251
- [5] 徐淑宜. 烷醇酰胺的分离与定量[J]. 日用化学工业, 1993, (3): 39—40
- [6] 张金花, 唐季安. 表面活性剂的提纯与鉴定[J]. 化学通报, 1999, (4): 7—13
- [7] 郭祥峰, 贾丽华, 陈华群等. 单乙醇脂肪酸酰胺的合成及性能[J]. 日用化学工业, 2002, 32(2): 26—29

Infrared Spectrometric Determination of Petroleum Cyclocarboxylic Alkanolamide

TANG Jun WANG Qiang HAN Xiao-Qiang^a

(Physics and Chemistry Detect Center, Xinjiang University, Urumchi 830046, P. R. China)

^a(Research Institute of Oil Extraction Technics, Xinjiang Petroleum Management Office, Kelamayi, Urumchi 834000, P. R. China)

Abstract The content of Petroleum cyclocarboxylic alkanolamide could be determined by IR spectrometry, using the absorption at 1646cm^{-1} . The recovery is in the range of 96.8%—97.3% and the standard deviation is 0.04%. The method is easy, rapid, and reliable.

Key words Infrared Spectrometry, Petroleum Cyclocarboxylic Alkanolamide