

Вайке ЛААН, С. ФАЙНГОЛЬД

СИНТЕЗ АМФОЛИТНЫХ ПАВ ТИПА 2-[1-МЕТИЛАЛКИЛАМИНО]-  
ЭТИЛСУЛЬФАТОВVaike LAAN, S. FAINGOLD. 2-[1-METÜÜLALKÜÜLAMINO]ETÜÜLSULFAADI TÜÜPI AMFO-  
LÜÜTSETE PINDAKTIIVSETE AINETE SÜNTEESVaike LAAN, S. FAINGOLD. THE SYNTHESIS OF THE AMPHOLITIC DETERGENTS OF  
2-[1-METHYLALKYLAMINO]ETHYLSULPHATES

В последние годы появилась необходимость в синтезе моющих средств, которые обеспечивали бы высокую моющую способность композиций без введения в них фосфорных солей, загрязняющих водоемы.

Несколько рецептов моющих средств, включающих натриевые соли жирных кислот, диспергаторы кальциевых мыл, карбоксиметилцеллюлозу и т. д., уже предложено, но они не достаточно эффективны, так как синтезированные до сих пор диспергаторы кальциевых мыл обладают слабыми поверхностно-активными свойствами и моющим действием [1-6].

В настоящей работе приводятся данные о синтезе азотсодержащих амфолитных ПАВ типа 2-[1-метилалкиламино]этилсульфатов, которые могут найти применение для получения моющих средств, не содержащих фосфаты.

Вещества синтезированы сульфатированием соответствующих аминок спиртов. В литературе имеются данные о сульфатировании некоторых представителей *N*-замещенных аминок спиртов. Сульфатирование пяти *N,N*-диалкилзамещенных 2-аминоэтанолов проводили простым добавлением олеума к аминок спирту при 0°C [7]. Соединения общей формулы  $(RCH_2)_2NCH_2CH_2OH$ , где *R* — длинноцепочечный алкилфенил, сульфатировали хлорсульфоновой кислотой в хлороформе или 1,2-дихлорэтаноле [8]. Этот же метод был использован для синтеза сульфата *N*-(2-этилгексил)-2-аминоэтанола [9].

Сульфатирование 2-[1-метилалкиламино]этанолов-(1) было проведено комплексом  $SO_3$ -пиридин в безводном ацетоне и комплексом  $SO_3$ -диоксан в 1,2-дихлорэтаноле.

2-[1-метилалкиламино]этанола синтезировали из 2-аминоэтанола и соответствующих 2-бромалканов. Алканола-2, полученные реакцией Гриньяра, бромировали бромистым водородом по известной методике [10].

При получении 2-[1-метилалкиламино]этанолов использовалась реакция алкилгалоидов с моноэтанолоамином [11, 12] при соотношении алкилгалоида и моноэтанолоамина — 1 : 4,5. В качестве растворителя использовали этиловый спирт. Характеристика полученных 2-[1-метилалкиламино]этанолов-(1) приведена в табл. 1. Газохроматографический анализ проводили на колонке длиной 3 м. Твердой фазой служил Chromation NAW DMCS, а жидкой — апиезон *L*.

Сульфатирование 2-[1-метилалкиламино]эфиров-(1) проводили комплексом  $SO_3$ -пиридин в безводном ацетоне в избытке сульфатирующего агента 1 : 1,1. После кипения в течение 1 ч реакционная смесь становилась гомогенной. Несульфатированные вещества экстрагировали



Таблица 1

## Характеристика 2-[1-метилалкиламино]этанолов-(1)

Название	Удельный вес $d_4^{20}$		Показатель преломления $n^{25}$		Температура кип., °С мм	
	$d_{25}^{25}$ [14]	Определен	[14]	Определен	[14]	Определен
2-[1-метилпентиламино]-этанол-(1)				1,4472		89—92 <sup>5</sup> 78 <sup>1-2</sup>
2-[1-метилгептиламино]-этанол-(1)	0,8751	0,8764	1,4501	1,4501	130—130,5 <sup>12</sup>	106—111,5 <sup>2</sup> 147 <sup>25</sup> 151—151,5 <sup>30</sup>
2-[1-метилнониламино]-этанол-(1)	0,8712	0,8714	1,4528	1,4528	149—150 <sup>9</sup>	122—125 <sup>5</sup> 132 <sup>2</sup>
2-[1-метилундециламино]-этанол-(1)		0,8704		1,4547		142—146,5 <sup>4-5</sup> 152—157,5 <sup>7-8</sup> 146 <sup>4</sup>
2-[1-метилтридециламино]-этанол-(1)		0,8672		1,4563		151,5 <sup>2</sup>

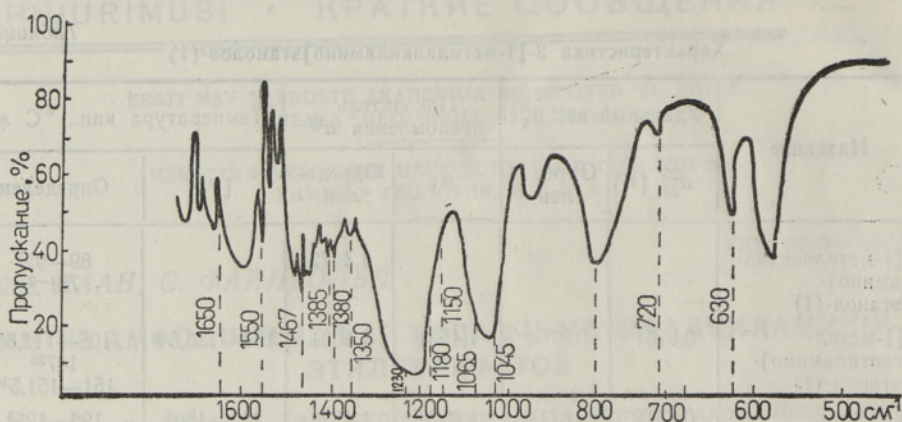
Таблица 2

## Результаты титрования продуктов сульфатирования 2-[1-метилалкиламино]этанолов-(1)

Название продукта	Молек. вес	мг-экв $C_2H_5ONa$ на 1 г вещества	
		Определено	Теоретическое
2-[1-метилпентиламино]-этилсерная кислота	225,3	4,47	4,46
2-[1-метилгептиламино]-этилсерная кислота	253,3	3,96	3,96
2-[1-метилнониламино]-этилсерная кислота	281,4	3,57	3,57
2-[1-метилундециламино]-этилсерная кислота	309,5	3,26	3,25
2-[1-метилтридециламино]-этилсерная кислота	337,5	2,93	2,97

гексаном, водный раствор подвергали выпариванию при температуре жидкости 60° и высушивали при 50—60°. Активное вещество экстрагировали абсолютным спиртом и обрабатывали ацетоном до получения белых кристаллов, продукт был анализирован титрованием этилатом натрия в абсолютном спирте в присутствии индикатора фенолфталеина (табл. 2). По этим данным продукт представляет собой внутреннюю соль 2-[1-метил-алкиламино]этилсерной кислоты. После перевода в натриевую соль он может быть подвергнут обратному титрованию *n*-толуолсульфокислотой в присутствии индикатора метилового желтого [13]. Натриевые соли сульфаминовой кислоты обратному титрованию не подвергаются.

На рисунке приведена ИК-спектрограмма, снятая на спектрометре UR-10. ИК-спектр содержит набор интенсивных полос поглощения в области 1650—600  $cm^{-1}$ .



Такие же результаты элементарного и спектрального анализов показали продукты сульфатирования алкиламиноспиртов комплексом  $\text{SO}_3$ -диоксан.

При сульфатировании комплексом  $\text{SO}_3$ -диоксан температура реакционной смеси была около  $25^\circ$  и продолжительность реакции 2 ч, при  $\text{SO}_3$ -пиридин соответственно  $56^\circ$  и 1 ч.

Выходы целевых продуктов при сульфатировании комплексом  $\text{SO}_3$ -диоксан были в два раза больше, чем при сульфатировании комплексом  $\text{SO}_3$ -пиридин.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Maerker G., Linfield W. W., *Rev. franç. des corps gras*, **20**, 255 (1973).
2. Lauchus P., *Seifen-Öle-Fette-Wachse*, **98**, 869 (1972).
3. Schulze K., Westernacher H., VI Международный конгресс по поверхностно-активным веществам, Цюрих, 11—15 сентября 1972 г.
4. Cummins R. W., *Detergent Age*, **5**, 21, 26 (1968).
5. Pitts P. M., *J. ibid.*, **5**, 20, 70 (1968).
6. Noble W. R., Bistline R. G., Lindfield W. M., *Soap, Cosmetics, Chem. Specialties*, **49**, 63 (1972).
7. Jakubovic A. O., Brook B. N., *Polymer*, **2**, 18 (1960).
8. Stayner R. D., Stayner R. A., U. S. Patent 2697657; *Chem. Abstrs.*, **49**, 6632 (1955).
9. I. G. Farbenindustrie A. G., U. S. Dept. Commerce, OTS Rept., PB 70, 183.
10. Синтезы органических препаратов, сб. 1, М., 1949, с. 112.
11. Rumf P., Kwass R., *Bl.* **5**, 349 (1943).
12. Goldberg A. A., U. S. Patent 2, 139, 818; British Patent 482, 886.
13. Бауер К., Анализ органических соединений, М., 1953.
14. Core A. C., Handcock E. M., *Amer. Chem. Soc.*, **64**, 1504 (1942).

Институт химии  
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию  
28/VI 1974