



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 698 15 098 T2 2004.03.18**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 977 727 B1**

(51) Int Cl.⁷: **C07C 231/02**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **698 15 098.8**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/EP98/01781**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **98 924 081.7**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 98/047860**

(86) PCT-Anmeldetag: **19.03.1998**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **29.10.1998**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **09.02.2000**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **28.05.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **18.03.2004**

(30) Unionspriorität:

837844 22.04.1997 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

BE, DE, ES, FR, GB, IT, NL, SE

(73) Patentinhaber:

Akzo Nobel N.V., Arnheim/Arnhem, NL

(72) Erfinder:

**MAISONNEUVE, Bernard, Valley Cottage, US;
STEICHEN, Stanley, Dale, 426 58 Västra Frölunda,
SE; FRANKLIN, Ralph, Danbury, US;
OVERKEMPE, Kornelis, NL-7451 WH Holten, NL**

(74) Vertreter:

**Patentanwälte von Kreisler, Selting, Werner et col.,
50667 Köln**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON CARBONSÄUREAMIDEN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Technisches Gebiet

[0001] Diese Offenbarung bezieht sich auf Verfahren zur Herstellung von Carbonsäureamiden. Insbesondere bezieht sich diese Offenbarung auf ein Verfahren, in dem eine Carbonsäure mit nahezu stöchiometrischen Mengen einesamins umgesetzt wird.

Hintergrund

[0002] Die Herstellung von Carbonsäureamiden wurde bisher durch die Umsetzung einer Carbonsäure mit großen Überschüssen an Amin erreicht. Als Ergebnis sind bisherige Produktverfahren wirtschaftlich ungünstig und umweltunfreundlich, sie erfordern entweder ein kostspieliges Waschen und kostspielige Rückgewinnungsgerätschaften oder eine Freisetzung von überschüssigem Amin in die Umgebung.

[0003] Z. B. offenbart GB 2,160,421 ein Verfahren zur Herstellung von Stearamidopropyldimethylamin durch dreistündige Umsetzung von 270 Teilen Stearinsäure mit 100 Teilen Dimethylaminopropylamin unter Druck bei einer Temperatur von 140°C bis 150°C. Die Reaktionstemperatur wird dann auf 165°C bis 170°C erhöht und eine Stunde dabei gehalten, um die Umsetzung zu vervollständigen. Eine kostspielige Trennungsapparatur wird vorgeschlagen, wenn hohe Ausbeuten erwünscht sind.

[0004] JP 3060957-A offenbart die Herstellung von Fettsäurebisamiden durch Umsetzung einer Fettsäure mit einem Diamin in einem Stoffmengenverhältnis von 1,85–2,1 : 1, wobei die Reaktionstemperatur 150–300°C ist. Die Umsetzung wird anfänglich unter Druck (7–30 kg/cm²) durchgeführt, und wenn die Umwandlung in Fettsäurebisamid 85–95 Gew.-%, bezogen auf das Diamin, erreicht hat, wird das Reaktionssystem auf Normaldruck zurückgeführt.

[0005] JP 6 279 375-A offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Carbonsäureamiden, in dem Druck verwendet wird, in dem aber auch eine kostspielige Trennungsgerätschaft zum Entfernen von Wasser und auch große Überschüsse an Amin verwendet werden.

[0006] EP-A-O 328 179 bezieht sich auf ein Verfahren, das unter reduziertem Druck durchgeführt wird. Da Amin mit dem Wasser abdestilliert wird, ist eine komplizierte Trennungsgerätschaft notwendig, wenn Amin zurückgehalten werden soll. Es liegt kein Hinweis auf ein Verfahren vor, das bei einem Druck durchgeführt wird, der größer als atmosphärischer Druck ist, und bei dem nahezu stöchiometrische Mengen der Reaktionsteilnehmer verwendet werden, um Amide in hohen Ausbeuten ohne Verlust an Amin zu ergeben.

[0007] JP 5 246 965-A offenbart ein Verfahren, in dem ein Amin zuerst ethoxyliert wird, mit Acrylnitril umgesetzt wird und hydriert wird, um ein Amin hoher Molmasse zu bilden. Die vorliegende Erfindung be-

zieht sich nicht auf Verfahren, in die diese Typen von Aminen verwickelt sind. Es ist darauf hinzuweisen, dass in dem Verfahren von JP 5 246 965-A die nachfolgende Reaktion des Amins hoher Molmasse mit einer Carbonsäure die Verwendung eines großen Überschusses der Säure umfasst.

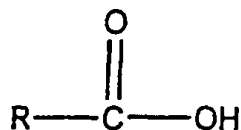
[0008] Es wäre wünschenswert, Carbonsäureamide herzustellen, ohne dass kostspielige Rückgewinnungsgerätschaften notwendig sind, wobei die Notwendigkeit, überschüssiges Amin in die Umgebung freizusetzen, eliminiert wird.

Kurzbeschreibung der Erfindung

[0009] Das Verfahren zur Herstellung von Carbonsäureamiden, das hierin beschrieben wird, umfasst die Umsetzung von Carbonsäure und Amin bei atmosphärischem Druck unter Verwendung von nahezu stöchiometrischen Mengen an Amin. Ein Bleichmittel ist gegebenenfalls in der Reaktionsmischung irgendeiner Ausführungsform eingeschlossen, um die Farbe des Endprodukts zu verbessern.

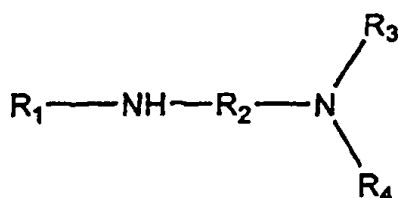
Ausführliche Beschreibung bevorzugter Ausführungsformen

[0010] Die hierin beschriebenen Verfahren erzeugen ein Carbonsäureamid durch Umsetzung einer Carbonsäure mit einem Amin. Geeignete Carbonsäuren sind solche der Formel



in der R eine aliphatische oder aromatische Gruppe ist, vorzugsweise eine gesättigte oder ungesättigte aliphatische Gruppe mit 5 bis 24 Kohlenstoffatomen. Vorzugsweise ist R eine lineare oder verzweigte Alkyl- oder Alkylengruppe. R kann eine organische Gruppe sein, die ein Heteroatom enthält, mit der Maßgabe, dass das Heteroatom nicht die Umsetzung mit dem Amin stört. Vorzugsweise ist die R-Gruppe aus der Gruppe ausgewählt, die aus verzweigten oder linearen, gesättigten oder ungesättigten C₇-C₂₁-Alkylgruppen besteht. Besonders brauchbare Säuren schließen Fettsäuren auf pflanzlicher und tierischer Basis ein, einschließlich – aber nicht darauf beschränkt – Decansäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Erucasäure, Behensäure, Kokossäure und Talgsäure.

[0011] Jedes primäre oder sekundäre Amin mit einem Siedepunkt unterhalb von 200°C, vorzugsweise unterhalb von 160°C, kann in dem Verfahren der vorliegenden Erfindung verwendet werden. Bevorzugte Amine weisen die Formel:



auf, in der R_1 Wasserstoff, Alkyl oder Alkenyl ist, R_2 eine Verbrückungsgruppe ist, die bis zu 8 Kohlenstoffatome aufweist und gegebenenfalls mit Heteroatomen oder Carbonylgruppen oder Kombinationen derselben substituiert sein kann, und R_3 und R_4 einander gleich oder voneinander verschieden sein können und individuell aus der Gruppe ausgewählt sind, die aus Wasserstoff und $\text{C}_1\text{--C}_6$ -Alkyl besteht. Ein besonders brauchbares Amin ist 3-Dimethylaminopropylamin ("DMAPA").

[0012] Gemäß der Erfindung wird ein Amin in einem Stoffmengenverhältnis von 1 : 1,05-1 : 1,50 in der Reaktionsmischung verwendet, und die Umsetzung von Carbonsäure und Amin wird bei atmosphärischem Druck durchgeführt. Die Umsetzung wird bei Temperaturen im Bereich von 130–150°C durchgeführt und bei einer Temperatur von größer als 150°C fortgeführt. Die Reaktionszeiten können von etwa 8 Stunden bis 30 Stunden reichen, vorzugsweise von 12 Stunden bis 24 Stunden. Gegebenenfalls kann ein Bleichmittel während der Umsetzung verwendet werden. Geeignete Bleichmittel schließen unterphosphorige Säure ein. Wenn ein Bleichmittel verwendet wird, sollte es in einer Menge von 100 Gew.-ppm bis 4000 Gew.ppm, bezogen auf die kombinierte Menge der Säure und des Amins, zugegeben werden, vorzugsweise von etwa 500 bis etwa 3000 ppm.

[0013] In dieser Ausführungsform wird ein Überschuss an Amin verwendet. Es wird bevorzugt, dass ein 10%iger bis 40%iger Überschuss an Amin verwendet wird.

[0014] Die Umsetzung von Amin (z. B. Dimethylaminopropylamin oder N,N-Dimethylpropandiamin) mit Carbonsäure ist eine Kondensationsreaktion, und dieselbe erfolgt unter Eliminierung von Wasser. Wasser wird vorzugsweise konstant aus der Reaktionszone entfernt, um ein Fortschreiten der Umsetzung bis zur Vervollständigung zu ermöglichen und einen geringen Säuregehalt zu erreichen. Eine Stickstoff-Sprühvorrichtung kann verwendet werden, um das Entfernen des Wassers zu erleichtern. Obwohl für die Umsetzung kein Katalysator erforderlich ist, wird gegebenenfalls unterphosphorige Säure während der Umsetzung verwendet, um das Produkt zu bleichen und die Herstellung eines hellgefärbten Produkts zu gewährleisten.

[0015] Die Umsetzung erfolgt bei atmosphärischem Druck mit einem Überschuss an Amin. Am Ende der Umsetzung wird nicht umgesetztes Amin aus dem Reaktionsgemisch abgezogen, indem man Vakuum an das System anlegt. Die Menge des überschüssigen Amins, die notwendig ist, hängt in beträchtlichem Maße von der Wirksamkeit des Überkopfrückfluss-

systems ab, das mit dem Reaktor assoziiert ist. Ein Überschuss an Amin von nominell 25% bis 30% ist in einem kommerziellen Maßstab notwendig. Überschüssiges Amin wird aus der Reaktionsmasse zusammen mit dem gebildeten Wasser konstant entfernt. Vorzugsweise sollte ein Überkopf-"Heiß"-Rückflusssystem die Wasser/Amin-Mischung trennen, wobei das Amin zum Reaktor zurückgeschickt wird, während ein Austreten des Wassers aus dem System zu einem kalten Kühler ermöglicht wird, um in einem Destillataufnahmegefäß zurückgewonnen zu werden.

[0016] Ein anderer Parameter, der Aminverluste beeinflusst, ist die Geschwindigkeit des Wärmeeaufbaus des Reaktors. Der Reaktor wird vorzugsweise schnell auf 130°C erwärmt und dann auf einen langsamen Modus von Wärmeeaufbau gegen Zeitanstieg eingestellt. Bei etwa 140°C erfolgt die Umsetzung schnell. Die Temperatur wird an diesem Punkt etwa 2 Stunden lang gehalten, bevor ein zusätzlicher Anstieg weiterhin die Reaktionsgeschwindigkeit erhöht. Die Temperatur wird sehr langsam (z. B. 5°C/30 min) von 140°C auf 180°C erhöht, um zu verhindern, dass ein größerer überschüssiger Amingehalt, als oben angegeben wurde, benötigt wird. Eine zweite Halteperiode tritt bei 180°C ein. Die Reaktionsphase ist vorüber, wenn die restliche Fettsäure auf unter 3% abfällt. Dann wird das Strippen von überschüssigem Amin eingeleitet.

[0017] Das Destillat der Umsetzung und die Amin-Strippphasen enthalten das gesamte überschüssige Amin und das gesamte Wasser, das durch die Reaktion gebildet wird. Das Amin kann für wirtschaftliche Zwecke und aus Umweltgründen vorteilhafterweise im Kreislauf zurück zum Reaktor geführt werden. Das Amin-Recycling wird erreicht, indem man das Amin/Wasser-Kondensat zur vollen Säurecharge gibt. Es wird postuliert, dass sich durch die Zugabe der Amin/Wasser-Mischung zur Säure ein Aminsalt bildet, das den Dampfdruck des Amins auf einen Wert reduziert, bei dem Wasser selektiv entfernt werden kann. Das Wasser (aus der vorherigen Reaktion) wird dann durch Erwärmen des Ansatzes auf etwa 150°C abgezogen. Aminverluste in dieser Stufe betragen weniger als 0,15% der gesamten in den Kreislauf zurückgeführten und der frischen Aminchargen (typischerweise liegen die Verluste unterhalb von 0,05% der frischen und der in den Kreislauf zurückgeführten Aminchargen). Dann wird der Ansatz auf 70°C gekühlt, und eine stöchiometrische Beschickung von frischem Amin wird für die nächste Reaktion zugegeben. Die frische Amincharge ist auch für geringe Aminverluste durch Ineffizienz der Verarbeitung verantwortlich (z. B. geringe Verluste bei der Entlüftung oder Verluste bei anderen Handhabungen). Signifikante Wärmebildungen treten während der Amin-Zugabeschritte auf, und die Temperatur, bei der die Aminzugabe beginnt, und die Amin-Zugaberate werden gesteuert, um ein frühzeitiges Überschreiten der kritischen Reaktionstempera-

turen in dem Chargenzyklus zu vermeiden. Wenn das sich ergebende Produkt während einer ausgedehnten Zeitspanne gelagert werden soll (z. B. länger als zwei Wochen), kann gegebenenfalls ein Geruchsstabilisator zu dem Produkt gegeben werden. Die vorliegenden Fettsäureamide – wenn sie frisch hergestellt werden – haben einen milden, aber nicht unangenehmen Geruch. Für Amide, die sich von vollständig gesättigten Fettsäuren ableiten, wird die Möglichkeit einer oxidativen Instabilität durch den Fachmann als unwahrscheinlich angesehen und die Bildung von Pyridinen nicht vorhergesagt. Es ist daher ein überraschendes Ergebnis, dass während der Lagerung diese Produkte einen unerwünschten "pyridin" artigen Geruch entwickelten. Die Analyse des Produkts mit diesem charakteristischen Geruch ergab das Vorliegen geringer Gehalte an flüchtigen Pyridin-Derivaten.

[0018] Es wurde überraschenderweise gefunden, dass die Zugabe eines Antioxidationsmittels zu frisch hergestellten Carbonsäureamiden, die aus gesättigten Fettsäuren gebildet wurden, eine zusätzliche Geruchsstabilität ergibt.

[0019] Da Carbonsäureamide der vorliegenden Erfindung bei sehr mäßigen Temperaturen ziemlich leicht oxidiert werden, um Geruchskörper zu bilden, einschließlich von Pyridinen, verzögert das Einfügen wenigstens eines Antioxidationsmittels die Bildung dieser Geruchskomponenten auf signifikante Weise. Die Verwendung eines Stickstoffschutzgases in Verbindung mit einem Antioxidationsmittel verbessert weiterhin die Geruchsstabilität.

[0020] Wenn ein Geruchsstabilisator verwendet wird, kann er in einer Menge von 50 ppm bis 5000 ppm, vorzugsweise von 500 ppm bis 1500 ppm vorliegen. Beispiele von Antioxidationsmitteln, die im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung brauchbar sind, schließen die folgenden – ohne aber auf dieselben beschränkt zu sein – ein: phenolische Antioxidationsmittel, wie 3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxytoluol (BHT), 3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxyanisol (BHA); Maisöl-60%, butyliertes Hydroxytoluol-20%, butyliertes Hydroxyanisol-10%, Propylgallat-6%, Citronensäure-6%, Octadecyl-3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat; und 3,5-Di-tertbutyl-4-hydroxyhydrozimtsäure, Triester mit 1,3,5-Tris(2-hydroxyethyl)-s-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-trion. Geeignete Antioxidationsmittel schließen solche ein, die unter den Handelsnamen IRGANOX® 1076 und IRGANOX® 3125 von Ciba Geigy Corporation erhältlich sind und unter den Handelsnamen TENOX® 4 und TENOX® 6 von Eastman Chemical Co. erhältlich sind. Andere Antioxidationsmittel, die hierin brauchbar sind, sind dem Fachmann leicht ersichtlich und können z. B. in McCutchen's Functional Materials, 1995 McPublishing Co., N. J., U.S.A. gefunden werden, wobei auf die relevanten Teile derselben hierin Bezug genommen wird. In besonders brauchbaren Ausführungsformen wird butyliertes Hydroxytoluol (BHT) als Geruchsstabilisator in einer Menge zwischen etwa 500

ppm und 1500 ppm verwendet.

[0021] Die sich ergebenden Carbonsäureamide sind als Tenside brauchbar.

Beispiel 1

[0022] In ein Reaktionsgefäß, das mit einem Thermometer, einem Rührer, einer Vigreux- und Destillationskolonne versehen ist, wurden 603,0 g (3,47 mol) Decansäure und 1,08 g einer 50%igen Lösung von unterphosphoriger Säure gegeben. Es wurde gerührt und unter Stickstoff auf 50°C erwärmt. 427,5 g (4,16 mol) Dimethylaminopropylamin wurden während einer Zeitspanne von 10 Minuten zugefügt. Die Reaktionsmischung wurde mit einer Rate von 1°C/min auf 130°C erwärmt. Die Temperatur wurde mit einem Temperaturanstieg von 10°C/h auf 140°C erhöht, und diese Temperatur wurde 2 Stunden eingehalten. Dann wurde die Temperatur auf 180°C erhöht, und diese Temperatur wurde 1 Stunde eingehalten. Wasser und überschüssiges Amin wurden 30 Minuten lang bei 0,98 bar (29" Hg) abgestrippt, und das Destillat wurde für das Recycling gesammelt.

[0023] 134,8 g des gesammelten Destillats (54,9% Dimethylaminopropylamin, 45,1% Wasser) wurden zu 602,5 g Decansäure gegeben, die 1,08 g unterphosphorige Säure enthält. Die Mischung wurde unter N₂ auf 150°C erwärmt, um das in dem zurückgewonnenen Amin enthaltene Wasser abzustripen. Als der größte Teil des Wassers entfernt war, wurde die Mischung auf etwa 70°C abgekühlt. Dann wurden 354,8 g frisches Dimethylaminopropylamin zugegeben. Die Umsetzung wurde dann wieder durchgeführt, wie oben beschrieben wurde.

[0024] Es sollte klar sein, dass die obige Arbeitsweise zur Kreislaufführung von nicht umgesetztem Amin beliebig oft wiederholt werden kann. So kann z. B. das aus der zweiten Umsetzung gesammelte Destillat für einen dritten Ansatz verwendet werden usw.

Beispiel 2

[0025] Der geruchsstabilisierende Effekt von sechs unterschiedlichen Antioxidationsmitteln wird in diesem Beispiel bewertet. Die bewerteten Antioxidationsmittel sind BHT, TENOX® 4, IRGANOX® 1076, BHA, TENOX® 6 und IRGANOX® 3125. Eine Kontrollprobe, die kein Antioxidationsmittel enthält, wird auch bewertet. Zwei Proben jedes Versuchs, eine, die unter einer Stickstoffatmosphäre gelagert wurde, und die andere, die an der Luft gelagert wurde, wurden hergestellt und bewertet.

[0026] Die Arbeitsweise der Probenherstellung für dieses Beispiel ist wie folgt. Eine frisch hergestellte Probe des Carbonsäureamids des Beispiels 1 und ein Antioxidationsmittel (1000 Gew.-ppm) werden abgewogen und in eine 30 ml Wheaton-Glasserumflasche gegeben. Die Mischung wird 10 Minuten lang bei Raumtemperatur mit einem Magnetrührer gerührt, um eine homogene Lösung zu erhalten. Die

Flasche wird dann mit einem Teflon-ausgekleideten Kautschukseptum in Gegenwart von sowohl Luft als auch Stickstoff verschlossen. Proben, die unter Stickstoff aufbewahrt werden, werden einmal weitere 10 Minuten lang mit Stickstoff gespült, um Luft auszuschließen. Diese Proben werden dann 36 Tage lang einer Ofenalterung bei 37°C unterzogen. Die Proben wurden vor der odorimetrischen Bewertung 60 Minuten lang bei 25°C stabilisiert.

[0027] Die Kontrollproben (die kein Antioxiationsmittel enthalten) wiesen einen starken Geruch auf, unabhängig voneinander, ob sie an der Luft oder unter Stickstoff gelagert wurden. Jedes der getesteten Antioxiationsmittel reduzierte den Geruch des Carbonsäureamids beträchtlich. Die unter Stickstoff aufbewahrten Proben wiesen im allgemeinen einen geringeren Geruch auf als die entsprechenden Proben, die an der Luft gelagert wurden. BHT und TENOX® 4 ergaben die größte Geruchsminderung. Obwohl alle Proben mit der Zeit eine gewisse Gelbfärbung aufwiesen, waren die am wenigsten beeinträchtigten Proben jene, die BHT und IRGANOX® 1076 enthielten.

Patentansprüche

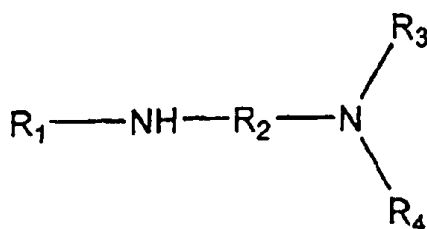
1. Verfahren, das die folgenden Schritte umfasst:

- (a) das Vereinigen einer Carbonsäure mit einem Amin/Wasser-Strom aus dem Schritt (g),
- (b) das Entfernen des Wassers aus der Mischung von (a) durch Stripping,
- (c) das Umsetzen der Carbonsäure mit dem Amin, nötigenfalls nach der Zugabe von weiterem Amin, in einem Stoffmengenverhältnis von 1 : 1,05 bis 1 : 1,50 in einem Reaktionsgefäß bei atmosphärischem Druck und einer Temperatur im Bereich von 130°C bis 150°C,
- (d) das Fortsetzen der Umsetzung bei einer Temperatur von größer als 150°C,
- (e) das Abdestillieren von überschüssigem Amin und Wasser,
- (f) das Gewinnen eines Carbonsäureamids, und
- (g) die Kreislaufführung des Wassers und des überschüssigen Amins zum Reaktionsgefäß zur Verwendung in der nachfolgenden Reaktion.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei während des Schritts (c) die Menge des verwendeten Amins im Bereich eines 10%igen bis 40%igen molaren Überschusses liegt.

3. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 oder 2, in welchem die Carbonsäure die Formel RCOOH aufweist, wobei R eine aliphatische oder aromatische Gruppe ist.

4. Verfahren gemäß irgendeinem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das Amin die Formel:



aufweist, in der R₁ Wasserstoff, Alkyl oder Alkenyl ist, R₂ eine Verbrückungsgruppe ist, die bis zu 8 Kohlenstoffatome aufweist und gegebenenfalls mit Heteroatomen oder Carbonylgruppen oder Kombinationen derselben substituiert sein kann, und R₃ und R₄ einander gleich oder voneinander verschieden sein können und individuell aus der Gruppe ausgewählt sind, die aus Wasserstoff und C₁-C₆-Alkyl besteht, wobei das Amin vorzugsweise Dimethylaminopropylamin ist.

5. Verfahren gemäß irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, wobei der Schritt (d) fortgeführt wird, bis die Menge an restlicher freier Säure geringer als 3% der Ausgangsmenge ist.

6. Verfahren gemäß irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, wobei der Schritt (c) in Gegenwart eines Bleichmittels, vorzugsweise unterphosphoriger Säure, durchgeführt wird.

7. Verfahren gemäß irgendeinem der vorhergehenden Ansprüche, das weiterhin den Schritt:

h) der Zugabe einer wirksamen Menge eines Geruchsstabilisators, der aus der aus Antioxiationsmitteln bestehenden Gruppe ausgewählt ist, zu dem Carbonsäureamid umfasst, wobei vorzugsweise 50 ppm bis 5000 ppm eines Geruchsstabilisators verwendet werden.

8. Verfahren gemäß irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Carbonsäure eine gesättigte Carbonsäure ist, und das weiterhin den Schritt der Kombination des gewonnenen Carbonsäureamids mit einer wirksamen Menge eines Geruchsstabilisators umfasst, der aus der aus Antioxiationsmitteln bestehenden Gruppe ausgewählt ist, wobei vorzugsweise 50 ppm bis 5000 ppm des Geruchsstabilisators, bezogen auf das Carbonsäureamid, verwendet werden.

9. Verfahren gemäß Anspruch 3, wobei die Carbonsäure die Formel RCOOH aufweist, in der R aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus verzweigten oder linearen, gesättigten oder ungesättigten, aliphatischen C₇-C₂₁-Gruppen besteht.

10. Verfahren gemäß Anspruch 3, wobei die Carbonsäure aus der Gruppe ausgewählt ist, bestehend aus Fettsäuren auf pflanzlicher oder tierischer Basis.

11. Verfahren gemäß Anspruch 3, wobei die Carbonsäure aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus De-

cansäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Erucasäure, Behensäure, Kossäure und Talgsäure besteht.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen