(11) Veröffentlichungsnummer:

0 040 346

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: '81103328.1

(22) Anmeldetag: 02.05.81

(51) Int. Cl.³: **C 07 C 103/38** C 07 C 102/00, C 11 D 1/52

(30) Priorität: 13.05.80 DE 3018201

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 25.11.81 Patentblatt 81/47

(84) Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE (71) Anmelder: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien Postfach 1100 Henkelstrasse 67 D-4000 Düsseldorf 1(DE)

(72) Erfinder: Ploog, Uwe, Dr. Haydnweg 6 D-5657 Haan/Rhid(DE)

(72) Erfinder: Uphues, Günter Robert-Koch-Strasse 45 D-4019 Monheim(DE)

(72) Erfinder: Petzold, Manfred Am Falder 93 D-4000 Düsseldorf 13(DE)

- (54) Verfahren zur Raffination des rohen Kondensationsproduktes aus Aminoalkylalkanolaminen und Fettsäuren sowie gewünschtenfalls zur anschliessenden Gewinnung von Amphotensiden mit erhöhter Lagerstabilität.
- (57) Das rohe Kondensationsprodukt aus C₆₋₂₂-Fettsäuren und Aminoalkylalkanolaminen der Formel: H2N- $(CH_2)_m$ -NH- $(CH_2)_n$ -OH (m=2-6, n= 2 oder 3) wird einer alkalischen Hydrolyse bei 70-100 unterworfen, wobei die eingesetzte Alkalimenge auf die Menge des Diamids im Kondensationsprodukt abgestimmt ist und vorzugsweise wenigstens etwa in äquimolarer Menge eingesetzt wird. Es kann mit reinen Fettsäuren oder beliebigen Fettsäuregemischen gearbei-

Das raffinierte Produkt liefert bei anschließender Alkylierung und ggf. Quaternierung verbesserte Amphotenside mit erhöhter Lagerstabilität.

Durch die hydrolytische Behandlung vor der Alkylierung verringert sich der Gehalt an störenden Nebenprodukten im fertigen Tensid. Im Laufe der Reaktion gebildetes Diamid wird durch wäßrige Lauge an der tert. Amid-Gruppe quantitativ in das Monoamid der prim. Amino-Gruppe und Fettsäure gespalten. Kostspielige Reinigungsschritte wie Rückgewinnung des Aminüberschusses oder Destillation von Imidazolin sind nicht mehr erforderlich.

Ein wichtiges Verfahren zur Herstellung von Amphotensiden geht von Kondensationsprodukten N-monosubstituierter Alkylendiamine aus, die in einer weiteren Reaktion mit Alkylierungsmitteln, beispielsweise Natriumchloracetat, alkyliert werden. Produkte auf Basis von N-Aminoethylethanolamin und Fettsäuren spielen als hautfreundliche Tenside eine große Rolle.

Das Verfahren zur Herstellung solcher Verbindungen ist grundsätzlich aus den US-PSen 2 528 378, 2 528 379 und 2 528 380 bekannt.Während man früher der Annahme war, daß bei dieser Reaktion Alkylierungs- bzw. Quaternisierungsprodukte des Imidazolins entstehen würden, ist heute erwiesen, daß es sich überwiegend um Alkylierungs- bzw. Quaternierungsprodukte von Aminoamiden handelt, die durch Hydrolyse der Imidazolin-Zwischenstufe im wäßrigen Milieu entstehen, siehe hierzu beispielsweise DE-AS 1 084 414.

Grundsäztlich verfährt man bei der Herstellung dieser Tenside derart, daß ca. 1 Mol Fettsäure bzw. Fettsäuregemisch mit einem Mol eines Aminoalkylalkanolamins – insbesondere Aminoethylethanolamin – unter allmählicher Steigerung der Temperatur, zuletzt im Vakuum, kondensiert werden. Dieses Kondensationsprodukt wird dann mit wechselnden Mengen eines Alkylierungsmittels, beispielsweise Natriumchloracetat, üblicherweise in wäßrig alkalischer Lösung ins Amphotensid überführt. Einzelheiten zu diesen Verfahrensstufen finden sich in der zitierten Literatur, vergleiche hierzu weiterhin Dr. K. Lindner "Tenside-Textilhilfsmittel-Waschrohstoffe" Wissenschaftliche Verlags GmbH, Stuttgart 1964, Seiten 1041/1042 und die hier zitierte Originalliteratur sowie DE-OS 27 52 116, offengelegte europäische Patentanmeldung 001 006 und US-PSen 2 773 068 und 3 408 361.

10

! 15

20

25

30

35

Die Oualität der erhaltenen Amphotenside und insbesondere ihre Lagerstabilität wird in entscheidender Weise von der Reinheit des in der ersten Kondensationsstufe erhaltenen Tmidazolinderivats bestimmt. Die Reaktion zwischen Fettsäuren und Aminoalkylalkanolaminen verläuft nicht nur in Richtung auf die Bildung des gewünschten Imidazolinderivates, mehrfache Nebenreaktionen komplizieren das Reaktionsgeschehen. Die Bedeutung dieses Aspekts ist erst in letzter Zeit wieder herausgestellt worden, siehe hierzu E. G. Lomax "New and improved balanced amphoterics", Manufacturing Chemist and Aerosol News, Band 50 Nr. 8, August 1979, Seiten 39 und 41. Beschrieben wird hier beispielsweise daß die unerwünschten Nebenreaktionen in der Stufe der Imidazolinbildung durch einen Überschuß an Aminoethylethanolamin zurückgedrängt werden können, wobei jedoch dieser Überschuß am Reaktionsende durch Destillation entfernt werden muß. Überschüssiges Aminoethylethanolamin kann seinerseits jedoch durch Zyklisierung zum Piperazin neue Schwierigkeiten bringen. Die Reinheit des in erster Reaktionsstufe gewonne-Imidazolins hat entscheidenden Einfluß auf die Lagerstabilität der durch anschließende Alkylierung gewonnenen Amphotenside bzw. ihrer wäßrigen Lösungen. Auch nur geringe Verunreinigungen führen nach kürzerer oder längerer Lagerzeit zur Abscheidung einer festen Phase, sei es in Form von Trübungen oder Niederschlägen. Solche Produkte sind für die praktische Verwertung unbrauchbar oder zumindest von nur beschränktem Wert.

Die Erfindung geht von der Aufgabe aus, im Rahmen der Herstellung der hier geschilderten Klasse von Amphotensiden Verbesserungen zu schaffen, die insbesondere in einer erhöhten Lagerstabilität der Amphotenside gekennzeichnet sind.

Die Erfindung will dabei auf möglichst einfache Weise durch Einschaltung eines einfachen Reinigungsschrittes am primär erhaltenen Kondensat aus Aminoalkylalkanolamin und Fettsäure hier vorliegende, störende Nebenprodukte beseitigen. Die Erfindung will damit bisher übliche kostenaufwendige Umwege zur Gewinnung eines möglichst reinen Kondensationsproduktes dieser ersten Verfahrensstufe überflüssig machen.

5

Die Lehre der Erfindung geht von der überraschenden Feststellung aus, daß das rohe Kondensationsprodukt aus Fettsäuren und Aminoalkylalkanolaminen durch eine einfache alkalische Hydrolyse zu einem raffinierten Produkt umgewandelt werden kann, das bei der anschließenden Alkylierung und gegebenenfalls Quaternierung verbesserte Amphotenside mit insbesondere erhöhter Lagerstabilität liefert.

15

10

Gegenstand der Erfindung ist dementsprechend ein Verfahren zur Raffination des rohen Kondensationsproduktes aus Aminoalkylalkanolaminen der allgemeinen Formel

$$H_2N-(CH_2)_m-NH-(CH_2)_n-OH$$

20

und Fettsäuren mit 6 bis 22 C-Atomen und gewünschtenfalls zur nachfolgenden Alkylierung und gegebenenfalls Quaternierung des gereinigten Kondensationsproduktes zu Amphotensiden mit erhöhter Lagerstabilität, wobei dieses Verfahren dadurch gekennzeichnet ist, daß man das rohe Kondensationsprodukt aus Fettsäuren und Aminoalkylalkanolaminen einer alkalischen Hydrolyse unterwirft.

.

30

25

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird vorzugsweise die in dieser alkalischen Hydrolyse eingesetzte Alkalimenge auf die im rohen Kondensat vorliegende Menge des Diamids der allgemeinen Formel

35

abgestimmt. Dabei wird insbesondere die Alkalimenge in dieser Verfahrensstufe so bemessen, daß sie vorzugsweise

10

15

20

25

30

in wenigstens etwa equimolarem Betrag zum Diamid im rohen Kondensationsprodukt vorliegt.

Die Erfindung geht von der Feststellung aus, daß sich der Gehalt an störenden Nebenprodukten im fertigen Tensid drastisch senken läßt, wenn man das Fettsäure/Amin-Kondensationsprodukt vor einer weiteren Reaktion mit Alkylierungsmitteln einer alkalischen Vorbehandlung in wäßrigem Milieu unterzieht. Wie sich anhand von Versuchen zeigen ließ, wird insbesondere im Laufe der Reaktion gebildetes Diamid durch wäßrige Lauge an der tert. Amid-Gruppe quantitativ in das Monoamid der primären Amino-Gruppe und Fettsäure gespalten. Die Fettsäure bildet bei der erfindungsgemäßen Reinigungsbehandlung Seife, die im Reaktionsgemisch verbleiben kann.

Es ist tatsächlich außerordentlich erstaunlich, daß die bisher nur mit vergleichsweise kostspieligen Reinigungsschritten zu bewältigenden Schwierigkeiten bezüglich der Lagerstabilität der in letzter Stufe erhaltenen Amphotenside durch die erfindungsgemäße Zwischenbehandlung beseitigt werden. Hier muß jedoch berücksichtigt werden, daß die Alkylierung und gegebenenfalls Quaternierung des in erster Stufe erhaltenen Reaktionsproduktes - mit beispielswei se Natriumchloracetat - im wäßrig alkalischen Milieu erfolgt, wobei Verfahrensbedingungen bezüglich Temperatur und Alkalität gewählt werden, die mit den Bedingungen des erfindungsgemäßen Zwischenschritts mindestens vergleichbar sind. Es war nicht zu erwarten, daß die erfindungsgemäß vorgesehene separate alkalische Hydrolyse des rohen Kondensationsproduktes aus der ersten Verfahrensstufe bessere Ergebnisse liefern könnte als eine entsprechende wäßrig-alkalische Behandlung im Zuge der Alkylierung bzw. Quaternierung des Kondensationsproduktes.

Durch die erfindungsgemäße alkalische Vorbehandlung werden jedoch Produkte erhalten, die auch nach Verdünnung länger als 6 Monate klar bleiben. Kostspielige Reinigungsschritte wie Rückgewinnung des Aminüberschusses oder Destillation des Imidazolins sind nicht mehr erforderlich.

Die erfindungsgemäße alkalische hydrolytische Behandlung erfolgt vorzugsweise bei Temperaturen von etwa 70 bis 100°C, insbesondere im Temperaturbereich von 80 bis 90°C. Als Alkalien eignen sich insbesondere Alkalihydroxide, vor allem Natriumhydroxid. Die Alkalimenge liegt vorzugsweise im Bereich des etwa 1- bis 3-fachen des equimolaren Alkalibedarfs, bezogen auf das im Kondensationsrohprodukt vorliegende Diamid. Insbesondere wird mit Alkalimengen im Bereich von 1 bis 2 Equivalenten, bezogen auf Diamid, gearbeitet. Das Kondensationsrohprodukt wird zur erfindungsgemäßen alkalischen Hydrolyse zweckmäßigerweise in einer Wassermenge suspensiert, die dem 0,5- bis 10-fachen, insbesondere dem 1- bis 5-fachen des Kondensationsrohproduktes entspricht. Die wäßrige alkalische Hydrolyse wird bis zur praktisch vollständigen Beseitigung des als Nebenprodukt vorliegenden Diamids durchgeführt. Der Diamidgehalt des Rohprodukts und sein Absinken bei der erfindungsgemäßen Behandlung kann in bekannter Weise z.B. durch Arbeiten mittels Ionenaustauscher bestimmt werden.

Als Aminoalkylalkanolamine der allgemeinen Formel

$$^{\mathrm{H}}2^{\mathrm{N-}}(\mathrm{CH}_2)_{\mathrm{m}}\dot{-}\mathrm{NH-}(\mathrm{CH}_2)_{\mathrm{n}}$$
-OH

30

35

5

10

15

20

25

werden insbesondere solche Verbindungen eingesetzt, in denen m den Wert von 2 bis 6 und n den Wert von 2 oder 3 aufweisen. Die Bedeutung von m ist vorzugsweise 2,3 oder 6, die bevorzugte Bedeutung für n ist 2. Das für die Praxis wichtigste Ausgangsamin der hier betroffenen Art ist Aminoethylethanolamin. Die zur Kondensation mitverwandten Fettsäuren weisen Kohlenstoffzahlen im Bereich von 6 bis 22 auf, wobei besondere Bedeutung der Bereich von 8 bis 18 C-Atomen

hat. Die Carbonsäuren können als reine Komponenten oder auch als Mischungen vorliegen. Sie können dabei natürlichen und/oder synthetischen Ursprungs sein.

Das im Sinne der Erfindung durch die alkalische Hydrolyse vorbehandelte Kondensationsprodukt wird dann in an sich bekannter Weise zum fertigen Amphotensid umgewandelt. Auch hier gelten wieder die Angaben des zitierten umfangreichen Standes der Technik. Die erfindungsgemäße Vorbehandlung erweist sich dabei als wertvoll nicht nur für die Herstellung der sogenannten Imidazolinium-Tenside, sie ist vielmehr vielfältig anwendbar. Klare und lagerbeständige Produkte werden auch erhalten bei Umsetzung der alkalisch behandelten Amin-Kondensationsprodukte mit Alkylierungsmitteln von der Art der Chlorhydroxypropansulfonsäure, des Propansultons sowie bei der Alkylierung mit vinylogen Verbindungen wie Acrylsäure bzw. Acrylsäureester mit anschließender Verseifung und 2-Acrylamido-2-methylpropansulfonsäure bzw. den entsprechenden Alkalisalzen.

Die Amphotenside können je nach Struktur und Ausmaß der Umsetzung in zweiter Reaktionsstufe alkylierten und gegebenenfalls quaternierten Stickstoff aufweisen. Die Erfindung umfaßt in einer weiteren Ausführungsform die Herstellung solcher Amphotenside unter Verwendung eines Kondensationsvorproduktes, das nach dem geschilderten alkalisch hydrolytischen Verfahren der Erfindung behandelt

In den folgenden Beispielen beziehen sich die Prozentangaben auf Gew-%. Der Diamidgehalt wird wie folgt bestimmt: Das Kondensationsprodukt wird als alkoholische Lösung über einen stark sauren Ionenaustauscher geschickt. Das Eluat wird eingedampft und der verbleibende Rückstand in Relation zur Einwaage gesetzt. Durch Bestimmung der S.Z. und des Gesamtstickstoffs läßt sich die Diamidmenge errechnen.

20

5

10

15

30

worden ist.

25

31 111 111 111 111 1

Beispiel 1

Kondensationsprodukte von Fettsäuren mit Aminoethylethanolamin

1.1 Molverhältnis 1:1

In einem Dreihalskolben, versehen mit Rührer, Stickstoffdurchfluß, Thermometer und Destillationsaufsatz wurden 208 g (1 Mol) Kokosfettsäure C8/18 mit 104 g (1 Mol) Aminoethylethanolamin vermischt und langsam auf 200°C erhitzt; Dauer ca. 6 Std. Nach Abdestillation von insgesamt 20 g aminhaltigem Wasser wurden ca. 290 g einer langsam erstarrenden, gelben Masse erhalten, die folgende Kennzahlen aufwies:

15

10

5

N_{titr.} 4,7 %

20

Diamid-Gehalt (ermittelt über Ionenaustauscher) 16,1 % (= 0,04 Mol/100 g). Eine UV-spektrosk. Untersuchung bei 230 mm ergab einen Imidazolingehalt von 8,0%.

25 1.2 Molverhälntis 1 : 1,1

Wie unter 1.1 beschrieben wurden 208 g (1 Mol) Kokosfettsäure mit 114,5 g (1,1 Mol) Aminoethylethanolamin kondensiert.

30

Erhalten wurden ca. 300 g einer langsam erstarrenden, gelben Masse mit folgenden Kennzahlen:

S.Z. 2,3 N_K 10,2 %

N_{titr.} 5,6 %

5

Diamid-Gehalt 10,7 % (= 0,02 Mol/100 g)
Imidazolin-Gehalt 3,0 %

1.3 Molverhältnis 1 : 1,5

,10

15

Wie unter 1.1 beschrieben, wurden 208 g (1 Mol) Kokosfettsäure mit 156 g (1,5 Mol) Aminoethylethanolamin unter langsamem Aufheizen so kondensiert, daß während der Reaktion der Gehalt an freiem Amin möglichst hoch blieb. Reaktionstemp. bis 180°C, zuletzt bei ca. 14 mbar. Nach dem Abdestillieren des überschüssigen Amins verblieben ca. 270 g Rückstand mit folgenden Kennzahlen:

N_K 10,3 %

20

N_{titr} 5,2 8

Diamid-Gehalt 2,7 % (= 0,006 Mol/100 g)
Imidazolin-Gehalt 96 %

25

Beispiel 2

Umsetzungen mit Natriumchloracetat

2.1 Ohne alkalische Vorbehandlung

30

2.1.1. 90 g (0,3 Mol, errechnet aus N_{titr}.) Produkt aus Versuch 1.1 wurden mit 148 g Wasser dispergiert und bei 60°C mit 203 g (0,7 Mol) einer frisch bereiteten 40 %igen Natriumchloracetat-Lösung versetzt. Beim Zugeben von 56 g (0,7 Mol) 50 %iger Natronlauge stieg der pH-Wert auf 11,52 an. Man rührte 2 Std. bei dieser Temperatur und erhöhte

10

15

dann für 1 Std. auf 80°C; der pH-Wert fiel langsam auf ca. 10. Das ca. 40 %ige Produkt begann nach 2 Tagen bei R.T. einzutrüben.

2.1.2. 80 g (0,32 Mol, errechnet aus N_{titr}) Produkt aus Versuch 1.2 wurden mit 134 g Wasser dispergiert und bei 60°C mit 214 g (0,74 Mol) einer frisch bereiteten 40 %igen Lösung von Natrium-chloracetat versetzt. Alsdann ließ man bei 60°C 58,8 g (0,74 Mol) 50 %ige Natronlauge zulaufen, hielt die Mischung 2 Std. auf 60°C und erhöhte die Temperatur alsdann auf 80°C; der pH-Wert stellte sich bei Zugabe der Natronlauge auf 11,5 ein und sank nach 1 Std. Erhitzen bei 80°C lansam auf 10,1 ab.

Erhalten wurde eine klare Lösung mit ca. 40 % Feststoffgehalt, die jedoch bereits nach 2 Tagen bei R.T. einzutrüben begann.

2.1.3 90 g (0,3 Mol) Imidazolin aus Versuch 1.3 wurden mit 134 g Wasser dispergiert, 1 Std. bei 60°C gehalten und alsdann mit 203 g (0,7 Mol) einer frisch bereiteten 40 % Natriumchloracetat-Lösung versetzt. Alsdann wurden 56 g (0,7 Mol) 50 % Natronlauge zugesetzt. Der pH-Wert stieg auf 11,6 an. Es wurde 2 Std. bei dieser Temp. und eine weitere Std. bei 80°C gerührt. Nach ca. 10 Wochen Aufbewahrung bei R.T. zeigten sich die ersten Trübungserscheinungen.

20

25

2.2 Mit alkalischer Vorbehandlung

2.2.1 a) 90 g (0,3 Mol, errechnet aus N_{titr}.) Produkt aus Versuch 1.1, enthaltend 0,035 Mol Diamid, wurden in 148 g Wasser dispergiert, mit 1,2 g 50 % NaOH (0,015 Mol) versetzt und 1 Std. bei 80 - 90°C gerührt. Danach wurde verfahren wie unter 2.1.1. beschrieben.

Das Produkt fällt klar an wie unter 2.1.1, trübt jedoch nach 6 Tagen auch ein, da nicht alles Diamid verseift wurde.

b) Der Versuch wurde wiederholt unter Zusatz von 4,8 q 50 % NaOH (0,06 Mol).

Das Diamid wurde, wie auch die Analyse zeigte, quantitativ zum Monoacylprodukt verseift, das Produkt ist auch nach > 6 Mon. noch klar.

2.2.2 80 g (0,32 Mol) Produkt aus Versuch 1.2 wurden
in 60 g Wasser dispergiert, mit 4,8 g (0,06 Mol)
50 % Natronlauge versetzt und 1 Std. bei 80^OC
gerührt.

Nach weiterer Umsetzung, wie unter 2.1.2 beschrieben, wurde ein Tensid erhalten, das auch nach > 6 Mon. noch klar ist.

Aus den Versuchen 2.1.1 - 2.1.3 sowie 2.2.1 und 2.2.2 ist ersichtlich:

Auch die Verwendung eines sehr reinen Imidazolins als Vorstufe (2.1.3) führt nicht zu der Qualitätsverbesserung, wie sie selbst bei diamidreichen Rohstoffen (1.1 u. 1.2) nach alkalischer Vorbehandlung erreicht wird. Zweckmäßigerweise wird

10

5

15

20

25

30

eine Natronlaugemenge eingesetzt, die äquivalent, am besten jedoch etwa doppelt so hoch ist, wie aufgrund des Diamid-Gehalts erforderlich ist.

5

Beispiel 3

Umsetzungen mit 2-Acrylamido-2-methylpropansulfonsäure (AMPS) bzw. Na-Salz

10

3.1 Ohne alkalische Vorbehandlung

15

. 75,0 g (0,3 Mol, errechnet aus N_{titr}.) Produkt aus Versuch 1.2 wurden in 200 g Wasser suspendiert, mit 80,6 g (0,39 Mol) AMPS versetzt und dann mit 31,2 g (0,39 Mol) 50 % Natronlauge. Es wurde 4 Std. bei 80°C gerührt.

. 20 Das fertige Produkt ist klar und dünnflüssig, zeigt jedoch nach 2 Tagen bereits Abscheidungen.

3.2 Mit alkalischer Vorbehandlung

25

75.0 g (0,3 Mol) Produkt aus Versuch 1.2 wurden in 200 g Wasser suspendiert und 1 Std. mit 4,8 g (0,06 Mol) 50 % Natronlauge bei 80 - 90°C gerührt. Weitere Umsetzung wie unter 3.1. Das Produkt ist auch nach > 6 Mon. noch völlig klar.

30

Beispiel 4

Umsetzungen mit Chlorhydroxypropansulfonsäure bzw.Na-Salz

4.1 Ohne alkalische Vorbehandlung

35

75 g (0,3 Mol) Produkt aus Versuch 1.2 wurden in 200 ml Wasser dispergiert, mit 63,6 g (0,3 Mol) Chlorhydroxy-propansulfonsäure* versetzt und in 30 Min. bei 80°C mit 24,0 g (0,3 Mol) 50 % Natronlauge. 4 Std. Nachreak-

15

20

tion bei 50°C.

Das Endprodukt ist klar, trübt jedoch nach 3 Tagen ein.

4.2 Mit alkalischer Vorbehandlung

Die Umsetzung erfolgte analog 3.1, jedoch wurde vor Zugabe der Chlorhydroxypropansulfonsäure 1 Std. bei 80 - 90°C nach Zugabe von 4,8 g (0,06 Mol) 50 % Natronlauge gerührt.

Das Produkt ist nach über 6 Mon. noch klar.

* (Na-Salz)

10 Beispiel 5

Umsetzungen mit Acrylsäure

5.1 Ohne alkalische Vorbehandlung

75,0 g (0,3 Mol) Produkt aus Versuch 1.1 wurden mit 21,6 g (0,3 Mol) Acrylsäure vermischt und 4 Std. bei 80°C gerührt und dann mit 145 g Wasser verdünnt. Das Produkt wird nach 2 Wochen trüb.

5.2 Mit alkalischer Vorbehandlung

75,0 g (0,3 Mol) Produkt aus Versuch 1.1 wurden mit 4,8 g (0,06 Mol) 50 % Natronlauge 1 Std. bei 80°C gerührt und dann wie unter 4.1 weiterbehandelt.

Das Produkt bleibt > 6 Mon. klar.

10

15

25

30

Patentansprüche

1. Verfahren zur Raffination des rohen Kondensationsproduktes aus Aminoalkylalkanolaminen der allgemeinen Formel

$$H_2N-(CH_2)_m-NH-(CH_2)_n-OH$$

und Fettsäuren mit 6 bis 22 C-Atomen und gewünschtenfalls zur nachfolgenden Alkylierung und gegebenenfalls Quaternierung des gereinigten Kondensationsproduktes zu Amphotensiden mit erhöhter Lagerstabilität, dadurch gekennzeichnet, daß man das rohe Kondensationsprodukt aus Fettsäuren und Aminoalkylalkanolaminen einer alkalischen Hydrolyse unterwirft.

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die in der alkalischen Hydrolyse eingesetzte Alkalimenge auf die Menge des im rohen Kondensationsprodukt vorliegenden Diamid abgestimmt wird und dabei vorzugsweise wenigstens etwa in equimolarem Betrag und insbesondere nicht mehr als etwa 3-molarer Menge eingesetzt wird.
- Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die alkalisch hydrolytische Behandlung bei Temperaturen von etwa 70 bis 100°C und insbesondere im Temperaturbereich von 80 bis 90°C durchgeführt wird.
 - 4. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß mit Aminoalkylalkanolaminen der angegebenen allgemeinen Formel gearbeitet wird, in denen m eine Zahl von 2 bis 6, insbesondere 2,3 oder 6 und n die Zahl 2 oder 3 bedeuten.
 - 5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, daß mit reinen Fettsäuren oder beliebigen Fettsäuregemischen des angegebenen C-Zahl-Bereichs und insbesondere des Bereichs von C₈₋₁₈ gearbeitet wird.



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

EP 81 10 3328.1

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE				KLASSIFIKATION DER
Categoriel Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der betrifft				ANMELDUNG (Int. Cl. ³)
	maßgeblichen Teile		Anspruch	
A,D	EP - A1 - 0 001 006 * Zusammenfassung *	(ALBRIGHT & WILSON)	1	C 07 C 103/38 C 07 C 102/00
A,D	DE - A1 - 2 752 116	(LION FAT & OIL)	1	C 11 D 1/52
	* Anspruch 7 *			
				RECHERCHIERTE
		·		SACHGEBIETE (Int. Cl.3)
		•		C 07 C 102/00 C 07 C 103/38
				C 11 D 1/52
!				
				KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
				X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund
		·		O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde
				liegende Theorien oder Grundsätze
				E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes
				Dokument L: aus andern Grunden
1				angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patent- familie, übereinstimmender
X	_	icht wurde für alle Patentansprüche erste		Dokument
Recherci	henort A	bschlußdatum der Recherche 19–08–1981	Pruter	KNAACK