



DOI:10.22144/jvn.2017.059

TỔNG HỢP CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT KHÔNG ION *N,N* DIHYDROXYETHYL ALKANAMIDES

Bùi Thị Bửu Huệ, Từ Thị Kim Cúc và Khuru Lê Hải Yến

Khoa Khoa học Tự nhiên, Trường Đại học Cần Thơ

Thông tin chung:

Ngày nhận bài: 11/03/2017

Ngày nhận bài sửa: 03/04/2017

Ngày duyệt đăng: 27/06/2017

Title:

Synthesis of non-ionic surfactant *N,N*-dihydroxyethyl alkanamide

Từ khóa:

Chất hoạt động bề mặt, dialkanolamides, oleic acid

Keywords:

Dialkanolamides, oleic acid, surfactants

ABSTRACT

Fatty acid based dialkanolamides or carbon-carbon double bond side chains modified with polar groups (dihydroxy) have been known to possess good surface activities. Treating methyl oleate with diethanolamine at elevated temperature has led to the formation of *N,N*-dihydroxyethyl oleamide in good yield. Upon oxidation using $\text{HCOOH}/\text{H}_2\text{O}_2$ system, the carbon-carbon double bonds on methyl oleate hydrocarbon side chain were successfully epoxidized and subsequently underwent ring opening to form the corresponding dihydroxystearate product. This compound was then directly treated with diethanolamine to afford the desired 9,10-dihydroxy-*N,N*-dihydroxyethyl octadecanamide in good yield.

TÓM TẮT

Các loại dialkanolamide béo hay mạch carbon được biến tính với các nhóm phân cực (dihydroxy) được dự đoán sẽ ảnh hưởng đến hoạt tính bề mặt của chất hoạt động bề mặt dialkanolamide, là những chất hoạt động bề mặt rất tốt. Khi cho methyl oleate phản ứng với diethanolamine ở nhiệt độ cao, *N,N*-dihydroxyethyl oleamide được tạo thành với hiệu suất cao. Bằng phản ứng oxy hóa sử dụng hệ $\text{HCOOH}/\text{H}_2\text{O}_2$, các vị trí $\text{C}=\text{C}$ trên khung sườn carbon của methyl oleate đã được epoxy hóa và tiếp theo là mở vòng epoxy tạo ra sản phẩm dihydroxy stearate. Hỗn hợp này sau đó được cho phản ứng trực tiếp với diethanolamine tạo ra sản phẩm 9,10-dihydroxy-*N,N*-dihydroxyethyloctadecanamide với hiệu suất rất tốt.

Trích dẫn: Bùi Thị Bửu Huệ, Từ Thị Kim Cúc và Khuru Lê Hải Yến, 2017. Tổng hợp chất hoạt động bề mặt không ion *N,N* dihydroxyethyl alkanamides. Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ. 50a: 1-5.

1 GIỚI THIỆU

Một trong những sản phẩm sinh học được đặc biệt quan tâm hiện nay là chất hoạt động bề mặt (CHĐBM) do những ứng dụng rộng rãi của chúng trong nhiều lĩnh vực đời sống như chất tạo nhũ, chất phân tán, chất diệt khuẩn, chất tẩy rửa, chất tạo bọt,... (Drew, 2006; Richard, 2006; Linda *et al.*, 2007). Chất HĐBM sinh học (biosurfactant) có thể được tổng hợp từ dầu thực vật, mỡ động vật, có khả năng phân hủy sinh học cao và có thể sử dụng

thay thế cho các loại CHĐBM tổng hợp từ dầu mỏ (Peter, 2002).

Dialkanolamide là một loại CHĐBM không ion được sử dụng phổ biến trong các sản phẩm gia đình, các sản phẩm chăm sóc cá nhân và trong các ngành công nghiệp mỹ phẩm (Kolancilar, 2004). Tuy nhiên, chưa có nhiều công trình nghiên cứu ứng dụng CHĐBM không ion loại dialkanolamide trong lĩnh vực phối chế ra các chế phẩm bảo vệ thực vật. Các loại dialkanolamide béo có thể được tổng hợp từ acid béo hoặc methyl ester của các acid béo với dialkanolamine. Đây là những sản phẩm

được xem là thân thiện với môi trường do có khả năng phân hủy sinh học cao cũng như có thể tổng hợp từ nguồn nguyên liệu có thể tái tạo là dầu thực vật, mỡ động vật. Việt Nam có tiềm năng to lớn về các nguồn nguyên liệu dầu thực vật đặc biệt là nguồn mỡ cá tra, cá basa. Việc nghiên cứu tận dụng các nguồn nguyên liệu này để tổng hợp các sản phẩm sinh học trong đó có CHĐBM là một hướng nghiên cứu thiết thực. Bài báo này công bố những kết quả bước đầu trong việc tổng hợp CHĐBM dialkanolamide từ acid oleic, một trong những loại acid béo phổ biến có trong mỡ cá tra, cá basa. Những kết quả nghiên cứu này sẽ là cơ sở để nghiên cứu xây dựng quy trình tổng hợp CHĐBM nói chung và CHĐBM không ion loại dialkanolamide nói riêng từ nguồn nguyên liệu mỡ cá tra, cá basa ứng dụng trong các lĩnh vực đời sống đặc biệt là trong lĩnh vực gia công các loại chế phẩm bảo vệ thực vật.

2 THỰC NGHIỆM

Các phổ $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ và phổ DEPT được đo trên máy cộng hưởng từ hạt nhân Bruker Avance 500 NMR Spetrometer (độ dịch chuyển hóa học δ được tính theo ppm, hằng số tương tác J tính bằng Hz) tại Viện Hóa học - Viện Hàn Lâm Khoa học Việt Nam. Các hóa chất và dung môi sử dụng có nguồn gốc từ Merck. Sắc ký bản mỏng sử dụng bản nhôm silica gel 60 F254 trắng sẵn độ dày 0,2 mm (Merck). Sắc ký cột sử dụng silica gel cỡ hạt 0,04 – 0,06 mm (Merck).

2.1 Tổng hợp dialkanolamide (2)

2.1.1 Trường hợp không xúc tác

Hỗn hợp gồm 14,8 g methyl oleate (0,05 mol) và 31,5 g diethanolamine 99 % (0,3 mol) được khuấy ở tốc độ 800 v/p, nhiệt độ là 160 °C trong thời gian 3 giờ. Hỗn hợp sau phản ứng là chất lỏng màu vàng sậm. Hỗn hợp được chiết với ethyl acetate (EtOAc) (3 × 20 mL). Lốp hữu cơ được rửa với dung dịch CH_3COOH 1 % (3 × 50 mL), sau đó rửa nhiều lần với nước cất cho đến khi có pH = 7. Tiếp theo, thêm dung dịch NaCl bão hòa vào (50 mL), tách lớp hữu cơ bên trên và làm khan với Na_2SO_4 , lọc và cô đuổi dung môi thu được 18,03 g chất màu vàng nhạt dạng sáp. Tiến hành sắc ký cột 0,164 g chất wax này (hệ giải ly EtOAc : PE = 5:1), thu được 0,144 g dialkanolamide (2) (R_f = 0,29; EtOAc). Hiệu suất của phản ứng là 85,71 %.

2.1.2 Trường hợp dùng CH_3ONa làm xúc tác

Hỗn hợp gồm 14,8 g methyl oleate (0,05 mol); 15,75 g diethanolamine 99 % và 0,74 g xúc tác CH_3ONa (5 % so với lượng methyl oleate) được khuấy ở tốc độ 800 v/p, 110 °C trong 3 giờ. Hỗn hợp sau phản ứng là chất lỏng màu vàng. Hỗn hợp

được chiết với EtOAc (3 × 20 mL). Pha hữu cơ được rửa bằng dung dịch CH_3COOH 1% (3 × 50 mL), sau đó rửa nhiều lần với nước cất cho đến khi pha hữu cơ có pH = 7. Tiếp theo thêm dung dịch NaCl bão hòa vào (50 mL), tách pha hữu cơ ở phía trên và làm khan với Na_2SO_4 sau đó cô đuổi dung môi thu được 17,84 g chất màu vàng nhạt dạng wax. Tiến hành sắc ký cột 0,142 g hỗn hợp trên thu được 0,128 g dialkanolamide (2) (R_f = 0,29; EtOAc). Hiệu suất của phản ứng là 87,07 %.

$^1\text{H-NMR}$ (500 MHz, $\text{CDCl}_3\text{-MeOD}$): δ (ppm) 5,36 – 5,31 (m, 2H, $-\text{CH}=\text{CH}-$), 3,73 – 3,71 (m, 2H, $-\text{CH}_2\text{-OH}$), 3,53 – 3,50 (m, 2H, $-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$), 2,42 – 2,39 (t, 2H, $-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$), 1,63 – 1,59 (m, 1H, $-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-(CO)-}$), 1,32 – 1,27 (m, 2H, $-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-(CO)-}$), 0,91 – 0,87 (t, 3H, $-\text{CH}_3$). $^{13}\text{C-NMR}$ (125 MHz, $\text{CDCl}_3\text{-MeOD}$) 175,2 ($-\text{CO}-$), 129,6 – 129,4 ($-\text{CH}=\text{CH}-$), 59,9 – 59,7 ($-\text{CH}_2\text{-OH}$), 51,4 – 49,4 ($-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$), 33,0 ($-\text{CH}_2\text{-(CO)-}$), 31,5 ($-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$), 29,4 – 28,8 ($-\text{CH}_2$), 26,8 ($-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$), 25,0 ($-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-(CO)-}$), 22,3 ($-\text{CH}_3$).

2.2 Tổng hợp methyl 9,10-dihydroxyoctadecanoate (3)

Khuấy hỗn hợp gồm 88,8 g methyl oleate (1) (0,3 mol); 68,1 g H_2O_2 30 % (0,6 mol) và 63 g acid formic 88 % (1,2 mol) ở 60 °C trong 2 giờ. Hỗn hợp sau phản ứng được cho vào phễu chiết và tách lấy lớp hữu cơ. Lốp nước được chiết bằng EtOAc (3 × 20 mL). Các pha hữu cơ được gộp lại và rửa với dung dịch NaHCO_3 bão hòa (60 mL), sau đó rửa với nước cất nhiều lần cho đến khi pha hữu cơ có pH = 7. Cuối cùng cho dung dịch NaCl bão hòa vào (60 mL), thu lớp hữu cơ bên trên, làm khan với Na_2SO_4 , lọc và cô đuổi dung môi thu được 88 g hỗn hợp sản phẩm thô. Hỗn hợp sản phẩm thô được tiếp tục thực hiện phản ứng transester hóa. Cho 88 g hỗn hợp sản phẩm thô; 45 g methanol và 0,88 g xúc tác KOH vào bình cầu 250 mL. Đun hỗn hợp phản ứng ở 70 °C trong 4 giờ, vận tốc khuấy là 800 v/p. Hỗn hợp sau phản ứng được cho vào phễu chiết và tách lấy lớp hữu cơ. Lốp nước được chiết với dung môi EtOAc (3 × 20 mL). Các lớp EtOAc được rửa bằng dung dịch CH_3COOH 5 % (3 × 50 mL), sau đó rửa nhiều lần với nước cất cho đến khi pha hữu cơ có pH = 7, cho dung dịch NaCl bão hòa vào (50 mL), thu lớp hữu cơ bên trên và làm khan với Na_2SO_4 , cô đuổi dung môi thu được 69,5 g hỗn hợp sản phẩm. Tiến hành sắc ký cột với 0,275 g hỗn hợp, thu được (3) với hiệu suất là 62,27 %. $^1\text{H-NMR}$ (500 MHz, CDCl_3) δ ppm: 3,66 (s, 3H, $-\text{OCH}_3$); 2,89 (s, 2H, $-\text{CH-CH-oxirane}$); 2,30 (t, 2H, $-\text{CH}_2\text{(CO)-}$); 1,24-1,64 (m, 28H, 14 CH_2); 0,88 (t, 3H, $-\text{CH}_2\text{CH}_3$). $^{13}\text{C-NMR}$ (125 MHz, CDCl_3) δ ppm: 174,15 ($-\text{CO}-$), 57,15 -

57,11 (-CH-oxirane), 34,06 - 22,6 (-CH₂-), 14,01 (-CH₃).

2.3 Tổng hợp dialkanolamide (4)

2.3.1 Trường hợp không xúc tác

Hỗn hợp gồm 11,16 g (3) (0,03 mol) và 12,6 g diethanolamine (0,12 mol) được khuấy ở tốc độ 800 v/p ở 150 °C trong 3 giờ. Hỗn hợp sau phản ứng là chất lỏng màu vàng. Hỗn hợp được chiết với EtOAc (3 × 20 mL). Pha hữu cơ được rửa với dung dịch CH₃COOH 1 % (2 × 50 mL), sau đó rửa nhiều lần với nước cất cho đến khi pha hữu cơ có pH = 7. Tiếp theo, thêm dung dịch NaCl bão hòa vào (50 mL), thu pha hữu cơ bên trên, làm khan với Na₂SO₄, cuối cùng cô đuổi dung môi thu được 10,42 g sản phẩm thô là chất rắn màu vàng nhạt. Tiến hành sắc ký cột 0,142 g sản phẩm thô này (EtOAc : PE = 5 : 1) thu được 0,123 g dialkanolamide (4) (R_f = 0,32, EtOAc : MeOH = 10 : 1). Hiệu suất là 74,54 %.

2.3.2 Trường hợp sử dụng CH₃ONa làm xúc tác

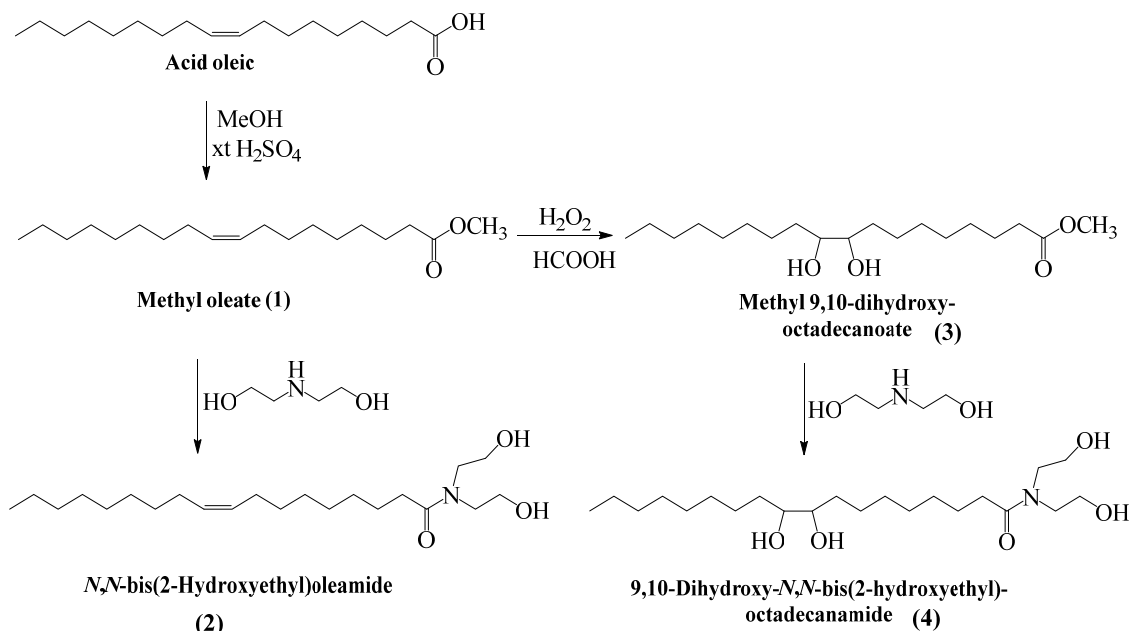
Hỗn hợp gồm 11,16 g (3) (0,03 mol); 6,3 g diethanolamine (0,06 mol) và 0,296 g xúc tác CH₃ONa được khuấy ở 800 v/p, 110 °C trong 2 giờ. Hỗn hợp sau phản ứng là chất lỏng màu vàng. Hỗn hợp được chiết với EtOAc (3 × 20 mL). Pha hữu cơ được rửa với dung dịch CH₃COOH 1 % (2

× 50 mL), sau đó rửa nhiều lần với nước cất cho đến khi pha hữu cơ có pH = 7. Tiếp theo, thêm dung dịch NaCl bão hòa vào (50 mL), thu pha hữu cơ bên trên, làm khan với Na₂SO₄, cuối cùng cô đuổi dung môi thu được 10,77 g chất rắn màu vàng nhạt. Tiến hành sắc ký cột 0,164 g chất rắn trên (EtOAc : PE = 5 : 1) thu được 0,146 g (4) (R_f = 0,32, EtOAc : MeOH = 10 : 1). Hiệu suất của phản ứng là 79,34 %.

Phổ ¹H- NMR (500 MHz, CDCl₃-MeOD): δ (ppm) 3,75 – 3,72 (m, 2H, -CH₂-CH₂-OH), 3,52 – 3,48 (m, 2H, -CH₂-CH₂-OH), 3,36 – 3,34 (m, 1H, -CH-OH), 2,40 – 2,37 (t, 2H, -CH₂-(CO)-), 1,63 – 1,60 (t, 2H, -CH₂-CH₂-(CO)-), 1,43 – 1,27 (m, 26H, -CH₂), 0,89 – 0,86 (t, 3H, -CH₃). Phổ ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃-MeOD) δ (ppm): 175,6 (-CO-), 74,1 – 74,0 (-CH(OH)-), 60,3 – 60,0 (-CH₂-OH), 51,7 – 49,8 (-CH₂-CH₂-OH), 33,2 – 33,1 (-CH₂-CH(OH)-), 31,6 (-CH₂-(CO)-), 29,5 – 28,9 (-CH₂), 22,4 (-CH₂-CH₃), 13,7 (-CH₃).

3 KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Chất hoạt động bề mặt (CHĐBM) không ion loại dialkanolamide có thể được tổng hợp bằng phản ứng amide hóa methyl ester sử dụng dialkanolamine. Sơ đồ tổng hợp CHĐBM không ion diethanolamide từ nguyên liệu đầu là oleic acid được tóm tắt trong Hình 1.



Hình 1: Quy trình tổng hợp CHĐBM không ion từ oleic acid

Hai CHĐBM không ion dialkanolamide cần tổng hợp là (2) và (4). Đầu tiên, acid oleic được cho tác dụng với methanol tạo ra methyl oleate với hiệu suất đạt 85 % (Bùi Thị Bửu Huệ, 2010).

Methyl oleate sau đó được cho phản ứng với diethanolamine (DEA). Điều kiện tổng hợp tìm được như sau: tỉ lệ mol methyl oleate : DEA = 1:6; nhiệt độ phản ứng là 160°C; thời gian phản ứng là 3 giờ; tốc độ khuấy là 800 v/p. Trong điều kiện này

hiệu suất sản phẩm diethanolamide (2) thu được là 85 %. Sản phẩm là chất rắn màu trắng ($R_f = 0,29$ trong hệ giải ly ethyl acetate, EtOAc). Cấu trúc của sản phẩm (2) được xác nhận bằng phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR). Trong phổ $^1\text{H-NMR}$ có sự hiện diện của tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 5,36 – 5,31 ppm (mũi đa) là proton đặc trưng của nhóm $\text{CH}=\text{CH}$. Các tín hiệu cộng hưởng ở 3,73 – 3,71 ppm (mũi đa) và 3,53 – 3,50 ppm (mũi đa) là các tín hiệu đặc trưng của các proton của hai nhóm $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$. Ngoài ra, còn có các tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 2,42 – 2,39 ppm (mũi ba) là proton đặc trưng của nhóm $\text{CH}_2\text{-(CO)}$; ở khoảng 2,06 – 1,99 ppm (mũi đa) là proton đặc trưng của nhóm $\text{CH}_2\text{-CH}=\text{CH}$; ở khoảng 1,63 – 1,59 ppm (mũi bốn) là các proton đặc trưng của các nhóm $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-(CO)}$; ở khoảng 1,33 – 1,27 ppm (mũi bốn) là các proton đặc trưng của các nhóm CH_2 và ở khoảng 0,91 – 0,87 ppm (mũi ba) là proton đặc trưng của nhóm CH_3 đầu mạch.

Trong phổ $^{13}\text{C-NMR}$ có tín hiệu cộng hưởng ở 175,3 ppm nhưng không thấy xuất hiện ở phổ DEPT 90 và DEPT 135 là đặc trưng của nhóm (CO). Tín hiệu cộng hưởng ở 129,6 – 129,4 ppm (mũi dương trong DEPT 90 và DEPT 135) là đặc trưng của nhóm $\text{CH}=\text{CH}$; Tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 59,9 – 59,7 ppm (mũi âm trong DEPT 135) là đặc trưng của các nhóm $\text{CH}_2\text{-OH}$. Tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 51,4 – 49,4 ppm (mũi âm trong DEPT 135) là đặc trưng của các nhóm $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$. Tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 33,1 ppm (mũi âm trong DEPT 135) là đặc trưng của nhóm $\text{CH}_2\text{-(CO)}$. Tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 31,6 ppm (mũi âm trong DEPT 135) là đặc trưng của nhóm $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$; Tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 29,4 – 28,8 ppm (mũi âm trong DEPT 135) là đặc trưng của các nhóm CH_2 . Tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 26,8 ppm (mũi âm trong DEPT 135) là đặc trưng của nhóm $\text{CH}_2\text{-CH}=\text{CH}$. Tín hiệu cộng hưởng ở 25,1 ppm (mũi âm trong DEPT 135) là đặc trưng của nhóm $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-(CO)}$; và tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 22,3 ppm (mũi dương trong DEPT 135) là đặc trưng của nhóm CH_3 .

Nghiên cứu cũng sử dụng CH_3ONa làm xúc tác cho giai đoạn tổng hợp diethanolamide. Kết quả cho thấy nếu sử dụng 5 % CH_3ONa (so với khối lượng methyl oleate) thì tỉ lệ mol giữa methyl oleate và DEA sử dụng trong phản ứng giảm xuống còn 1:3 (thay vì 1:6 trong trường hợp không dùng xúc tác) và nhiệt độ phản ứng giảm còn 110 °C (nhiệt độ cần thiết là 160 °C trong trường hợp không dùng xúc tác) trong khi hiệu suất phản ứng vẫn duy trì cao (trên 85 %). Điều này có thể giải thích do tính base của CH_3ONa mạnh hơn

diethanolamine nên xúc tiến quá trình cộng chất thân hạch vào methyl ester diễn ra dễ dàng hơn.

Nhằm làm tăng tính phân cực của phân tử từ đó cải thiện hoạt tính bề mặt của sản phẩm (2), các vị trí $\text{C}=\text{C}$ trên khung sườn carbon của methyl oleate (1) được tiến hành dihydroxyl hóa sử dụng hỗn hợp $\text{HCOOH/H}_2\text{O}_2$ tạo sản phẩm 9,10-dihydroxyoctadecanoate (3). Ester (3) sau đó được thực hiện phản ứng amino giải bởi DEA. Điều kiện phản ứng như sau: tỉ lệ mol (3) : DEA = 1 : 2; lượng xúc tác NaOCH_3 là 3 % (so với khối lượng ester (3)); nhiệt độ phản ứng là 110 °C; thời gian phản ứng là 2 giờ; tốc độ khuấy là 800 v/p. Trong điều kiện này hiệu suất sản phẩm diethanolamide (4) thu được là 79 %. Dialkanolamide (4) tổng hợp được có dạng chất rắn màu trắng có nhiệt độ nóng chảy là 75,8 °C ($R_f = 0,32$ trong hệ giải ly ethyl acetate : methanol = 10 : 1). Tương tự trường hợp (1), nếu không dùng xúc tác NaOCH_3 thì muốn duy trì hiệu suất phản ứng khoảng 79 % đòi hỏi phải dùng dư diethanolamine rất nhiều (gấp 4 - 6 lần so với ester (3)) đồng thời nhiệt độ phản ứng đòi hỏi cũng cao hơn (150 °C).

Cấu trúc của sản phẩm (4) được xác nhận dựa trên dữ liệu phổ nghiệm NMR. Trong phổ $^1\text{H-NMR}$ ngoài các tín hiệu cộng hưởng tương tự như trong trường hợp sản phẩm (2) thì không thấy có tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 5,36 – 5,31 ppm (mũi đa) là proton đặc trưng của nhóm $\text{CH}=\text{CH}$; thay vào đó là có sự xuất hiện tín hiệu cộng hưởng ở khoảng 3,36 – 3,34 ppm (mũi đa) là proton đặc trưng của nhóm CH(OH) . Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ và phổ DEPT cũng xác nhận sự hiện diện carbon methin qua sự hiện diện của tín hiệu cộng hưởng ở 74,1 – 74,0 ppm (là mũi dương trong phổ DEPT 90 và DEPT 135).

Dựa trên những kết quả mà nghiên cứu đã đạt được trong quá trình khảo sát tìm điều kiện tối ưu để tổng hợp hai CHĐBM không ion dialkanolamide (2) và (4) thì mặc dù hiệu suất tổng hợp khá cao nhưng thời gian để các phản ứng đạt được mức chuyển hóa hoàn toàn là tương đối dài. Do đó, nhằm rút ngắn thời gian phản ứng, nghiên cứu đã sơ bộ thực hiện các phản ứng trên sử dụng các thông số phản ứng tìm được về tỉ lệ mol tác chất, nhiệt độ phản ứng, lượng xúc tác (nếu có) nhưng có sự hỗ trợ của vi sóng thay vì phương pháp cô điển (khuấy cơ học và gia nhiệt thông thường). Kết quả cho thấy, trong tất cả các trường hợp khảo sát, thời gian phản ứng được rút ngắn đáng kể (hàng giờ xuống còn hàng phút) trong khi hiệu suất phản ứng vẫn duy trì cao (từ 70 đến 80 %) (Bảng 1).

Bảng 1: So sánh điều kiện tổng hợp CHĐBM diethanolamide bằng phương pháp cổ điển và phương pháp vi sóng

Các yếu tố	Tổng hợp sản phẩm (2)				Tổng hợp sản phẩm (4)			
	Không xúc tác		Có xúc tác		Không xúc tác		Có xúc tác	
	1	2	1	2	1	2	1	2
Tỉ lệ mol ester: DEA	1:6	1:6	1:3	1:3	1:4	1:4	1:2	1:2
Thời gian phản ứng (giờ)	3	0,3	3	0,2	3	0,3	2	0,15
Nhiệt độ phản ứng (°C)	160	160	110	110	140	140	110	110
Lượng xúc tác (% w)	-	-	5	5	-	-	3	3

1: Phương pháp cổ điển

2: Phương pháp có hỗ trợ của vi sóng

Kết quả trên cho thấy tiềm năng ứng dụng vi sóng trong tổng hợp các CHĐBM không ion loại dialkanolamide.

Hai CHĐBM (2) và (4) được tiếp tục đánh giá khả năng tạo nhũ bằng cách phối trộn với paraffin, *n*-butanol và nước với các tỉ lệ khác nhau. Kết quả tìm được công thức tạo nhũ bền của hai CHĐBM như sau:

10% CHĐBM (2) + 60% nước + 25% paraffin + 5% *n*-butanol

15% CHĐBM (4) + 50% nước + 35% paraffin.

Cả hai hệ nhũ tạo thành đều bền hơn một tháng tồn trữ (ở nhiệt độ phòng) và đều thuộc loại hệ nhũ tương nước trong dầu. Kết quả này cho thấy khả năng ứng dụng của các CHĐBM này thay cho các CHĐBM gốc khoáng khó phân hủy sinh học trong phối chế các chế phẩm bảo vệ thực vật.

Các nghiên cứu đang được tiếp tục nhằm hoàn chỉnh điều kiện tổng hợp CHĐBM diethanolamide (2) và (4) dưới sự hỗ trợ của vi sóng đồng thời nghiên cứu điều kiện tổng hợp CHĐBM loại diethanolamide từ nguồn nguyên liệu là mỡ cá tra, cá basa ứng dụng trong phối chế các chế phẩm bảo vệ thực vật.

4 KẾT LUẬN

Bằng các phương pháp hóa học như transester hóa, amide hóa và epoxy hóa, hai loại dialkanolamide béo đã được tổng hợp thành công từ acid oleic với hiệu suất khá tốt. Các alkanolamide loại này được biết là những chất hoạt động bề mặt không ion có khả năng phân hủy sinh

học cao, thân thiện với môi trường và nhất là được tổng hợp từ nguồn nguyên liệu có thể tái tạo như dầu thực vật, mỡ cá tra, cá basa. Nghiên cứu đang được tiếp tục trên nguồn nguyên liệu là mỡ cá tra, cá basa cũng như đánh giá các chỉ tiêu chất lượng và khả năng ứng dụng của các sản phẩm chất hoạt động bề mặt tổng hợp được.

LỜI CẢM ƠN

Công trình nghiên cứu này thuộc nội dung nghiên cứu của đề tài nghiên cứu khoa học cấp Bộ mã số: B2014-16-33.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

Bùi Thị Bửu Huệ, Hà Thanh Mỹ Phương, 2010, Tổng hợp Alkanolamidit và Alkanediamit từ Oleic Axit, Tạp chí Hóa Học, Viện KH&CN VN, 4B, 75-80.

Drew Myer, 2006, Surfactant Science and Technology, Third Edition, John Wiley and Sons, Inc., Hoboken, New Jersey.

Kolancilar, 2004, Preparation of laurel oil alkanolamide from laurel oil, Journal of the American Oil Chemists' Society, Volume 81, Issue 6, pp 597-598.

Linda D. Rhein, Mitchell Schlossman, Anthony O'Lenick and P. Somasundaran, 2007, Surfactants in personal care products and Decorative Cosmetic, Volume 135, Taylor and Francis Group, CRC Press, United State.

Peter S Piispanen, 2002, Synthesis and characterization of surfactants based on natural product, Kungl Tekniska Högskolan, Stockholm.

Richard J. Farn, 2006, Chemistry and Technology of Surfactant, Blackwell Publishing Ltd.