



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 30.08.79 (P. 218060)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 27.03.81

Opis patentowy opublikowano: 15.08.1984

Int. Cl.⁸ C07C 97/02

CZYŚCIELNIA

Urząd Patentowy

Twórcy wynalazku: Wojciech Jerzykiewicz, Mieczysław Zawadzki,
Zbigniew Krasnodebski, Bronisław Naraniecki,
Jadwiga Maksymiec, Ludwik Frychel,
Jerzy Karpiński

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej
„Blachownia”, Kędzierzyn-Koźle (Polska)

Sposób wytwarzania octanów amin tłuszczowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania octanów amin tłuszczowych znajdujących zastosowanie jako środki powierzchniowoczynne.

Powszechnie stosowana metoda otrzymywania octanów amin tłuszczowych polega na bezpośredniej reakcji lodowatego kwasu octowego z aminą. Reakcja jest silnie egzotermiczna, mimo dokładnego mieszania i odbioru ciepła następują miejscowe przegrzania w wyniku których powstają obok octanów amidy. Otrzymany w takim procesie produkt zawiera nawet do 10% amidów, jest substancją stałą lub pastową, kłopotliwą w użytkowaniu, wymagającą topienia, w wyniku którego wzrasta zawartość amidów. Amidy nie rozpuszczają się w wodzie, aby poprawić formę użytkową octanów amin tłuszczowych wprowadza się do procesu ich wytwarzania rozpuszczalniki, w których rozpuszczają się aminy i ich octany.

Najczęściej stosuje się niższe alkohole alifatyczne. Octany wytwarza się wówczas w temperaturze 40—70°C w roztworze, który umożliwia sprawny odbiór ciepła reakcji. Utrzymanie temperatury reakcji na założonym poziomie jest łatwiejsze, a proces przebiega łagodniej i w niższych temperaturach. Okazało się, że najlepsze właściwości posiada produkt zawierający 35—50% octanu aminy w 50% roztworze wodnym etanolu. Jednak produkt otrzymany w reakcji aminy z kwasem w środowisku 50% wodnego roztworu etanolu tworzy żele z niejonowymi związkami powierzchniowocznymi, z którymi stosowany jest najczęściej w różnego rodzaju

2

środkach pomocniczych. Ta cecha ogranicza znacznie zastosowanie takiego produktu.

Celem wynalazku było znalezienie takiego sposobu wytwarzania octanów amin tłuszczowych w środowisku alkoholowo-wodnym aby produkt reakcji mieszał się dobrze z niejonowymi związkami powierzchniowocznymi i posiadał dobre właściwości użytkowe.

Istota wynalazku polega na tym, że do 40—45 części wagowych stopionej aminy tłuszczowej dozuje się 0,8—1,4 części wagowych lodowatego lub stężonego kwasu octowego, mieszając całość i chłodząc tak aby temperatura nie przekroczyła 70°C, następnie dodaje się 10—14 części wagowych etanolu i 10—14 części wagowych wody zdemineralizowanej lub kondensatu wodnego po czym w temperaturze 50—60°C dozuje się 8—13 części wagowych lodowatego lub stężonego kwasu octowego a następnie 10—14 części wagowych etanolu oraz 10—14 części wagowych wody. Po wymieszanu uzyskuje się produkt, który nie zawiera lub zawiera śladowe ilości amidów, jest rozpuszczalny w wodzie, miesza się z niejonowymi substancjami powierzchniowocznymi zawiera od 35—50% mieszaniny octanów amin tłuszczowych, o ogólnym wzorze przedstawionym na rysunku, gdzie R oznacza nasycony lub nienasycony łańcuch węglowodorowy zawierający od 8 do 22 atomów węgla.

W sposobie według wynalazku stosować można stężony kwas octowy, jak również wodne roztwory etanolu, zastosowanie tych surowców upraszcza i obniża koszty produkcji octanów amin tłuszczowych. Najistotniejszą

3

zaletą sposobu według wynalazku jest to, że uzyskany produkt nie zawierając praktycznie nieczynných powierzchniowo amidów posiada własności powierzchniowo-czynne wyższe, jest łatwy w stosowaniu, przechowywaniu dzięki czemu znajduje zastosowanie jako składnik różnych preparatów, głównie myjąco-dezynfekujących.

Przykład I. Do reaktora wyposażonego w mieszadło, chłodnicę zwrotną wężownicę chłodzącą, ogrzewanie elektryczne i wkraplacz załadowano 406 g aminy oleinowej stopiono ją podgrzewając do 50°C. Następnie do reaktora wiano 9 g lodowatego kwasu octowego w wyniku czego temperatura wzrosła do 67°C. Do reaktora dodano 126 g etanolu i 125 g wody, a następnie wdozowano 85 g lodowatego kwasu octowego utrzymując temperaturę 50—60°C. Po wdozowaniu kwasu ponownie dodano 125 g etanolu i 125 g wody i całość wymieszano. Otrzymany produkt zawierał 50,6% wagowych mieszaniny octanów amin o zawartości 3% wagowych octanu dodecyloaminy, 3% wagowych octanu tetradecyloamin, 6% wagowych octanu heksadecyloaminy, 4% wagowych octanu heksadecyleno aminy, 9% wagowych oktadecyloaminy i 75% oktadecylenoaminy, ślady amidu a jego mieszaniny z oksyetylowanym nonylofenolem zawierającym średnio 8 moli tlenu etylenu (nazwa handlowa Rokofenol N-8) dawały jednorodne roztwory wodne w całym zakresie stężeń.

Dla porównania wykonano próbę w której do opisanego reaktora załadowano 406 g aminy oleinowej, aminę stopiono, przez podgrzanie, wkroplono 94 g kwasu octowego lodowatego, mimo chłodzenia temperatura wzrosła do 90°C. Po wdozowaniu kwasu produkt schłodzono. Uzyskany produkt zawierał 90% wagowych octanu aminy 8% amidu kwasu octowego i aminę nieprzereagowaną. Dla porównania wykonano próbę w której do opisanego reaktora załadowano 406 g aminy oleinowej i stopiono ją podgrzewając do 40°C. Następnie mieszając i ogrzewając zawartość dodano 250 g etanolu oraz 250 g wody destylowanej. W temperaturze 60°C wdozowano 94 g lodowatego kwasu octowego regulując tempo dozowania i chłodzenie tak, aby temperatura nie przekroczyła 70°C. Po czym dodano 250 g etanolu i 250 g wody. Otrzymany produkt zawierał 50,2% mieszaniny octanu amin oraz 0,1% amidu. W temperaturze otoczenia był klarowną cieczą. Mieszaniny produktu z oksyetylowanym nonylofenolem zawierającym średnio 8 cząstek tlenu etylenu (Rokafenol N-8) po dodaniu do wody tworzyły żele. Klarowne roztwory dawały tylko mieszaniny zawierające mniej niż 10 i więcej niż 80% wagowych produktu reakcji.

Przykład II. Do reaktora jak w przykładzie I załadowano 400 g aminy oleinowej i podgrzano ją do temperatury 50°C, po czym wiano 12 g 80% kwasu octowego w wyniku czego temperatura wzrosła do 65°C. Następnie do reaktora dodano 125 g etanolu i 100 g wody destylowanej, po czym w temperaturze

4

5—60°C wdozowano 105 g 80% kwasu octowego. Po wdozowaniu kwasu dodano 125 g etanolu i 125 g wody. Otrzymany produkt zawierał 49% mieszaniny octanów amin o zawartości 0,1% wagowego octanu dodecyloaminy, 0,9% wagowego octanu tetradecyloaminy, 28% wagowych heksadecyloaminy i 79% wagowych oktadecyloaminy, amidu nie stwierdzono. Zmieszany w każdym stosunku z oksyetylowanym nonylofenolem rozpuszczał się dobrze w wodzie.

Przykład III. Do reaktora jak w przykładzie I załadowano 400 g aminy stearynowej i po podgrzaniu do temperatury 50°C dodano 10 g lodowatego kwasu octowego. Temperatura mieszaniny reakcyjnej wzrosła do 68°C. Dodano 140 g etanolu i 100 g wody, po czym w temperaturze 50—60°C wdozowano 90 g lodowatego kwasu octowego i dodano 140 g etanolu i 120 g wody. Otrzymany produkt nie zawierał amidu i zawierał 48% octanu aminy. Jego mieszaniny z oksyetylowanymi nonylofenolami o stopniu oksyetylacji od 5 do 10 dobrze rozpuszczały się w wodzie.

Przykład IV. Do reaktora jak w przykładzie I załadowano 450 g aminy otrzymanej z kwasów rzepakowych i po podgrzaniu do temperatury 50°C dodano 8 g lodowatego kwasu octowego w wyniku czego temp. wzrosła do 65°C. Następnie dodano 140 g etanolu i 140 g wody, po czym w temperaturze 50—60°C wdozowano 82 g kwasu octowego lodowatego i dodano 140 g etanolu i 140 g wody. Otrzymany produkt zawierał 50% mieszaniny octanów amin o zawartości 1% wagowego octanu oktyloaminy, 2% wagowych octanu dodecyloaminy, 7% wagowych octanu tetradecyloaminy, 7% wagowych octanu heksadecyloaminy, 15% wagowych octanu oktadecyloaminy, 25% wagowych octanu eikozyloaminy, 5% wagowych octanu eikozynyloaminy, 2% wagowych octanu eikozynyloamin, 30% wagowych octanu dokozyloaminy i 6% wagowych octanu dokozyloaminy, i nie stwierdzono zawartości amidu. Produkt w mieszaninie z niejonowymi związkami powierzchniowoczynnymi dobrze rozpuszczał się w wodzie.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania octanów amin tłuszczowych przez reakcję amin tłuszczowych z kwasem octowym w środowisku wodno-etanolowym, **znamienny tym**, że do 40—45 części wagowych stopionej aminy tłuszczowej dozjuje się 0,8—1,4 części wagowych lodowatego lub stężonego kwasu octowego, mieszając całość i chłodząc tak aby temperatura nie przekroczyła 70°C, następnie dodaje się 10—14 części wagowych etanolu i 10—14 części wagowych wody zdeminielizowanej lub kondensatu wodnego, po czym w temperaturze 50—60°C dozjuje się 8—13 części wagowych lodowatego lub stężonego kwasu octowego, a następnie 10—14 części wagowych etanolu oraz 10—14 części wagowych wody.

