



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104313205 A

(43) 申请公布日 2015. 01. 28

(21) 申请号 201410613364. 7

(22) 申请日 2014. 11. 05

(71) 申请人 陕西科技大学

地址 710021 陕西省西安市未央大学城

(72) 发明人 吕斌 段徐宾 高党鸽 高建静
马建中

(74) 专利代理机构 西安新思维专利商标事务所
有限公司 61114

代理人 李罡

(51) Int. Cl.

C14C 9/02 (2006. 01)

C07C 309/17 (2006. 01)

C07C 303/32 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂及其制备方法。高碳醇可制备结合型表面活性剂,可与改性菜籽油加脂剂复配。本发明将 C₁₆-C₁₈ 醇加热至熔融态,加入顺丁烯二酸酐反应至体系的酸值保持恒定为止;体系降温后加入亚硫酸氢钠,调节体系 pH 值继续反应;最后降温后加入去离子水搅拌得琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂。本发明的制备过程中不用加入催化剂和阻聚剂,所得表面活性剂与改性菜籽油加脂剂复配,可制备一种稳定性好、加脂后坯革粒面细致、柔软性和丰满性良好的皮革加脂剂。

1. 琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂的制备方法,其特征在于:

由以下步骤实现:

步骤一:按质量份数,分别取 38.17 份的 C_{16} - C_{18} 醇、13.15 ~ 15.34 份的顺丁烯二酸酐以及 13.15 ~ 16.28 份的亚硫酸氢钠;

步骤二:将 C_{16} - C_{18} 醇加热至 80 ~ 95℃,使 C_{16} - C_{18} 醇呈熔融态,然后加入顺丁烯二酸酐,反应 2 ~ 4.5h,反应至体系的酸值保持恒定为止;

步骤三:体系降温至 60 ~ 75℃,加入亚硫酸氢钠,并用氨水调节体系的 pH 值为 7.0 ~ 9.0,反应 2 ~ 4h;然后降温至 40 ~ 55℃加入去离子水,调节体系的固含量为 40%,搅拌 30min ~ 1h,即得琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂。

2. 根据权利要求 1 所述的琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂的制备方法,其特征在于:

步骤二中,将 C_{16} - C_{18} 醇加热至 80 ~ 95℃,使 C_{16} - C_{18} 醇呈熔融态的具体步骤为:

将 C_{16} - C_{18} 醇加入反应器中,调节油浴控温装置的温度使 C_{16} - C_{18} 醇在 120℃反应 1h,然后转至水浴锅,调节水浴锅的温度使 C_{16} - C_{18} 醇在 80 ~ 95℃呈熔融态。

3. 根据权利要求 2 所述的琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂的制备方法制得的表面活性剂。

琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于制革技术领域,具体涉及一种琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 制革生产是一个复杂的化学处理和机械处理过程。几乎皮革生产过程的各个工序都用到了表面活性剂。表面活性剂的使用提高了制革的工艺效益,达到了改进和提高成品革质量的目的。加脂剂在制革化工产品中占据举足轻重的地位,是用量最大的皮革化学品之一,加脂剂重要由中性油脂及表面活性剂构成。表面活性剂既有助于材料的分散渗透、乳液的稳定,自身又容易被皮革吸收并改善皮革的某些功能。它在制革工业中的应用已经渗透到各个工序,在很大程度上影响着成革的品质和性质。因此一种环保、生产工艺简单的皮革表面活性剂已成为研究的热点。

[0003] 在制备表面活性的众多原材料中,高碳醇是一种具有良好发展前景的原料,经过一定方法的改性可制备结合型表面活性剂,将其与改性菜籽油加脂剂复配,可制备一种稳定性好、加脂后坯革粒面细致、柔软性和丰满性良好的皮革加脂剂。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂及其制备方法,制备的表面活性剂应用于加脂剂的复配中,可提高加脂剂的乳化稳定性,且对环境友好、加脂后坯革粒面细致,柔软性和丰满性良好。

[0005] 本发明所采用的技术方案是:

琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂的制备方法,其特征在于:

由以下步骤实现:

步骤一:按质量份数,分别取 38.17 份的 C₁₆-C₁₈ 醇、13.15 ~ 15.34 份的顺丁烯二酸酐以及 13.15 ~ 16.28 份的亚硫酸氢钠;

步骤二:将 C₁₆-C₁₈ 醇加热至 80 ~ 95℃,使 C₁₆-C₁₈ 醇呈熔融态,然后加入顺丁烯二酸酐,反应 2 ~ 4.5h,反应至体系的酸值保持恒定为止;

步骤三:体系降温至 60 ~ 75℃,加入亚硫酸氢钠,并用氨水调节体系的 pH 值为 7.0 ~ 9.0,反应 2 ~ 4h;然后降温至 40 ~ 55℃加入去离子水,调节体系的固含量为 40%,搅拌 30min ~ 1h,即得琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂。

[0006] 步骤二中,将 C₁₆-C₁₈ 醇加热至 80 ~ 95℃,使 C₁₆-C₁₈ 醇呈熔融态的具体步骤为:

将 C₁₆-C₁₈ 醇加入反应器中,调节油浴控温装置的温度使 C₁₆-C₁₈ 醇在 120℃反应 1h,然后转至水浴锅,调节水浴锅的温度使 C₁₆-C₁₈ 醇在 80 ~ 95℃呈熔融态。

[0007] 所述的琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂的制备方法制得的表面活性剂。

[0008] 本发明具有以下优点:

本发明在单酯化过程中,由于反应时的质子浓度增大,因此不用加入催化剂;而且由于

顺丁烯二酸酐难以自聚,因此也不需要加入阻聚剂。同时,在单酯化过程中是通过检测反应过程中酸值的变化来控制反应时间的,酯化以酸值不再下降为止。

[0009] 本发明制得的琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂的主要成分中含有大量的羧基及磺酸基能够与皮纤维上的活性基团进行化学结合,其在坯革中不易迁移及洗出。因此琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂具有一定的结合性。而且,本发明制备的琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂以水为分散剂,对环境友好;同时,琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂外观为乳白色膏状,室温存放 12 个月不分层,易热水乳化,1:9 蒸馏水稀释稳定性 24h 不分层无及 1:4 蒸馏水稀释稳定性 12h 不分层。

[0010] 将其应用于皮革加脂剂中能够明显提高加脂剂的稳定性,将此类加脂剂应用于皮革加脂工序,可提高坯革的柔软性和丰满性。

具体实施方式

[0011] 下面结合具体实施方式对本发明进行详细的说明。

[0012] 本发明选用无毒的 C_{16} - C_{18} 醇为原料,经过与顺丁烯二酸酐的单酯化反应,然后与亚硫酸氢钠反应,制备结合型的表面活性剂,即琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂,其化学反应机理如下:

第一步反应,单酯化:



第二步反应,亚硫酸氢钠磺化:

(R 为 C_{16} - C_{18} 烷基链)

具体由以下步骤实现:

步骤一:按质量份数,分别取 38.17 份的 C_{16} - C_{18} 醇、13.15 ~ 15.34 份的顺丁烯二酸酐以及 13.15 ~ 16.28 份的亚硫酸氢钠;

步骤二:将 C_{16} - C_{18} 醇加热至 80 ~ 95℃,使 C_{16} - C_{18} 醇呈熔融态,然后加入顺丁烯二酸酐,反应 2 ~ 4.5h,反应至体系的酸值保持恒定为止;

步骤三:体系降温至 60 ~ 75℃,加入亚硫酸氢钠,并用碱(氨水)调节体系的 pH 值为 7.0 ~ 9.0,反应 2 ~ 4h;然后降温至 40 ~ 55℃加入去离子水,调节体系的固含量为 40%,搅拌 30min ~ 1h,即得琥珀酸酯磺酸化 C_{16} - C_{18} 醇表面活性剂。

[0013] 步骤二中,将 C_{16} - C_{18} 醇加热至 80 ~ 95℃,使 C_{16} - C_{18} 醇呈熔融态的具体步骤为:

将 C_{16} - C_{18} 醇加入反应器中,调节油浴控温装置的温度使 C_{16} - C_{18} 醇在 120℃ 反应 1h,然后转至水浴锅,调节水浴锅的温度使 C_{16} - C_{18} 醇在 80 ~ 95℃ 呈熔融态。

[0014] 本发明在单酯化过程中,由于反应时的质子浓度增大,因此不用加入催化剂;而且由于顺丁烯二酸酐难以自聚,因此也不需要加入阻聚剂。同时,在单酯化过程中是通过检测反应过程中酸值的变化来控制反应时间的,酯化以酸值不再下降为止;且单酯化过程中,由于顺丁烯二酸酐会挥发到反应器上方,为了使单酯化进行完全,需要对反应器上方进行局部加热使其回到反应体系中。另外,本发明在最后调节固含量后出料时,温度不能太低,否则不能顺利出料。

[0015] 实施例 1 :

步骤一 :按质量份数,分别取 38.17 份的 $C_{16}-C_{18}$ 醇、13.15 份的顺丁烯二酸酐以及 16.28 份的亚硫酸氢钠 ;

步骤二 :将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加热至 80°C ,使 $C_{16}-C_{18}$ 醇呈熔融态,然后加入顺丁烯二酸酐,反应 4.5h,反应至体系的酸值保持恒定为止 ;

步骤三 :体系降温至 60°C ,加入亚硫酸氢钠,并用碱(氨水)调节体系的 pH 值为 9.0,反应 2h ;然后降温至 55°C 加入去离子水,调节体系的固含量为 40%,搅拌 30min,即得琥珀酸酯磺酸化 $C_{16}-C_{18}$ 醇表面活性剂。

[0016] 步骤二中,将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加热至 80°C ,使 $C_{16}-C_{18}$ 醇呈熔融态的具体步骤为 :

将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加入反应器中,调节油浴控温装置的温度使 $C_{16}-C_{18}$ 醇在 120°C 反应 1h,然后转至水浴锅,调节水浴锅的温度使 $C_{16}-C_{18}$ 醇在 80°C 呈熔融态。

[0017] 实施例 2 :

步骤一 :按质量份数,分别取 38.17 份的 $C_{16}-C_{18}$ 醇、14.24 份的顺丁烯二酸酐以及 14.71 份的亚硫酸氢钠 ;

步骤二 :将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加热至 90°C ,使 $C_{16}-C_{18}$ 醇呈熔融态,然后加入顺丁烯二酸酐,反应 3h,反应至体系的酸值保持恒定为止 ;

步骤三 :体系降温至 70°C ,加入亚硫酸氢钠,并用碱(氨水)调节体系的 pH 值为 8.0,反应 3h ;然后降温至 50°C 加入去离子水,调节体系的固含量为 40%,搅拌 45min,即得琥珀酸酯磺酸化 $C_{16}-C_{18}$ 醇表面活性剂。

[0018] 步骤二中,将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加热至 90°C ,使 $C_{16}-C_{18}$ 醇呈熔融态的具体步骤为 :

将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加入反应器中,调节油浴控温装置的温度使 $C_{16}-C_{18}$ 醇在 120°C 反应 1h,然后转至水浴锅,调节水浴锅的温度使 $C_{16}-C_{18}$ 醇在 90°C 呈熔融态。

[0019] 实施例 3 :

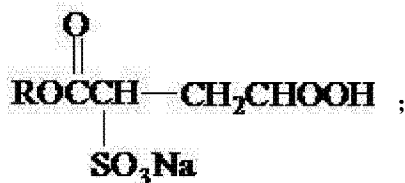
步骤一 :按质量份数,分别取 38.17 份的 $C_{16}-C_{18}$ 醇、15.34 份的顺丁烯二酸酐以及 13.15 份的亚硫酸氢钠 ;

步骤二 :将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加热至 95°C ,使 $C_{16}-C_{18}$ 醇呈熔融态,然后加入顺丁烯二酸酐,反应 2h,反应至体系的酸值保持恒定为止 ;

步骤三 :步骤三 :体系降温至 75°C ,加入亚硫酸氢钠,并用碱(氨水)调节体系的 pH 值为 7.0,反应 4h ;然后降温至 40°C 加入去离子水,调节体系的固含量为 40%,搅拌 1h,即得琥珀酸酯磺酸化 $C_{16}-C_{18}$ 醇表面活性剂。

[0020] 步骤二中,将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加热至 95°C ,使 $C_{16}-C_{18}$ 醇呈熔融态的具体步骤为 :

将 $C_{16}-C_{18}$ 醇加入反应器中,调节油浴控温装置的温度使 $C_{16}-C_{18}$ 醇在 120°C 反应 1h,然后转至水浴锅,调节水浴锅的温度使 $C_{16}-C_{18}$ 醇在 95°C 呈熔融态。

[0021] 上述实施例所制备的琥珀酸酯磺酸化 $C_{16}-C_{18}$ 醇表明活性剂主要成分为 :

其中, R 为 $C_{16}-C_{18}$ 烷基链

琥珀酸酯磺酸化 C₁₆-C₁₈ 醇表面活性剂外观为乳白色膏状, 室温存放 12 个月不分层, 易热水乳化, 1 : 9 蒸馏水稀释稳定性 24h 不分层及 1 : 4 蒸馏水稀释稳定性 12h 不分层。

[0022] 本发明的内容不限于实施例所列举, 本领域普通技术人员通过阅读本发明说明书而对本发明技术方案采取的任何等效的变换, 均为本发明的权利要求所涵盖。