EESTI NSV TEADUSTE AKADEEMIA TOIMETISED. 24. KÖIDE
KEEMIA • GEOLOOGIA. 1975, NR. 4

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК ЭСТОНСКОЙ ССР. ТОМ 24
ХИМИЯ • ГЕОЛОГИЯ. 1975, № 4

https://doi.org/10.3176/chem.geol.1975.4.07

УДК 547.435 : 661.185

Вайке ЛААН, С. ФАЙНГОЛЬД

СИНТЕЗ АМФОЛИТНЫХ ПАВ ТИПА 2-[1-МЕТИЛАЛКИЛАМИНО]-ЭТИЛСУЛЬФАТОВ

Vaike LAAN, S. FAINGOLD. 2-[1-METÜÜLALKÜÜLAMINO]ETÜÜLSULFAADI TÜÜPI AMFOLÜÜTSETE PINDAKTIIVSETE AINETE SÜNTEES

Vaike 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 рецептур 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 аминоспиртов. В литературе имеются данные о сульфатировании некоторых представителей *N*-замещенных аминоспиртов. Сульфатирование пяти *N*, *N*-диалкилзамещенных 2-аминоэтанолов проводили простым добавлением олеума к аминоспирту при 0°C [7]. Соединения общей формулы $(RCH_2)NCH_2CH_2OH$, где *R* — длинноцепочечный алкилфенил, сульфатировали хлорсульфоновой кислотой в хлороформе или 1,2-дихлорэтане [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-дихлорэтане.

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

При получении 2-[1-метилалкиламино]этанолов использовалась реакция алкилгалоидов с моноэтаноламином [11, 12] при соотношении алкилгалоида и моноэтаноламина — 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., °C *мм*	
	d_{25}^{25} [14]	Определен	[14]	Определен	[14]	Определен
2-[1-метилпентиламино]-этанол-(1)				1,4472		$89—92^5$ 78^{1-2}
2-[1-метилгептиламино]-этанол-(1)	0,8751	0,8764	1,4501	1,4501	$130—130,5^{12}$	$106—111,5^2$ 147^{25} $151—151,5^{30}$
2-[1-метилнониламино]-этанол-(1)	0,8712	0,8714	1,4528	1,4528	$149—150^9$	$122—125^5$ 132^2
2-[1-метилундециламино]-этанол-(1)		0,8704		1,4547		$142—146,5^{4-5}$ $152—157,5^{7-8}$ 146^4
2-[1-метилтридециламино]-этанол-(1)		0,8672		1,4563		$151,5^2$

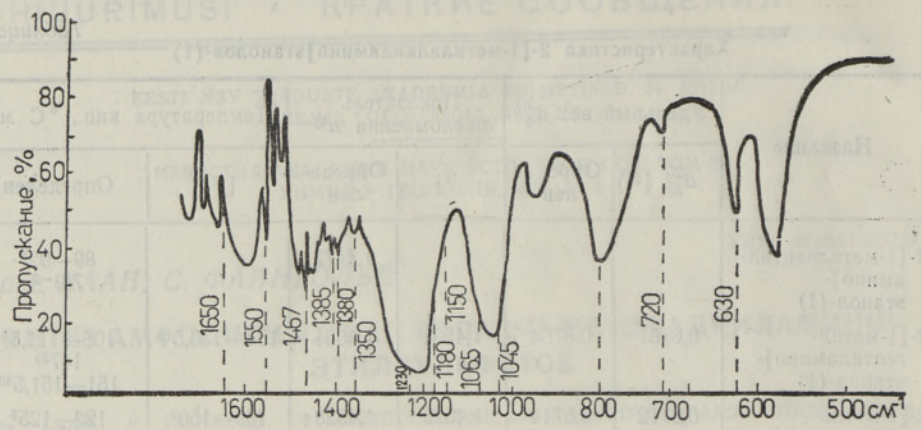
Таблица 2

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-метил-пентиламино]-этилсерная кислота	225,3	4,47	4,46
2-[1-метил-гептиламино]-этилсерная кислота	253,3	3,96	3,96
2-[1-метил-нониламино]-этилсерная кислота	281,4	3,57	3,57
2-[1-метил-ундециламино]-этилсерная кислота	309,5	3,26	3,25
2-[1-метил-тридециламино]-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 переведения в натриевую соль он может быть подвергнут обратному титрованию *п*-толуолсульфокислотой в присутствии индикатора метилового желтого [13]. Натриевые соли сульфоаминовой 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 *см*$^{-1}$.



Такие же результаты элементарного и спектрального анализов показали продукты сульфатирования алкиламиноспиртов комплексом SO_3-диоксан.

При сульфатировании комплексом SO_3-диоксан температура реакционной смеси была около 25° и продолжительность реакции 2 *ч*, при SO_3-пиридин соответственно 56° и 1 *ч*.

Выходы целевых продуктов при сульфатировании комплексом SO_3-диоксан были в два раза больше, чем при сульфатировании комплексом 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., Lindfeld 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. Cope A. C., Handcock E. M., Amer. Chem. Soc., **64**, 1504 (1942).

Институт химии
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию
28/VI 1974