

固体酒精制备工艺条件的研究

夏 坚 王 卫 沈效锋

(基础课部)

摘 要

本文介绍了以工业酒精为原料,加入硬脂酸钠作为附载剂,制备固体酒精的工艺和方法。探讨了制备过程中反应条件的控制和工艺流程,确定了最佳配方及工艺条件。

关键词: 固体酒精; 制备; 工艺; 条件

0 引 言

固体酒精是近年来新兴的一种安全、卫生、方便的固体燃料,在国外广泛应用于餐厅、宾馆、野炊、地质、海上作业等场合。其优点是使用方便,用火柴即可点燃;燃烧时无烟、无臭、无毒;而且便于贮存和运输。因而,也日益受到国内许多用户的欢迎,应用日渐广泛。

根据国内外有关文献资料^{[1][2][3]},我们对固体酒精的制备进行了研究,以工业酒精为原料,采用硬脂酸钠作为附载剂,制备出了固体酒精。通过条件试验,筛选出了最佳配方和工艺流程,制备出的固体酒精具有外观好,燃烧性能优良等优点。

1 实验部分

1. 1 试剂与原料

工业酒精, 95%

硬脂酸, 工业一级

氢氧化钠, C·P 或工业纯

1. 2 固体酒精的制备

1. 2. 1 氢氧化钠乙醇溶液的配制

将氢氧化钠 10g 溶解于 90g 工业酒精中,配制成 10%浓度的溶液备用。

1. 2. 2 制备步骤及方法

将一定量的工业酒精和硬脂酸加入到三口反应瓶中,插入温度计、滴液漏斗及回流装置。

本文于 1993 年 5 月 20 日收到

用水浴加热到一定温度后再从滴液漏斗滴加计量的 10% 氢氧化钠乙醇溶液。待反应完成后停止加热，降温出料，注入模具凝固成形后包装即得成品。

1. 2. 3 燃烧试验

每次取样品 10g 分别放在水泥地上散开燃烧以及置于小瓷坩锅中进行燃烧试验，观察燃烧过程中的熔化流淌情况，燃烧时间长短以及燃烧后剩余的残渣量。

2 结果和讨论

2. 1 原料配比的影响

硬脂酸和氢氧化钠的用量及对比对固体酒精的性能有较大的影响，我们对不同的酒精、硬脂酸配比以及硬脂酸、氢氧化钠配比情况进行了研究，其产品性能对比情况列于表 1、表 2 中。

表 1 酒精硬脂酸对比对固体酒精性能的影响

序号	酒精 (mL)	硬脂酸 (g)	产 品 性 能			
			外观	燃烧情况	燃烧时间 (10g)	残渣
1	90	4.0	半透明白色蜡状	熔化，流淌严重	3min20s	0.51%
2	90	5.0	半透明白色蜡状	熔化，有流淌	4min	0.79%
3	90	6.0	白色蜡状固体	熔化慢，少量流淌	4min15s	0.95%
4	90	7.0	白色蜡状固体	少量熔化，基本不流淌	4min50s	1.25%

从表 1 中可以看出，随着硬脂酸用量的增加，产品的燃烧性能得到改善，燃烧时的流淌现象减轻，燃烧时间延长。但硬脂酸比例太高时，燃烧后的残渣量增多，并且生产成本增高。因此，硬脂酸与酒精的配比控制在每 90ml 酒精中加入 6~7g 硬脂酸为宜。

除酒精和硬脂酸的配比外，硬脂酸与氢氧化钠的配比也是影响产品性能的一个重要因素。表 2 中列出的是酒精用量为 90ml，硬脂酸用量为 6.0g 时，通过改变氢氧化钠的用量观察所得产品性能的差异。

表 2 NaOH 用量对固体酒精性能的影响

序号	NaOH (g)	硬脂酸与 NaOH 摩尔比	产 品 性 能			
			外 观	燃烧情况	燃烧时间 (10g)	残渣量
1	0.6	1 : 0.65	半透明白色蜡状，较软	熔化，流淌严重	3min20s	0.85%
2	0.9	1 : 0.98	白色蜡状固体，稍软	熔化，稍有流淌	4min20s	0.95%
3	1.2	1 : 1.3	白色蜡状，硬度适中	熔化慢，基本不流淌	5min	0.28%
4	1.5	1 : 1.63	略带黄色，稍硬	不熔化，不流淌	5min25s	2.1%
5	1.8	1 : 1.95	黄褐色，稍硬	不熔化，不流淌	5min35s	3.2%

从表 2 中可以看出，氢氧化钠的用量对产品外观及燃烧性能均有较大的影响。氢氧化钠

用量少时,产品透明度高,外观洁白,燃烧残渣量少.但燃烧时流淌现象严重,燃烧时间短,并且硬度较低,影响使用.随着氢氧化钠用量的增加,燃烧性能得到改善.但氢氧化钠过量太多,则造成产品的碱性太强,使色泽发黄,甚至反应过程中溶液就出现混浊发黄现象,并且燃烧后的残渣量也增多.因此,硬脂酸与氢氧化钠的用量配比控制在摩尔比为 1:1.30 左右较为合适.

2. 2 工艺流程的影响

除附载剂的因素外,制备过程的工艺流程也是影响固体酒精性能的一个重要方面.我们在试验中发现,氢氧化钠乙醇溶液的滴加方式(主要指滴加时的温度和滴液速度),对产品性能有较大的影响.试验情况如表 3 和表 4 所示.

表 3 NaOH 溶液滴加温度的影响

序 号	NaOH 滴加温度 (℃)	总反应时间 (min)	反 应 现 象	产品外观
1	室温	70	滴加时硬脂酸还未溶解,加热过程中局部变成黄色,沸腾后才慢慢溶解	色泽发黄
2	50	50	硬脂酸未全部溶解,滴入 NaOH 后生成更多固状物,沸腾后慢慢溶解	略带黄色
3	60	45	硬脂酸已溶,但滴入 NaOH 后又有固状物形成,沸腾后溶解	白色蜡状
4	70	40	滴入 NaOH 时生成少量固状物,随即慢慢溶解	白色蜡状
5	80	30	滴 NaOH 时溶液已开始沸腾回流,滴加过程中无固状物生成	半透明白色蜡状

说明:(1)原料配比为:酒精 90mL,硬脂酸 6.0g,NaOH1.2g

(2)NaOH 溶液 10 分钟滴完.

从表 3 中看出,氢氧化钠溶液滴加得太早,则硬脂酸在酒精中尚未完全溶解,这种情况易使体系混合不均匀,造成局部碱性过大,产品易泛黄,另外反应所需的时间也较长.如果硬脂酸在酒精中已全部溶解,特别是温度升高到 70~80℃时,再滴加氢氧化钠,此时生成的少量固体酒精可及时溶解.并且由于不停的沸腾回流,使反应体系混合均匀,反应时间短,产品色泽好.因此,滴加氢氧化钠的最佳时机是在硬脂酸已完全溶解,体系温度升到 80℃左右并开始沸腾回流之后.

除氢氧化钠溶液的滴加时机外,滴加速度的快慢也对制备过程有所影响.如表 4 所示.

表 4 列出了分别在 70℃和 80℃的情况下不同滴加速度的情况.在 70℃时,硬脂酸已溶解但溶液尚未沸腾回流,此时,如果滴加速度过快则易使固体酒精过早析出,影响体系的均匀,使反应时间延长.而在 80℃时,已开始沸腾回流,此时,加快滴加速度有利于缩短反应时间,这是因为硬脂酸与氢氧化钠的反应放热,因而,快速滴加氢氧化钠会使溶液沸腾加剧.由于这种情况的出现,在开始滴加氢氧化钠溶液后即可停止加热,让体系利用自身反应热维持溶液微沸数分钟,使反应均匀、充分,并且提高热能的利用率.

表 4 氢氧化钠滴加速度的影响

序 号	滴加温度 (℃)	滴加速度	反 应 现 象	总反应时间 (min)
1	70	10min 滴完	滴加有时少量絮状物生成，温度不下降， 滴完后固状物慢慢溶解	40
2	70	5min 滴完	生成较多固状物，体系温度下降，全部滴 完后温度回升，固状物溶解	45
3	70	迅速滴完 (1—2min)	反应瓶中形成一柱状固体，温度下降，滴 完后升温才慢慢溶解	50
4	80	10min 滴完	溶液保持沸腾回流，无固状物生成	30
5	80	5min 滴完	沸腾稍有加剧，无固状物生成	25
6	80	迅速滴完 (1—2min)	滴加时沸腾回流加剧	22

2. 3 结 论

通过试验研究，我们得出制备固体酒精的最佳配方及工艺条件为：酒精：硬脂酸：氢氧化钠的比例为 90：6.0：1.2,将硬脂酸溶于酒精中，加热至 80℃左右，在溶液开始沸腾回流后，迅速滴入氢氧化钠乙醇溶液。停止加热，降温出料。

本工艺所得产品外观均匀、洁白；硬度适中，用小刀可随意切割；燃烧性能好，易于工业化生产，应用前景广阔。

参 考 文 献

[1] 钱晓春. 固体酒精的研制. 化学世界, 1991, 32 (6): 257

[2] Braz Pedido. 固体酒精. 英国专利, C07C29, 7801021. 1978

Research on Technological Conditions for
Preparation of Solid Alcohol

Xia Jian Wang Wei Shen Xiaofeng

ABSTRACT

This paper introduces the technology and method on preparation of solid alcohol used industrial alcohol and stearic acid and NaOH as its raw materials, studies the technological process and react conditions of preparations, and determines the optimal directions for raw materials and the technological conditions.

key words: Solid alcohol; Preparation; Technology; Condition