

3	7	80	69	65	67
4	7	130	83	85	84
5	5	105	60	51	55.5

В качестве факторов варьирования были выбраны: время проведения реакции (z_1 , ч), температура проведения реакции (z_2 , °С). Как функция отклика исследовалась стойкость водно-жировой эмульсии (y , %), полученной с применением продуктов реакции в качестве эмульгатора.

Уравнение зависимости стойкости эмульсии от начальных параметров имеет вид:

$$y = 80,925 - 3,625z_1 + 0,19z_2$$

Полученное уравнение адекватно описывает исследуемые зависимости, что доказано данными статистического анализа, выполненного в соответствии с [3], а также результатами проверочных экспериментов.

Среди рассмотренных образцов эмульгаторов, наилучшим оказался тот, который был получен при температуре 130 °С и продолжительности реакции 3 часа (образец 2). Система «вода – масло», приготовленная с добавлением данного образца эмульгатора обладает высокой стойкостью.

Безусловно, необходимо уточнять свойства и сферы применения нового эмульгатора, совершенствовать его технологию, но, совершенно понятно, что такой путь получения эмульгатора прост, дешёв, а потому перспективен, и может быть осуществлён на всех отечественных предприятиях использующих процесс переэтерификации.

Выводы.

В результате выполненной работы можно сделать такие выводы:

- установлена возможность получения пищевых ПАВ методом переэтерификации пищевых растительных жиров с продуктами этерификации молочной кислоты и абсолютного этанола;
- результаты свидетельствуют о возможности получения и применения отечественными предприятиями новых пищевых ПАВ взамен импортных.

Список литературы: 1. Л. Ю. Прокофьева, В. А. Панкратов. Использование биоприоритетных ПАВ в пищевых отраслях промышленности // *Масла и жиры*, 2002. - № 4. – С. 1-2. 2. Л. Ю. Прокофьева, В. А. Панкратов. Использование биоприоритетных ПАВ в пищевых отраслях промышленности // *Масла и жиры*, 2002. - № 5. – С. 1-2. 3. Планирование эксперимента в химической технологии (основные положения, примеры и задачи) / А. Г. Бондарь, Г. А. Статюха. – К.: Издательское объединение «Вища школа», 1976. – 184 с. 4. ДСТУ 4350:2004. Олії. Методи визначення кислотного числа. 5. ДСТУ ISO 3657:2004 Жири тваринні і рослинні та олії. Визначення числа омилення. 6. Демидов И.Н. Использование реакции алкоголиза для получения пищевых поверхностно-активных веществ / И.Н. Демидов, А.И. Златкина // *Вісник Національного технічного університету «ХПІ»*. – 2007. – № 27. – С. 87–92. 7. Демидов І.М. Дослідження поверхнево-активних властивостей продуктів переетерифікації етилових естерів лимонної кислоти із харчовими жирами / І.М. Демидов, Г.І. Златкіна // *Вісник Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут»*. – 2008. – № 43. – С. 42 – 46.

Поступила в редколлегию 01.09.2010

УДК 664.3:547

А.П. МЕЛЬНИК, докт. техн. наук, проф., НТУ «ХПІ», г. Харків
С.О. КРАМАРЕВ, аспірант, НТУ «ХПІ», г. Харків
В.А. РУДНЄВ, аспірант, НТУ «ХПІ», г. Харків

ДОСЛІДЖЕННЯ УТВОРЕННЯ АЛКІЛІМІДАЗОЛІНІВ З РІПАКОВОЇ ОЛІЇ

Проведено дослідження по отриманню алкілімідазолінів амідуванням ріпакової олії 2-гідроксіетилетилендіаміном. Для отриманих реакційних мас досліджено ІЧ-спектри. Показано, що до складу реакційних мас входять первинні та вторинні амідні імідазоліни, а також аміноестери. Встановлено тенденції зміни площ смуг амідів та імідазолінів з часом реакції.

Investigations on obtaining of alkylimidazolines by amsdation of rapeseed oil by 2-hydrohyethylethy-lendiamine have been carried out. IR spectrum of reaction masses have been investigated. Showed that reaction masses contains primary and secondary amides, imidazolines and aminoesters. Changes of peaks square for amides and imidazolines have been retraced.

Алкілімідазоліни – неіоногенні поверхнево-активні речовини, які використовуються в різних галузях промисловості. Завдяки вмісту двох атомів азоту в своїй молекулі алкілімідазоліни здатні добре адсорбуватися на негативно заряджених поверхнях, що і зумовлює їх широке використання. Їх використовують як інгібітори корозії, компоненти миючих засобів, домішки до дорожніх бітумів, емульгатори, біоциди та ін. [1]. Алкілімідазоліни здатні легко реагувати з кислотами, утворюючи солі, які в свою чергу є катіоноактивними ПАР [2]. Попередніми дослідженнями [3] які спрямовані на пошук оптимальних умов отримання моноацилгліцеринів, показано, що в умовах їх одержання утворюються моно- та діаміди жирних кислот, які є проміжними сполуками [2] при синтезі алкілімідазолінів. А тому дослідження утворення алкілімідазолінів з олій та жирів є актуальними.

Мета роботи полягає в дослідженні змін компонентного складу реакційних мас в реакції амідування тригліцеринів ріпакової олії амінами, а предмет ІЧ-спектри реакційних мас.

Як реагенти використано 2-гідроксіетилендіамін (виробництво Merck, Німеччина, масова доля основної речовини 99,0 %, вологи 0,5 %) та ріпакова олія згідно ГОСТ 8988 (середня молекулярна маса олії 894,15 г/моль, кислотне число – 1,5 мг КОН/г, вміст вологи – 0,05 %).

Як об'єкт дослідження використано реакційні маси, що одержано при взаємодії ріпакової олії з аміном в умовах інтенсивного перемішування при температурі 140°C впродовж 8 годин у присутності каталізатору. Предмет дослідження ІЧ-спектрограми реакційних мас. ІЧ-спктри отримано на спектрометрі Nicolet 380. Для одержання спектрів зразок реакційної маси тонким шаром наносили на «таблетку» з KBr, яку закріплювали в спектрометрі та знімали спектр.

Один з ІЧ-спектрів приведено на рисунку 1, в якому чітко проявляються смуги поглинання при 1640 см⁻¹, 1550см⁻¹. В дослідженнях алкілімідазолінів [2], які отримані з жирних кислот, відмічено поступове зникнення смуг при 1560 см⁻¹ і 1638 см⁻¹ з паралельною появою смуги при 1600 см⁻¹. Відповідно перші смуги характеризують амідні, а остання імідазолінове кільце. При цьому за даними [4] смуги

ги поглинання при 1650-1620 cm^{-1} можуть бути характерними для амідів, що утворені з первинних амінів, а при 1570-1515 cm^{-1} – з вторинних амінів (рис. 2) і змінюються в залежності від структури замісників.

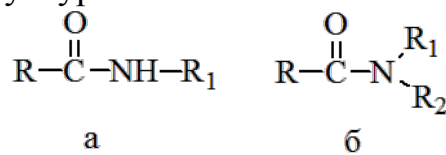


Рис. 1 – Первинні (а) та вторинні (б) амід

Отже в реакційних масах (рис. 2) присутні тільки аміноаміди при відсутності алкілімідазолінів.

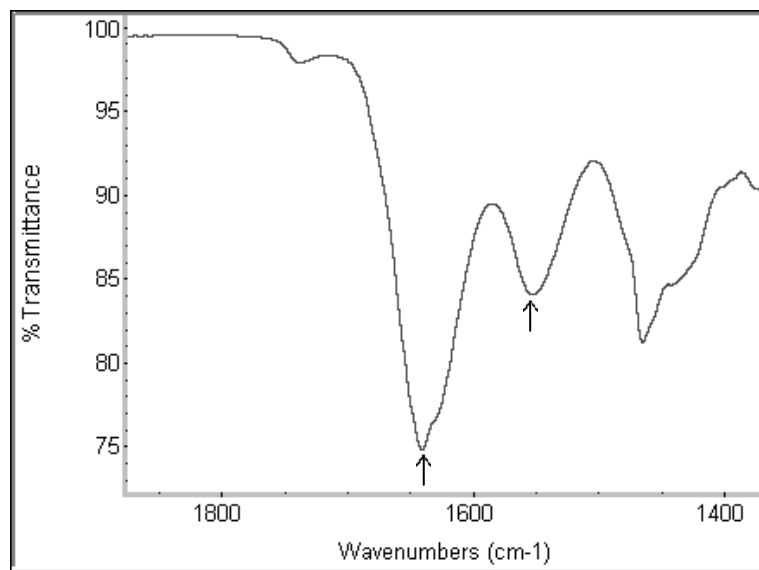
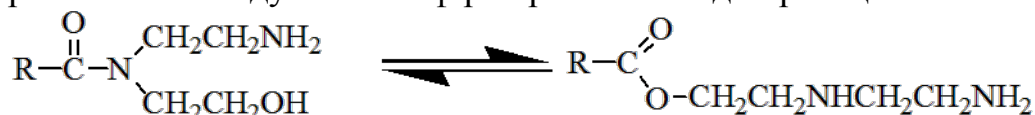


Рис. 2 – ІЧ спектрограма зразку реакційної маси, що містить амід

При взаємодії триацилгліцеринів з 2-гідроксіетилендіаміном спочатку, як основні сполуки, утворюються амідоміни, які перетворюються в алкілімідазоліни (рис. 2). Це підтверджується ІЧ спектром реакційної маси, в якій присутня смуга алкілімідазолінів при 1605 cm^{-1} (рис. 3, 4), що є характерною для зв'язку –N= в імідазоліновому кільці. Смуги при 1640 cm^{-1} та 1550 cm^{-1} свідчать про присутність похідних як первинних так і вторинних амінів. Крім того необхідно відзначити і присутність плеча при 1620 cm^{-1} , що може бути віднесено до імідазолінового кільця, а смуга при 1735 cm^{-1} вказує на залишки ефірів в реакційних масах. Порівняння ІЧ спектрів (рис 2 та рис 5) вказує на те, що із збільшенням інтенсивності смуги при 1550 cm^{-1} збільшується інтенсивність смуги при 1735 cm^{-1} з зсувом до 1780 cm^{-1} . Такі зміни свідчать про те, що в реакційних масах протікає реакція перетворення аміноаміду в аміноефір переважно згідно реакції:



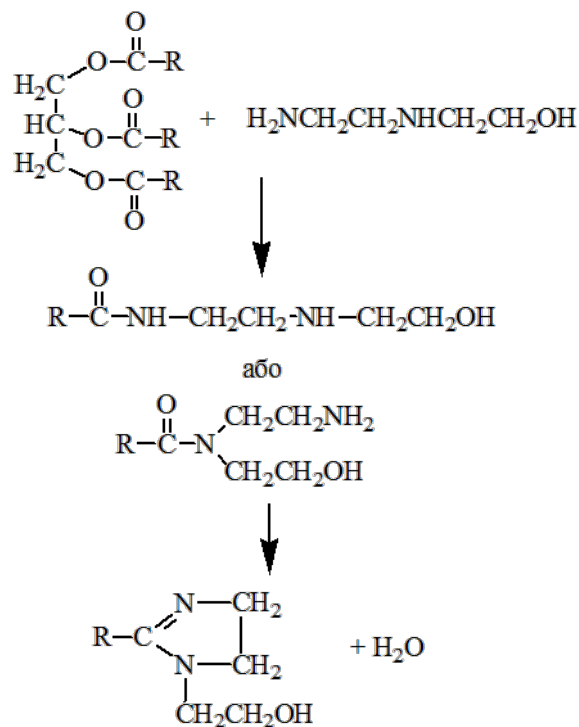


Рис. 3 – Схема взаємодії триацилгліцеринів з 2-гідроксіетилендіаміном

Аналізуючи зміни ІЧ-спектрів реакційної маси (рис 5) порівняно з вихідним спектром (рис 1) видно, що зі збільшенням часу реакції плече при 1620 cm^{-1} проявляється все інтенсивніше з зсувом в короткохвильову зону, перетворюючись у смугу при 1605 cm^{-1} , що чітко підтверджує утворення алкілімідазолінів (рис. 4). При цьому в реакційній масі присутні також аміді (рис. 4)

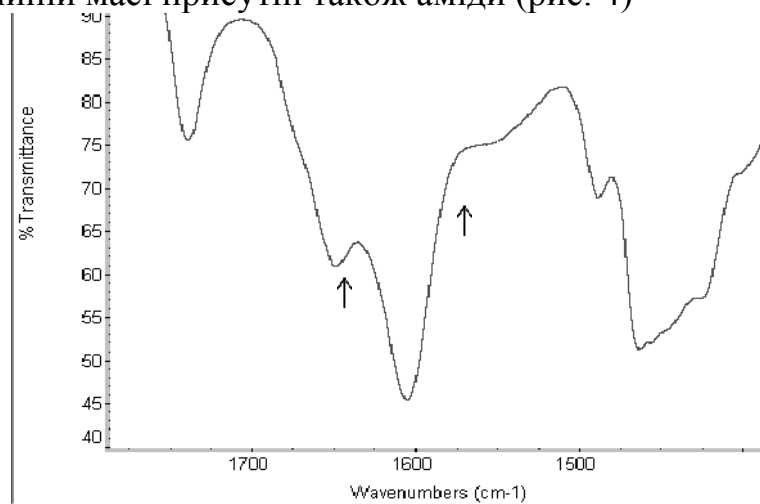


Рис. 4 – ІЧ-спектрограма зразку, що містить імідазоліни

Хід циклізації можна легко прослідкувати за змінами площ та висоти піків при відповідних хвильових числах. На рис. 5 приведені зміни впродовж часу частини спектрів зразків реакційних мас, які отримані амідкуванням ріпакової олії аміноетилетаноламіном при кількості катализатора 10 %.

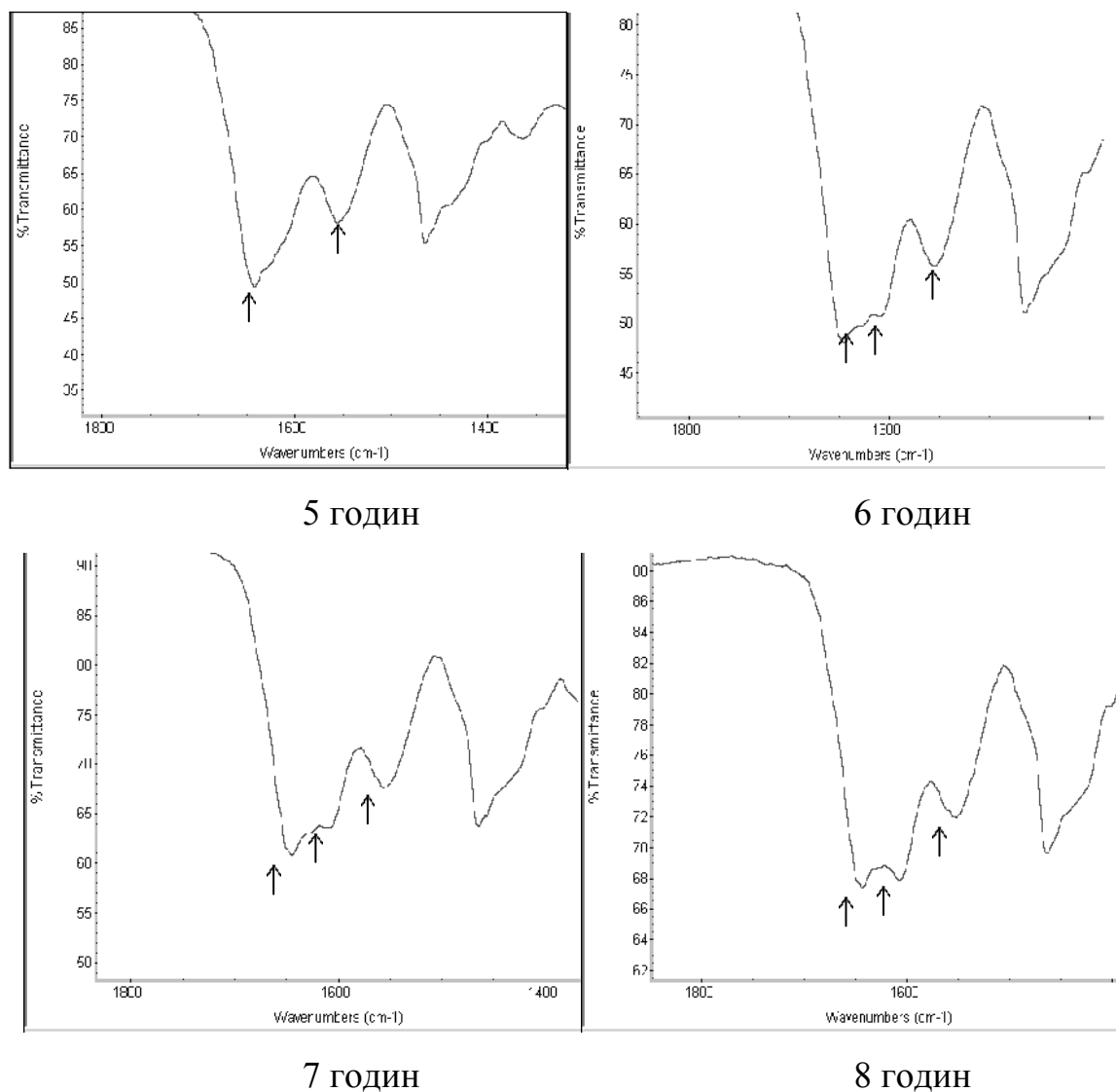


Рис. 5 – ІЧ-спектри реакційних мас впродовж часу при температурі реакції 140°C та кількості каталізатору 10 %

Як видно зі спектрів зменшення висот та площ смуг поглинання амідів при 1640 cm^{-1} і 1550 cm^{-1} є приблизно однаковим, що може свідчити про те, що швидкість утворення алкілімідазолінів як з первинних, так і вторинних амідів приблизно однакова, але це потребує подальших досліджень

В таблиці представлені висоти та площі піків амідів та імідазолінів, що отримані при температурі 140°C та різних кількостях каталізатору впродовж часу.

Як видно з таблиці площі та висоти піків амідів впродовж реакції зменшуються, в той же час площі та висоти піків алкілімідазолінів з'являються та поступово збільшуються. Так при кількості каталізатору 4 % пік імідазоліну з'являється тільки на восьмій годині синтезу, а при збільшенні кількості каталізатору до 10 % пік імідазоліну з'являється вже через 6 годин.

Таблиця – Площі та висоти смуг на ІЧ-спектрограмах реакційних мас.

№	Кількість	Час	Площа смуги	Висота піку
---	-----------	-----	-------------	-------------

	каталізатору, %	реакції, год	1605-1600 см ⁻¹	1650-1640 см ⁻¹	1560-1550 см ⁻¹	1605-1600 см ⁻¹	1650-1640 см ⁻¹	1560-1550 см ⁻¹
1	4	5	-	1256,363	287,614	-	19,73	7,615
2	4	6	-	1013,781	232,781	-	16,649	5,648
3	4	7	-	1198,724	265,084	-	19,882	5,879
4	4	8	10,44	946,050	167,638	4,225	5,119	4,393
5	10	5	-	1489,51	388,516	-	24,566	9,882
6	10	6	25,389	481,934	333,262	1,6	14,651	8,302
7	10	7	30,114	380,84	273,335	1,779	11,882	7,213
8	10	8	56,953	218,057	187,925	3,03	7,65	4,569

При цьому площі піків алкілімідазолінів в присутності 10 % каталізатору менші за піки при використанні 4 % каталізатору, хоча і з'являються раніше. Це може бути пов'язано з тим що реакція утворення алкілімідазолінів є рівноважною, а каталізатор здатен пришвидшувати як пряму та і зворотню реакцію. Разом з тим необхідно відмітити, що в реакційних масах, як площі так і висоти смуг поглинання первинних амідів більші ніж вторинних амідів. Це вказує на більшу реакційну здатність первинної аміногрупи в молекулі аміноетилетаноламіну.

Висновки:

1) Встановлено, що при взаємодії ріпакової олії з аміноетилетаноламіном утворюються не тільки первинні та вторинні аміді жирних кислот, але і алкілімідазоліни, яким в ІЧ-спектрах відповідає смуга поглинання при 1605 см⁻¹;

2) Збільшення тривалості реакції зумовлює перетворення амідів жирних кислот в алкілімідазоліни, що підтверджується зменшенням в ІЧ-спектрах інтенсивності смуг поглинання пр. 1640 см⁻¹ і 1550 см⁻¹ та збільшення інтенсивності смуги при 1605 см⁻¹;

3) Домішки підбраного каталізатору збільшують швидкість реакції утворення алкілімідазолінів в досліджуваних умовах орієнтовно в 1,3-1,4 рази;

4) Показано, що під час реакції в реакційних масах знаходиться менше вторинних амідів, які характеризуються в ІЧ-спектрах смугою поглинання при 1550 см⁻¹ порівняно з первинними амідами, для яких характерною є смуга поглинання при 1640 см⁻¹;

5) Знайдено, що з часом реакції збільшується площа і висота смуги, які характерні для алкілімідазолінів, та зменшуються для первинних та вторинних амідів.

Список літератури: 1. Bajpai D. Fatty imidazolines: chemistry, synthesis, properties and their industrial application / D. Bajpai, V. K. Tyagi // Journal of oleo science/ – 2006. – №55. – р. 319-329 2. Файнгольд С. И. Химия анионных и амфолитных поверхностно-активных веществ / Файнгольд С. И., Кууск А. Э. и Кийк Х. Э. – Таллин: Валгус, 1984. – 290 с. 3. Дітенко К. М. Технологія отримання моноацилгліцеринів амідуюванням ріпакової олії: автореф. Дис. На здобуття наук. ступеня канд. техн. наук: спец. 05.18.06 “Технологія жирів, ефірних масел і парфумерно-косметичних продуктів” / К. М. Дітенко. – Харків, 2008. – 21 с. 4. Електронна база даних

УДК 664.3:547

А.П. МЕЛЬНИК, докт. техн. наук, проф., НТУ «ХПІ», г. Харків
Т.І. МАРЦЕНЮК, хімік, ТОВ «НДЦ водопостачання та якості води»
С.Г. МАЛІК, інженер, НТУ «ХПІ», г. Харків

ОДЕРЖАННЯ МОНО- ДІАЦИЛГЛІЦЕРИНІВ І МОНОЕТАНОЛАМІДІВ АМІДУВАННЯМ СОЄВОЇ ОЛІЇ

Приведені результати амідування соєвої олії моноетаноламіном свідчать про те, що продуктами реакції є як моно- діацилгліцерини, так і моноетаноламід жирних кислот. Запропоновано хімізм реакції.

There are given results of amidation of soybean oil with monoethanolamine. They testify to the effect that reaction products are as mono - diacylglycerols and fatty acid monoethanolamides. It is offered chemism of reaction.

Сьогодні найбільш привабливими з точки зору попиту є виробництво харчових, косметичних продуктів, гігієнічних та миючих засобів. Їх виробництво потребує наявності певної сировини, яка в нашій країні не виробляється, а є імпортованою. Моно -, діацилгліцерини (МАГ, ДАГ) та алкілоламідів відносяться до такої сировини. Завдяки широкому спектру властивостей їх використовують як емульгатори, поверхнево-активні речовини (ПАР), антисептики, стабілізатори, піноутворювачі, тощо [1]. Технології їх одержання достатньо дорогі в зв'язку з високою вартістю сировини, енергоемністю виробництв, складністю устаткування та багатостадійністю процесів одержання [2]. Тому розробка нових, більш простих технологій одержання МАГ та ДАГ є проблемою технології переробки олійної сировини. Сьогодні відомі дослідження, які стосуються розробки теоретичних основ, зокрема кінетики одержання МАГ і ДАГ за новим напрямком амідування олії амінами [3,4]. В цих роботах досліджено реакції взаємодії соняшникової олії з моноетаноламіном та ріпакової олії з етилендіаміном, де встановлено утворення не тільки МАГ та ДАГ, але й азотовмісних продуктів. Разом з тим не відомо протікання реакції амідування соєвої олії, виробництво якої є багатотоннажним [5]. Тому вивчення амідування соєвої олії є актуальною задачею.

Виходячи з актуальності, метою цього дослідження є вивчення утворення моно-, діацилгліцеринів та азотовмісних сполук амідуванням соєвої олії.

Об'єкт дослідження стосується амідування соєвої олії моноетаноламіном, а предмет дослідження полягає в вивченні закономірностей перетворення триацилгліцеринів в моно-, діацилгліцерини і моноетаноламідів (АА) жирних кислот.

В дослідженні використано соєву олію згідно ДСТУ 4534:2006 [6] з наступними характеристиками: кислотне число 0,4 мг КОН/г, ефірне число 190 мг КОН/г, молекулярна маса триацилгліцеринів (ТАГ) 886 г/моль, колірне число 45 мг йоду/г, масова частка вологи та летких речовин 0,1 %, густина 0,92 г/см³; як