

ОПТИМИЗАЦИЯ СИНТЕЗА ЛАУРИЛАМИНООКСИДА

Матвейчук Юлия Владимировна

д-р хим. наук, доцент, Заведующий лабораторией ООО «НОРДХИМ», Республика Беларусь, г. Минск

Вербицкая Алеся Олеговна

инженер-химик ООО «НОРДХИМ», Республика Беларусь, г. Минск

OPTIMIZATION OF LAURYLAMINE OXIDE SYNTHESIS

Yulia Matveichuk

Doctor of Chemical Sciences, Associate Professor, Head of the laboratory LLC «NORDKHIM», Republic of Belarus, Minsk

Verbitskaya Alesya Olegovna

Chemical Engineer LLC «NORDKHIM», Republic of Belarus, Minsk

Аннотация. Разработан синтез лауриламиноксидов при температуре около 25 °С. Продолжительность основного синтеза 6,5 часов, молярное соотношение амина и перекиси водорода (35%) составляет 1:1.

Abstract. The laurylamine oxide synthesis about 25 °C has been developed. The duration of the main synthesis is 6.5 hours, the molar ratio of amine and hydrogen peroxide (35%) is 1:1.

Ключевые слова: синтез; амфотерное поверхностно-активное вещество; лауриламиноксид; экзотермическая реакция.

Keywords: synthesis; amphoteric surfactant; laurylamine oxide; exothermic reaction.

Введение. Лауриламиноксид (оксид лаурилдиметиламина, додецилдиметиламинооксид, аминоксид) представляет бесцветное или бледно-желтое амфотерное поверхностно-активное вещество, содержащее радикал C₁₂ и четвертичный атом азота, благодаря чему оно проявляет некоторые антимикробные свойства особенно по отношению к распространенным бактериям - S.Aureus и E.Coli [1].

Самым распространенным способом получения лауриламиноксидов является окисление соответствующего амина пероксидными соединениями - как непосредственно перекисью водорода, так и, например, трет-бутилгидропероксидом или надкислотами (рис.1) [2-4].

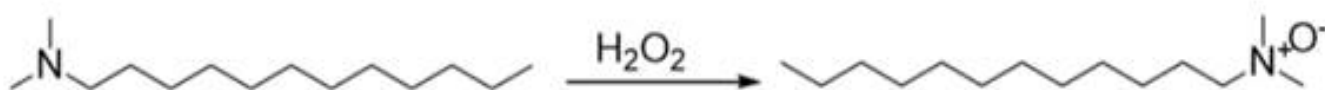


Рисунок 1. Реакция синтеза лауриламиноксида

В некоторых случаях предлагается использовать катализатор процесса – оксиацетилацетонаат ванадия, а также большинство авторов предлагают проводить процесс при 70-75⁰С [2-4].

Лауриламиноксид применяется в производстве как бытовой химии, так и технических моющих средств: шампуней, жидкого мыла, средство для мытья посуды, обезжиривателей, автошампуней, пенообразователей, стабилизаторов пены, буровых растворов, загустителей щелочных и гипохлоритных составов, вспомогательный компонент в дезинфицирующих средствах и антикоррозионных составах в системах обратного водоснабжения.

Цель данной работы – разработка синтеза лауриламиноксида (в виде 30% раствора) при невысоких температурах (порядка 25⁰С).

Методическая часть. Реагенты: пероксид водорода 35% (получена разбавлением 50% пероксида водорода производства ПАО «Химпром№, Чувашская Республика); диметиллауриламין (C12-C14) марки Genamine LA 302 D, CAS № 84649-84-3 (Global Amines Germany GmbH).

Оборудование: магнитная мешалка с нагревателем IKA C-MAG HS или верхнеприводная мешалка Wiggins WB-2000 M (использовали в зависимости от объема реакционной смеси), термометр электронный HI 98501 Checktemp (Hanna Instruments), термостат жидкостной низкотемпературный КРИО-ВИСТ-Т-06 (от -30 до +50⁰С), набор ареометров общего назначения АОН-1, весы лабораторные Mettler Toledo AX304 с пределом взвешивания 300 г (±0,0001 г).

Аналитические реагенты (для определения непрореагировавшей перекиси водорода): кислота серная, раствор с концентрацией $C=4,5$ моль/дм³; марганцовокислый калий (перманганат калия), раствор с концентрацией $C(KMnO_4)=0,100$ н.

Результаты и их обсуждение. Состав реакционной смеси: амин C₁₂-C₁₄ - 30%, H₂O₂ 35% - 12,6%, вода – 57,4%. Исходя из стехиометрии реакции (рис.1) мольное соотношение амин: H₂O₂ составляло 1:1.

При смешении амина и перекиси в закрытом реакторе (с отводом газовой смеси) реакционная смесь становится мутной. Начальная температура синтеза составляла 24,5⁰С. На рис.2 представлен график изменения температуры (ее увеличения, т.к. реакция экзотермическая) в зависимости от продолжительности синтеза.

Видно, что по истечении 315 мин от момента смешения реагентов температура начала уменьшаться, после чего перемешивание остановили. Реакционная смесь к этому времени становится более вязкой и прозрачной (или может сохраняться кажущаяся непрозрачность, обусловленная замешиванием пузырьков воздуха).

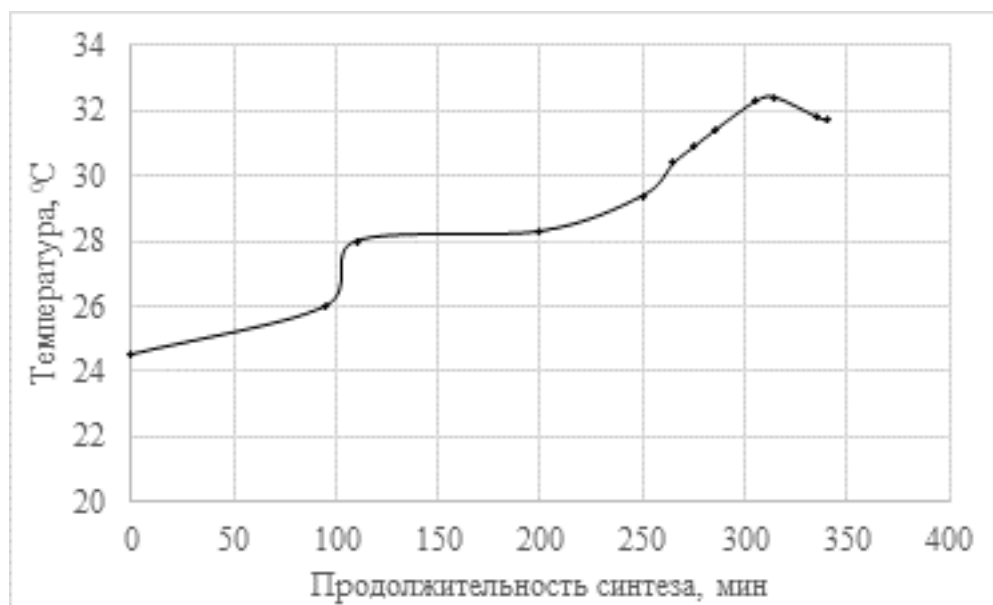


Рисунок 2. Изменение температуры в зависимости от продолжительности синтеза

Обороты мешалки подбираются таким образом, чтобы не допустить образования пены, которая застывает сверху реакционной массы в виде плотной «шапки» и до конца не размешивается, но число оборотов должно быть достаточным, чтобы весь объем реакционной смеси находилась в движении.

Далее проводили контроль полноты прохождения реакции по остаточному содержанию перекиси водорода. Было замечено, что сразу после окончания синтеза (т.е. по истечении примерно 6,5 часов) содержание перекиси водорода в реакционной смеси составляет около 2% (реакция прошла на 84%), что превышает нормы по остаточному содержанию перекиси (должно быть 0,1-0,3%).

Так, например, согласно требований Stepan Company содержание перекиси водорода составляет 0,14-0,18%; по данным ООО «Химический завод «Монастыриха» или ООО «Аминохим» должно быть не более 0,2%; по данным ООО «РССХ» не более 0,3%.

Полученный раствор оставили на 5 суток. По истечении указанного времени остаточное содержание перекиси составило 0,25%, т.е. происходит медленное «дозревание» целевого продукта. При производстве лауриламиноксида таким способом это не является принципиальным недостатком, т.к. после основного прохождения синтеза продукт можно расфасовать и передать на склад, где через 5 суток синтез завершится.

Плотность полученного лауриламиноксида равна $0,957 \pm 0,003 \text{ г/см}^3$.

Выводы. Разработан способ синтеза лауриламиноксида, который исключает нагревание реакционной смеси до 70-75⁰С и, соответственно, необходимость покупки и обслуживания обогреваемого реактора, а также последующую стадию охлаждения продукта перед фасовкой. Продолжительность основного синтеза 6,5 часов, мольное соотношение амина и перекиси водорода (35%) составляет 1:1. Начальная температура синтеза около 25⁰С.

Проведение синтеза при комнатной температуре безопаснее в плане охраны труда рабочих, поскольку уменьшается выделение различных паров, исключается опасность термического ожога, учитывая, что реакция синтеза экзотермическая. При проведении синтеза при 70-75⁰С температура возрастает порядка до 85-90⁰С.

Список литературы:

1. Birnie C.R., Malamud D., Schnaare R.L. Antimicrobial Evaluation of N-Alkyl Betaines and N-Alkyl-N,N-Dimethylamine Oxides with Variations in Chain Length // Antimicrobial Agents and Chemotherapy. 2000. Vol. 44 (9). P. 2514–2517.
2. Sheng M.N., Zajacek J.G. N,N-dimethyldodecylamine oxide (Dodecanamine, N,N-dimethyl-, N-oxide // Org. Synth. 1970. Vol. 50. P. 56–60.
3. Mamatha M., Kiran K., Mastan H. Total synthesis of N,N-dimethyldodecylamine-N-oxide // Int. J. Adv. Res. 2016. Vol. 4, №1. P. 716–719.
4. Singh S.K., Bajpai M., Tyagi V.K. Amine oxides: a review // J. Oleo. Sci. 2006. Vol. 55, №3. P. 99–119.