



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

197 793

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 13 02 78
(21) PV 901-78

(51) Int. Cl.³ C 07 C 135/02

(40) Zveřejněno 31 08 79
(45) Vydáno 01 5 82

(75)

Autor vynálezu PROCHÁZKA JAN ing. CSc., DĚČÍN

(54) Způsob výroby dimethylalkylaminoxidu

1

Vynález se týká způsobu výroby dimethylalkylaminoxidu.

Dimethylalkylaminoxidy jsou již dlouho známé pěnотvorné látky, určené nejen k tvorbě, ale i ke stabilizaci koupelových pěn, kosmetických šamponů apod. Dimethylalkylaminoxidy se běžně připravují oxidací terciárních mastných aminů, kde dva alkyly na dusíku jsou tvořeny methyly a třetí alkyl pochází zpravidla ze štěpení přírodních tuků, např. kokosového oleje a nebo se získává chemicky oxidací parafinu nebo selektivní polymerací nízkých olefinů. Tento alkyl můžeme charakterizovat jako uhlovodíkový řetězec C_8 až C_{18} nasycený nebo nenasycený. K oxidaci dimethylalkylaminu na dimethylalkylaminoxid se nejčastěji používá vodný peroxid vodíku v koncentraci 2,7 až 75 % hmot. H_2O_2 , méně častým, a prakticky jen v laboratorním měřítku používaným oxidačním činidlem jsou perkyseliny, kyselina Caroová, chloran sodný a pod. Označme v dalším textu tento způsob výroby symbolem A. Velkou nevýhodou postupu A je intenzivní pění reakční směsi v průběhu výroby, zejména ve velkých průmyslových objemech. Vysoká pěnívost reakční směsi má nutně za následek nízkokapacitní plnění reaktoru a dlouhé reakční časy. (Pro ilustraci, v reaktoru objemu 1 600 litrů se vyrobí 700 kg produktu za 60 hodin). Oxidaci dimethylalkylaminu na dimethylalkylaminoxid je však také možné provádět v prostředí organických rozpouštědel, např. v ethanolu, kyselině octové, dioxanu, acetonu apod. S výjimkou ethanolu mají všechny ostatní jen laboratorní, nikoliv průmyslový, význam. Způsob reakce prováděné v ethanolu vodným roztokem peroxidu vodíku popisují německý patent 664 425 (1938), patent DE 1 163 850 (1964) a literatura Jerchal D.,

197 793

Jung G. Ber. 85, (1938). Pro označení v dalším textu nazvěme tento postup symbolem B. Postup B je charakterizován tím, že výchozí reakční směs obsahuje 8 až 17 % mastného terciárního aminu, 60 až 88 % ethanolu a 4 až 32 % vody a do této směsi se postupně přidává vodný roztok peroxidu vodíku koncentrace 6 až 30 %. V případě postupu B se oxidací prováděnou v prostředí ethanolu z průmyslového hlediska odstraní neúnosná pěnivost v průběhu výroby, ale získá se touto cestou produkt výrazně zhoršené kvality, vyjádřeno jeho pěnící schopností. Produkt není možno použít pro kosmetické účely, neboť obsahuje značné množství kyseliny octové a vedlejších splodin oxidační reakce. Další nevýhodou postupu B je zvýšené požární nebezpečí, doprovázející průmyslovou výrobu.

Uvedené nevýhody odstraňuje postup podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se používá jen takového množství ethanolu nebo isopropylalkoholu, které je nezbytně nutné k dosažení homogenity heterogenního systému mastný amin - voda na počátku reakce. Toto množství představuje 10 až 22 % hmot., takže výchozí reakční směs obsahuje 75 až 90 % hmot. dimethylalkylaminu, 10 až 22 % hmot. ethanolu nebo isopropanolu a až 3 % hmot. vody.

Postup podle vynálezu umožňuje ve srovnání s dosud známými postupy dosažení vysokého výkonu výrobního zařízení při zachování kvality výrobku. Produkt, vyrobený postupem podle vynálezu, vyhovuje plně pro použití ve všech kosmetických pěnivých přípravcích.

Příklad 1

V reaktoru 1 600 litrů se při teplotě cca 20 °C smísí 300 kg dimethylkokosaminu (stř. mol. hmotnost 230) a 60 kg 96 % hmot. ethanolu. Reakční směs se za míchání vyhřeje na 68 až 75 °C a začne se připouštět 17,5 % hmot. peroxidu vodíku v množství 365 kg. Připouštění peroxidu trvá celkem asi 6 hodin při teplotě 68 až 86 °C. Po zreagování se přidá ještě 370 kg vody. Takto získaný produkt měl pěnivost (měřenou metodou Rosse-Milles při koncentraci 1 g/l a čase 1 min.) 93 ml, analogicky připravený vzorek metodou A 95 ml a metodou B 74 ml. Přitom ve srovnání s postupem A (700 kg za 60 hodin) bylo vyrobeno 1 000 kg za 16 hodin.

Příklad 2

V reaktoru 1 600 litrů při teplotě cca 20 °C smísí 300 kg dimethylkokosaminu (stř. mol. hmotnost 230) s 60 kg isopropanolu. Reakční směs se za míchání vyhřeje na 68 až 75 °C a při téže teplotě se po dobu 6 hodin připouští 365 kg 17,5 % hmot. peroxidu vodíku. Po zreagování se přidá 370 kg vody. Takto získaný produkt měl pěnivost (měřenou metodou Rosse-Milles při koncentraci 1 g/l a čase 1 min.) 87 ml, analogický vzorek připravený postupem A 95 ml a postupem B 68 ml. Rovněž ve srovnání s postupem A (700 kg za 60 hodin) bylo vyrobeno 1 000 kg za 16 hodin.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby dimethylalkylaminoxidu, kde alkyl je uhlovodíkový řetězec C_8 až C_{18} nasycený nebo nenasycený, oxidací dimethylalkylaminu, vyznačený tím, že vodný peroxid vodíku v koncentraci 10 až 22 % hmot. H_2O_2 se přidává do směsi, skládající se z 75 až 90 % hmot. dimethylalkylaminu, 10 až 22 % hmot. ethanolu nebo isopropanolu a vody v množství až 3 % hmot., při teplotě 68 až 85 °C.