

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 814 150 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

29.12.1997 Patentblatt 1997/52

(51) Int. Cl.⁶: **C11D 1/83**

(21) Anmeldenummer: **97108097.3**

(22) Anmeldetag: **20.05.1997**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI LU NL PT SE

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**

65929 Frankfurt am Main (DE)

(30) Priorität: **23.05.1996 DE 19620748**

(72) Erfinder: **Nestler, Bernd, Dr.**

65929 Frankfurt (DE)

(54) **Tensidmischungen aus Acyloxialkansulfonaten und Fettsäureester**

(57) Tensidmischungen bestehend im wesentlichen aus Acyloxialkansulfonat, Fettsäure und Fettsäure-C₁-C₂-alkylester, wobei der Gehalt an Fettsäure-C₁-C₂-alkylester in der Tensidmischung 0,1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den Gehalt an Acyloxialkansulfonat, beträgt.

EP 0 814 150 A2

Beschreibung

Acyloxialkansulfonate sind anionische Tenside, die vor allem in festen Reinigungsmitteln wie beispielsweise in Stückseifen, eingesetzt werden. Die Herstellung dieser Tenside erfolgt üblicherweise nach dem Verfahren der sogenannten Direktveresterung durch Reaktion von Natrium-isethionat mit einem Überschuß einer freien Fettsäure. Bei dieser Reaktion steigt die Viskosität des Reaktionsgemisches mit zunehmender Veresterung stark an. Es hat sich daher als notwendig erwiesen, sogenannte Konsistenzregler zuzugeben, damit die hochviskose Reaktionsmasse noch ausreichend rührbar bleibt. Als derartige Konsistenzregler sind unter anderem Paraffine (EP-A-0 246 471) und freie Fettsäuren (WO 94/26866) bekannt.

Auch die Verwendung von Fettsäureestern als Konsistenzregler ist bereits bekannt (EP-A-0 182 017). Gemäß dem dort beschriebenen Verfahren wird der Konsistenzregler jedoch nach Abschluß der Veresterungsreaktion so weit wie möglich abdestilliert und das Endprodukt ist im wesentlichen frei von Fettsäureestern. EP-A-0 262 420 beschreibt ebenfalls die Verwendung von Fettsäureestern als Konsistenzregler, die in diesem Fall jedoch im Endprodukt verbleiben können. Als Fettsäureester kommen hier nur solche in Frage, die sich von Alkoholen mit mindestens drei C-Atomen herleiten.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Tensidmischungen bestehend im wesentlichen aus Acyloxialkansulfonat, Fettsäure und Fettsäure-C₁-C₂-alkylester, wobei der Gehalt an Fettsäure-C₁-C₂-alkylester in der Tensidmischung 0,1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den Gehalt an Acyloxialkansulfonat, beträgt.

Die in den erfindungsgemäßen Tensidmischungen enthaltenen Acyloxialkansulfonate haben vorzugsweise die Formel



worin R¹ C₅-C₃₁-Alkyl oder C₅-C₃₁-Alkenyl, R² C₂-C₄-Alkylen oder C₂-C₄-Alkenylen, vorzugsweise C₂-Alkylen, und M ein Alkalimetall-, Erdalkalimetall-, Ammonium- oder substituiertes Ammonium-Ion bedeutet. Die Alkyl- und Alkenyl-Gruppen R¹ können geradkettig oder verzweigt sein. Die Gruppe R¹CO-leitet sich ab von Fettsäuren wie beispielsweise Capronsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Stearinsäure, Arachinsäure, Ölsäure, Linolsäure, Linolensäure, Cocosfettsäure und Talgfettsäure sowie Mischungen davon. R² ist bevorzugt -CH₂CH₂-.

Die Herstellung dieser Acyloxialkansulfonate erfolgt nach an sich bekannten Verfahren durch Veresterung von mindestens einer Fettsäure mit mindestens einem Hydroxialkansulfonat (Direktveresterung). Ein solches Verfahren ist zum Beispiel in EP-A-0 585 071 (US-A-5 384 421) beschrieben. Dabei wird ein Überschuß an Fettsäure und das Salz der Hydroxialkansulfonsäure in Gegenwart eines Veresterungskatalysators bei einer Temperatur von 180 bis 240°C umgesetzt unter gleichzeitiger Entfernung von vorhandenem Wasser.

Nach Beendigung der Veresterung wird der Überschuß an freier Fettsäure zu einem mehr oder weniger großen Teil abdestilliert. In der Praxis nimmt man bevorzugt Cocosfettsäure zur Veresterung und demzufolge verbleibt nach der Veresterung noch überschüssige freie Cocosfettsäure im Endprodukt. Bedingt durch den Anteil niederer Fettsäuren weist jedoch die Cocosfettsäure einen unangenehmen Geruch auf, so daß es notwendig ist, die Cocosfettsäure vollständig zu entfernen. Man arbeitet deshalb bevorzugt in der Weise, daß man nach Beendigung der Reaktion eine zweite Fettsäure zusetzt, wie z.B. Stearinsäure, die einen höheren Siedepunkt als die Cocosfettsäure aufweist, und destilliert dann die niedriger siedende unerwünschte freie Cocosfettsäure ab. Die Anwesenheit freier Fettsäure im Endprodukt ist deshalb erwünscht, weil das Gemisch aus Fettsäure und Acyloxialkansulfonat eine bessere Konsistenz hat und sich besser verarbeiten läßt als das Acyloxialkansulfonat allein. Die Menge an verbleibender Fettsäure beträgt im allgemeinen 1 bis 50 Gew.-%, bezogen auf den Gehalt an Acyloxialkansulfonat. Nach dem Abdestillieren der niedriger siedenden Fettsäure erfolgt dann die Zugabe des Fettsäure-C₁-C₂-alkylesters.

Nach einer Variante dieses Verfahrens kann man auf die Zugabe einer zweiten Fettsäure verzichten und destilliert den Überschuß an freier Fettsäure im Dünnschichtverdampfer bei ca. 250 bis 260°C praktisch vollkommen aus dem Reaktionsgemisch ab. Hieran anschließend erfolgt dann die Zugabe des Fettsäure-C₁-C₂-alkylesters.

Als Fettsäure-C₁-C₂-alkylester kommen vor allem die Methylester in Frage, der Fettsäurerest leitet sich im wesentlichen ab von Fettsäuren mit C₅-C₃₁-, vorzugsweise C₈-C₁₆-Alkenylgruppen. Die Menge an Fettsäurealkylester beträgt 0,1 bis 10, vorzugsweise 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf den Anteil an Acyloxialkansulfonat. Die Zugabe des Fettsäurealkylesters erfolgt, indem man das feste Reaktionsprodukt mit dem Fettsäurealkylester in geeigneten Mischvorrichtungen solange mischt, beispielsweise in einem Knetter, bis die Mischung homogen ist. Man kann den Fettsäurealkylester auch dem fertigen Reaktionsprodukt in der flüssigen Schmelze, d.h. vor dem Abkühlen zufügen oder das bereits abgekühlte Produkt wieder aufschmelzen und dann mit dem Fettsäurealkylester vermischen. In den beiden letzten Fällen erfolgt die endgültige Konfektionierung üblicherweise mit Hilfe einer Schuppenwalze oder eines Kühlbandes.

Das Reaktionsprodukt, das bei der Umsetzung von Fettsäure und Isethionat anfällt, enthält in Abhängigkeit von den jeweiligen Herstellbedingungen üblicherweise ca. 50 bis 99 Gew.-% an Acyloxialkansulfonat. Der Rest besteht im wesentlichen aus freier Fettsäure. Wie oben dargelegt, kann man auch die freie Fettsäure praktisch vollständig aus

dem Reaktionsgemisch abdestillieren und erhält somit Produkte, die im wesentlichen frei von Fettsäure sind. Die so erhaltenen erfindungsgemäßen Tensidmischungen werden in üblicher Weise zu Stückseifen weiterverarbeitet.

Beispiele:

Ein Gemisch aus 2,1 kg Natriumcocoylisethionat (SCID I und SCID II), 600 g Grundseife, 150 g Stearinsäure und 150 g Wasser wurde in einem Knetter mit unterschiedlichen Mengen eines Fettsäurealkylesters vermischt. Gemäß einer Variante wurde das gleiche Gemisch aus Natriumcocoylisethionat, Grundseife, Stearinsäure und Wasser aufgeschmolzen und der Fettsäurealkylester in der Schmelze zugemischt, wobei die in der folgenden Tabelle angegebenen prozentualen Mengen an Fettsäurealkylester auf die Menge an Natriumcocoylisethionat (100 %ig) bezogen sind. In beiden Fällen wurde die Temperatur gemessen, bei der die Schmelze noch gerührt werden konnte. Die Grenzwerte für diese Temperaturen sind in der folgenden Tabelle zusammengefaßt:

Beispiel	Fettsäureester	Menge Gew.-%	Rührbar bis	SCID
1	ohne		95°C	I
2	Cocosfettsäuremethylester	1,25	78°C	I
3	"	2,5	60°C	"
4	"	5,0	74°C	"
5	Cocosfettsäureisopropylester	2,5	80°C	"
6	Myrestinsäureethylester	2,5	71°C	"
7	Ölsäuremethylester	2,5	72°C	"
8	Stearinsäuremethylester	2,5	68°C	"
9	ohne		215°C	II
10	Cocosfettsäuremethylester	2,5	200°C	II

SCID I: Handelsübliche Ware enthaltend ca. 66 % Natriumcocoylisethionat, 16-20 % Stearinsäure und 6-8 % freie Cocosfettsäure

SCID II: hochkonzentrierte Ware mit einem Gehalt von 90 % Natriumcocoylisethionat. Der Rest besteht im wesentlichen aus Polyvinylsulfonat, Na-isethionat und Fettsäure.

Grundseife: handelsübliches Gemisch aus 87-89 Gew.-% Fettsäure-Na-Salz (25 % Cocosfettsäure und 75 % Talgfettsäure) und Rest Wasser.

Patentansprüche

1. Tensidmischungen bestehend im wesentlichen aus Acyloxialkansulfonat, Fettsäure und Fettsäure-C₁-C₂-alkylester, wobei der Gehalt an Fettsäure-C₁-C₂-alkylester in der Tensidmischung 0,1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den Gehalt an Acyloxialkansulfonat, beträgt.

2. Tensidmischung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Acyloxialkansulfonat die Formel



hat, worin R¹ C₅-C₃₁-Alkyl oder C₅-C₃₁-Alkenyl, R² C₂-C₄-Alkylen oder C₂-C₄-Alkenyl, und M ein Alkalimetall-, Erdalkalimetall-, Ammonium- oder substituiertes Ammonium-Ion bedeutet.

3. Tensidmischung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Fettsäure-C₁-C₂-alkylester 0,5 bis

EP 0 814 150 A2

5 Gew.-%, bezogen auf den Anteil an Acyloxialkansulfonat, beträgt.

4. Tensidmischung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Fettsäure 1 bis 50 Gew.-% beträgt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55