



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

215 910

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 02 01 80

(21) PV 3-80

(51) Int. Cl.³ G 11 D 1/46

(40) Zverejnené 30 01 81

(45) Vydané 01 10 84

(75)

Autor vynálezu

LŮBKEOVÁ SOŇA prom. farm., MAJER JAROSLAV prof. RNDr. DrSc.,
BRATISLAVA, NOVÁK JAN ing. CSc., RAKOVNÍK

(54)

Spôsob výroby tenzidov na báze komplexónov monoamínového typu s hydroxyalkylovou skupinou v molekule

1

Vynález sa týka výroby tenzidov na báze komplexónov monoamínového typu s hydroxyalkylovou skupinou v molekule obecného vzorca
$$\begin{array}{c} \text{R}-\text{N}-\text{CH}_2-\text{COOX} \\ | \\ \text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH} \end{array}$$
 ktoré predstavujú nové tenzidy s

chelatačným účinkom.

V súčasnosti sú známe 2-amino-/ N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / mastné kyseliny s uhľíkatým reťazcom do C₃. Tieto látky boli pripravené reakciou aminorov s halogénkyselinami vo vodnoalkalickom prostredí: Schwarzenbach G., Anderegg G., Schneider W., Senn H.: *Helv. chim. acta* 38, 1147 (1955), Jokl V., Majer J., Mazáčová M.: *Chem. zvesti* 18, 585 (1964), Vieles P., Pascal M., Sequin J.: *Compt. rend.* 238, 1819 (1954), Djatlova N. M. a kol.: *Ž. neorg. chim.* 10, 1131 (1965), Majer J., Riečanská E.: *Chem. zvesti* 22, 15 (1968).

Príprava tenzidov zo skupiny 2-amino-/ N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / mastných kyselín s uhľíkatým reťazcom dlhším ako C₆ podľa uvedených prác nie je možná. Nevýhody známeho stavu odstraňuje spôsob ich výroby podľa vynálezu. Spôsob výroby je jednoduchý, izolácia produktov je rýchla a jednoduchá. Výťažky reakcie sú 70 - 80% teórie. Získavajú sa látky vysokej čistoty. Tieto látky majú možnosť širokého využitia v praxi.

Podstatou vynálezu je spôsob výroby tenzidov na báze komplexónov monoamínového typu s hydroxyalkylovou skupinou v molekule obecného vzorca
$$\begin{array}{c} \text{R}-\text{N}-\text{CH}_2-\text{COXX} \\ | \\ \text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH} \end{array}$$

kde $R = \text{CH}_3 - / \text{CH}_2 /_n - \text{CH} - \text{COOX}$

$n = 3 - 17$

$X = \text{H}, \text{Na}, \text{K}, \text{NH}_4^+, \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5, \text{C}_3\text{H}_7$

vyznačujúci sa tým, že sa 10 až 20 %-ný roztok halogénmastnej kyseliny v alkohole kondenzuje pri 50 až 75 °C s 2-aminoetanolom v molárnom pomere 1 ku 2 až 3 načo sa izoluje jednoduchým odfiltrovaním 2-amino- / N-2-hydroxyalkyl / mastná kyselina vysokej čistoty a táto sa v druhom stupni v 2 až 20 %-nej koncentrácii v reakčnej zmesi kondenzuje pri 50 až 100 °C s príslušnou soľou kyseliny monochlóroctovej v molárnom pomere 1 ku 2 až 3 vo vodnoalkoholickom prostredí pri stálej hodnote pH 9 až 11 pričom volhá 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / mastná kyselina sa izoluje okyselením zriedenou kyselinou chlorovodíkovou v pomere 1 ku 1 na pH 1,5 až 1,8, z ktorej po izolácii sa pripraví amónna soľ neutralizáciou s hydroxydom amónnym, alebo ester zahriatim s 15 až 40 násobným množstvom príslušného bezvodého alkoholu za súčasného zavádzania plynného chlorovodíka do reakčnej zmesi po dobu 30 až 50 hodín a izoláciou esteru destiláciou.

P r í k l a d 1

11,2 g (0,04 mol) kyseliny 2-brómlaurovej sa rozpustí v 100 ml 99,5 % etanolu a pridá sa 6,7 g (0,12 mol) 2-aminoetanolu v 20 ml etanolu 99,5 %. Reakčná zmes sa zahrieva na vodnom kúpeli pri 80 °C 4 hodiny. Získaná 2-amino / N-2-hydroxyetyl / laurová kyselina $\text{C}_{14}\text{H}_{29}\text{NO}_3$ sa odfiltruje a premyje s etanolom a vodou. Výťažok: 50 % teórie.

2,6 g (0,01 mol) 2-amino / N-2-hydroxyetyl / laurovej kyseliny (EtaLa) sa zneutralizuje s NaHCO_3 v 65 ml 75 % etanolu. Pri 80 °C pridá sa k sodnej soli kyseliny EtaLa 1,8 g (0,015 mol) monochlóroctanu sodného v 37 ml vody a 10 ml 6% roztoku NaOH, aby pH reakčnej zmesi bolo 9 - 11. Reakčná zmes sa zahrieva na vodnom kúpeli pri 80 °C 24 hodín. Reakčný produkt môže byť po vysušení priamo použitý ako surovina na výrobu detergentov. Produkt vo forme volnej kyseliny sa izoluje okyselením reakčnej zmesi zriedenou kyselinou chlorovodíkovou (1:1) na pH 1,5. Po odsatí sa produkt premýva na filtri destilovanou vodou do neutrálnej reakcie a negatívnej reakcie na prítomnosť halogénu. Izolovaná 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / laurová kyselina $\text{C}_{16}\text{H}_{31}\text{NO}_5$ sa čistí prezrážaním. Výťažok: 79,5 % teórie.

Analýza: $\text{C}_{14}\text{H}_{29}\text{NO}_3$

teoret.: %C = 64,86, %H = 11,23, %N = 5,40

nájdene: %C = 64,84, %H = 11,41, %N = 5,37

Teplota topenia = 205 °C (subl.)

$\text{C}_{16}\text{H}_{31}\text{NO}_5$

teoret.: %C = 60,54, %H = 9,84, %N = 4,41

nájdene: %C = 60,75, %H = 9,96, %N = 4,51

Teplota topenia = 86,5 - 87,0 °C

Z izolovanej 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / laurovej kyseliny sa neutralizáciou s hydroxydom amónnym v molárnom pomere 1:2 pripraví dvojamónna soľ 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-Karboxymetyl / kyseliny laurovej.

Povrchová aktivita:

hodnoty povrchového napätia γ [$\text{N/m} \cdot 10^{-3}$] dvojsodnej soli 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / kyseliny laurovej v závislosti na teplote.

Koncentr.

g/l	25 °C	40 °C	60 °C	80 °C
0,006	46,65	52,60	64,31	59,13
10,0	53,92	51,55	48,86	44,90

P r í k l a d 2

14,5 g (0,04 mol) kyseliny 2-brómstearovej sa rozpustí v 100 ml 99,5 % etanolu a pridá sa 6,7 g (0,12 mol) 2-aminoetanolu v 30 ml etanolu 99,5 %. Reakčná zmes sa zahrieva na vodnom kúpeli pri 80 °C 4 hodiny. Získaná 2-amino / N-2-hydroxyetyl / stearová kyselina $\text{C}_{20}\text{H}_{41}\text{NO}_3$ sa odfiltruje a premyje s etanolom a vodou. Výťažok: 60 % teórie.

3,4 g (0,01 mol) 2-amino- / N-2-hydroxyetyl / stearovej kyseliny (EtaS) sa zneutralizuje s NaHCO_3 v 20,0 ml 75 % etanolu. Pri 80 °C pridá sa k sodnej soli kyseliny EtaS 1,8 g (0,015 mol) monochlóroctanu sodného v 9,0 ml vody a 5,2 ml 12 % roztoku NaOH, aby pH reakčnej zmesi bolo 9 - 11. Reakčná zmes sa zahrieva na vodnom kúpeli za miešania 24 hodín pri 80 °C. Reakčný produkt môže byť po vysušení priamo použitý ako surovina na výrobu detergentov. Produkt vo forme voľnej kyseliny sa izoluje okyselením reakčnej zmesi zriedenou kyselinou chlorovodíkovou (1:1) na pH 1,5. Po odsatí sa produkt premýva na filtri destilovanou vodou, až kým filtrát dáva neutrálnu reakciu a nereaguje už pozitívne na prítomnosť halogénov. Izolovaná 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / stearová kyselina $\text{C}_{22}\text{H}_{43}\text{NO}_5$ sa čistí prezrážaním. Výťažok: 81,8 % teórie.

Analýzy: $\text{C}_{20}\text{H}_{41}\text{NO}_3$

teoret.: %C = 69,92, %H = 12,03, %N = 4,07

nájdene: %C = 70,62, %H = 12,31, %N = 4,00

Teplota topenia = 207,5 - 209 °C.

$\text{C}_{22}\text{H}_{43}\text{NO}_5$

teoret.: %C = 65,80, %H = 10,80, %N = 3,48

nájdene: %C = 66,12, %H = 11,00, %N = 3,47

Teplota topenia = 114 - 115 °C.

6,0 g (0,015 mol) izolovanej 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / stearovej kyseliny sa zahrieva pod spätným chladičom opatreným chlóralkaliovým uzáverom s 40 násobným množstvom bezvodého etanolu za stáleho zavádzania plynného chlorovodíka do reakčnej zmesi po dobu 50 hodín. Po ukončení reakcie sa oddestiluje prevážna časť alkoholu, destilačný zvyšok sa naleje do päťnásobného množstva ľadovej vody a zneutralizuje s Na_2CO_3 . Vzniklý di-
etylester 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / stearovej kyseliny sa vytrepe do éteru a izoluje destiláciou.

Povrchová aktivita:

hodnoty povrchového napätia γ [$\text{N/m} \cdot 10^{-3}$] dvojsodnej soli 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-

-karboxymetyl / stearovej kyseliny v závislosti na teplote.

Koncentr.

g/l	25 °C	40 °C	60 °C	80 °C
0,006	52,45	62,26	64,55	60,19
2,0	43,88	41,65	43,93	36,08

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby tenzidov na báze komplexónov monoamínového typu s hydroxyalkylovou skupinou v molekule obecného vzorca $R-N-CH-COOX$, kde $R = CH_3-CH_2/n-CH-COOX$

CH_2-CH_2-OH $n = 3 - 17$

$X = H, Na, K, NH_4^+, CH_3, C_2H_5, C_3H_7$

význačujúci sa tým, že sa 10 až 20%-ný roztok halogénmastnej kyseliny v alkohole kondenzuje pri 50 až 75 °C s 2-aminoetanolom v molárnom pomere 1 ku 2 až 3 načo sa izoluje jednoduchým odfiltrovaním 2-amino / N-2-hydroxyalkyl / mastná kyselina vysokej čistoty a táto sa v druhom stupni v 2 až 20%-nej koncentrácii v reakčnej zmesi kondenzuje pri 50 až 100 °C s príslušnou soľou kyseliny monochlóroctovej v molárnom pomere 1 ku 2 až 3 vo vodnoalkoholickom prostredí pri stálej hodnote pH 9 až 11 pričom voľná 2-amino / N-2-hydroxyetyl-N-karboxymetyl / mastná kyselina sa izoluje okyselením zriedenou kyselinou chlorovodíkovou v pomere 1 ku 1 na pH 1,5 až 1,8, z ktorej po izolácii sa pripraví amónna soľ neutralizáciou s hydroxydom amónnym, alebo ester zahriatím s 15 až 40 násobným množstvom príslušného bezvodého alkoholu za súčasného zavádzania plynného chlorovodíka do reakčnej zmesi po dobu 30 až 50 hodín a izoláciou esteru destiláciou.