



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11) **263844**

(13) B1

(21) PV 5681-87.G
(22) Přihlášeno 29 07 87

(40) Zveřejněno 16 09 88
(45) Vydáno 15 07 89

(51) Int. Cl. 4
C 11 D 1/42
C 07 C 87/00

(75)
Autor vynálezu

KROB VÁCLAV, ZAJÍCOVÁ HANA, ŠMIDRKAL JAN ing. CSc., RAKOVNÍK,
MIKULCOVÁ DAGMAR ing., NOVÉ STRAŠECÍ, KOMÍNKOVÁ VENDULKA,
LUŽNÁ, NOVÁK JAN ing. CSc., SOLAROVÁ MARIE, RAKOVNÍK

(54)

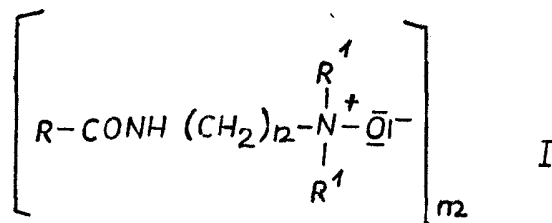
Aminoxid

(57) Řešení se týká aminooxidů obecného vzorce I, ve kterém R značí alkylový zbytek polymerní karboxylové kyseliny s 20 až 60 atomy uhlíku

R¹ — alkylový zbytek s 1 až 3 atomy uhlíku,

m — přirozené číslo 2 až 3 a

n — přirozené číslo 1 až 3, připraveného z terciárního amidoaminu a peroxidu vodíku. Terciární amidoamin se připraví reakcí polymerní karboxylové kyseliny s diaminem. Připravené aminooxidy jsou vhodné do receptur avivážních a kondičních přípravků.



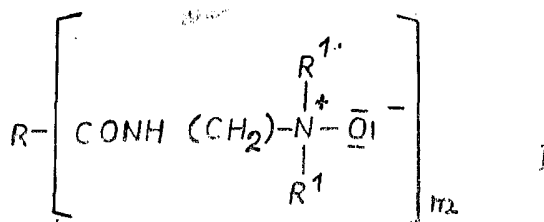
Vynález se týká aminoroxidů použitelných jako tenzidy.

Aminoroxidy tvoří v kyselém prostředí hydroxylaminové ionty, chovají se tedy jako slabě kationaktivní tenzidy. Při srovnání antistatické účinnosti aminoroxidů s kationaktivními tenzidy klasického typu (dimethyldistearylamonium chlorid) byly zjištěny prakticky srovnatelné výsledky.

Použití aminoroxidů v recepturách avivážních prostředků je vhodné i z ekologického hlediska, neboť aminoroxidy patří mezi povrchově aktivní látky biologicky snadno odbouratelné. Nevýhodou je jejich značná pěnivost, a to i u typů připravovaných z karboxylových kyselin s delším řetězcem. Rovněž změkčovací účinek je v porovnání s klasickými kationaktivními tenzidy slabší.

Zavedení více alkylů bylo zkoušeno u imidazolinoxidů. Pěnivost těchto látek byla nižší, avšak syntéza imidazolinů vyžaduje zařízení pro práci s vysokými teplotami (200 až 250 °C).

Výše uvedené nevýhody nemá aminoroxid obecného vzorce I.



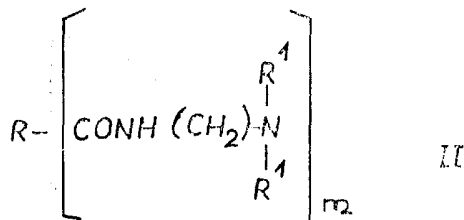
kde

R značí alkylový zbytek polymerní karboxylové kyseliny s 20 až 60 atomy uhlíku.

R¹ — alkylový zbytek s 1 až 3 atomy uhlíku,

m — přirozené číslo 2 až 3,

n — přirozené číslo 1 až 3, z terciárního amidoaminu obecného vzorce II,



kde

R, R¹, m a n mají výše uvedený význam, vyznačený tím, že reaguje 1 mol amidoami-

nu obecného vzorce II s 1 až 1,2 molu peroxidu vodíku při teplotě 40 až 80 °C.

Výchozí amidoamin se připraví reakcí dimerní nebo trimerní karboxylové kyseliny a nebo jejich směsi s odpovídajícím diaminem.

Příprava aminoroxidů je uvedena v následujících příkladech.

Příklad 1

Do 800 l nerezového reaktoru se předloží 564 kg dimerní kyseliny olejové a při teplotě 50 °C se za míchání přidá 214 kg N,N-dimethylpropylendiaminu. Směs se míchá 6 hodin při 150 °C. Po poklesu čísla kyselosti pod 10 bylo v reakční směsi zjištěno titračním stanovením 3,76 % N (jako terciární amin) a stopové množství primárního aminu, což odpovídá zreagování složek na terciární amidoamin vzorce II (vypočtený obsah 3,83 % N — jako terciární amin). Reakční směs se přesaje do 3 500 litrů nerezového reaktoru, přidá se 1 570 kilogramů vody a za míchání se při 50 °C přidává 250 kg peroxidu vodíku 30%. Směs se míchá při 50 °C 3 hodiny. Získá se 2 500 kilogramů cca 30% aminoroxidu, který se používá pro přípravu avivážních prostředků. Obsah aminoroxidu byl stanoven zjištěním celkové alkality a alkality po blokování terciárního aminu [podle Metcalfe L. D.: Anal. Chem. 34, 1849 (1962)]. Zjištěný obsah 28,9 %, vypočteno 30,5 %. Pěnivost a povrchový odpor upravených tkanin jsou v tabulce 1 a 2.

Příklad 2

Podle postupu v příkladu 1 reaguje 687 kilogramů směsi dimerní a trimerní kyseliny olejové (23 % dimeru, 77 % trimeru) a 284 kg N,N-dimethylpropylendiaminu při 160 °C 6 hodin. Po ukončení amidace (obsah primárního aminu stopový) se k vzniklému amidoaminu přidá 870 kg vody a 300 kilogramů propylenglykolu a oxiduje se při 60 °C 290 kg 30% peroxidu vodíku. Získá se 2 430 kg amidoaminu o koncentraci 40 % hmotnosti (titračně zjištěno 39,9 % aminoroxidu, vypočteno 41,3 %) který je vhodný pro přípravu kondičionálních a avivážních prostředků.

Bližší údaje jsou v tab. 1 a 2.

V tabulce 1 je porovnávána pěnivost připravených aminoroxidů z příkladů 1 a 2 s kationaktivním tenzidem (dimethyldistearylamoniumchlorid — DMSAC) a aminoroxidem připraveným z N-acyl, N,N-dimethylpropylendiaminu, kde acyl je zbytek karboxylových kyselin řepkového oleje).

Tabulka 1

Pěnivost aminoxidů podle Ross-Milese

Podmínky:

destilovaná voda

teplota 20 °C

koncentrace 100 % aktivní látky 0,4 g . l⁻¹

vzorek	výška sloupce pěny (mm)			č. pěni- vosti	stabilita pěny	
	hned	1 min	10 min.		t ₁	t ₁₀
aminoxid podle př. 1	80	30	15	66	0,4	1,9
aminoxid podle př. 2	60	45	35	49	0,8	5,9
kationakt. tenzid DSDMAC	25	15	15	16,8	1,8	3,0
aminoxid řepk. oleje	115	80	80	76	2,1	3,5

V tabulce 2 je uvedeno srovnání povrchového odporu tkanin upravených v roztoku aminoxidů z příkladů 1 a 2.

Povrchový odpor je měřen na teraohmmetru TERALIN III pomocí nerezové nožové sondy.

V tabulce 2 je uvedeno srovnání povrchového odporu tkanin upravených roztoky aminoxidů z příkladů 1 a 2. Povrchový odpor je měřen na teraohmmetru TERALIN III pomocí nerezové nožové sondy.

Tabulka 2

Povrchový odpor upravených tkanin (Ohm)

Podmínky:

teplota 22 °C

relativní vlhkost 65 %

konc. 100% aktivní látky 0,4 g . l⁻¹

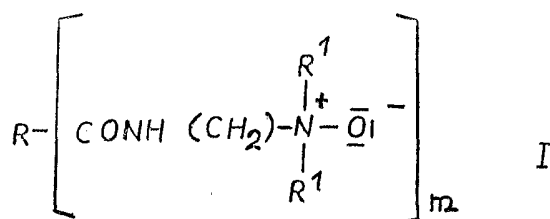
	PES	PAD
aminoxid podle příkladu 1	4,1 . 10 ⁹	1,3 . 10 ¹⁰
aminoxid podle příkladu 2	8,6 . 10 ⁹	1,6 . 10 ¹⁰
kationaktivní tenzid DSDMAC	1,4 . 10 ⁸	1,6 . 10 ¹⁰
aminoxid řepkového oleje	3,4 . 10 ⁹	2,4 . 10 ¹⁰
komerč. aviváž. prostř.	2,8 . 10 ¹⁰	8,0 . 10 ¹⁰
tkanina bez úpravy	1,7 . 10 ¹³	8,0 . 10 ¹²

Z tabulek je zřejmé, že aminoxidy podle vynálezu jsou srovnatelné s komerčními avivážními výrobky.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Aminoxid obecného vzorce I,

ve kterém



R značí alkylový zbytek polymerní karboxylové kyseliny s 20 až 60 atomy uhlíku,
R¹ — alkylový zbytek s 1 až 3 atomy uhlíku,

m — přirozené číslo 2 až 3,

n — přirozené číslo 1 až 3.