



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 10.08.79 (P. 217712)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 27.03.81

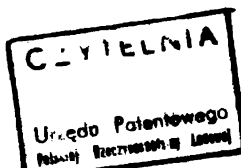
Opis patentowy opublikowano: 25.07.1985

Int. Cl.⁸ C07C 143/14

C07C 101/00

C07F 5/02

C07F 9/02



Twórcy wynalazku: Ewa Zielińska, Ewa Łukawska, Dionizy Gasztych,
Wiesław Szelejewski, Jerzy Umiński,
Alojzy Kłopotek, Adam Janas

Uprawniony z patentu: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego,
Gliwice; Instytut Chemii Przemysłowej,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania betain z amin trzeciorzędowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania amfoterycznych środków powierzchniowo czynnych typu betain o ogólnym wzorze 1, w którym R_1 oznacza metyl lub etyl, R_2 oznacza H lub grupę $-OH$, R_3 oznacza grupę alkoksymetylową $ROCH_2-$ lub grupę alkiloaminową $RNH-$, R oznacza rodnik alkilowy $C_{10}-C_{14}$, a X^- — oznacza grupę sulfonową, fosforanową, nadboranową, winianową lub cytrynianową z amia trzeciorzędowych.

Dotychczas betainy otrzymuje się z amin trzeciorzędowych, epichlorohydryny i soli sodowych kwasów nieorganicznych lub organicznych. Stosuje się aminy trzeciorzędowe długołańcuchowe, w których łańcuch alkilowy jest łańcuchem prostym o 12—18 atomach węgla, np. oktaacylodwumetyloaminę. Aminy takie są surowcem trudno dostępnym. Otrzymane z nich betainy mają stosunkowo słabą rozpuszczalność, zwłaszcza w zimnej wodzie, co znacznie ogranicza ich stosowanie.

W sposobie według wynalazku jako aminę trzeciorzędową stosuje się N,N-dwualkilo-N',(2-hydroksy-3-alkoksy) propyloaminę o ogólnym wzorze 2, w którym R oznacza rodnik alkilowy $C_{10}-C_{14}$, a R_1 oznacza metyl lub etyl.

W rozwiązaniu alternatywnym jako aminę trzeciorzędową stosuje się N-alkilo-N'-dwualkiloetylenodwuaminę o ogólnym wzorze 3, w którym R oznacza rodnik alkilowy $C_{10}-C_{14}$, a R_1 oznacza metyl lub etyl.

2

Jako sól sodową kwasów nieorganicznych lub organicznych stosuje się siarczyny sodowej, fosforan sodowy, boraks, winian sodowy lub cytrynian sodowy.

Przez wprowadzenie do łańcucha hydrofobowej części 5 drobiny grupy hydroksyeterowej lub grupy aminowej zwiększa się rozpuszczalność betain.

Betainy otrzymuje się w sposób następujący: aminę 10 według wzoru 2 lub 3 poddaje się reakcji z epichlorohydryną w środowisku wodnym w temperaturze korzystnie $45^\circ C$ przy silnym mieszaniu, utrzymując pH w granicach 7—8 przez wkraplanie 20%-owego roztworu kwasu solnego i otrzymując związek pośredni, chlorek amoniowy. Następnie dodaje się sól sodową 15 kwasów organicznych lub nieorganicznych, podnosi temperaturę korzystnie do $90^\circ C$ i ogrzewa przez kilka godzin. Po skończonej reakcji otrzymaną betainę osusza się na wyparce próżniowej oraz oczyszcza od chlorku sodu przez ekstrakcję izopropanolem.

20 Związki uzyskane według wynalazku charakteryzują się dobrą rozpuszczalnością w wodzie, bardzo skutecznym obniżeniem napięcia powierzchniowego, dobrymi własnościami myjącymi, a także bakteriostatycznością.

25 **P r z y k ł a d I.** 31,5 g (0,1 mola) N,N-dwuetylo-N-(2-hydroksy-3-dodecyloksy) propyloaminy, 9,25 g (0,1 mola) epichlorohydryny oraz 200 ccm wody utrzymywano w temperaturze $45^\circ C$ przez 4 godziny, intensywnie mieszając i utrzymując pH w granicach 7—8 30 przez wkraplanie 20%-owego roztworu kwasu solnego.

Następnie dodawano 12,6 g (0,1 mola) bezwodnego siarczynu sodu, podnoszono temperaturę do 90°C i mieszano przez 4 godziny. Z mieszaniny reakcyjnej usuwano wodę na wyparce próżniowej. Surową sulfobetainę oddzielano od chlorku sodu przez ekstrakcję izopropanolem. Otrzymany produkt, 3-[N,N-dwumetylo-N-(2-hydroksy-3-dodecyloksypropyloamonio)] - 2 - hydroksypropylo-1-sulfonian, ma postać gęstej pasty, krzepnącej w +5°C. Wydajność reakcji wynosi 80%.

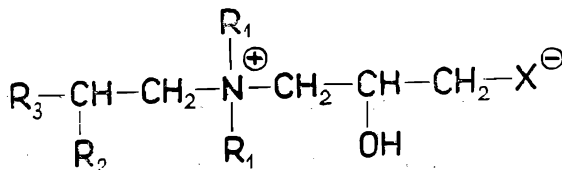
Przykład II. 25,9 g (0,1 mola) N,N-dwumetylo-N-(2-hydroksy-3-decyloksy) propyloaminy, 9,25 g (0,1 mola) epichlorohydryny, 200 ccm wody, 35,8 g (0,1 mola) fosforanu sodowego Na₂HPO₄ 12 H₂O. Metodyka postępowania jak w przykładzie I. Otrzymany produkt, 3-[N,N-dwumetylo-N-(2-hydroksy-3-decyloksypropyloamonio)] - 2-hydroksypropylo-1-fosforan ma postać gęstej pasty. Wydajność 85%.

Przykład III. 14 g (0,055 mola) N-dodecylo-N'-dwumetyloetylenodwuaminy, 5,08 g (0,055 mola) epichlorohydryny, 70 ccm wody ogrzewano do temperatury 35°C, intensywnie mieszając i utrzymując pH w granicach 7-8 przez wkraplanie 20%-owego kwasu solnego. Po kilku godzinach, korzystnie czterech, podnoszono temperaturę do 95°C, dodawano 6,93 g (0,055 mola) bezwodnego siarczynu sodu i ogrzewano przez 4 godziny. Dalsze postępowanie jak w przykładzie I. Wydajność 92%. Otrzymany 3-(N-dodecylo-N'-dwumetyloetylenodwuaminoamonio)-2-hydroksypropylo-1-sulfonian jest gęstą pastą o żółtym zabarwieniu.

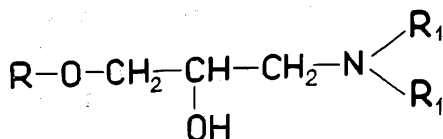
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania betain o wzorze ogólnym 1, w którym R₁ oznacza metyl lub etyl, R₂ oznacza grupę —OH, R₃ oznacza grupę alkoksymetylową ROCH₂—, R oznacza rodnik alkilowy C₁₀—C₁₄ a X — oznacza grupę sulfonową, fosforanową, nadboranową, winianową lub cytrynianową, przez reakcję aminy trzeciorzędowej, epichlorohydryny i soli sodowej kwasów nieorganicznych lub organicznych, **znamienny tym**, że jako aminę trzeciorzędową stosuje się N,N-dwualkilo-N-(2-hydroksy-3-alkoksy) propyloaminę o ogólnym wzorze 2 którym R oznacza rodnik alkilowy C₁₀—C₁₄, a R₁ oznacza metyl lub etyl, a jako sól sodową kwasów nieorganicznych lub organicznych stosuje się siarczyny sodowy, fosforan sodowy, boraks, winian sodowy lub cytrynian sodowy.

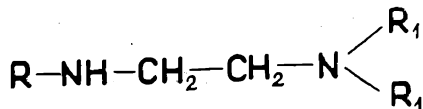
2. Sposób wytwarzania betain o wzorze ogólnym 1, w którym R₁ oznacza metyl lub etyl, R₂ oznacza H, R₃ oznacza grupę alkiloaminową RNH—, R oznacza rodnik alkilowy C₁₀—C₁₄ a X — oznacza grupę sulfonową, fosforanową, nadboranową, winianową lub cytrynianową, przez reakcję aminy trzeciorzędowej, epichlorohydryny i soli sodowej kwasów nieorganicznych lub organicznych, **znamienny tym**, że jako aminę trzeciorzędową stosuje się N-alkilo-N'-dwualkiloetylenodwuaminę o wzorze ogólnym 3, w którym R oznacza rodnik alkilowy C₁₀—C₁₄, a R₁ oznacza metyl lub etyl, a jako sól sodową kwasów nieorganicznych lub organicznych stosuje się siarczyny sodowy, fosforan sodowy, boraks, winian sodowy lub cytrynian sodowy.



wzór 1



wzór 2



wzór 3