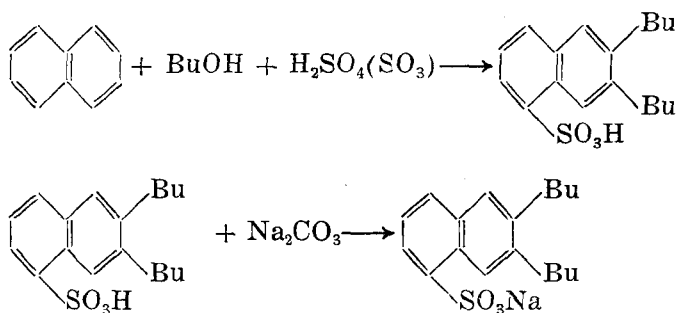


聚合化乳用劑

Nekal Bx 的 製 備

劉達夫 劉國智 楊仁忠

(中國科學院應用化學研究所)



於一 3 升三口燒瓶中，置 433 克粉狀萘(3.38M)及 500 克正丁醇(6.77M)。瓶口裝溫度計、機械攪拌器以及分液濾斗。瓶外用冰浴冷卻。將 2125 克發煙硫酸(13%SO₃)⁽¹⁾由分液濾斗徐徐加入，使瓶內溫度保持 20—25°C⁽²⁾，約在 1½ 小時內將硫酸加完。然後保持 25°C，攪拌½ 小時。並將溫度徐升至 45—55°C 繼續攪拌 2½ 小時。放置過夜。次日再攪拌 6 小時⁽³⁾(室溫 20°C 左右)，加水及冰共 500 克。待溶液分為兩層，將下層廢酸 950 毫升分去。再以水 250 毫升洗滌後繼分去廢酸 450 毫升，得丁基萘磺酸 1500 毫升。用 Na₂CO₃ 中和後烘乾即得粗製的 Nekal Bx。

取粗製 Nekal Bx 500 克溶於 500 毫升的水中。(或取製備 Nekal Bx 過程中的溶液)加入異丙醇 1000 毫升。保持溫度在 50—60°C 之間，攪拌下加入固體無水碳酸鈉，至碳酸鈉不再溶解為止，分去下層水液約 300 毫升。再加入水 300 毫升，同上法加碳酸鈉如此反復三次。最後加入活性炭脫色，蒸去異丙醇，置於瓷盤內烘乾，即得純製品⁽⁴⁾。

[註]：(1) SO₃ 之分析法是按照 Setlick 用水滴定的方法 (Thorpe: Dictionary of Applied Chem., vol. 11, p. 559)。

(2) 當發煙硫酸加入時溫度上升很快，故加入不能太快，如在開始反應時，溫度超過 25°C，則有副反應發生，生成焦油及 SO₂。

(3) 按文獻記載，在反應完全後，放置即可分為兩層，與我們試驗結果不同。

(4) 所得 Nekal Bx 可用 NaClO 漂白，和加入 Na₂SO₄ 以調節其乳化能力，但使產品一致，我們因恐 Cl 對聚合發生影響故未漂白。同時缺乏測定乳化能力之儀器，故也未測定。產品供丁苯 S₃ 橡膠聚合試用，結果尚佳。

參 考 文 獻

[1] Schwarz-Perry, "Surface active agents", p. 118, Interscience, New York (1949).

[2] F. N. Baumgartner, Ind. Eng. Chem., **46**, 1349 (1954).