POLSKA RZECZPOSPOLITA LUDOWA

URZĄD PATENTOWY PRL

OPIS PATENTOWY

135 546

Patent dodatkowy do patentu ———

Zgłoszono: 82 05 12 /P.236384/

Pierwszeństwo: ———

Zgłoszenie ogłoszono: 84 04 09

Opis patentowy opublikowano: 1986 12 31

Int. Cl.[3] C07C 101/00
C07F 9/02
C11D 1/90

CZYTELNIA Urzędu Patentowego

Twórcy wynalazku: Ewa Łękawska, Ewa Zielińska, Dionizy Gasztych

Uprawniony z patentu: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego, Gliwice /Polska/

SPOSÓB OTRZYMYWANIA NOWYCH POCHODNYCH BETAIN

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych pochodnych betain jak winianowa, cytrynianowa i fosforanowa o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza łańcuch alkilowy prosty o 12-22 atomach węgla, a X oznacza grupę winianową, cytrynianową lub fosforanową o wzorze ogólnym 2,3 lub 4.

Stwierdzono, że można otrzymać nieznane pochodne betain jak winianowe, cytrynianowe i fosforanowe, które w odróżnieniu od znanych sulfonowych betain, z uwagi na zawartość w cząsteczce składników występujących w organizmach żywych, łatwo rozkładalnych biologicznie / pochodne kwasów cytrynowego, winowego ,fosforowego/ nie stanowią zagrożenia dla środowiska naturalnego. Mają one bardzo dobre własności suspendowania brudu, a także własności bakteriobójcze, dezynfekcyjne, sekwestrujące, antyelektrostatyczne. Zapobiegają redepozycji brudu, nie wywołują eutrofizmu, nie drażnią oczu.

Sposób otrzymywania nowych pochodnych betain o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza łańcuch alkilowy prosty o 12-22 atomach węgla, a X oznacza grupę o wzorze ogólnym 2,3 lub 4 według wynalazku polega na tym, że epichlorohydrynę poddaje się reakcji w temperaturze około 100°C z cytrynianem dwusodowym, winianem jednosodowym lub fosforanem dwusodowym tak długo, aż zawartość soli sodowej spada poniżej 1%, po czym otrzymaną mieszaninę zawierającą związek o wzorze ogólnym 5 w którym X oznacza grupę o wzorze ogólnym 2,3 lub 4, którego się nie wyodrębnia, traktuje się trzeciorzędową aminą o wzorze ogólnym 6, w którym R ma znaczenie takie jak we wzorze 1, w temperaturze 90-100°C w środowisku wodnym. Reakcję prowadzi się tak długo, aż zawartość aminy osiągnie wartość poniżej 0,5%. Otrzymane związki o wzorze ogólnym 1 osusza się przez oddestylowanie wody na wyparce próżniowej,oczyszcza od chlorku sodowego przez ekstrakcję izopropanolem oraz od aminy przez ekstrakcję eterem naftowym.

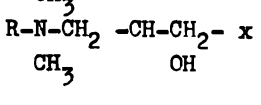
P r z y k ł a d I. Do kolby czteroszyjnej o pojemności 250cm^3 zaopatrzonej w mieszadło teflonowe, termometr, wkraplacz i chłodnicę zwrotną wprowadzono 0,2 mola cytrynianu dwusodowego oraz 4 mole wody destylowanej, podgrzewano do 100°C i wkraplano w czasie 30 minut 0,46 mola epichlorohydryny. Po wkropleniu mieszaninę ogrzewano w 100°C tak długo, aż zawartość cytrynianu dwusodowego wyniosła poniżej 1%. Następnie dodawano 0,2 mola N,N - dwumetylo-N-dodecyloaminy i prowadzono dalej rekację w 90-100°C, aż zawartość aminy osiągała wartość poniżej 0,5%. Z mieszaniny poreakcyjnej usuwano wodę w wyparce próżniowej w temperaturze 50°C. Surowy produkt oddzielono od chlorku sodowego przez ekstrakcję izopropanolem, a od aminy przez ekstrakcję eterem naftowym. Wydajność 82%. Otrzymana betaina miała postać bezbarwnego smaru, jej rozpuszczalność w wodzie w temperaturze 30°C wynosiła 91,4%, zdolność myjąca 75% napięcie powierzchniowe w N/m : 38,0 . 10^{-3} / przy pH = 2/, 39,6 . 10^{-3}/pH = 6/,37,5·10^{-3}/pH=10/.

P r z y k ł a d II. Do aparatury opisanej w przykładzie I wprowadzono 0,2 mola winianu jednosodowego oraz 3 mole wody destylowanej podgrzewano do 100°C i wkraplano w czasie 30 minut 0,46 mola epichlorohydryny. Po wkropleniu mieszaninę ogrzewano w 100°C tak długo, aż zawartość winianu wynosiła poniżej 1%. Następnie dodawano 0,2 mola N,N-dwumetylo-N- dodecyloaminy i prowadzono dalej reakcję w 90-100°C, aż zawartość aminy wynosiła poniżej 0,5%. Dalej postępowano tak jak w przykładzie I. Wydajność 85%. Otrzymana betaina miała postać bezbarwnego smaru, jej rozpuszczalność w wodzie w temperaturze 300°C wynosiła 90,8% zdolność myjąca 78%, napięcie powierzchniowe w N/ m : 35,5 . 10^{-3} /pH = 2/,37,2 • 10^{-3}/pH = 6/, 34,2 • 10^{-3} / pH = 10/.

P r z y k ł a d III. Aparatura, substraty i parametry reakcji jak w przykładzie II, z tą różnicą, że zastosowano N,N-dwumetylo-N-oktadecyloaminę. Wydajność 80%. Otrzymana betaina była ciałem stałym o temperaturze topnienia 60-63°C, jej rozpuszczalność w wodzie w 30°C wynosiła 88,6%, zdolność myjąca 76%, napięcie powierzchniowe w N"m : 36,2 • 10^{-3} /pH = 2/, 38,0 • 10^{-3} /pH = 6/ 34,8 •10^{-3}/pH=10/.

P r z y k ł a d IV. Do aparatury opisanej w przykładzie I wprowadzono 0,2 mola fosforanu dwusodowego oraz 4 mole wody destylowanej, podgrzewano do 100°C i wkraplano w czasie 30 minut 0,46 mola epichlorohydryny. Po wkropleniu mieszaninę ogrzewano w 100°C tak długo, aż zawartość fosforanu wynosiła poniżej 1%. Następnie dodawano 0,2 mola N,N-dwumetylo-N-oktadecyloaminy i prowadzono dalej reakcję w 90-100°C, aż zawartość aminy wyniosła poniżej 0,5%. Dalej postępowano tak jak w przykładzie I. Wydajność 83%. Otrzymana betaina była ciałem stałym o temperaturze topnienia 122-124°C, jej rozpuszczalność w wodzee w 30° C wynosiła 85,2% zdolność myjąca 78%, napięcie powierzchniowe w N/m : 41,8 . 10^{-3} /pH = 2/, 44,3 . 10^{-3}/Ph=6/, 37, 0 . 10^{-3} / pH = 10/.

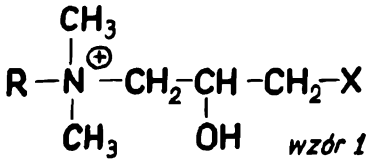
Ocena mikrobiologiczna skuteczności działania na drobnoustroje betain o wzorze



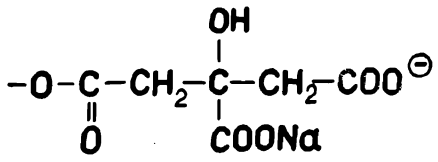
Nazwa betainy	R	Stężenie drobnoustrojobójcze w %			
		Escherichia coli	Pseudomonas aeruginosa	Staphylococcus aureus	Candida albicans
Cytrynianobetaina	$C_{15}H_{25}$	0,5	0,5	0,012	0,25
Winianobetaina	$C_{12}H_{25}$	0,25	1	0,5	0,1
Winianobetaina	$C_{18}H_{37}$	0,3	0,8	0,1	0,1
Fosforanobetaina	$C_{18}H_{37}$	0,6	0,5	0,6	0,6

Zastrzeżenie patentowe

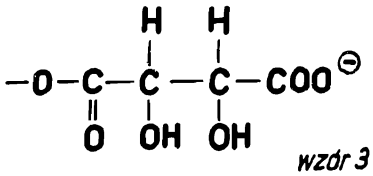
Sposób otrzymywania nowych pochodnych betain o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza łańcuch alkilowy prosty o 12-22 atomach węgla X oznacza grupę o wzorze ogólnym 2,3 lub 4, znamienny tym, że epichlorohydrynę poddaje się reakcji w temperaturze około 100°C z cytrynianem dwusodowym, winianem jednosodowym lub fosforanem dwusodowym, po czym otrzymaną mieszaninę, zawierającą związek o wzorze ogólnym 5, w którym X oznacza grupę o wzorze ogólnym 2,3 lub 4, traktuje się trzeciorzędową aminą o wzorze ogólnym 6, w którym R ma wyżej określone znaczenie, w temperaturze 90-100°C w środowisku wodnym.



wzór 1

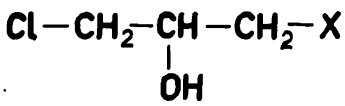


wzór 2

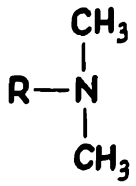


wzór 3

wzór 4



wzór 5



wzór 6