

⑩ 499-501

三长链烷基季铵盐型阳离子表面活性剂的合成

史真 王彦民[✓] 王建华

TQ 423.121

(西北大学化学系, 710069, 西安; 第一作者 48 岁, 男, 副教授)

A 摘要 以 4-长链烷基二亚乙基三胺和脂肪酸为原料, 经酰胺化、季铵化合成了 6 种未见文献报道的三长链烷基季铵盐型阳离子表面活性剂。

关键词 4-长链烷基二亚乙基三胺; 脂肪酸; 阳离子表面活性剂

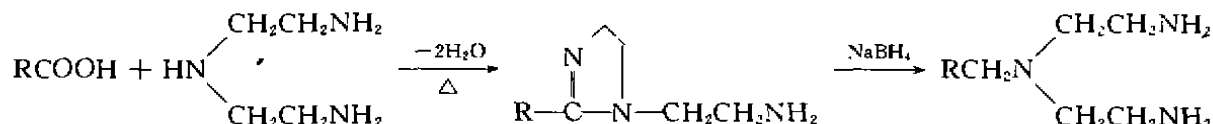
分类号 O62

阳离子型 合成

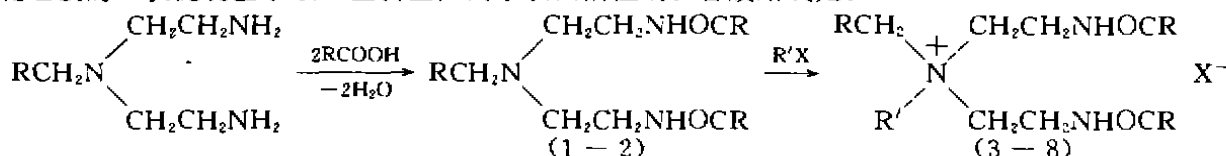
季铵盐型

多长链烷基或长链烷基通过酰胺键、酯键连接的季铵盐型阳离子表面活性剂, 由于具有优良的抗静电、柔软和杀菌性能, 而受到重视^[1,2]。双长链烷基阳离子表面活性剂已有不少报道, 但三长链烷基或长链烷基通过中间其他键连结的阳离子表面活性剂报道很少。

作者曾首次报道了咪唑啉的还原开环反应^[3], 并通过这一反应合成了用一般方法不容易合成的 4-长链烷基二亚乙基三胺等乙二胺衍生物, 提出了一种以脂肪酸为原料在二亚乙基三胺仲氮原子上引入长链烷基的重要合成方法:



以 4-长链烷基二亚乙基三胺为原料, 经脂肪酸酰胺化在 4-长链烷基二亚乙基三胺分子中引进了通过酰胺键连接的 2 个长链烷基, 接着分别用硫酸二甲酯、环氧氯丙烷和苄基氯季铵化, 得到 6 种通过酰胺键连接的三长链烷基季铵盐型新型阳离子表面活性剂。合成路线是:

R: C₁₅H₃₁ (1, 3, 5, 7)C₁₇H₃₅ (2, 4, 6, 8)R': CH₃X: CH₃SO₄ (3, 4)R': $\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_2 \\ \quad \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \text{O} \end{array}$

X: Cl (5, 6)

R': C₆H₅CH₂

X: Cl (7, 8)

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

XT-2 型显微熔点仪, 温度计未经校正; 岛津 IR-440 型红外分光光度计, KBr 压片或液膜法; 试剂均为化学纯。

· 陕西省自然科学基金资助课题

收稿日期: 1996-01-16

1.2 长链烷基二长链脂肪酸酰胺基乙基胺(1-2)的合成

3 口烧瓶中加入 4-长链烷基二亚乙基三胺 0.015 mol 和脂肪酸 0.03 mol, 加热熔化, 减压至 26.7 kPa, 搅拌下加热至 140℃ 反应 0.5 h, 有少量水蒸出, 冷却得浅黄色蜡状固体, 异丙醇重结晶得化合物 1~2。实验数据见附表。

1.3 甲基长链烷基二长链脂肪酸酰胺基乙基铵盐(3~4)的合成

圆底烧瓶中加入化合物 1(或 2)0.004 mol、异丙醇 20 mL, 加热溶解, 搅拌下滴加硫酸二甲酯 0.004 mol, 回流 2 h, 用 TLC 监测至原料点消失(TLC 显示有其他副产物生成)。蒸出异丙醇, 丙酮重结晶得化合物 3~4。

1.4 环氧丙基长链烷基二长链脂肪酸酰胺基乙基铵盐(5~6)的合成

圆底烧瓶中加入化合物 1(或 2)0.004 mol, 加热熔化, 搅拌下缓慢滴加环氧氯丙烷 0.004 mol, 然后在 140℃ 搅拌 3 h, 用 TLC 监测至原料点消失。冷却得浅黄色膏状体或固体, 用异丙醇提纯得化合物 5~6。

1.5 苄基长链烷基二长链脂肪酸酰胺基乙基铵盐(7-8)的合成

圆底烧瓶中加入化合物 1(或 2)0.05 mol、异丙醇 20 mL, 加热溶解, 搅拌下滴加苄基氯 0.05 mol, 搅拌回流 3 h, 蒸出异丙醇, 用有机溶剂提纯得化合物 7~8。

附表 化合物 1~8 的实验数据

Tab. The Experiment Date of Compounds 1~8

化合物	外观	m. p. /℃	产率/%	IR, ν_{\max} / cm^{-1}
1	白色晶体	70~72	82.5	3 400 2 940 2 880 1 660(c=O) 1 525 1 475
2	白色晶体	77~78	90.9	3 400 2 920 2 880 1 660(c=O) 1 550 1 470
3	白色晶体	92~94	54.5	3 340 2 920 2 880 1 660(c=O) 1 540 1 190(s-o)
4	白色晶体	130~132	75.0	3 450 2 950 2 880 1 700(c=O) 1 490 1 190(s-o)
5	浅黄色膏体		44.4	3 340 2 920 2 860 1 650(c=O) 1 550 1 300 950 820
6	浅黄色固体	42~44	52.6	3 320 2 950 2 880 1 650(c=O) 1 550 1 300 950 820
7	白色固体	106~108	40.5	3 300 2 920 2 860 1 655(c=O) 1 540 810 720(苯一元取代)
8	白色固体	80~82	75.2	3 300 2 950 2 890 1 655(c=O) 1 540 820 725(苯一元取代)

2 结果与讨论

2.1 化合物的红外光谱

化合物 1, 2 的红外光谱在 1 600 cm^{-1} 有仲酰胺 C=O 的吸收峰, 在 3 500、3 300 cm^{-1} 处没有出现原料伯胺的双峰。化合物 3~8 均有仲酰胺 C=O 的吸收峰, 此外, 化合物 3, 4 出现 S—O 键伸缩振动在 1 190 cm^{-1} 特征吸收, 化合物 5, 6 在 1 300、950、820 cm^{-1} 出现环氧化合物的特征吸收, 化合物 7, 8 有苄基的单取代苯特征吸收峰。

2.2 新型的织物柔软剂

从合成的 6 种化合物的结构看, 3 个长链烷基可以降低柔软剂的水溶性, 阳离子具有强的吸附性, 因而这种柔软剂具有较好的耐洗性和柔软效果。其中 2 个长链烷基中引进了酰胺键, 这样可以降低纤维间的摩擦系数, 从而提高对织物的柔软效果。化合物 5, 6 中含有环氧基, 可以与纤维分子中的羟基产生

化学反应,给予织物持久的柔软性。化合物 7,8 中含有苜基,可使柔软剂同时具有杀菌的性能。

对合成所得到的新型阳离子表面活性剂与市售的双十八烷基二甲基氯化铵柔软剂,分别做了对织物柔软性能影响的对比实验。采用的阳离子表面活性剂及助剂的配比为:阳离子表面活性剂 8.5%, AE 0.5%, 烷醇酰胺 11.0%, 去离子水 80.0%。实验结果表明,合成得到的阳离子表面活性剂,可用作织物的柔软剂,用合成样处理过的织物柔软、手感性能良好,与双十八烷基二甲基氯化铵比较具有较好的吸湿性,而且对双十八烷基二甲基氯化铵引起的织物泛黄性有所改善,是一种性能良好的新型织物柔软剂。

参 考 文 献

- 1 Octawa Y. Preparation of ester group-containing imidazolines. JP 93-59012, 1993-03-09
- 2 徐海涛,刘茂扬. 双烷基季铵盐的应用. 精细化工, 1992, 9(5~6): 88~89
- 3 史真,杨卫国. 季铵盐型表面活性剂的合成及物化性能测定. 高等学校化学学报, 1994, 15(7): 1 013~1 016

责任编辑 时亚丽

Synthesis of Quaternary Ammonium Salt Cationic Surfactants with 3 Long Chain Alkyl Groups

Shi Zhen Wang Yanmin Wang Jianhua

(Department of Chemistry, Northwest University, 710069, Xi'an)

Abstract 6 New quaternary ammonium salt cationic surfactants with 3 long chain alkyl groups were prepared from 4-alkyldiethylenetriamine and fatty acids through amidation and quaternization.

Key words 4-alkyldiethylenetriamine; fatty acid; cationic surfactant

• 学术动态 •

国家自然科学基金委员会 高技术与高技术产业项目研讨会在我校举行

由国家自然科学基金委员会批准、德国康拉德·阿登纳基金会资助、西北大学中德企业管理研究所主办、管理科学与哲学系协办的高技术与高技术产业项目研讨会,近日在我校举行。来自清华大学、厦门大学、北京大学、上海交通大学、西北大学、中国科学院、国家科委等高校及科研单位的 40 余名专家、学者出席会议。

专家们主要就我国在发展高技术,宏观环境、政府行为、产业与企业的发展、风险、技术进步及有关问题,结合各自研究的科研项目进行了高层次、多方位的交流与探讨。专家认为,高技术研究应加强实证研究,要有理论突破与创新,不断探索高技术的真正内涵与规律,为国家经济建设的宏观决策提供理论依据。要把科学管理思想引入高技术产业化过程,研究高技术企业、产业管理问题也是科学基金项目的重要研究内容。专家们强调,高技术及其产业在我国还处在发展阶段,在研究中应注意洋为中用,借鉴国外发展高技术及其产业化的有益经验,同时坚持以我为主,兼收并蓄的方针完成高技术产业发展研究,使其对高技术产业化的实现有理论指导意义与直接推动作用。

本次会议收到论文 32 篇,将以《高技术与高技术产业化》结集,由西北大学出版社出版。

(高立勋)