



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104725254 A

(43) 申请公布日 2015.06.24

(21) 申请号 201510079918.4

B01F 17/38(2006.01)

(22) 申请日 2015.02.13

(71) 申请人 陕西科技大学

地址 710021 陕西省西安市未央区大学园区
陕西科技大学

(72) 发明人 任龙芳 惠林涛 王学川 强涛涛

(74) 专利代理机构 西安智大知识产权代理事务
所 61215

代理人 段俊涛

(51) Int. Cl.

C07C 227/04(2006.01)

C07C 229/12(2006.01)

B01F 17/28(2006.01)

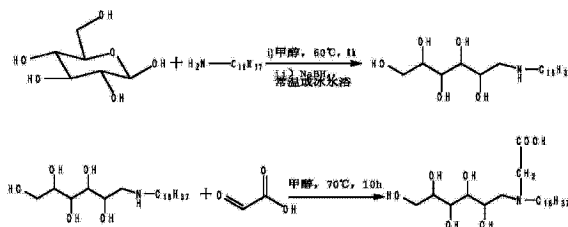
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种糖基型表面活性剂的制备方法

(57) 摘要

本发明为一种糖基型表面活性剂的制备方法,其制备是首先称取葡萄糖溶于甲醇溶液中,然后按照长链伯胺与葡萄糖摩尔比 1:1 ~ 1:6 的比例,加入长链伯胺使其与葡萄糖进行反应,制得烷基葡萄糖亚胺,然后再加入过量的 NaBH₄使其反应,制得烷基葡萄糖胺粗品;再将粗品先后经冰的无水乙醇和甲醇溶液洗涤、抽滤得到烷基葡萄糖胺;再将制得的烷基葡萄糖胺溶于甲醇溶液中,然后按照乙醛酸与烷基葡萄糖胺摩尔比 2:1 ~ 6:1 的比例,加入乙醛酸使其与烷基葡萄糖胺进行反应,制得糖基型表面活性剂粗品;在将粗品经旋转蒸发仪去除反应溶剂及未反应的乙醛酸,得到糖基型表面活性剂,本发明通过乙醛酸与自制的烷基葡萄糖胺反应制得一种新型的糖基型表面活性剂。



1. 一种糖基型表面活性剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一、烷基葡萄糖粗品的制备:将长链伯胺和葡萄糖在甲醇中反应制得烷基葡萄糖亚胺,然后再加入过量的 NaBH_4 反应,制得烷基葡萄糖胺粗品;

步骤二、粗品的提纯:将制得的烷基葡萄糖胺粗品先后经冰的无水乙醇和甲醇洗涤、抽滤得到烷基葡萄糖胺;

步骤三、糖基型表面活性剂的制备:将制得的烷基葡萄糖胺溶于甲醇中,加入乙醛酸使其反应,制得糖基型表面活性剂粗品;

步骤四、糖基型表面活性剂的提纯:将制得的糖基型表面活性剂粗品经旋转蒸发仪去除杂质,得到糖基型表面活性剂。

2. 根据权利要求 1 所述的一种糖基型表面活性剂的制备方法,其特征在于,所述步骤一中,长链伯胺与葡萄糖摩尔比为 1:(1~6),在甲醇中反应的反应温度为 30~70℃。

3. 根据权利要求 1 所述的一种糖基型表面活性剂的制备方法,其特征在于,所述长链伯胺是十八胺、十六胺、十四胺、十二胺或正辛胺。

4. 根据权利要求 1 所述的一种糖基型表面活性剂的制备方法,其特征在于,所述烷基葡萄糖亚胺与过量的 NaBH_4 在常温或冰水浴下搅拌直至没有气泡产生,得到烷基葡萄糖胺粗品。

5. 根据权利要求 1 所述的一种糖基型表面活性剂的制备方法,其特征在于,所述步骤二中,采用无水乙醇洗涤除去未完全反应的葡萄糖和长链伯胺,再用甲醇洗涤除去无水乙醇,反复多次得到糖基型表面活性剂。

6. 根据权利要求 1 所述的一种糖基型表面活性剂的制备方法,其特征在于,所述步骤三中,烷基葡萄糖胺与乙醛酸的摩尔比为 1:(2~6),在 40~80℃ 下搅拌反应 5~10h。

7. 根据权利要求 1 所述的一种糖基型表面活性剂的制备方法,其特征在于,所述步骤四中,采用减压蒸馏,利用旋转蒸发仪除去甲醇和未反应的乙醛酸,得到糖基型表面活性剂。

一种糖基型表面活性剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及精细化工技术领域,具体涉及到一种糖基型表面活性剂的制备方法。

背景技术

[0002] 糖基型表面活性剂不仅具有良好的表面活性,而且它是选用天然的葡萄糖为原料,具有易生物降解,对人体温和,对环境无污染的特性,因此糖基型表面活性剂的合成及性能研究近年来受到了广泛的关注。

[0003] 目前,糖基型表面活性剂的种类繁多多样,但还不能满足各行业的需求,因此,急需合成一种反应条件温和且具有高的表面活性的一类表面活性剂。

发明内容

[0004] 为了丰富表面活性剂的种类,本发明的目的在于提供一种糖基型表面活性剂的制备方法,以实现采用温和的条件合成一种性能优良的糖基型表面活性剂。

[0005] 为了实现上述目的,本发明采用的技术方案是:

[0006] 一种糖基型表面活性剂的制备方法,包括以下步骤:

[0007] 步骤一、烷基葡萄糖粗品的制备:将长链伯胺和葡萄糖在甲醇中反应制得烷基葡萄糖亚胺,然后再加入过量的 NaBH_4 反应,制得烷基葡萄糖胺粗品;

[0008] 步骤二、粗品的提纯:将制得的烷基葡萄糖胺粗品先后经冰的无水乙醇和甲醇洗涤、抽滤得到烷基葡萄糖胺;

[0009] 步骤三、糖基型表面活性剂的制备:将制得的烷基葡萄糖胺溶于甲醇中,加入乙醛酸使其反应,制得糖基型表面活性剂粗品;

[0010] 步骤四、糖基型表面活性剂的提纯:将制得的糖基型表面活性剂粗品经旋转蒸发器去除杂质,得到糖基型表面活性剂。

[0011] 所述步骤一中,长链伯胺与葡萄糖摩尔比为 1:(1~6),在甲醇中反应的反应温度为 30~70℃,此处甲醇的作用是使反应物更好的溶解,提高反应的程度,因此其用量不必具体限定,满足溶解即可。

[0012] 所述长链伯胺是十八胺、十六胺、十四胺、十二胺或正辛胺。

[0013] 所述烷基葡萄糖亚胺与过量的 NaBH_4 在常温或冰水浴下搅拌直至没有气泡产生,得到烷基葡萄糖胺粗品。

[0014] 所述步骤二中,采用无水乙醇洗涤除去未完全反应的葡萄糖和长链伯胺,再用甲醇洗涤除去无水乙醇,反复多次得到糖基型表面活性剂。

[0015] 所述步骤三中,烷基葡萄糖胺与乙醛酸的摩尔比为 1:(2~6),在 40~80℃ 下搅拌反应 5~10h。此处甲醇的作用是使烷基葡萄糖的多羟基链舒展更容易溶解,因此其用量不必具体限定,满足溶解即可。

[0016] 所述步骤四中,采用减压蒸馏,利用旋转蒸发器除去甲醇和未反应的乙醛酸,得到糖基型表面活性剂。

[0017] 与现有技术相比,本发明具有以下优点:

[0018] 本发明可以根据长链伯胺的不同合成一系列的表面活性剂,而且合成的表面活性剂都具有高的表面活性和环境友好性。因此,该系列产品具有良好的应用前景。并且可以选用跟乙醛酸类似的不同长度的醛酸类化合物进行表面活性剂的合成及其性能的测定。

附图说明

图 1 是本发明产品合成路线图。

具体实施方式

[0019] 下面结合实施例对本发明做进一步详细说明。

[0020] 实施例一

[0021] 一种糖基型表面活性剂的制备方法,包括下述步骤:

[0022] 步骤一:称取 6g 葡萄糖,于 60℃ 下溶于 100mL 甲醇中,然后按照十八胺与葡萄糖摩尔比 1:1 的比例,加入十八胺使其与葡萄糖在 60℃ 下搅拌反应 8h,制得烷基葡萄糖亚胺,然后再加入过量的 NaBH_4 并在常温或冰水浴下搅拌直至没有气泡产生,制得烷基葡萄糖胺粗品;

[0023] 步骤二:将制得的烷基葡萄糖胺粗品先后经冰的无水乙醇和甲醇洗涤、抽滤得到烷基葡萄糖胺;

[0024] 步骤三:再将制得的烷基葡萄糖胺溶于温度为 70℃ 的 100mL 甲醇中,然后按照乙醛酸与烷基葡萄糖胺摩尔比 2:1 的比例,加入乙醛酸使其与烷基葡萄糖胺在 70℃ 下搅拌反应 10h,制得糖基型表面活性剂粗品;

[0025] 步骤四:将制得的糖基型表面活性剂粗品经旋转蒸发仪在 85℃ 下去除反应溶剂及未反应的乙醛酸,得到糖基型表现活性剂。

[0026] 产品的合成路线图如图 1 所示。

[0027] 实施例二

[0028] 一种糖基型表面活性剂的制备方法,包括下述步骤:

[0029] 步骤一:称取 6g 葡萄糖,于 55℃ 下溶于 100mL 甲醇中,然后按照十六胺与葡萄糖摩尔比 1:1 的比例,加入十六胺使其与葡萄糖在 55℃ 下搅拌反应 8h,制得烷基葡萄糖亚胺,然后再加入过量的 NaBH_4 并在常温或冰水浴下搅拌直至没有气泡产生,制得烷基葡萄糖胺粗品;

[0030] 步骤二:将制得的烷基葡萄糖胺粗品先后经冰的无水乙醇和甲醇洗涤、抽滤得到烷基葡萄糖胺;

[0031] 步骤三:再将制得的烷基葡萄糖胺溶于温度为 60℃ 的 100mL 甲醇中,然后按照乙醛酸与烷基葡萄糖胺摩尔比 2:1 的比例,加入乙醛酸使其与烷基葡萄糖胺在 60℃ 下搅拌反应 10h,制得糖基型表面活性剂粗品;

[0032] 步骤四:将制得的糖基型表面活性剂粗品经旋转蒸发仪在 85℃ 下去除反应溶剂及未反应的乙醛酸,得到糖基型表现活性剂。

[0033] 实施例三

[0034] 一种糖基型表面活性剂的制备方法,包括下述步骤:

[0035] 步骤一：称取 6g 葡萄糖，于 50℃ 下溶于 100mL 甲醇中，然后按照十二胺与葡萄糖摩尔比 1:1 的比例，加入十二胺使其与葡萄糖在 50℃ 下搅拌反应 8h，制得烷基葡萄糖亚胺，然后再加入过量的 NaBH_4 并在常温或冰水浴下搅拌直至没有气泡产生，制得烷基葡萄糖胺粗品；

[0036] 步骤二：将制得的烷基葡萄糖胺粗品先后经冰的无水乙醇和甲醇洗涤、抽滤得到烷基葡萄糖胺；

[0037] 步骤三：再将制得的烷基葡萄糖胺溶于温度为 60℃ 的 100mL 甲醇中，然后按照乙醛酸与烷基葡萄糖胺摩尔比 2:1 的比例，加入乙醛酸使其与烷基葡萄糖胺在 60℃ 下搅拌反应 10h，制得糖基型表面活性剂粗品；

[0038] 步骤四：将制得的糖基型表面活性剂粗品经旋转蒸发仪在 85℃ 下去除反应溶剂及未反应的乙醛酸，得到糖基型表现活性剂。

[0039] 实施例四

[0040] 一种糖基型表面活性剂的制备方法，包括下述步骤：

[0041] 步骤一：称取 6g 葡萄糖，于 45℃ 下溶于 100mL 甲醇中，然后按照正辛胺与葡萄糖摩尔比 1:1 的比例，加入正辛胺使其与葡萄糖在 45℃ 下搅拌反应 8h，制得烷基葡萄糖亚胺，然后再加入过量的 NaBH_4 并在常温或冰水浴下搅拌直至没有气泡产生，制得烷基葡萄糖胺粗品；

[0042] 步骤二：将制得的烷基葡萄糖胺粗品先后经冰的无水乙醇和甲醇洗涤、抽滤得到烷基葡萄糖胺；

[0043] 步骤三：再将制得的烷基葡萄糖胺溶于温度为 55℃ 的 100mL 甲醇中，然后按照乙醛酸与烷基葡萄糖胺摩尔比 2:1 的比例，加入乙醛酸使其与烷基葡萄糖胺在 55℃ 下搅拌反应 10h，制得糖基型表面活性剂粗品；

[0044] 步骤四：将制得的糖基型表面活性剂粗品经旋转蒸发仪在 85℃ 下去除反应溶剂及未反应的乙醛酸，得到糖基型表现活性剂。

[0045] 以十二胺为例，对本发明所得活性剂的发泡性与稳泡性进行验证如下：

[0046] 配置质量浓度为 2.5g/L 的表面活性剂溶液，取 10ml 表面活性剂溶液加入 50ml 试管中，剧烈震荡，以 30s 时的泡沫高度表征起泡能力，以 5min 时的泡沫高度与 30s 时的泡沫高度比值表征泡沫的稳定性。实验数据如下（进行 3 次平行试验）：

[0047]

	1	2	3
30s	71 mm	70 mm	72 mm
5min	69 mm	68 mm	70 mm

[0048] 数据处理：

[0049]

发泡性	71	70	72
稳泡性	0.972	0.971	0.972

[0050] 可见, 该种表面活性剂表现出很好的发泡性能, 同时具有好的稳泡性能。

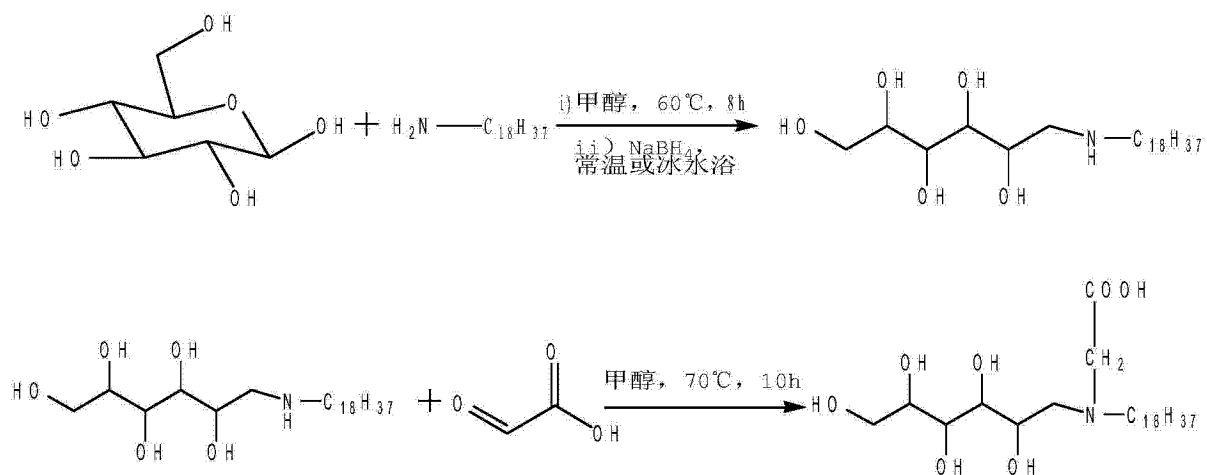


图 1