

石油技术

一种阳离子型双子表面活性剂的合成因素探讨

罗学东

(东北石油大学,大庆 163318)

摘要 用1,2-二溴乙烷和十二烷基二甲基叔胺合成了一种阳离子型双子表面活性剂——乙烷-1,2-二(十二烷基二甲基溴化铵),记为12-2-12,并对合成产物进行了表征。结果表明,合成产物即为目标产物。合成的最佳条件是:反应温度是70℃,药品加入次序是1,2-二溴乙烷和十二烷基二甲基叔胺,物料比为 $n(1,2\text{-二溴乙烷}):n(\text{十二烷基二甲基叔胺})=2:1$,持续加热20 h,收率92.6%。

关键词 双子表面活性剂 合成 1,2-二溴乙烷 十二烷基二甲基叔胺

中图法分类号 TE39; **文献标志码** B

Gemini 表面活性剂可视为两个单烷链单离子头基表面活性剂(普通表面活性剂)分子由一个连接基团相连的二聚体,与普通表面活性剂相比,Gemini 表面活性剂性能优良,在多个领域都有广泛的应用前景^[1]。Gemini 表面活性剂已成为国内外胶体和界面化学的研究开发热点和重点,被誉为“新一代表面活性剂”的突出代表^[2]。一般的方法合成 Gemini 的收率偏低,本实验突破传统实验方法,显著提高了产品收率,最终收率可达到90%以上,合成路线简单易行。

1 实验部分

1.1 药品及仪器

药品 1,2-二溴乙烷,化学纯,长春市天益化学制品有限公司。

十二烷基二甲基叔胺,工业级,天津高科化工股份有限公司。

异丙醇 化学纯,扬州市美达石化化工有限公司。

正丙醇 化学纯,成都科龙化工厂。

丙酮 化学纯,长春市天益化学制品有限公司。

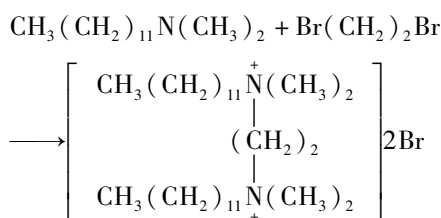
仪器 水浴装置,球形冷凝管,电磁搅拌器,温度计,具塞三颈烧瓶,温度控制装置,旋转蒸发仪,低温真空烘箱等,傅里叶变换红外光谱仪 VEC-TOR—2, XJZ—200 型全自动界面张力仪, WMZK 温

度指示控制仪。

1.2 合成

在250 mL三颈烧瓶中加入溶剂异丙醇50 mL,然后分别加入将一定比例的1,2-二溴乙烷和十二烷基二甲基叔胺,用磁力搅拌器搅拌下于60℃~80℃反应10 h~24 h。减压蒸除溶剂得微黄色胶状物质,加入丙酮,在低温下沉淀,过滤,滤饼用丙酮洗涤两次,真空干燥得白色粉末12-2-12。

反应方程式为:



2 影响收率的因素讨论

2.1 反应溶剂对12-2-12型 Gemini 收率的影响

取1,2-二溴乙烷0.1 mol 十二烷基二甲基叔胺0.05 mol,溶剂用量200 mL,加入到三颈烧瓶中,于70℃下反应20 h,测定不同反应溶剂下对收率的影响,不同反应溶剂对型 Gemini 收率的影响见表1。

表1 反应溶剂对12-2-12型 Gemini 收率的影响

	反应溶剂		
	蒸馏水	正丙醇	异丙醇
Gemini 收率/%	51.2	87.3	92.6

2011年11月8日收到

作者简介:罗学东,男。E-mail: yangligil@126.com。

正丙醇和异丙醇做溶剂时,收率都较高,但从

经济性上考虑,选择异丙醇做反应溶剂。

2.2 反应温度对 12-2-12 型 Gemini 收率的影响

取 1,2-二溴乙烷 0.05 mol 十二烷基二甲基叔胺 0.05 mol 投料,反应介质异丙醇 100 mL,反应时间 20 h,测定不同反应温度对收率的影响,不同反应温度对型 Gemini 收率的影响见表 2。

表 2 反应溶剂对 12-2-12 型 Gemini 收率的影响

	反应温度/℃			
	50	60	70	80
Gemini 收率/%	72	76	92.6	90.4

当温度是 70 ℃时,收率达到 92.6%,高于或者低于此温度时,收率都下降,所以确定反应温度是 70 ℃。

2.3 反应时间对 12-2-12 型 Gemini 收率的影响

	反应时间/h			
	10	15	20	24
Gemini 收率/%	67	72	92.6	89

反应收率随反应时间的延长而逐渐增加,反应时间达到 20 h 时,收率近 92.6%,反应时间延长至 25 h, Gemini 的收率反而下降因此确定最佳反应时间定为 20 h。

3 结构表征

阳离子双子型表面活性剂 12-2-12 · 2Br 的红外光谱图如图 1 所示。

谱图中各谱带的归属:3 376.52 为 OH 伸缩振动;2 924.8、2 854.25 cm^{-1} 为甲基和亚甲基的伸缩振动峰;1 486.04 为甲基、亚甲基的反对称弯曲振动吸收频;1 096.77 cm^{-1} 为 C—N 键伸缩振动频率;

966.36 cm^{-1} 为季铵盐的特征吸收;721.94 cm^{-1} 为分子中长链亚甲基链。由上述分析表明合成物为目标产物。

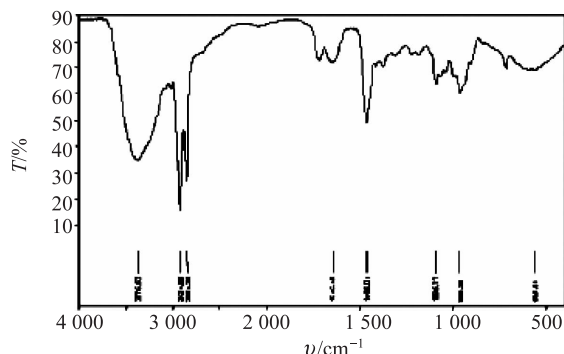


图 1 12-2-12 · 2Br 的红外光谱图

4 结论

(1) 以 1,2-二溴乙烷和十二烷基二甲基叔胺为原料合成了一种新的阳离子双子表面活性剂,并对其进行了表征,结果表明,合成的产物即为目标产物。

(2) 合成 12-2-12 型 Gemini 阳离子表面活性剂最佳反应条件: $n(1,2\text{-二溴乙烷}):n(\text{十二烷基二甲基叔胺})=2:1$,反应介质为异丙醇,反应温度 70 ℃,反应时间 20 h, Gemini 的收率达 92.6%。

参 考 文 献

- 崔志刚,池田功. 新型 Gemini 阳离子表面活性剂的合成和性能. 日用化学工业,2001; 11(4):27—30
- 赵振国. 界面化学基础. 北京:化学工业出版社,1996
- 朱仁发. 适合低渗油田用表面活性剂驱油剂及制备方法. CN 101445722A,2006
- 朱步瑶. 表面活性剂复配规律. 日用化学工业,1988;16(10):32—36

Discussions about Synthesis Factors of a Type of Cationi Gemini Surfactant

LUO Xue-dong

(Northeast University of Petroleum, Daqing 163318, P. R. China)

[Abstract] An cationi gemini surfactant ethane-1, 2-bis (Bromo-Geramium), denoted 12-2-12 was synthesized from 1,2-dibromoethane and Dodecyl tertiary amine. The properties of the product were characterized. The results show that the synthetic product was the target product. The best conditions for synthesis were: The reaction temperature was 70 ℃, the dug order was 1,2-dibromoethane and dodecyl tertiary amine, and the ratio was 2:1, the continuous heating for 20 h, and the yield was 92.6%.

[Key words] Gemini surfactant synthesis 1,2-dibromoethane dodecyl tertiary amine