



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

209 190

Int.Cl.³

3(51) C 07 C103/38

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 07 C/ 2421 472

(22) 02.08.82

(44) 25.04.84

(71) VEB DEUTSCHES HYDRIERWERK RODLEBEN:DD;

(72) LAUERMANN, GERHARD, DR. DIPL.-CHEM.:DD;

(73) siehe (72)

(74) KACZMAREK, GUENTER VEB DEUTSCHES HYDRIERWERK RODLEBEN 4530 ROSSLAU POSTFACH 140

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON FETTSÄUREDIETHANOLAMIDEN

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fettsäurediethanolamiden, die als Schaumstabilisatoren, Emulgatoren, kosmetische Verdickungs- und Rückfettungsmittel eingesetzt werden. Ziel der Erfindung ist es, die nach bekannten Verfahren durch Reaktion von Fettsäuretriglyzerid und Diethanolamin bei 60 bis 150°C und Drücken < 100 Torr in Anwesenheit alkalischer Katalysatoren erreichten Amidgehalte im Reaktionsgemisch durch das Auffinden wirksamerer Katalysatoren unter Beibehaltung herkömmlicher Verfahrensprinzipien zu erhöhen. Erfindungsgemäß wird als Katalysator eine Ätzalkalikombination aus 80 bis 90% KOH und 10 bis 20% NaOH eingesetzt, wobei ein Teil der Ätzalkalien durch Alkalicarbonat substituiert werden kann. Neben wirtschaftlichen Vorteilen bringt die erfindungsgemäße Kombination Endprodukte höheren Amidgehaltes mit verbesserten Gebrauchswerteigenschaften.

-1- 242147 2

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung von Fettsäurediethanolamiden

Anwendungsgebiet

Die Erfindung findet bei der Herstellung von Fettsäurediethanolamiden, die als Schaumstabilisatoren, Emulgatoren, kosmetische Verdickungsmittel und als Rückfettungsmittel in Cremes, Shampoos, Seifen und Waschmitteln eingesetzt werden, Anwendung.

Stand der Technik

Bekannt ist, daß Fettsäurediethanolamide unter anderem durch Umsetzung von Fettsäuretriglyzeriden und Diethanolamin in Gegenwart alkalischer Katalysatoren hergestellt werden, wobei unter Nutzung der Lagerungsdauer der Amidgehalt noch erhöht werden kann (DD-PS 67 117). Als Katalysatoren sind neben Ätzalkalien auch Natriumcarbonat (SE-PS 187 843), Salze, insbesondere Natriumsalze der Fettsäuren, Natronlauge und Natriummethylat (DL-PS 2 129 425) vorgeschlagen worden.

Unter vergleichbaren Bedingungen bringen diese Katalysatoren Amidgehalte von nur 73 bis 75 %.

Von Nachteil ist, daß diese Katalysatoren bei der Lagerung und Verarbeitung mit Mängeln behaftet sind, wie z.B. die Hydrolyseempfindlichkeit des Natriummethylates, die thermische Unbeständigkeit von Natriumbicarbonat und die Entfernung des Wassers bei Verwendung von wäßrigen Laugen. Außerdem ist der Umsetzungsgrad unbefriedigend.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die nach bekannten Verfahren durch Umsetzung von Fettsäuretriglyzeriden mit Dethanolamin in Gegenwart alkalischer Katalysatoren erreichten Amidgehalte durch das Auffinden effektiverer Katalysatoren unter Beibehaltung herkömmlicher Verfahrensprinzipien auf Amidgehalte von mindestens 80 % zu erhöhen.

Wesen der Erfindung

Es wurde gefunden, daß die Nachteile der bekannten Katalysatoren beseitigt werden und der Umsetzungsgrad erhöht wird, wenn als Katalysator bei der Herstellung von Fettsäurediethanolamiden durch Umsetzung von Fettsäuretriglyzeriden mit Diethanolamin ein Gemisch von Kalium- und Natriumhydroxid oder deren Carbonate eingesetzt wird. Umsetzungen von über 80 % werden erreicht, wenn das Hydroxidgemisch aus 80 bis 90 % Kalium- und 10 bis 20 % Natriumhydroxid besteht.

In allen Fällen beträgt die Katalysatormenge 1,5 %, bezogen auf eingesetztes Diethanolamin.

Neben wirtschaftlichen Vorteilen bringt der Einsatz der erfindungsgemäßen Katalysatorkombination Endprodukte mit höheren Amidgehalten, die verbesserte Gebrauchswerteigenschaften aufweisen.

Beispiel 1

$\frac{1}{2}$ Mol Kokosöl (VZ = 264) = 106,3 g werden mit $1,03 \cdot \frac{1}{2}$ Mol Diethanolamin (99,5 %ig) = 54,4 g und (bezogen auf Diethanolamin-Gewicht) 1,5 % Katalysator = 0,816 g Ätzalkali unter Rühren bei 110 bis 120°C und einem Druck von 2 bis 3 Torr 1 Stunde zur Reaktion gebracht. Danach läßt man das Reaktionsgemisch bei Raumtemperatur 288 Stunden nachreagieren.

Zusammensetzung des Katalysators in Gewichtsteilen	Amidgehalt (%)	Bemerkung
KOH : NaOH = 80 : 20	81,0 79,9	erfindungsgemäß
KOH : NaOH = 85 : 15	80,5 79,4	erfindungsgemäß
KOH : NaOH = 90 : 10	80,3 79,6	erfindungsgemäß
KOH	76,3 76,0 75,1	Vergleich
KOH : NaOH = 50 : 50	74,7 75,3	Vergleich
NaOH	75,2 75,6	Vergleich

Beispiel 2

In einem weiteren Versuch unter gleichen Bedingungen wurden 1,5 % eines Katalysators der Zusammensetzung 20 Gew.-Teile NaOH, 40 Gew.-Teile KOH, 40 Gew.-Teile calcinierte Pottasche eingesetzt.
Amidgehalt: 80,3 %

Beispiel 3

Unter den gleichen, wie in Beispiel 1 genannten Bedingungen läßt man $\frac{1}{2}$ Mol Rüßöl (VZ = 191) = 146,9 g mit $1,03 \cdot \frac{1}{2}$ Mol Diethanolamin (99,5 %ig) = 54,4 g und (bezogen auf Diethanolamin-Gewicht) 1,5 % Katalysator = 0,816 g Ätzalkali miteinander umsetzen und bei Raumtemperatur 12 Tage nachreagieren.

Zusammensetzung des Katalysators in Gewichtsteilen	Amidgehalt (%)	Bemerkungen
KOH : NaOH = 85 : 15	82,6 81,8	erfindungsgemäß
KOH : NaOH = 80 : 20	83,1 81,8	erfindungsgemäß
KOH	73,9 75,1	Vergleich
KOH : NaOH = 50 : 50	74,9 73,3	Vergleich
NaOH	74,4 75,6	Vergleich

Erfindungsansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Fettsäurediethanolamiden aus Fettsäuretriglyzeriden und Diethanolamin bei Reaktionstemperaturen von 60 bis 150°C und Drücken < 100 Torr und anschließender bis zu 14 Tagen dauernder Nachreaktion bei 10 bis 30°C in Gegenwart von Ätzalkalien als Katalysatoren, dadurch gekennzeichnet, daß der Katalysator aus einer Kombination von 80 bis 90 % Kalium- und 10 bis 20 % Natriumhydroxid besteht.
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Teil der Ätzalkalien durch Alkalicarbonate substituiert ist.