

γ -氨丙基三硅氧烷的合成*

邢凤兰, 王超, 高跃岳

(齐齐哈尔大学化学与化学工程学院, 黑龙江齐齐哈尔 161006)

摘要: 以 γ -氨丙基二乙氧基甲基硅烷、六甲基二硅氧烷为原料, 合成了 γ -氨丙基三硅氧烷, 用二次蒸馏水除去副产物, 产物收率 52.4%, 并利用核磁共振氢谱 ($^1\text{H NMR}$) 和红外光谱 (IR) 对产物结构进行了表征。

关键词: γ -氨丙基二乙氧基甲基硅烷, 六甲基二硅氧烷, γ -氨丙基三硅氧烷, 后处理, 水洗

中图分类号: TQ264.1⁺4 **文献标志码:** A **文章编号:** 1009-4369 (2014) 02-0087-03

有机硅表面活性剂作为一种特种表面活性剂, 问世于 20 世纪 60 年代^[1]。有机硅表面活性剂主要以聚二甲基硅氧烷为疏水主链, 在其中间位或端位连接一个或多个极性基团^[2]。有机硅表面活性剂由于特殊的结构, 可使水的表面张力降至 20 mN/m 左右; 而传统的烃类表面活性剂以亚甲基排列在界面上, 只能使水的表面张力降至 30 mN/m 左右^[3]。有机硅表面活性剂同时具有优异的乳化和润湿性能, 且无毒、无副作用, 在止汗剂配方、皮肤护理、面部护理及头发护理等个人护理领域应用广泛^[4]; 而且, 由于高效的表面活性, 在其它领域也有极大的应用价值。

γ -氨丙基三硅氧烷是合成三硅氧烷表面活性剂的重要中间体。传统的合成方法是在催化剂存在下通过硅氢加成获得, 反应收率不高, 且催化剂昂贵^[5]。2005 年张国栋等人研究出合成氨丙基三硅氧烷的新工艺, 收率为 42.8%; 但需通过减压蒸馏获得产物, 对仪器强度需求度高^[3]。2010 年又改良简化了合成后续工艺, 收率明显提高, 但后处理仍采用减压蒸馏^[6]。

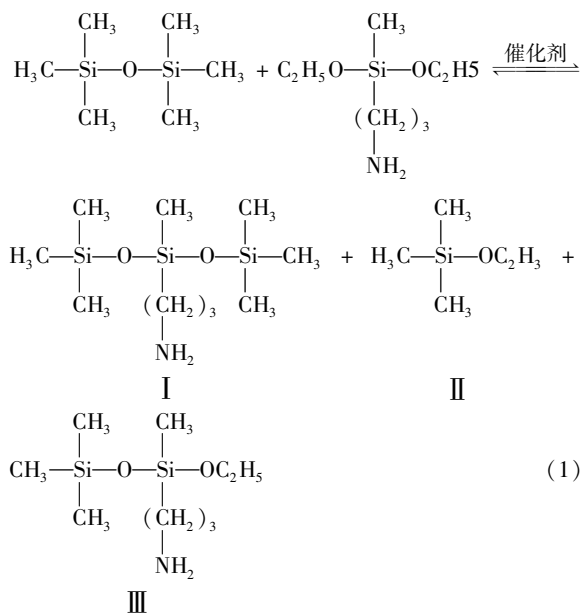
本实验以 γ -氨丙基二乙氧基甲基硅烷、六甲基二硅氧烷为原料, 在四甲基氢氧化铵催化下, 通过一步法合成了 γ -氨丙基三硅氧烷, 然后常压蒸馏除去溶剂, 最后用二次蒸馏水多次洗涤获得目标产物, 产率达 52.4%。

阿拉丁化工有限公司; 六甲基二硅氧烷 (MM): 阿拉丁化工有限公司; 四甲基氢氧化铵·五水化合物 $[(\text{CH}_3)_4\text{NOH}\cdot 5\text{H}_2\text{O}]$: 阿拉丁化工有限公司, 二次蒸馏水: 自制。

集热式磁力加热搅拌器: DF-II, 金坛市医疗仪器厂; 旋转蒸发器: RE-52AA, 上海嘉鹏科技有限公司。

1.2 γ -氨丙基三硅氧烷的制备

γ -氨丙基三硅氧烷的合成原理见式 1。



收稿日期: 2013-10-17。

作者简介: 邢凤兰 (1959—), 女, 教授, 主要从事有机硅表面活性剂合成研究。E-mail: xingff506@126.com。

* 基金项目: 精细化工黑龙江省高校重点实验室开放基金 (JX201207)。

1 实验

1.1 主要试剂及仪器

γ -氨丙基二乙氧基甲基硅烷 (D-604):