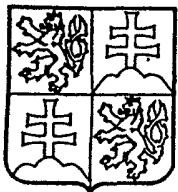


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 400

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 11 D 1/52

(21) PV 5053-88.K
(22) Přihlášeno 14 07 88

(40) Zveřejněno 12 09 89
(45) Vydáno 16 01 91

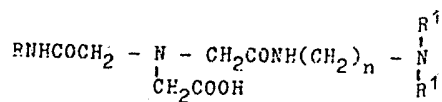
(75)
Autor vynálezu

KROB VÁCLAV
ŠMIDRKAL JAN ing. CSc.
ZAJÍCOVÁ HANA
NOVÁK JAN ing. CSc.
SOLAROVÁ MARIE
PROCHÁZKA KAREL, RAKOVNÍK

(54)

Amid kyseliny aminokarboxylové

(57) Amidy aminokarboxylové kyseliny obecného vzorce I, určené pro použití v pracích prostředcích pro jemné prádlo a kyselých čistících prostředcích. Amid je stabilní a povrchově aktivní v širokém rozmezí pH.

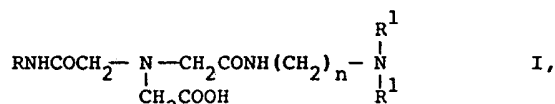


Vynález se týká amidů aminokarboxylových kyselin, použitelných jako povrchově aktivní látky.

Mezi obvykle používané amfoterní tenzidy patří karboxybetainy, sulfobetainy a deriváty aminokarboxylových kyselin.

Amfoterní tenzidy na bázi aminokyselin popisují v souhrnné práci "Amphoteric Surfactants" B. R. Bluestein a C. L. Hilton. Tenzid připravený reakcí dietylaminopropylaminu s maleinanhydridem a dodecylaminem vykazuje podle autorů velmi nízkou hraniční dráždivost na oči a pokožku. Nevýhodou tohoto typu tenzidů je přítomnost sekundární aminoskupiny, neboť při její biologické degradaci mohou vznikat toxické nitrosaminy.

Výše uvedené nevýhody nemají amidy aminokarboxylových kyselin obecného vzorce I



ve kterém R značí alkylový zbytek s 8 až 22 atomy uhlíku, R¹ alkylový zbytek s 1 až 3 atomy uhlíku a n přirozené číslo 2 až 3.

Připravené amidy aminokarboxylových kyselin jsou tenzidy použitelné v širokém rozsahu hodnot pH (od 2 do 12).

Příprava amidů aminokarboxylových kyselin je uvedena v následujících příkladech.

Příklad 1

V míchaném reaktoru o objemu 1 200 l se nechá reagovat 275 kg N,N-dimetylaminopropylamidu kyseliny nitrilotrioctové ve 152 kg 1,2-propandiolu a 186 kg dodecylaminu při teplotě 160 °C po dobu 6 h. Během reakce se titračně stanovuje množství primárního aminu. Reakční směs se hydrolyzuje 100 kg 40 % hydroxidu sodného při teplotě 60 až 80 °C po dobu 2 h a naředí se 360 kg vody. Získaný produkt byl chromatograficky rozdělen tenkovrstvou chromatografií v soustavě chloroformmetanol (95 : 5). V hlavním podílu (N,N-dimetylaminopropylamid dodecylamid kyseliny nitrilotrioctové) o molekulové hmotnosti 430,8 byl stanoven celkový dusík (teorie 13,01 %, zjištěno 12,59 %) a dusík po blokování terciární aminoskupiny (teorie 6,50 %, zjištěno 6,11 %).

Příklad 2

V nerezovém autoklávu se nechá zreagovat 102 kg N,N-dimetylpropylendiaminu s 191,5 kg kyseliny nitrilotrioctové v 138 kg etanolu při teplotě 140 °C v tlaku 0,8 MPa. Po zreagování 1. stupně se přidá 214 kg tetradecylaminu a po 4 hodinách reakce při 140 °C za normálního tlaku se směs hydrolyzuje 187 kg 30 % roztoku hydroxidu draselného při 50 °C po dobu 1,5 hodiny. Roztok se naředí 1 030 kg vody. Po rozdělení tenkovrstvou chromatografií a po krystalizaci bylo zjištěno elementární analýzou 63,2 % uhlíku (teorie 11,9 %) a 10,4 % vodíku (teorie 10,7 %).

Příklad 3

Do reaktoru jako v příkladu 1 se předloží 102 kg N,N-dimetylpropylendiaminu a 152 kg 1,2-propandiolu. Do směsi se při teplotě 90 °C vmíchá 191 kg kyseliny nitrilotrioctové. Po zreagování 1. stupně (6 hodin při teplotě 165 °C a negativním důkazu na primární aminoskupinu) se přidá 129 kg oktylaminu a směs reaguje při 140 °C 3 hodiny. Potom se zhydrolyzuje 100 kg 40 % hydroxidu sodného při teplotě 60 °C a neutralizuje se kyselinou citronovou na pH 5,5. Směs se naředí na 50 % roztok 100 kg vody. Tenkovrstvou chromatografií byl získán amid, jehož elementární analýzou bylo zjištěno 58,8 % uhlíku (teorie 59,1 %), 14,1 % dusíku (teorie 14,25 %) a 9,5 % vodíku (teorie 9,8 %).

Porovnání povrchového napětí připravených amidů a pěnivost amidů podle příkladu 1 je uvedena v následujících tabulkách.

Povrchové napětí amidů aminokarboxylových kyselin

Podmínky: koncentrace aktivní látky $1,0 \text{ g.l}^{-1}$

teplota 20°C

destilovaná voda

tenzid podle příkl.	Povrchové napětí $/\text{mN.m}^{-1}/$		
	pH 4	pH 7	pH 10
1	27,2	27,6	27,5
2	35,6	36,4	36,0
3	26,8	27,2	27,3

Pěnivost amidu aminokarboxylové kyseliny podle příkladu 1/ dle Ross-Milese.

Podmínky: Koncentrace aktivní látky 1 g.l^{-1} , teplota 20°C , tvrdost vody 0°N

čas (min.)	výška pěny /mm/ při pH		
	4	7	10
0	15,0	14,5	17,0
3	12,5	12,5	15,0
5	12,5	12,5	15,0

tvrdost vody 20°N , ostatní podmínky shodné.

0	18,0	8,0	14,0
3	15,0	6,5	11,5
5	15,0	6,5	11,5

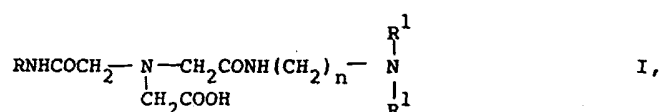
Tenzid podle příkladu 2 byl porovnáván s anionaktivním tenzidem, který je obecně používán v recepturách pracích prostředků. Prací schopnost alkylbenzensulfonanů /ABS/ a alkansulfonanů je nedostačující zejména ve vodách s vyšším obsahem vápenatých iontů. Jsou proto kombinovány s vysokým množstvím komplexotvorných látek, tzv. "builderů". K výhodám nového typu tenzidu patří vysoká prací účinnost samotné aktivní látky, což dokazuje následující tabulka: /účinnost byla porovnávána podle metodiky Státní zkušebny č. 240/.

	Koncentrace $\text{g a.l.}/\text{l}^{-1}$	Prací schopnost %	
		H_2O dest.	H_2O tvrdost $1,783 \text{ mmol Ca}^{2+}/\text{l}$
ABS	1,0	41,5	15,4
tenzid dle příkl. 1	1,0	46,2	31,2

Srovnatelnou účinnost vykazují v alkalické oblasti i tenzidy z příkladů 1 a 3.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Amid aminokarboxylové kyseliny obecného vzorce I



Ve kterém R značí alkylový zbytek s 8 až 22 atomy uhlíku, R^1 alkylový zbytek s 1 až 3 atomy uhlíku a n přirozené číslo 2 až 3.