表面活性剂

脂肪酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐的制备及表面活性

郭灼能[1]，强西怀[1*]，陈梦思[1]，方银军[2]，闫 哲[3]

（1. 陕西科技大学 轻工科学与工程学院，陕西 西安 710021；2. 浙江赞宇科技股份有限公司，浙江 杭州 310009；3. 浙江传化股份有限公司，浙江 杭州 311215）

摘要：以三乙醇胺、长链脂肪酸为原料，制得脂肪酸三乙醇胺单酯（FTME），再经磺化反应合成了 4 种脂肪酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐（FTMS）两性表面活性剂，以月桂酸、棕榈酸、硬脂酸、油酸为脂肪酸合成的 FTMS 分别命名为 FTMS-1、FTMS-2、FTMS-3、FTMS-4。分别用碱性亚甲基蓝法和酸性溴酚蓝法验证了产物的离子性，并考察了 FTMS 结构中的烷基链长度及其不饱和度对表面张力、Krafft 点、样品液粒径及粒径分布、乳化能力的影响。结果表明：产物显示出两性离子的特征，随着脂肪链碳数增加，其 Krafft 点升高，平均粒径逐渐增大，但脂肪链中的不饱和双键有助于 Krafft 点的降低和粒径的减小。FTMS-1 和 FTMS-4 具有优异的表面活性。其中，FTMS-1 的临界胶束质量浓度（CMC）为 52.97 mg/L，表面张力 γ_{CMC} 为 36.1 mN/m，其乳化能力与脂肪醇聚氧乙烯醚(AEO-9)相当且优于十二烷基磺酸钠。

关键词：脂肪酸；三乙醇胺；脂肪酸三乙醇胺单酯；琥珀酸酯磺酸盐；两性表面活性剂

中图分类号：TQ423.3 **文献标识码：**A **文章编号：**1003-5214 (2018) 09-1518-06

Preparation and Surface Activity of Fatty Acid Triethanolamine Monoester Sulfosuccinate

GUO Zhuo-neng[1], QIANG Xi-huai[1*], CHEN Meng-si[1], FANG Yin-jun[2], YAN Zhe[3]

（1. *College of Bioresources Chemical and Materials Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an* 710021, *Shaanxi, China*; 2. *Zhejiang Zanyu Technology Co., Ltd., Hangzhou* 310009, *Zhejiang, China*; 3. *Transfar Shares Co., Ltd., Hangzhou* 311215, *Zhejiang, China*）

Abstract: Fatty acid triethanolamine monoester (FTME) was synthesized from fatty acid and triethanolamine. Subsequently, four kinds of fatty acid triethanolamine monoester sulfosuccinate (FTMS) surfactants were obtained by esterification of FTME with maleic anhydride and then sulfonation with sodium sulfite, wherein, the FTMS products synthesized by laurate, palmitate, stearic acid and oleic acid were named as FTMS-1, FTMS-2, FTMS-3 and FTMS-4, respectively. The ionicity of the products were verified by alkaline methylene blue and acid bromophenol blue. The effects of alkyl chain length and unsaturation of products on the surface tension, Krafft point, particle size, particle size distribution and emulsifying ability were investigated. The results showed that the amphoteric products were successfully obtained. Krafft point and average particle size increased with the increase of alkyl chain length, however, the unsaturation in alkyl chain was conducive to the decrease of Krafft point and average particle size. Especially, FTMS-1 and FTMS-4 exhibited excellent surfactivity. The critical micelle concentration (CMC) of FTMS-1 was 52.97 mg/L, and the surface tension at CMC (γ_{CMC}) reached 36.1 mN/m. The emulsifying ability of FTMS-1 was equivalent to that of AEO-9 and superior to that of sodium dodecyl sulfate.

Key words: fatty acid; triethanolamine; fatty acid triethanolamine monoester; sulfosuccinate; amphoteric surfactant

Foundation items: National Key R & D Program of China (2017YFB0308500); Zanyu Science Foundation

收稿日期：2017-09-02; **定用日期：**2017-11-30; **DOI:** 10.13550/j.jxhg.20170478

基金项目：国家重点研发计划项目（2017YFB0308500）；浙江赞宇科技基金项目；陕西科技大学创新科研团队（TD12-04）；陕西科技大学研究生创新基金

作者简介：郭灼能（1991—），男，硕士生。**联系人：**强西怀（1963—），男，教授，电话：029-86168675，E-mail：qiangxihuai@163.com。

of Zhejiang Zanyu Technology Co., Ltd.; Program for Innovation Research Team in Shaanxi University of Science & Technology (TD12-04); Graduate Student Innovation Fund of Shaanxi University of Science & Technology

脂肪酸三乙醇胺酯类 FTE）衍生物具有良好的柔顺能力、去污能力、护色能力、可生物降解性及低毒、低刺激性等特点，符合绿色化学的发展要求，其衍生物产品已作为柔软剂被广泛应用于织物整理中，且在其他行业（如皮革行业）显示出良好的应用前景[1-5]。目前，有关脂肪酸三乙醇胺酯类衍生物的研究主要集中在基于脂肪酸三乙醇胺酯类的季铵化衍生物的制备及其阳离子表面活性剂的应用方面[6-8]，而对于脂肪酸三乙醇胺酯类的两性衍生物报道甚少。

本文以次亚磷酸为催化剂，脂肪酸和三乙醇胺在 N_2 保护下除水进行酯化反应得到 FTE，并通过柱色谱法分离提纯，得到脂肪酸三乙醇胺单酯（FTME），再用顺丁烯二酸酐对 FTME 进行酯化，最后用无水亚硫酸钠实施磺化反应，得到脂肪酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐（FTMS）两性表面活性剂。初步探究了 FTMS 结构中的烷基链长度和不饱和度对样品粒径及粒径分布、Krafft 点、表面张力及乳化能力的影响，本文的研究结果对两性表面活性剂的开发与应用研究有一定的借鉴作用。

1　实验部分

1.1　主要原料

三乙醇胺（TEA）、月桂酸（$C_{12}H_{24}O_2$,LA）、棕榈酸（$C_{16}H_{32}O_2$,PA）、硬脂酸（$C_{18}H_{36}O_2$,SA）、油酸（$C_{18}H_{34}O_2$,OA）、次亚磷酸、顺丁烯二酸酐（MAH）、对甲苯磺酸、氢氧化钠：AR，阿拉丁试剂公司；石油醚（沸程：30~60 ℃）、乙醚、质量分数为 95%的乙醇、三氯甲烷：AR，天津科密欧化学试剂有限公司；柱层析硅胶（80~120 目），工业级，青岛邦凯高新技术材料有限公司。

1.2　FTME 的提纯及 FTMS 的制备

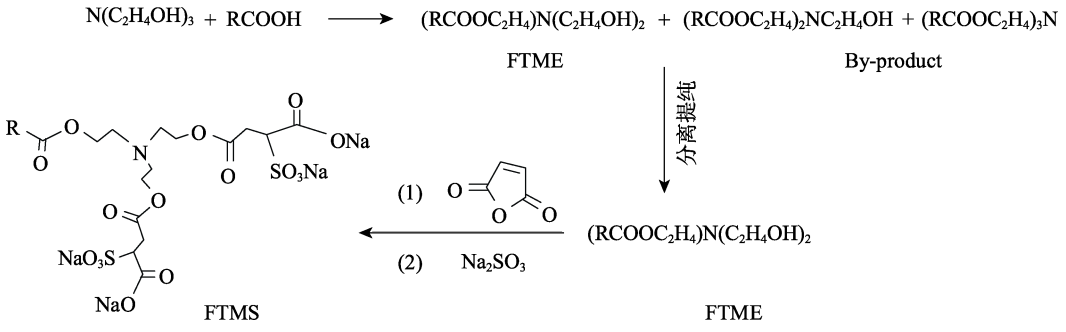
1.2.1　FTE 的制备[9]及 FTME 的提纯

（1）在带有温度控制的恒温油浴锅中，放入配有冷凝管接收器、温度计及氮气输送管的 1 L 圆底烧瓶，并加入 0.2 mol 脂肪酸、29.8 g(0.2 mol)三乙醇胺及适量次亚磷酸（次亚磷酸用量为脂肪酸质量的 0.5%），升温至 80 ℃左右，待产物熔化后向体系中通入氮气，再升温至 180 ℃并保温反应 5 h，待冷凝水流出的体积达到理论值的 90%以上时，降温出料得到 FTE。以 LA、PA、SA、OA 为脂肪酸合成的 FTE 分别命名为 FTE-1、FTE-2、FTE-3、FTE-4，收率分别为 92.2%、94.2%、94.1%、94.5%。

（2）通过柱色谱法提纯 FTME，从分子结构上看，脂肪酸三乙醇胺单脂、双酯和三酯的极性差别较大，故可使用梯度洗脱对三者进行分离。参照文献[10]，依次以 V（苯）：V（乙醚）=85：15，V（乙醚）：V（甲醇）=98：2 和质量分数为 95%的乙醇溶液为洗脱剂，通过层析柱洗脱，分别对月桂酸、棕榈酸、硬脂酸及油酸三乙醇胺酯类中的单酯、双酯及三酯进行分离，得到 4 种相应的 FTME。

1.2.2　FTMS 的制备

称取 6 mmol FTME 置于装有搅拌的 25 mL 烧瓶中，再加入 1.18 g(12 mmol)顺丁烯二酸酐和适量的对甲苯磺酸（对甲苯磺酸的用量为 FTME 质量的 0.5%），升温至 90~95 ℃并保温反应 2 h 后降温至 75 ℃，加入 1.51 g(12 mmol)无水亚硫酸钠（用无水亚硫酸钠质量 3~4 倍的水溶解），并加入 2 mL NaOH 水溶液（质量分数为 10%）调节 pH 至 6.5，然后在 75~80 ℃下保温反应 2 h，降温至 50~55 ℃，并补加计量的水调整固含量约为 20%[11]，得到浅黄色半透明液状/浅黄色膏状的 FTMS（在室温下，以 LA 和 OA 为脂肪酸合成的 FTMS 为液体，以 PA 和 SA 为脂肪酸合成的 FTMS 为膏状体）。以 LA、PA、SA、OA 为脂肪酸合成的 FTMS 分别命名为 FTMS-1、FTMS-2、FTMS-3、FTMS-4，收率分别为 90.6%，88.6%，87.4%，91.3%。合成路线如下所示。其中：R 分别为月桂酸、棕榈酸、硬脂酸及油酸的烷基链。



1.3 表征与检测

1.3.1 FTMS 两性离子的鉴定[12]

（1）酸性溴酚蓝法：，在试管中加入 5 mL 氯仿和 5 mL 质量分数为 0.1%的溴酚蓝水溶液，并加入 1 滴质量分数为 5%的 FTMS 水溶液，充分摇匀后静置 10 min，再加入 1 mL 6 mol/L 盐酸溶液，经剧烈振荡混合后静置 30~60 min，观察溶液颜色变化情况。

（2）碱性亚甲基蓝法：在试管中加入 5 mL 氯仿和 5 mL 质量分数为 0.1%的亚甲基蓝水溶液，并加入 1 滴质量分数为 5%的 FTMS 水溶液，充分摇匀后静置 10 min，再加入 1 mL 1 mol/L 的 NaOH 水溶液，经剧烈振荡混合后静置 30~60 min，观察溶液颜色变化情况。

1.3.2 FTME 与 FTMS 的结构表征

（1）FTIR：分别取适量提纯后的 FTME 和 60 ℃下真空干燥后的 FTMS 样品溶于三氯甲烷中，采用涂膜法制样，通过傅里叶变换红外光谱仪（VECTOR-22；Germany，Bruker）进行测试，测试波数为 500~4000 cm^{-1}，采样点数为 32，分辨率为 2 cm^{-1}。

（2）^{1}HNMR：以 $CDCl_3$ 为溶剂，以 TMS 为内标，通过 400 MHz 核磁共振波谱仪（ADVANCE Ⅲ 400 MHz；Germany，Bruker）进行测试。

1.3.3 FTMS 的 Krafft 点测定

室温下，分别配制质量分数 0.5%的 FTMS 样品液，4 ℃下放置 24 h 后，观察样品液的浑浊程度。若样品呈浑浊状态，则从 4 ℃开始缓慢加热并搅拌直至浑浊消失，样品液呈澄清透明，记录此时温度即为样品的 Krafft 点[13]。

1.3.4 FTMS 粒径及粒径分布测定

将 4 种 FTMS 样品配制成质量分数为 0.1%的样品液，室温下用纳米粒度表面电位分析仪（Zetasizer Nano-ZS90；England，Malvern）测量样品液的粒径及粒径分布。

1.3.5 表面张力测定

将 4 种 FTMS 样品配制成一定浓度梯度的样品液，分别在室温（25±1）℃下使用 QBZY 表面张力仪（上海方瑞仪器有限公司），通过 Willhelmy 铂金板法[14]对不同浓度梯度样品溶液的表面张力进行测定，平行测试 3 次，取其平均值作为最终的表面张力。

1.3.7 乳化力测定

将 4 种 FTMS 样品、十二烷基磺酸钠（SDS）及 AEO-9 配制为质量分数为 0.1%的溶液，分别取这 6 种溶液 40 mL 于 100 mL 具塞量筒中，加入 40 mL 棉籽油，塞紧后剧烈摇动 10 次，静置 1 min，重复以上操作 5 次，静置后启动秒表，当水相分离出 10 mL 时，关停秒表并记录所需时间（以秒为单位），平行 5 次取平均值[14]。

2 结果与讨论

2.1 产物离子性分析

酸化前、后的体系颜色变化分别如图 1 和图 2 所示。

在酸性溴酚蓝法实验中，体系在酸化前溴酚蓝在水层溶解显蓝紫色，而下层氯仿层为无色；在体系酸化和振荡后，由于 FTMS 分子结构上的叔胺基被 H^+质子化而显现出阳离子性，其能与溴酚蓝发生化学作用而迁移至氯仿层，使氯仿层呈现出特征的黄色，而上层转变为无色的水层[12]。

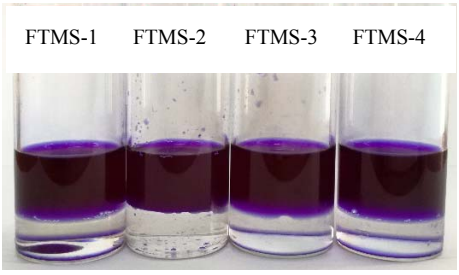


图 1 阳离子性检验体系酸化前的状态

Fig. 1 Conditions of cation testing system before acidation

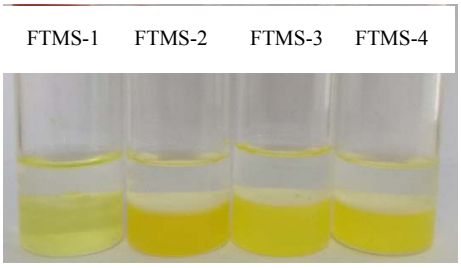


图 2 阳离子性检验体系酸化后的状态

Fig. 2 Conditions of cation testing system after acidation

碱化前、后的体系颜色变化分别如图 3 和图 4 所示。

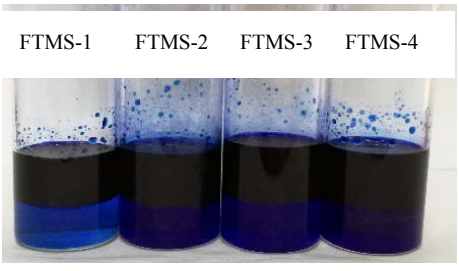


图 3 阴离子性检验体系碱化前的状态

Fig. 3 Conditions of anion testing system before alkalization

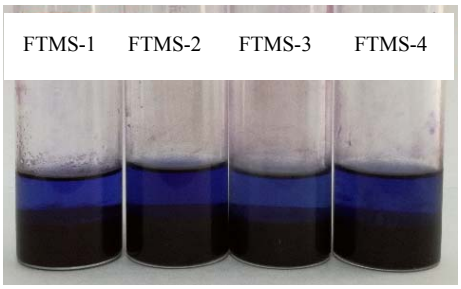


图 4　阴离子性检验体系碱化后的状态
Fig. 4　Conditions of anion testing system after alkalization

在进一步的碱性亚甲基蓝法实验中，体系在碱化前亚甲基蓝在水层溶解显蓝黑色，下氯仿层呈蓝色透明状态；在体系加碱和振荡后，由于产物分子结构中的羧酸根、磺酸根在碱性条件下显阴离子性，其能与亚甲基蓝发生作用而转移至氯仿层使氯仿层显蓝紫色，而上层水层转变为蓝色透明状态。通过上述两种显色转移实验结果可以证明 FTMS 具有明显的两性离子特征[12]。

2.2　FTME 与 FTMS 的 FTIR 分析

FTME 与 FTMS 的红外谱图见图 5。

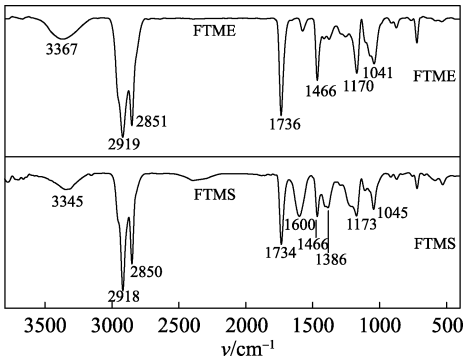


图 5　FTME 与 FTMS 的红外谱图
Fig. 5　FTIR spectra of FTME and FTMS

从 FTME 的红外谱图可知，3367 cm^{-1} 处为羟基的 ν_{O-H}；2919 和 2851 cm^{-1} 处为链状烷烃中 CH_3 或 CH_2 中 ν_{C-H}；1736 和 1170 cm^{-1} 处分别为酯基中的 $\nu_{C=O}$ 和 ν_{C-O}；1466 cm^{-1} 处为链状烷烃中 CH_2 和 CH_3 的面内 δ_{C-H}；1041cm^{-1} 处为叔胺的 ν_{C-N}。说明反应物之间发生了酯化反应，产物中有脂肪酸三乙醇胺酯结构存在[10]。

FTMS 与 FTME 的红外谱图对比可知，1600 与 1386 cm^{-1} 处峰强度明显增强，分别为羧酸盐的 ν_{asCOO-}和 ν_{sCOO-}；1173 cm^{-1} 处的峰明显变宽，可能是磺酸基上—SO_2—的 ν_{as} 与酯基中的 ν_{C-O} 叠加的结果，说明最终产物结构中含有磺酸基。

2.3　FTME 的 ^{1}HNMR 分析

FTME（以硬脂酸三乙醇胺单酯为例）的核磁共振氢谱见图 6。

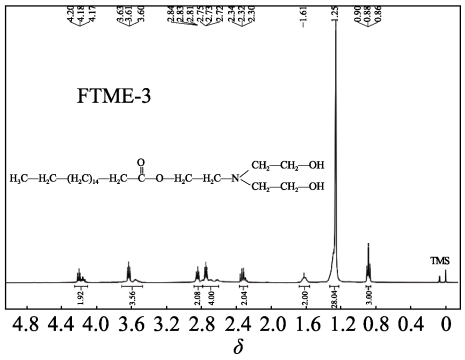


图 6　FTME 的核磁共振氢谱
Fig. 6　^{1}HNMR spectrum of FTME

图 6 中，参考文献[10]，FTME 上各基团上 H 的化学位移为：δ0.88 处为—C**H**$_3$ 上 H 的吸收峰；δ1.25 处为—（C**H**$_2$）$_{14}$—上 H 的吸收峰；δ1.61 处为—O—CO—C**H**$_2$—上 H 的吸收峰；δ2.32 处为—O—CO—CH_2—（C**H**$_2$）$_{14}$—上 H 的吸收峰；δ4.18 处为—CO—O—C**H**$_2$—CH_2—N—上 H 的吸收峰；δ2.83 处为—CO—O—CH_2—C**H**$_2$—N—上 H 的吸收峰；δ2.73 处为—N—C**H**$_2$—CH_2—OH 上 H 的吸收峰；δ3.61 处为—N—CH_2—C**H**$_2$—OH 上 H 的吸收峰。综合图 5 中 FTME 的红外谱图可确定，分离提纯后得到了脂肪酸三乙醇胺单酯。

2.4　FTMS 的表面活性及 Krafft 点测定

测定了 4 种 FTMS 不同质量浓度水溶液的表面张力，以样品溶液的质量浓度（ρ）的对数为横坐标，表面张力（γ）为纵坐标绘制 γ-lgρ 的关系曲线，如图 7 所示，并通过非线性拟合得到拟合曲线，求得各个样品的饱和溶解度与最大效能，结果见表 1。

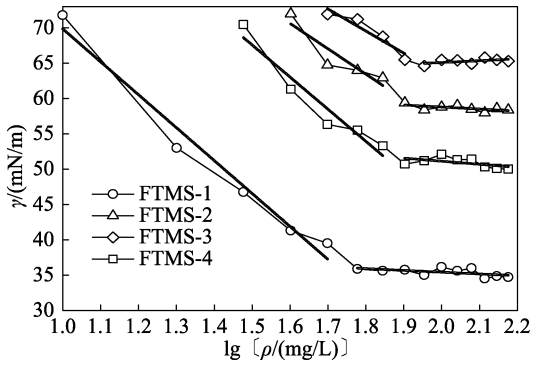


图 7　FTMS 的表面张力-质量浓度对数关系
Fig. 7　Relationship between γ and lgρ of FTMS surfactants

表面活性剂具有在（表）界面吸附，降低溶剂表面张力的性能。通常用表面活性剂降低溶剂表面张力的最大值，即表面活性剂溶液所能达到的最大表面压来表示表面活性剂降低表面张力的效能。

Krafft 点会影响表面活性剂降低表面张力的最大效能。当温度<Krafft 点时，表面活性剂在溶液中不能形成胶束，体系的最大表面压只能在达到单体饱和溶解度时获得，而不是在 CMC 处获得。只有当体系温度≥Krafft 点时，才能在 CMC 处获得降低表面张力的最大效能，即 γ_{CMC}，CMC 是体系温度≥Krafft 点时的单体饱和溶解度。所以在 CMC 处获得降低表面张力的最大效能属于一种特殊情况[15]。

表 1 FTMS 在 25 ℃下的饱和溶解度，最大效能及 Krafft 点
Table 1 Saturated solubility, maximum efficiency and Krafft point of FTMS surfactants at 25 ℃

	单体饱和溶解度 /(mg/L)	最大效能 /(mN/m)	Krafft 点/℃
FTMS-1	52.97	36.1	12
FTMS-2	83.95	59.0	42
FTMS-3	88.51	64.9	54
FTMS-4	70.47	51.8	28

由图 7 和表 1 可知，以月桂酸为油性基的 FTMS 产物（FTMS-1）的表面活性明显优于其他 3 者，其 CMC 为 52.97 mg/L，在此质量浓度下的表面张力（γ_{CMC}）为 36.1 mN/m。通过比较发现，产物的 Krafft 点随着烷基长度的增加而升高，但烷基碳链上的不饱和度可降低 Krafft 点。在 25 ℃下，只有以月桂酸为油性基的 FTMS-1 能达到 CMC，发挥其最大效能；而以棕榈酸、硬脂酸及油酸为油性基的 FTMS 的烷基链较长，降低了产物的水溶性，故在 25 ℃下，FTMS-2、FTMS-3 及 FTMS-4 受到 Krafft 点的限制，不能达到各自的 CMC，而是达到单体饱和溶解度后，以水合固体的形式析出而不会形成胶束。这导致 FTMS 在水界面上的饱和吸附量大大减少，所以其降低表面张力的能力相对较低[15-17]。

2.5 FTMS 的粒径及粒径分布

FTMS 的粒径分布图见图 8。

由图 8 可见，以饱和脂肪酸为油性基产物（FTMS-1，FTMS-2，FTMS-3）的平均粒径逐渐增大，也有分布变宽的趋势。这可能是因为：一方面，随着直链烷基长度的增加，FTME 产品的 Krafft 点随之升高，溶解度降低，在常温下部分产品以水合固体的形式分散在体系中，使得粒径增大，甚至超出了胶束的范围[15]；另一方面，在亲水基结构相同的情况下，随着产物直链烷基长度的增加，其亲水疏水平衡值（HLB）随之减小，亲油基间的内聚力增大，造成粒径增大[16]。以非饱和脂肪酸为油性基的产物（FTMS-4）的样品粒径较具有相同饱和烷基碳数的 FTMS-3 的小，且分布相对较窄，与较短碳链的月桂酸基产物 FTMS-1 有类似的粒径特征。这主要因为油酸分子上带有 C═C，存在顺反异构，产生了空间效应，在一定程度上阻碍了亲油基的相互聚集，使粒径减小[16]。

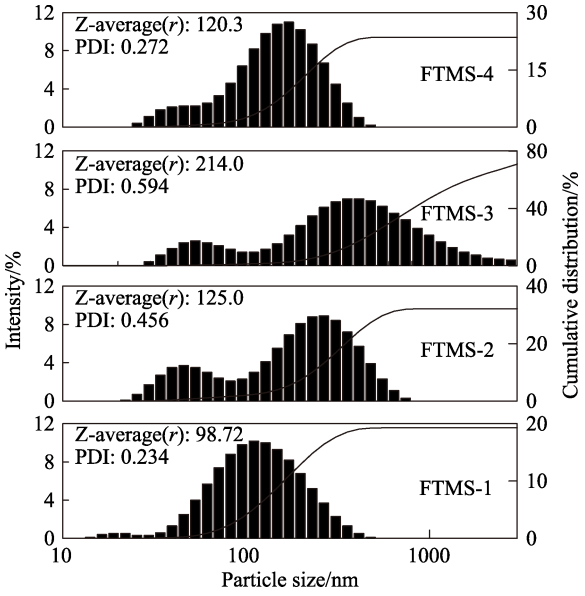


图 8 FTMS 的粒径分布图
Fig. 8 Particle size distribution of FTMS surfactants

2.6 FTMS 的乳化性能测定

FTMS 的乳化性能参数见表 2。

表 2 FTMS 的乳化性能参数
Table 2 Emulsifying property parameters of FTMS surfactants

	油滴外观	分离时间/s
FTMS-1	液滴状	148.8
FTMS-2	液滴状	45.4
FTMS-3	液滴状	31.2
FTMS-4	液滴状	120.8
SDS	液滴状	113.8
AEO-9	液滴状	139.0

对天然油脂的乳化能力也可用来衡量表面活性剂的表面活性，从表 2 可以看出，FTMS-1 的乳化能力与 AEO-9 相当，且优于 SDS，而 FTMS-2 和 FTMS-3 的乳化能力较差，但含有不饱和 C＝C 的 FTMS-4 的乳化能力与 SDS 相当。其原因可能是，乳状液稳定性主要取决于界面膜的强度和紧密程度[18]，由于 FTMS-1 和 FTMS-4 的 Krafft 点较低，在常温下的水体系中能形成较紧密的界面膜，表现出较好的乳化能力；而 FTMS-2 和 FTMS-3 的 Krafft 点较高，在常温下容易从水相中析出，导致界面膜排列疏松，表现出较差的乳化能力。

3 结论

（1）用脂肪酸、三乙醇胺合成脂肪酸三乙醇胺

酯，并通过柱色谱法分离提纯，得到脂肪酸三乙醇胺单酯，再用顺丁烯二酸酐和无水亚硫酸钠对单酯进行改性得到脂肪酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐 FTMS-1、FTMS-2、FTMS-3 和 FTMS-4，并证实其具有明显的两性离子特征。

（2）对于饱和脂肪酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐（FTMS-1、FTMS-2、FTMS-3），随着结构中脂肪链长度的增加，产物在水中的平均粒径逐渐增大，粒径分布变宽，油酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐（FTMS-4）由于亲油基中碳碳双键的存在，样品粒径及粒径分布系数减小。

（3）随着 FTMS 的烷基链长度增加，产物的 Krafft 点随之增大，但烷基链上的不饱和碳碳双键可降低 Krafft 点。在 25 ℃下，月桂酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐（FTMS-1）降低水表面张力的能力和乳化能力明显高于棕榈酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐（FTMS-2）和硬脂酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐（FTMS-3），与 AEO-9 相当且优于 SDS，而油酸三乙醇胺单酯琥珀酸酯磺酸盐（FTMS-4）的乳化能力与 SDS 相当。其中 FTMS-1 的 CMC 为 52.97 mg/L，γ_{CMC} 为 36.1 mN/m。

（4）为了更深入地开发以 FTE 为中间体的两性表面活性剂，可进一步对脂肪酸三乙醇胺双酯琥珀酸酯磺酸盐或经磷酸化的脂肪酸三乙醇胺单脂/双酯进行研究，以及展开对 FTE 的混合体系直接进行磺化或磷酸化的研究。并考察产物在纺织整理、皮革加工等领域的应用性能。

参考文献：

[1] Friedli F E, Koehle H J, Fender M, *et al*. Upgrading triethanolamine esterquat performance to new levels[J]. Journal of Surfactants & Detergents, 2002, 5(3): 211-216.

[2] Miao Z, Yang J, Wang L, *et al*. Synthesis of biodegradable lauric acid ester quaternary ammonium salt cationic surfactant and its utilization as calico softener[J]. Materials Letters, 2008, 62(19): 3450-3452.

[3] Masoumi H R, Kassim A, Basri M, *et al*. Determining optimum conditions for lipase-catalyzed synthesis of triethanolamine (TEA)-based esterquat cationic surfactant by a Taguchi robust design method[J]. Molecules, 2011, 16(6): 4672-4679.

[4] Umapathy M J, Narayanan V L, Magesan P, *et al*. Synthesis and characterization of biodegradable cationic esterquat surfactants and the evaluation of its physico-chemical properties[J]. Tenside Surfactants Detergents, 2016, 53(3): 249-258.

[5] Chen Yukun (陈煜坤), Wei Yanwei (魏延伟). 一种新型两性合成植物油加脂剂及制备方法: CN104878135A[P]. 2015-09-02.

[6] Ji Haitao (姬海涛), Xu Haiyu (许海育). Preparation and application of new type quaternary ammonium salt as softener for clothings[J]. Textile Auxiliaries (印染助剂), 2007, 24(12): 15-20.

[7] Bahmaei M, Badiee F, Kasehgari H. Synthesis, IR, HPLC analysis and performances of palm fatty acids and triethanolamine-based esterquats[J]. Journal of Surfactants and Detergents, 2011, 14(2): 173-177.

[8] Mondal M G, Pratap A P. Synthesis and performance properties of cationic fabric softeners derived from free fatty acid of tallow fat[J]. Journal of Oleo Science, 2016, 65(8): 663-670.

[9] Yang Xueping (杨雪苹), Jiang Wenwei (蒋文伟), Chu Yuyu (褚钰宇). 硬脂酸三乙醇胺酯的合成优化[J]. Knitting Industries (针织工业), 2009, 37(8): 64-67.

[10] Wang Youguo (王友国), Wang Peiwei(王佩维),Yao Chenzhi(姚晨之),*et al*. Analysis of triethanolamine esters of stearic acid used to synthesize new softene [J]. Leather Chemicals (皮革化工), 2004, 21(6): 29-33.

[11] Wang Peiyi (王培义). 琥珀酸酯磺酸盐的合成与性能[J]. Surfactant Industry (表面活性剂工业), 1995, 12(3): 17-24.

[12] Wang Lianjun (王连军), Wu Jianguo (伍建国). Study on synthesis and property of betaine softener of triethanolamine stearic acid ester[J]. Textile Auxiliaries (印染助剂), 2006, 23(5): 19-22.

[13] Liu Xueguo (刘学国). Synthesis, properties of novel trimeric surfactants and the interactions with water soluble macromolecules[D]. Wuhan: Wuhan University (武汉大学), 2014.

[14] Liu Aizhen (刘爱珍), Qiang Xihuai (强西怀), Li Yamin (李亚敏), *et al*. Preparation and properties of aliphatic alcohol polyoxyethylene ether cationic polyurethane surfactants[J]. Find Chemicals (精细化工), 2016, 33(10): 1086-1091.

[15] Fang Yun (方云). 克拉夫点(KP)与 CMC, π_{max} 的关系[J]. China Surfactant Detergent & Cosmetics (日用化学工业), 1991, 21(1): 20-24.

[16] Wang Peiyi (王培义), Xu Baocai (徐宝财), Wang Jun (王军). 表面活性剂—合成·性能·应用[M]. Beijing: Chemical Industry Press (化学工业出版社), 2007: 122-135,194-199.

[17] Jia Jinying (贾金英), Yan Jie (闫杰), An Yue (安悦), *et al*. 琥珀酸酯磺酸盐 Gemini 表面活性剂的合成及表面活性[J]. Chinese Journal of Applied Chemistry (应用化学), 2011, 28(10): 1184-1188.

[18] Zhang Lu (张路), Luo Lan (罗澜), Zhao Sui (赵濉), *et al*. Effect of hydrophilic-lipophilic ability of surfactant on dynamic interfacial tensions[J]. Acta Physico-chimica Sinica(物理化学学报),2001, 17(1): 62-65.