

文章编号:1674-2869(2012)07-0001-04

溴丙烷/正己烷共沸物清洗剂的制备和性能

杨昌炎^{1,2},孟庆岭¹,丁一刚¹,王超¹,沈琼璐¹,黄晨¹,夏刚¹

(1. 武汉工程大学绿色化工过程省部共建教育部重点实验室,湖北 武汉 430074;
2. 黄冈师范学院化工学院,湖北 黄冈 438000)

摘要:常压蒸馏制备二元恒沸混合物溴丙烷/正己烷,并作恒沸物与标样的气相色谱分析.拟合标样两组分体积比与峰面积比的函数关系,进而计算出恒沸物两组分的体积比为 89.9:10.1. 进行外观、物理稳定性、相对密度、黏度、残留量、挥发速度、pH 值、绝缘电阻值、含水质量分数、表面张力、污垢洗净率等性能测定,结果显示各项性能均达到了带电清洗剂的要求,可以作为新型带电清洗剂推广.

关键词:溴丙烷;正己烷;气相色谱;共沸物;性能

中图分类号:TQ211

文献标识码:A

doi:10.3969/j.issn.1674-2869.2012.07.001

0 引言

电子、通信等行业迅速发展使得具有优良性能的清洗剂得到推广,如不易燃同时洗净能力很强的氟氯系溶剂,比较典型的如 1,2,2 - 三氯 - 1,1,2 - 三氟乙烷 (CFC-113)、1,1,1 - 三氯乙烷 (TCA) 和一氟二氯乙烷 (HCFC-141b) 等^[1]. 但后来发现这些物质有很长的大气存活寿命,其 ODP (ozone depression potential, 消耗臭氧潜能值) 和 GWP 值 (global warming potential, 全球变暖潜力值) 都很高,对地球生态有很大的破坏^[2-4].

正溴丙烷 (*n*PB) 分子式 C₃H₇Br, 沸点为 71 ℃, 相对密度(水)为 1.35 g · cm⁻³, 无闪点, 物化性质稳定, 是理想的带电清洗剂. 它的优点为:
a. 无闪点,理化性质与氯化的溶剂非常类似;**b.** 大气存活寿命(10 ~ 11d)很短,其 ODP 值虽大于 0,但是很低;**c.** GWP 值也很小,对臭氧的损耗很小,对生态的破坏不大;**d.** 毒性比原来的氯代烃溶剂低^[5].

在电子及通信设备的清洗中,使用几种有机溶剂复配得到的混合清洗剂往往比使用单一纯溶剂的效果要好. 混合清洗剂尤其是恒沸物清洗剂若配制的好,可以发挥每种溶剂各自的优势^[6]. 恒沸物清洗剂虽由两种溶剂组成,液相中两种溶剂的组成与气相中两种溶剂的组成相同并且保持不变,但是在蒸发过程中却表现出与单一成分纯溶剂效果相似的特性^[7].

1 实验部分

1.1 试剂及仪器

本研究所用试剂及仪器见表 1、表 2.

表 1 实验试剂

Table 1 Laboratory reagent LR

试剂名称	试剂规格	生产厂家
溴丙烷	分析纯	阿拉丁试剂(上海)有限公司
正己烷	分析纯	天津市博迪化工有限公司
甲醇	分析纯	天津市博迪化工有限公司
卡尔费休试剂 (含吡啶)	分析纯	国药集团化学试剂有限公司
人工污垢	手动配制	

表 2 实验仪器

Table 2 experimental apparatus

仪器名称	型号	生产厂家
集热式恒温加热磁力搅拌器	DF-101S	巩义市予华仪器有限责任公司
电热鼓风干燥箱	101A-2	上海亚明热处理设备公司
气相色谱仪	GC9790	福立分析仪器有限公司
绝缘电阻仪	UT513	上海优利德电子(上海)有限公司
卡尔费休水分滴定仪	ZSD-2J	上海安亭电子仪器厂
电子天平	AUY120	日本 SHIMADZU 公司

收稿日期:2012-03-22

作者简介:杨昌炎(1969-),男,湖北鄂州人,教授,博士,硕士研究生导师. 研究方向:能源化工及反应分离技术.

1.2 实验方法

搭建蒸馏装置, 取较多溴丙烷与一定量正己烷于圆底烧瓶中, 缓慢加热, 观察蒸馏温度, 当温度不再发生变化且与两单独组分的沸点不同, 则形成共沸化合物, 得到共沸温度. 用滴管取气相冷却液中微量做气相色谱分析.

配制 $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}}$ 为 7.0:3.0, 8.0:2.0, 8.5:1.5 和 9.5:0.5 的标样并做气相色谱分析. 拟合两组份峰面积和配比间的关系, 根据恒沸物中两组份峰面积比来确定体积比.

按恒沸体积比配制溴丙烷/正己烷共沸物 250 mL, 然后测定清洗性能^[8], 包括: 外观、物理稳定性、相对密度、黏度、残留量、挥发速度、pH 值、绝缘电阻值、含水量、表面张力等. 最后测定污垢洗净率, 要求洗净率大于 80%.

2 结果与讨论

2.1 恒沸物组分配比的确定

2.1.1 恒沸物气相色谱 在温度为 58 °C 时, 蒸馏温度不变, 达到共沸, 恒沸物的气相色谱见图 1, 两组份峰面积比为: 82.172 1:16.767 2.

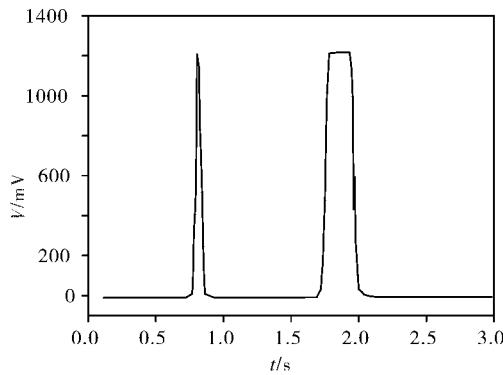


图 1 恒沸物的气相色谱图谱

Fig. 1 The GC FingerPrint of the azeotrope

2.1.2 标样气相色谱 溴丙烷和正己烷为 7.0:3.0, 8.0:2.0, 8.5:1.5 和 9.5:0.5(体积比) 来配制标准样品, 进行气相色谱分析, 见图 2, 图 3, 图 4, 图 5.

2.1.3 恒沸物组分配比 拟合标样组分体积比与峰面积间的函数关系, 其中 X 为体积比, Y 为峰面积比, 见图 6.

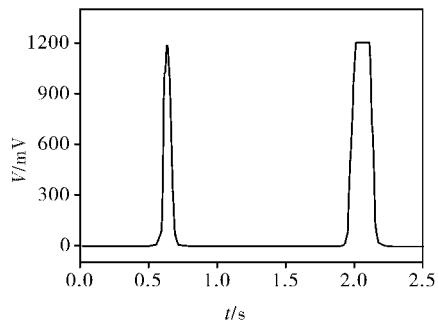


图 2 $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}} = 7.0:3.0$ 标准样品气相色谱图

Fig. 2 The GC FingerPrint of $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}} = 7.0:3.0$

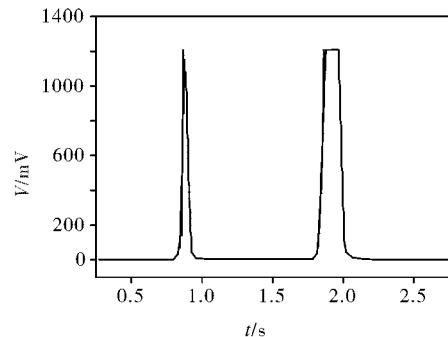


图 3 $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}} = 8.0:2.0$ 标准样品气相色谱图

Fig. 3 The GC FingerPrint of $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}} = 8.0:2.0$

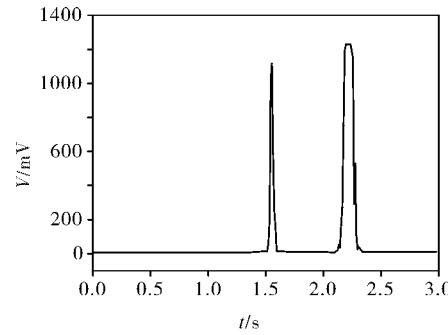


图 4 $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}} = 8.5:1.5$ 标准样品气相色谱图

Fig. 4 The GC FingerPrint of $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}} = 8.5:1.5$

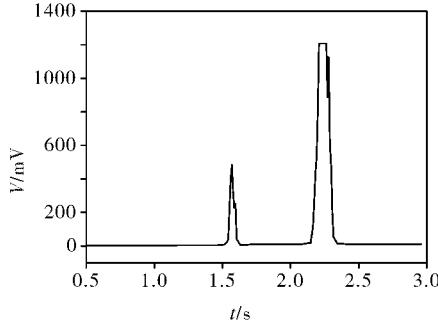


图 5 $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}} = 9.5:0.5$ 标准样品气相色谱图

Fig. 5 The GC FingerPrint of $V_{\text{溴丙烷}} : V_{\text{正己烷}} = 9.5:0.5$

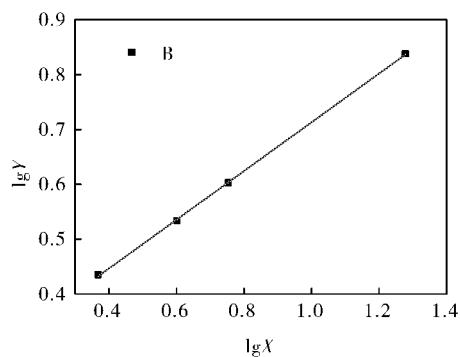


图6 拟合直线

Fig. 6 The fitting straight line

经拟合符合线性关系: $\lg Y = 0.444\lg X + 0.268$, 拟合偏差为 0.003 92, 拟合结果较好. 恒沸物的峰面积比已经确定, 从而计算出溴丙烷/正己烷的恒沸体积比为 89.9:10.1.

2.2 清洗性能测试

2.2.1 挥发曲线 作恒沸物的挥发速度曲线, 见图 7.

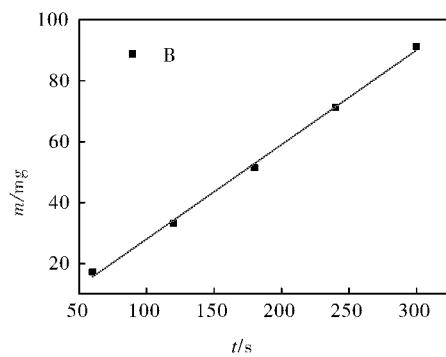


图7 混合液的挥发速度

Fig. 7 The Volatilizing speed of the solvent

2.2.2 其他性能 其他性能如外观、物理稳定性、相对密度、黏度、残留量、挥发速度、pH 值、绝缘电阻值、含水质量分数、表面张力、污垢洗净率等测试结果见表 3.

表3 nPB/正己烷共沸混合物清洗剂的性能测试

Table 3 Performance test of nPB/n-hexane azeotrope cleaning agent

性能外观	实验要求	测试结果	是否符合要求
外观	均匀一致,透明	均匀一致,透明	符合
物理稳定性	60 min 透明无沉淀	60 min 透明无沉淀	符合
相对密度 $\rho_{20}/(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	>1	1.302 0	符合
黏度/($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	适当	0.48	符合
残留量/%	<0.005%	无	符合
挥发速度/($\text{mg} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$)	0.001 ~ 0.15	0.011	符合
pH 值	5 ~ 7	6 ~ 7	符合
绝缘电阻/ $\text{M}\Omega$	>1000	1 100	符合
含水质量分数/%	<0.01%	<0.01%	符合
表面张力/(dynes/cm)	适当	25.7	符合
洗净率/%	>80%	93.4%	符合

2.2.3 结果分析 溴丙烷/正己烷共沸物清洗剂外观为无色透明的均相体系, 物理性质稳定. 表面张力小, 同时密度大于 1, 清洗剂可以渗透细小的缝隙从而洗净污垢. 挥发曲线为一直线, 说明清洗剂的物理稳定性好, 挥发速度适中, 清洗时容易除去残留的污垢, 不会因为挥发速度过慢影响清洗进度, 也不会因为挥发速度过快而导致凝露或结冰现象. 黏度及表面张力值适当, 有利于清洗剂在清洗表面的扩散. 残留量无, 不会在清洗后造成二次污染. pH 接近中性, 不会腐蚀被清洗设备表面. 含水质量分数低于 0.01%, 有利于增加清洗剂

的绝缘电阻值. 绝缘电阻值为 1 100 $\text{M}\Omega$, 能够保证带电清洗过程中的人身及设备安全. 洗净率达到 93.4%, 超过 80%, 达到了清洗要求.

3 结语

a. 共沸物清洗剂溴丙烷/正己烷的性能, 如外观、物理稳定性、相对密度、黏度、残留量、挥发速度、pH 值、绝缘电阻值、含水质量分数、表面张力等都符合要求, 洗净率达到 93.44%.

b. 与单一使用溴丙烷作为清洗剂相比, 溴丙烷/正己烷共沸物清洗剂在成本上得到降低, 同时

清洗能力也有了提高,可以作为新型带电清洗剂得以推广.

参考文献:

- [1] 谭文轶,刘玉峰. 电力设备带电化学清洗剂的性能研究[J]. 浙江电力,2008,27(6):37-39.
- [2] 荣小平. 带电清洗用清洗剂的关键性能和开发思路[J]. 洗净技术,2004,2(10):34-37.
- [3] Shine K P. Climate effect of inhaled anaesthetics[J]. Br J Anaesth, 2010, 105(6): 731-733.
- [4] Hayman G, Derwent R D. Atmospheric chemical reactivity and ozone-forming potentials of potential CFC replacements[J]. Environ Sci Technol, 1997, 31:327.
- [5] 朱家淇. 新型 ODS 清洗剂替换剂——正丙基溴[J]. 洗净技术,2004,2(10):7-14.
- [6] 王正烈,周亚平,李松林,等. 物理化学[M]. 上册. 北京:高等教育出版社,2001:266-273.
- [7] 梁治齐. 共沸混合物在清洗中的应用[J]. 洗净技术,2004,9(2):38-44.
- [8] 钱慧娟. 绿色高精密电子设备带电清洗剂[D]. 大庆:大庆石油学院,2007:30-31.

Preparation and cleaning performance of bromopropane/*n*-hexane azeotropic cleaning agent

YANG Chang-yan^{1,2}, MENG Qing-ling¹, DING Yi-gang¹, WANG Chao¹, SHEN Qiong-lu¹, HUANG Chen¹, XIA Gang¹

(1. School of chemical Engineering & Pharmacy, Hubei Key Lab. Novel Reactor& Green Chemical Technology, Wuhan 430074, China;
 2. College of Chemical Engineering, Huanggang Normal University, Huanggang 438000, China)

Abstract: The azeotropes bromopropane/*n*-hexane was prepared by atmospheric distillation, and the azeotrope and samples were analyzed by gas chromatography. The functional relationship between the volume ratio and peak area ratio of the samples was fitted. As a result, the volume ratio of two components of azeotrope was calculated as 89.9:10.1. All kinds of the cleaning performance of the azeotrope cleaning agent such as appearance, physical stability, relative density, viscosity, violating speed, pH value, insulation resistance, water content, surface tension and wash-ratio were measured. The results show that all the performances meet the requirements of the on-line cleaning agent, and the azeotrope bromopropane/n-hexane can be widely applied as new on-line cleaning agent.

Key words: bromopropane; *n*-hexane; gas chromatography; azeotrope; performance

本文编辑:张瑞