

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(11) 037627

(13) B1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2021.04.23

(21) Номер заявки
201990270

(22) Дата подачи заявки
2017.09.06

(51) Int. Cl. C07C 303/22 (2006.01)
C07C 309/12 (2006.01)
C07C 309/14 (2006.01)

(54) СМЕСИ, СОДЕРЖАЩИЕ DEFI И ТАУРАТАМИДЫ, И СПОСОБЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

(31) 16191203.5

(32) 2016.09.28

(33) EP

(43) 2019.08.30

(86) PCT/EP2017/072312

(87) WO 2018/059889 2018.04.05

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЮНИЛЕВЕР АйПи ХОЛДИНГС Б.В.
(NL)

(72) Изобретатель:
Ау Ван, Харичян Биджан (US)

(74) Представитель:
Нилова М.И. (RU)

(56) US-B1-6562874
US-A1-2005071931

(57) Изобретение включает способ получения смесей, содержащих DEFI и амидтаурат (АТА), обеспечивающий превосходные выходы АТА и по существу отсутствие потемнения конечных смесей, содержащих АТА и DEFI. Указанный способ обеспечивает гораздо большую гибкость в соотношениях DEFI к АТА. Изобретение также относится к смесям, полученным способами согласно изобретению.

037627 B1

037627 B1

037627

B1

Область техники

Изобретение относится к композициям, содержащим смеси полученного посредством прямой этерификации ацил-изетионата жирной кислоты ("DEFI") и алкилтауратамидов ("АТА"), полученных в результате реакции амидирования тауринов (например, N-метилтаурина); кроме того, изобретение относится к способу получения таких смесей в одном реакторе, предпочтительно в реакторе DEFI. Настоящее изобретение также относится к смесям, полученным способом согласно настоящему изобретению. Контролирование последовательности добавления позволяет проводить процессы при более низких температурах, чем, как считалось ранее, необходимы для увеличения выхода DEFI, что, в свою очередь, позволяет получить более высокие выходы АТА, а также существенно уменьшить потемнение. Низкотемпературная реакция, кроме того, обеспечивает гораздо большую гибкость при получении желаемых смесей из DEFI и АТА.

Уровень техники

Ацил-изетионат представляет собой традиционное анионное поверхностно-активное вещество, применяемое в композициях для косметического ухода и личной гигиены. Указанное соединение мягче, чем мыло, но при этом сохраняет свойства, которые потребители связывают с хорошим очищением (например, пенообразование).

Ацил-изетионатное поверхностно-активное вещество, как правило, получают прямой этерификацией жирной кислоты (например, жирной кислоты C_{10} до C_{16} , такой как лауриновая кислота) и изетионата (например, $OHCH_2CH_2SO_3^-Na^+$) в процессе, обычно известном как процесс "DEFI". Процесс DEFI проводят в едином реакторе DEFI.

Другими часто используемыми анионными поверхностно-активными веществами являются алкилтауратные амиды (например, N-метилтаурат). Алкилтауратные амиды также представляют собой хорошо известные анионные поверхностно-активные вещества, которые обеспечивают хорошую пену.

Как правило, АТА могут быть получены посредством реакции таурина или соли таурина (например, $NH_2CH_2CH_2SO_3^-M^+$, где M^+ может представлять собой, например, противоион натрия или калия) с соответствующей жирной кислотой.

Например, метилстеароилтаурат натрия может быть получен нагреванием трижды прессованной стеариновой кислоты, раствора метилтаурата натрия и борной кислоты до $200^\circ C$ при перемешивании с подповерхностной продувкой азотом и отгонкой воды. В таком способе, как описано в литературе, перемешивание продолжают при $195-200^\circ C$ в течение 6 ч при атмосферном давлении и затем 3 ч при давлении 13 кПа (100 мм рт.ст.). Полученную массу охлаждают и полученный продукт, представляющий собой воскообразное твердое вещество грязно-белого цвета, измельчают в порошок. Сообщается, что продукт представляет собой 64,0% метилстеароилтаурата натрия в качестве активного ингредиента, 29,5% свободной жирной кислоты, 2,5% N-метилтаурата натрия и 4,0% других неуточненных химических веществ. Сообщается, что конверсия метилтаурата натрия составляет более чем 91%. Использование кокосовой жирной кислоты вместо стеариновой кислоты обеспечивает конверсию 97%.

Хотя DEFI и АТА могут быть получены по отдельности и затем объединены, было бы гораздо более экономичным и эффективным получать смеси этих двух компонентов в одном реакторе, например, в одном реакторе DEFI. Однако взаимодействие, например, как изетионата щелочного металла, так и N-метилтаурина с жирной кислотой в реакторе DEFI (для производства, соответственно, DEFI и АТА) приводит к относительно низким выходам АТА и продукта, который "темнеет". Если температуры реакции недостаточно высоки, выход DEFI ухудшается, но в то же время высокая температура приводит к потемнению АТА. Таким образом, общие значения L смеси DEFI/АТА намного ниже (больше потемнения) по сравнению со значениями, полученными с помощью настоящего изобретения.

Например, в патенте США № 6562874, выданном Iardi и др., раскрыты композиции, в которых DEFI и АТА получают в одном и том же реакторе. В частности, Iardi описывает реакцию DEFI (в которой изетионат объединяют с жирной кислотой), в которой для частичной замены изетионата применяют амины (такие как таурин) (колонка 4, строки 49-57).

Заявители воспроизвели примеры 26-31 табл. 4 патента США № 6562874, выданного Iardi и др., и продемонстрировали, что при температурах, как правило, требуемых для управления выходом реакции DEFI (например, $238^\circ C$ во всех примерах), получились довольно низкие выходы. Различные дополнительные сравнительные примеры дополнительно демонстрируют, что при этих температурах смеси имеют намного более темный цвет.

Неожиданно заявители обнаружили, что, если сначала с жирной кислотой объединяют только таурин (что позволяет предварительно получить АТА перед добавлением основной части или всего количества изетионата) и температуру поддерживают относительно низкой (например, $200^\circ C$ или менее, предпочтительно от 180 до $195^\circ C$), предполагают (не ограничиваясь какой-либо теорией), что полученный АТА действует как эмульгатор. Таким образом, когда к АТА и остаточным жирным кислотам добавляют основную часть или весь изетионат щелочного металла (для получения DEFI и образующихся смесей DEFI/АТА), температуру этой стадии реакции также можно поддерживать относительно низкой (например, $200^\circ C$ или менее, предпочтительно от 180 до $195^\circ C$). Таким образом, выходы АТА (полученного на первой стадии реакции) намного выше, чем в том случае, когда DEFI и АТА полностью получают одно-

временно (как у Iardi), и в то же время при этом можно избежать потемнения АТА (потому что вторую стадию реакции, на которой получают основную часть или весь DEFI, выполняют при значительно более низкой температуре), и значение L смеси DEFI/АТА намного выше, чем возможно было достичь ранее.

Краткое описание изобретения

В одном из аспектов настоящее изобретение, соответственно, включает способ получения смесей из DEFI и алкилтауратамидов в одном реакторе, в котором получают алкилтауратамид с высоким выходом (75% или более, предпочтительно 80% или более) и в котором после того, как на второй стадии реакции получена основная часть или весь DEFI, АТА по существу не имеет потемнения (что, например, характеризуется значением L смеси DEFI/АТА от 80 или более, предпочтительно от 80 до 100, более предпочтительно от 80 до 96), при этом указанный способ включает:

а) объединение жирной кислоты (например, жирной кислоты C_8 - C_{22} , предпочтительно C_{10} - C_{18}), таурина и/или соли таурина, где соотношение жирной кислоты к таурину и/или соли таурина составляет от 1,2:1 до 10:1, предпочтительно от 1,5:1 до 8:1, более предпочтительно от 1,5:1 до 5:1, и катализатора при температуре 200°C или менее, предпочтительно от 180 до 195°C; как отмечено, в начале реакции могут присутствовать небольшие количества изетионата щелочного металла (как используют на стадии (b) ниже), но его количество минимально (предпочтительно менее 10%, как правило, менее 1% от общего количества изетионата, который будут применять (весь или почти весь применяют на стадии (b)); и

б) после завершения реакции (как правило, это происходит примерно через 1-2 ч, и выход АТА составляет 80% или более, предпочтительно от 81 до 100%, более предпочтительно от 82 до 95%), добавление основной части или всего изетионата щелочного металла к смеси алкилтауратамида и остаточных жирных кислот при температуре 200°C или менее, предпочтительно от 180 до 195°C (конечный выход DEFI после этой второй стадии может составлять от 45 до 85%, предпочтительно от 55 до 85%).

Как правило, в реакции не используют воду, за исключением любого минимального количества воды, которое попадает как часть исходного сырья (например, N-метилтаурина щелочного металла и изетионата щелочного металла). Большая часть воды удаляют в процессе реакции (например, при нагревании до 180-200°C на любой из стадий (a) и/или (b)). В одном из случаев таурин или соль таурина, применяемые на стадии (a), нагревают до 150°C (т.е. для удаления воды) еще до объединения с жирной кислотой и объединения при указанных условиях реакции.

Можно отметить, что указанный способ обеспечивает технологическую гибкость в том смысле, что для получения различных желаемых соотношений АТА к DEFI можно варьировать количества таурина и/или соли таурина (для получения АТА) или изетионата (для получения DEFI). Так, например, как видно из примеров, относящихся к документу Iardi (воспроизведенные примеры 26-31), соотношения DEFI к АТА в этих примерах варьировались от 14:1 до 22:1. В примерах, иллюстрирующих настоящее изобретение, соотношения могут варьироваться от 0,1:1 до 7:1, предпочтительно от 0,5:1 до 5:1 (от 0,28:1 до 2,05:1). Таким образом, используя способ согласно настоящему изобретению, можно получить относительно гораздо большее количество АТА. Кроме того, как отмечалось, поскольку полученный на первой стадии реакции АТА, по-видимому, служит эмульгатором, DEFI (который большей частью или весь образуется на второй стадии реакции) может быть получен при проведении процесса при более низких температурах (т.е. АТА, действующий в качестве эмульгатора, способствует прохождению реакции изетионата и жирной кислоты при более низких температурах на этой второй стадии реакции); и измеренные значения L полученного DEFI/АТА составляют 80 и более, как правило, от 80 до 96 (т.е., по существу, потемнение отсутствует).

Подробное описание изобретения

За исключением примеров или случаев, где явно указано иное, все числа в настоящем описании, указывающие количества материала или условия реакции, физические свойства материалов и/или применения, следует понимать как измененные словом "примерно". Все количества приведены по отношению к массе конечной композиции, если не указано иное.

Следует отметить, что при определении любого диапазона концентрации или количества, любая конкретная верхняя концентрация может быть связана с любой конкретной более низкой концентрацией или количеством.

Во избежание сомнений слово "содержащий" предназначено для обозначения "включающий", но не обязательно "состоящий из" или "составленный из". Другими словами, перечисленные этапы или варианты не обязательно должны быть исчерпывающими.

Раскрытие настоящего изобретения, приведенное в данном документе, следует рассматривать как охватывающее все варианты реализации, которые представлены в формуле изобретения как многократно зависящие друг от друга, независимо от того, что в пунктах формулы изобретения может не быть множественной зависимости или избыточности.

Настоящее изобретение относится к новым способам получения смесей ацил-изетионата жирной кислоты (например, полученного посредством прямой этерификации ацил-изетионата жирной кислоты или "DEFI") и алкилтауратамидов. Способ позволяет, в частности, получать АТА с более высоким выходом (например, 80% или более, предпочтительно 82% или 85% и более), в то же время (поскольку АТА,

полученный на первой стадии реакции, действует как эмульгатор и позволяет получать основную часть или весь DEFI, получаемый на второй стадии реакции, при более низкой температуре) при практически полном отсутствии потемнения в конечной смеси (что характеризуется значением L смеси АТА/DEFI). В некоторых аспектах настоящего изобретения уровни АТА достаточно высоки настолько, что соотношение DEFI относительно АТА составляет, например, 7:1 и менее, например, от 0,1:1 до 5:1.

Настоящее изобретение также относится к смесям из DEFI и АТА, для которых конечное соотношение DEFI к АТА составляет от 0,1:1 до 7:1, предпочтительно от 0,5:1 до 5:1, и для которых значение L АТА не демонстрирует потемнения (что характеризуется значением L смеси АТА/DEFI от 80 до 96). Предпочтительно, композиции изготовлены способом по изобретению.

Наконец, настоящее изобретение относится к способу, в котором за счет контроля параметров процесса (в частности, последовательности добавления) можно применять более низкие температуры реакции (например, добавляют основную часть изетионата щелочного металла на второй стадии, предполагая, что некоторое количество DEFI получают на первой стадии, либо добавляют весь изетионат щелочного металла, если DEFI на первой стадии не получают; на втором этапе DEFI получают при более низкой температуре, поскольку АТА действует как эмульгатор), обеспечивая тем самым гибкость реакции в части соотношений DEFI к АТА в конечной смеси.

В частности, способ согласно настоящему изобретению включает:

1) на первой стадии способа объединение жирной кислоты (например, жирной кислоты C_8-C_{22}), таурина и/или соли таурина (где соотношение жирной кислоты к таурину и/или соли таурина составляет от 1,2:1 до 10:1, предпочтительно от 1,5:1 до 8:1, более предпочтительно от 1,5:1 до 5:1) и катализатора при температуре от 180 до 200°C; и

2) после завершения первой стадии реакции (как правило, в течение 1-2 ч) добавление основной части или всего изетионата щелочного металла к смеси при температуре 200°C или менее, предпочтительно от 180 до 195°C. Как правило, на второй стадии катализатор не используют.

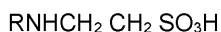
Под термином "основная часть или весь" в отношении количества изетионата подразумевается, что на стадии (а) применяют менее 10%, как правило, менее 1% всего количества изетионата щелочного металла, применяемого на обеих стадиях (а) и (b). Стадия (а) главным образом направлена на получение достаточного количества АТА, который служит в качестве эмульгатора для реакции на стадии (b), что позволяет проводить стадию (b) при более низкой температуре, чем считалось ранее необходимым.

Выход АТА, полученного на первой стадии реакционного процесса, как правило, составляет 80% или более, предпочтительно от 81 до 100%, и может составлять от 82 до 95%. Выход DEFI после второй стадии реакции может составлять от 45 до 95%, предпочтительно от 55 до 95%.

Не ограничиваясь какой-либо теорией, полагают, что АТА, образовавшийся на первой стадии реакции (которая проходит с относительно высоким выходом и, по существу, не дает потемнения (что характеризуется конечным значением L смесей АТА/DEFI), действует в качестве эмульгатора, который, в свою очередь, позволяет проводить вторую стадию реакции (получение DEFI, когда добавляют значительно большую часть или весь, т.е. более 90-100%, изетионат) при значительно более низких температурах. По существу, как отмечено, АТА в смеси может сохраняться с высоким выходом и без последующего потемнения.

Таким образом, ключевым фактором для способа согласно настоящему изобретению (который, в свою очередь, позволяет получать новые смеси, содержащие относительно большие количества АТА, который не имеет потемнения) является сначала получение АТА путем объединения таурина и/или соли таурина с избытком жирной кислоты при относительно низкой температуре (от 180 до 200°C). Т.е. важно, чтобы АТА был получен предварительно. Как отмечено, небольшие количества (менее 10%, предпочтительно менее 5%, более предпочтительно менее 1%) изетионата могут быть получены на стадии (а), но это не является основным назначением стадии (а).

Применяемая жирная кислота, как правило, представляет собой жирную кислоту C_8-C_{22} , предпочтительно C_8-C_{16} . Жирную кислоту, как правило, объединяют с таурином (например, 2-аминоэтансульфоновой кислотой), имеющим структуру:



где R может представлять собой, например, водород или метил; или солью таурина, где водород в сульфатной группе заменен на противоион, такой как противоион натрия или калия. Теоретически можно применять смеси кислоты и соли.

Жирную кислоту применяют в избытке и в основном применяют в соотношении от 1,2:1 до 10:1, предпочтительно от 1,5:1 до 8:1.

Как указано выше, как правило, предпочтительно иметь минимальное количество воды. Вода, как правило, является частью исходного сырья, например N-метилтаурина натрия и изетионата натрия, и большую часть воды удаляют во время реакционного процесса (например, нагреванием при 180-190°C). В одной из форм настоящего изобретения воду в N-метилтаурине натрия предпочтительно удаляют нагреванием при 150°C до реакции с жирными кислотами с образованием АТА.

Катализаторы, как правило, применяют на первой стадии реакции, но не обязательно. Катализатор

может быть добавлен на второй стадии. Предпочтительно применять катализатор на первой стадии реакции, чтобы максимизировать выход АТА.

В реакции согласно настоящему изобретению можно применять широкий спектр катализаторов. Подходящие катализаторы включают соли ионов многовалентных металлов или органические или неорганические соединения, сильные кислоты и их смеси. Можно применять катализаторы на основе оксидов щелочных металлов. Примеры включают оксид цинка, оксид магния и оксид кальция. В настоящем изобретении можно применять оксид цинка, являющийся предпочтительным катализатором. Однако более предпочтительны быстродействующие катализаторы. Один из быстродействующих органических катализаторов представляет собой изетионат цинка. Особенно предпочтительные неорганические соединения цинка представляют собой такие, которые выбраны из группы, состоящей из сульфата цинка, сульфамата цинка и оксида цинка, подкисленного сульфаминовой кислотой или сульфокислотой. Также могут быть использованы смеси вышеупомянутых соединений.

Катализатор присутствует в количестве от примерно 0,01% до примерно 2% (в расчете, например, на ион цинка или ион другого металла) по отношению к суммарной массе заряженных реагентов. Предпочтительно, чтобы количество заряженного катализатора составляло примерно от 0,01 до 1%. Более высокие количества катализаторов, особенно содержащих цинк, нежелательны из-за их отрицательного влияния на такие качества продукта, как цвет.

После того как объединяют таурин и/или соль (и изетионат щелочного металла, если его применяют), жирную кислоту и катализатор, первой стадии реакции дают дойти до завершения. Как правило, на это требуется от 1 до 2 ч.

На этом этапе образуется АТА с выходом 80% и более предпочтительно от 81 до 90% и более.

На этом этапе в реакционную камеру (содержащую АТА и избыток жирной кислоты и любое небольшое количество DEFI, которое может присутствовать) добавляют основную часть или весь (более 90-100%) изетионат щелочного металла. Из-за присутствия АТА реакция между изетионатом и избытком жирной кислоты, все еще находящимся в реакторе, в этой второй части реактора является более эффективной и может происходить при более низкой температуре (например, 200°C или менее). Это означает, что АТА, присутствующий в реакторе, и после последней реакции не потемнеет. Это оценивают применением шкалы L, где значение L конечной смеси DEFI/АТА представляет собой значение больше 80, предпочтительно от 80 до 96, более предпочтительно от 90 до 96.

Поскольку можно получить большое количество АТА без потемнения, соотношение DEFI к АТА можно поддерживать не слишком высоким. Таким образом, значение соотношения DEFI к АТА может составлять от 0,1:1 до 7:1, предпочтительно от 0,4:1 до 7:1, более предпочтительно от 0,5:1 до 5:1.

Как отмечено, настоящее изобретение также предоставляет возможность точно контролировать, какие используемые соотношения DEFI к АТА могут быть применены.

Протокол и примеры

Протокол для измерения значения "L".

Цвет продукта оценивают по цветовой шкале Hunter Lab. Шкала представляет собой цветовую шкалу, хорошо известную специалистам в данной области (см. "Замечание по применению", "Понимание цвета", том 8, № 9 от Hunter Lab, где, например, определены формулы для L, a и b). По шкале Hunter ключевым параметром будет значение L, которое является мерой отражения яркости.

Значение L смеси продуктов АТА/DEFI получали путем визуальной оценки/сравнения и сопоставления цвета смеси продуктов АТА/DEFI со стандартными цветными чипами со значениями цветовой шкалы Hunter Lab L, a и b. Как уже отмечалось, это стандартная процедура, хорошо известная специалистам в области определения цвета.

Воспроизведенные из ссылочного документа примеры 26-31, примеры согласно изобретению 1-4 и дополнительные сравнительные примеры 1-2.

Чтобы продемонстрировать, как технологический процесс влияет на выходы и смеси согласно настоящему изобретению, которые могут быть получены, заявители обращают внимание на приведенную ниже табл. I.

Таблица I

	Сравнительный	Сравнительный	Сравнительный	Сравнительный	Сравнительный	Сравнительный						
Состав продукта реакции %	пример 26 патента	пример 27 патента	пример 28 патента	пример 29 патента	пример 30 патента	пример 31 патента	Пример согласно изобретению 1	Пример согласно изобретению 2	Пример согласно изобретению 3	Пример согласно изобретению 4	Сравнительный 1	Сравнительный 2
US 6562874	US 6562874	US 6562874	US 6562874	US 6562874	US 6562874	US 6562874						
DEFI	52,5	66,5	68	64,3	70,4	63,2	54,4	34,4	53	14,8	НД	НД
Na изетионат	12,35	11,99	15,62	13,73	9,65	9,09	4,5	9,5	4,9	1,4	НД	НД
Жирная кислота	31,7	17,2	10,3	18,3	15	22,95	18,3	17,7	15,7	11	22,2	34,6
N-метилтаурин Na	0,809	1	1,13	0,7	1,4	1,06	0,4	1,8	0,31	0,26	5,4	5,4
ATA	2,57	3,32	4,78	2,99	3,48	3,62	26,5	40,1	24,8	52,1	54,2	46,2
% выхода ATA	36,8	46,2	68,4	42,8	49,8	51,8	>95	>95	>95	82	77,3	60,4
% выхода DEFI	71,1	90	92	87	95,4	85,6	83	60	85	48,4	НД	НД
Соотношение ATA/DEFI	1 к 20	1 к 20	1 к 14	1 к 22	1 к 20	1 к 18	1 к 2,05	1 к 0,86	1 к 2,14	1 к 0,28	НД	НД
Начальное соотношение ингредиентов												
Мольное соотношение N-метилтаурина натрия к жирной кислоте	1 к 16,6	1 к 16,6	1 к 16,6	1 к 16,6	1 к 16,6	1 к 16,6	1 к 5	1 к 3	1 к 5	1 к 1,5	1 к 1,5	1 к 1,5
Мольное соотношение изетионата натрия к жирной кислоте	1 к 1,43	1 к 1,43	1 к 1,43	1 к 1,43	1 к 1,43	1 к 1,43	1 к 1,67	1 к 1,71	1 к 1,67	1 к 3	НД	НД
Мольное соотношение N-метилтаурина натрия к Na изетионату	1 к 11	1 к 11	1 к 11	1 к 11	1 к 11	1 к 11	1 к 3	1 к 1,75	1 к 3	1 к 0,5	НД	НД
Температура реакции, С°	238	238	238	238	238	238	<200	<200	<200	<200	225	235
Цвет (шкала L) продукта реакции							95,1	95,06	95,6	94,5	53,85	42,1

Значение L, чем выше значение L, тем светлее, чем ниже значение L, тем темнее.

НД - нет данных.

Примеры, иллюстрирующие настоящее изобретение, были подготовлены следующим образом.

Методика проведения эксперимента для примера, иллюстрирующего настоящее изобретение.

В четырехгорлую круглодонную колбу объемом 250 мл, снабженную механической мешалкой, холодильником, ловителем/приемником растворителя и входным отверстием для термодомы/потока азота (N₂), добавляли N-метилтаурин натрия (12,5 г, 55% раствор, 1 экв.). Устанавливали поток N₂ 0,2 л в минуту (л/мин). Нагревали раствор N-метилтаурина до примерно 150°C для удаления воды. Повышали температуру реакции до примерно 190°C и добавляли лауриновую кислоту (42,89 г, 5 экв.) и оксид цинка (0,7 г, 0,2 экв.). Реакционную смесь перемешивали при 190°C в течение одного часа.

К указанной выше реакционной смеси добавляли изетионат натрия (19,03 г, 3 экв.). Реакционную смесь перемешивали при 195°C дополнительно в течение 2 ч (всего 3 ч нагревания).

Как видно из табл. 1, температуру в каждом из примеров 26-31 (воспроизведенных из патента США № 6562874, выданного Pardi и др.) поддерживали при 238°C. При этих температурах выход ATA (полученного в том же реакторе, что и DEFI) никогда не превышал 68,4 (пример 28). Хотя в целом, как ожидается, более низкие температуры могут привести к более низкому выходу, с помощью способа, предлагаемого в настоящем изобретении, авторы изобретения смогли как увеличить выход, так и избежать потемнения смеси ATA/DEFI.

В приведенном ниже примере использовали процедуру из патента США № 6562874, Pardi и др. за исключением того, что температуру реакции поддерживали на уровне 190°C. Выходы ATA и DEFI ниже:

Сравнительный пример 3	% в смеси продукта реакции	% выход
Лауриновая кислота	16	
Натриевая соль C12 N-метилтаурата (ATA)	26,7	55,6
Натриевая соль N-метилтаурина	2,4	
Натриевая соль C12 изетионата (DEFI)	20,7	44,8
Изетионат натрия	20,7	

Это демонстрирует, как уже отмечалось, что при применении предыдущего одностадийного процесса (как у Pardi) выходы намного ниже, чем при применении способа согласно изобретению.

Напротив, в примерах 1-4 настоящего изобретения перед добавлением основной части или всего изетионата натрия в реактор добавляли N-алкилтаурин. Можно видеть, что выходы улучшились в диапазоне от 82 до более 95. Более того, при последующем добавлении изетионата температуру реакции можно было поддерживать ниже 200°C, и потемнения, по существу, при этом не происходило (все значения L больше, чем 94,5).

Напротив, эксперименты в сравнительных примерах 1 и 2 проводили при более высокой температуре в одностадийной реакции. Несмотря на то что выходы были лучше, чем в примерах из патента США 6562874 (по крайней мере на основании значений "% выхода ATA"), очевидно, что значения L были намного ниже. Таким образом, примеры показывают, что при применении более высокой температуры значения L явно ниже. В частности, значения L составляют 53,85 и 42,1. Более низкое значение L означает более темный продукт (потемнение). В примерах, иллюстрирующих настоящее изобретение, значения L находятся в диапазоне от 90 до 100.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения смеси, содержащей полученную посредством прямой этерификации соль О-ацилизетионовой жирной кислоты (DEFI) и соли N-ацилтаурина (АТА), включающий:

а) на первой стадии способа объединение жирной кислоты C_8-C_{22} , таурина и/или соли таурина, где отношение жирной кислоты к таурину и/или соли таурина составляет от 1,2:1 до 10:1, и катализатора, выбранного из группы, включающей соль иона многовалентного металла с органической или неорганической кислотой, сильную кислоту, оксид металла и смеси указанных веществ, при температуре 180-200°C; и

б) после завершения первой стадии реакции добавление в смесь от 90 до 100% изетионата щелочного металла при температуре 180-200°C.

2. Способ по п.1, в котором отношение жирной кислоты к таурину и/или соли таурина составляет от 1,5:1 до 8:1.

3. Способ по п.2, в котором отношение жирной кислоты к таурину и/или соли таурина составляет от 1,5:1 до 5:1.

4. Способ по п.1, в котором указанный катализатор представляет собой ZnO, MgO или CaO.

5. Способ по любому из пп.1-4, в котором температура реакции на стадии (а) представляет собой температуру от 180 до 195°C.

6. Способ по любому из пп.1-5, в котором изетионат щелочного металла, добавляемый на стадии (б), добавляют при температуре от 180 до 195°C.

7. Способ по любому из пп.1-6, в котором АТА по существу не имеют потемнения, что характеризуется значением L смесей, содержащих DEFI и АТА, составляющим от 80 до 96, где L представляет собой параметр в цветовом пространстве L^*a^*b , который является мерой яркости.

8. Поверхностно-активная смесь, содержащая DEFI и АТА, получаемая по любому из пп.1-7.

9. Смесь по п.8, которая характеризуется значением L смеси АТА/DEFI, составляющим от 80 до 96.

10. Смесь по п.8 или 9, в которой отношение DEFI к АТА составляет от 0,1:1 до 7:1, предпочтительно от 0,4:1 до 7:1.

11. Поверхностно-активная смесь, содержащая DEFI и АТА, которая характеризуется значением L смеси АТА/DEFI, составляющим от 80 до 96.

12. Смесь по п.11, в которой значение L смеси АТА/DEFI составляет от 90 до 96.

13. Смесь по п.11 или 12, в которой отношение DEFI к АТА составляет от 0,1:1 до 7:1, предпочтительно от 0,4:1 до 7:1.

14. Применение способа по любому из пп.1-7 для контроля отношения DEFI к АТА в конечной смеси.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2
