[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl[7]
C11D 1/00
C11D 1/94 C11D 1/83
C11D 1/90 C11D 1/75

[12]发明专利申请公开说明书

[21]申请号 98812125.5

[43]公开日 2001年1月24日

[11]公开号 CN 1281495A

[22]申请日 1998.11.9 [21]申请号 98812125.5
[30]优先权
[32]1997.11.20 [33]EP [31]97203606.5
[86]国际申请 PCT/EP98/07220 1998.11.9
[87]国际公布 WO99/27044 英 1999.6.3
[85]进入国家阶段日期 2000.6.12
[71]申请人 阿克佐诺贝尔公司
地址 荷兰阿纳姆
[72]发明人 K·奥沃坎普 J·J·H·普罗门
[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所
代理人 吴亦华

权利要求书2页 说明书14页 附图页数0页

[54]发明名称 包含两性表面活性剂的固体组合物、其制备方法、及其用途

[57]摘要

本发明涉及一种包含吸湿性两性表面活性剂和脂肪酸的固体组合 物，它基本上没有其它的洗涤剂和/或洗涤剂添加剂，而且是颗粒形式。优选的是，所述脂肪酸是直链的饱和C_6-C_{22}脂肪酸。在所述组合物中 两性表面活性剂与脂肪酸的重量比为4：1—1：2。所述两性表面活性剂 的例子包括氧化胺或甜菜碱。优选将本发明的固体组合物成型为粒剂。本发明还涉及所述组合物的制备方法以及该组合物例如在皂条中的应用。

ISSN1008-4274

权　利　要　求　书

1. 一种包含吸湿性两性表面活性剂的固体组合物，特征在于，该组合物包含脂肪酸，基本上没有其它的洗涤剂和/或洗涤剂添加剂，而且是颗粒形式。

2. 根据权利要求 1 的组合物，特征在于，它包含基于所述组合物总重的 80-100％重量的两性表面活性剂和脂肪酸。

3. 根据权利要求 1 或 2 的组合物，特征在于，所述脂肪酸是直链的饱和 C_6-C_{22} 脂肪酸。

4. 根据权利要求 3 的组合物，特征在于，所述脂肪酸选自辛酸、癸酸、月桂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、和硬脂酸、及其混合物。

5. 根据前述权利要求中任何一项的组合物，特征在于，两性表面活性剂与脂肪酸的重量比为 4:1-1:2。

6. 根据前述权利要求中任何一项的组合物，特征在于，所述两性表面活性剂为氧化胺或甜菜碱。

7. 根据前述权利要求中任何一项的组合物，特征在于，所述组合物成型为粒剂。

8. 一种制备根据前述权利要求中任何一项的组合物的方法，特征在于，将吸湿性两性表面活性剂与脂肪酸进行接触，然后将其产物分离并成型为颗粒形式。

9. 根据权利要求 8 的方法，特征在于，所述两性表面活性剂在脂肪酸的存在下制成。

10. 根据权利要求 9 的方法，特征在于，所述两性表面活性剂是一种通过与过氧化氢的反应由叔胺制成的氧化胺。

11. 根据权利要求 8 的方法，特征在于，在两性表面活性剂形成结束之后，将脂肪酸加入包含所述两性表面活性剂的反应混合物中。

12. 根据权利要求 8 的方法，特征在于，将包含所述两性表面活性剂的更早制备的分离产物与脂肪酸进行混合。

13. 根据权利要求 12 的方法，特征在于，所述两性表面活性剂为

甜菜碱。

14. 根据权利要求 1-7 中任何一项的固体组合物在制造洗衣用洗涤剂和个人护理配方中的应用。

说　明　书

包含两性表面活性剂的
固体组合物、其制备方法、及其用途

本发明涉及一种包含两性表面活性剂的固体组合物、其制备方法、以及该组合物的用途。

两性表面活性剂可用于制备例如皂条。但使用两性表面活性剂的主要缺陷在于，大多数两性表面活性剂本身是吸湿性的，因此尤其不能储存在大袋中。另一缺陷在于，吸湿性两性表面活性剂往往在其制备过程中于水介质中形成凝胶。即便不在制备时形成凝胶也是如此，例如由于使用了有机溶剂，溶剂挥发导致形成高粘性凝胶。由于这些缺陷，在两性表面活性剂的商业生产中，需要在水之类的溶剂中进行配制并将其浓度限定不超过约 30% 重量，这会增加运输成本。此外，两性表面活性剂在必须限定水加入量的情况下，例如在皂条中的应用则会产生必须去除水的问题。

已有技术，例如 EP-A-0421328 已认识到前述问题。其解决方案是提供本身不吸湿的两性表面活性剂。因此，EP-A-0421328 公开了一种制造香皂条的方法，包括将二水合三烷基氧化胺混入洗涤皂配方中。

此外，EP-A-0421326 提出了一种制备透明皂条的方法，包括将二水合三烷基氧化胺、脂肪酸皂、和视需要使用的其它常规成分进行混合。

EP-A-0401503 描述了一种制备非吸湿性二水合三烷基氧化胺以及包含其的皂条组合物的方法。这些文献具体提出使用三烷基氧化胺的二水合物，据说这些化合物本身是非吸湿的。但由于吸湿性两性表面活性剂如上所述具有商业价值，因此仍然需要一种包含吸湿性两性表面活性剂但不存在上述缺陷的组合物。

本发明寻求提供一种包含吸湿性两性表面活性剂的适用于储存、运输和进一步加工的固体非吸湿性组合物。

已有技术已描述了包含吸湿性两性表面活性剂的固体组合物。例如，EP-A-0472320 公开了包含酰基羟乙基磺酸酯盐和甜菜碱的固体皮肤清洁组合物，即香皂条。其中所公开的配方包含 20-70％重量酰基羟乙基磺酸酯以及其它洗涤剂成分。

WO-A-9417172 提出了一种皂条组合物，其中包含第一合成阴离子表面活性剂、选自第二阴离子表面活性剂、非离子表面活性剂、两性表面活性剂及其混合物的第二合成表面活性剂、视需要使用的游离脂肪酸、视需要使用的皂、和硅氧烷化合物。

但上述公开文献涉及最终用途配方，更具体地说是皂条，而按照本发明的固体组合物则是一种用于制备所述最终用途配方的成分，因此不含任何其它的洗涤剂，如非吸湿性表面活性剂、酰基羟乙基磺酸酯或阴离子表面活性剂、或洗涤剂添加剂，如硅氧烷化合物。

US4511513 公开了 pH 值 6.5-8.5 的两性表面活性的脂肪酸配合物，它具有意想不到的起沫性能且眼睛刺激性低，因此可用于制成洗涤皂。实施例 II 描述了一种由两性表面活性剂与椰油脂肪酸组成的固体冷冻干燥物质。该物质的缺点在于，它是一种粘性(即，吸湿性)粉末，不适合储存和运输。

JP-A-04049218 描述了一种用于化妆品、药物、和农用化学品的涂料试剂，其中包含两性表面活性剂、高级脂肪酸和挥发性溶剂。据说，在将两性表面活性剂水溶液与脂肪酸混合时形成的不溶于水和油的复合物质难以均匀覆盖表面，因此应该与挥发性溶剂结合使用。相信这种复合物质是一种膏体且包含显著量的水。相反，本发明涉及一种固体组合物，而且它溶于水。

非提前出版的国际专利申请 PCT/EP97/02960 公开了一种包含至少一种季铵化合物和至少一种脂肪酸化合物的固体组合物、及其制备方法。但该文件并不涉及两性表面活性剂，而是涉及阳离子表面活性剂。不同于具有阴离子和/或阳离子性能的两性表面活性剂，阳离子表面活性剂仅具有阳离子性能。

制备包含吸湿性两性表面活性剂的固体组合物的方法也是本领域已

知的，例如参见 US 4511513(将酰氨基两性甘氨酸盐和椰油脂肪酸的含水淤浆进行冷冻干燥)、WO-A-9213832(在液化气体如二氧化碳的存在下制备氧化胺)、GB1255102(将氧化胺的水溶液进行喷雾干燥)、和 US5389306 和 US5399296(用马来酸沉淀氧化胺)。但这些已有技术的缺陷在于，所得固体两性表面活性剂是吸湿性的。因此，这些方法不能得到一种固体组合物，它包含一种吸湿性两性表面活性剂但本身并不吸湿。

包含吸湿性两性表面活性剂的本发明固体组合物的特征在于，它包含脂肪酸，基本上没有其它的洗涤剂和/或洗涤剂添加剂，而且是颗粒形式。

所述组合物是非吸湿性的，因此尤其可储存在大袋中。它具有高活性物质含量，因此相对已有技术含水配方降低了运输成本。此外，它是一种有利地用于制备最终用途配方如皂条的成分，因为这些皂条一般已包含脂肪酸。

术语“两性表面活性剂”是本领域熟练技术人员熟知的。它是指取决于 pH 值而具有阴离子和/或阳离子性能的表面活性剂。它们还具有一个等电点，在该点时它们具有两性离子性质。该术语尤其是指具有 N^+官能团以及 O^-、C(O)OH、$C(O)O^-$、SO_3H 或 SO_3^-官能团的化合物，并指具有 N 官能团以及 C(O)OH、$C(O)O^-$、SO_3H 或 SO_3^-官能团的化合物。它尤其是指具有 N^+-O^-官能团、季 N^+官能团以及 $C(O)O^-$、SO_3H 或 SO_3^-官能团的化合物，并指具有叔 N 官能团以及 C(O)OH、$C(O)O^-$、SO_3H 或 SO_3^-官能团的化合物。关于两性表面活性剂及其性能的概述，参见两性表面活性剂，第 2 版，E.G.Lomax 编辑，1996，Marcel Dekker。这种表面活性剂包括甜菜碱如脂肪烷基甜菜碱、脂肪烷基酰氨基甜菜碱、磺基甜菜碱、羟基磺基甜菜碱、和衍生自咪唑啉、氧化胺如脂肪烷基氧化胺和脂肪烷基酰氨基氧化胺的甜菜碱；两性甘氨酸盐和两性丙酸盐；以及所谓的“平衡的”两性多羧基甘氨酸盐和两性多羧基丙酸盐。

甜菜碱是一种两性表面活性剂，包括具有以下结构的化合物：

$R^1R^2R^3N^+(CH_2)_yC(O)O^-$ (I)，和

$(R^1)(R^2C(O)NH(CH_2)_x)(R^3)N^+(CH_2)_yC(O)O^-$ (II),

其中 R^1 是视需要羟基化的 C_1-C_5 基团如甲基、乙基、羟乙基或羟丙基，R^2 是 C_6-C_{30} 基团，尤其是直链或支链、饱和或不饱和 C_6-C_{22} 基团，R^3 独立地选自在分别定义 R^1 和 R^2 时的 C_1-C_5 基团或 C_6-C_{30} 基团，x 为 2-4 且 y 为 2-4，且其中基团 R^1-R^3 中的任意两个可视需要形成一种环结构。

磺基甜菜碱和羟基磺基甜菜碱的具有按照 I 和 II 的结构，R^1、R^2 和 R^3 定义如上，其中基团 $(CH_2)_yC(O)O^-$ 已被 C_{3-4}-SO_3^- 基团替代，其中 C_3-C_4 基团视需要羟基化。

氧化胺是一种两性表面活性剂，包括具有以下结构的化合物：

$R^1R^2R^3N^+$-O^- (III)，和

$(R^1)(R^2C(O)NH(CH_2)_x)(R^3)N^+$-$O^-$ (IV)，

其中 R^1、R^2、R^3 和 x 含义如上。

两性甘氨酸盐(z=1)和丙酸盐(z=2)是一种两性表面活性剂，包括具有以下结构的化合物：

$R^2N(R^4)(CH_2)_zC(O)O^-$ Y^+ (V)，和

$R^2C(O)N(R^4)(CH_2)_xN(R^5)(CH_2)_zC(O)O^-$ Y^+ (VI)，

其中 R^2 和 x 含义如上，R^4 是氢原子或视需要羟基化的 C_1-C_5 基团，R^5 是视需要羟基化的 C_1-C_5 基团或 $(CH_2)_zC(O)O^-$ 基团，z 为 1-4，且 Y^+ 为阳离子如质子或钠离子。

“平衡的”两性多羧基甘氨酸盐(z=1)和丙酸盐(z=2)是一种两性表面活性剂，包括具有以下结构的化合物：

$R^2[N((CH_2)_zC(O)O^-)(CH_2)_x]_nN((CH_2)_zC(O)O^-)_2$ $n+2Y^+$ (VII)，

其中 R^2、x、y、z 和 Y^+ 含义如上，且 n 为 2-4。

R^2 是 C_6-C_{30} 基团，优选直链或支链、饱和或不饱和 C_6-C_{22} 基团，更优选 C_{10}-C_{20} 基团，最优选 C_{12}-C_{18} 基团。C_6-C_{30} 基团包括月桂基、肉豆蔻基、棕榈基、硬脂基和油基。通过使用本领域熟练技术人员已知的方法，C_6-C_{30} 基团还可来自天然生成的脂肪和油如牛油和椰油、棕榈油、和棕榈核油，其中包含碳链的混合形式(参见化学和物理手册，第 58 版 1977-1978，CRC 出版社，D-216 至 D-217 页)。这些脂肪和油可以

是氢化的或部分氢化的。

通常，可加入本发明固体组合物中的两性表面活性剂的例子包括二癸基乙醇氧化胺、十二烷基二甲基氧化胺、十四烷基二甲基氧化胺、十六烷基二甲基氧化胺、十八烷基二甲基氧化胺、椰油二甲基氧化胺、椰油二(2-羟乙基)氧化胺、二椰油甲基氧化胺、二椰油乙醇氧化胺、椰油基酰氨基丙基二甲基氧化胺、牛油二甲基氧化胺、牛油二乙醇氧化胺、二牛油甲基氧化胺、二牛油乙醇氧化胺、二(氢化牛油)甲基氧化胺、牛油基酰氨基丙基二甲基氧化胺、9-十八烯酰基二甲基氧化胺、N-椰油吗啉 N-氧化物、椰油二甲基甜菜碱、椰油基酰氨基丙基二甲基甜菜碱、月桂酰基酰氨基丙基二甲基甜菜碱、椰油两性羧基甘氨酸盐、牛油两性多羧基甘氨酸盐、和 N-椰油-3-氨基-丁酸。

包含在本发明组合物中的两性表面活性剂优选为氧化胺或甜菜碱。

在本发明的上下文中，术语“吸湿性物质”是指，所讨论的物质在暴露于空气水分时变得浓度下降，或在固体时变成流体或形成团块。吸湿性这样测定：在 28℃和 60% 相对湿度的气候盒中储存样品至平衡，然后记录重量增加值，以起始重量的百分数(% 重量)表示。形成团块的倾向通过确定样品是否自由流动而视觉测试，或在所谓的结块测试圆筒中测定并以结块值来表示。低结块值是长期储存两性表面活性剂组合物所需要的。另外测定本发明非吸湿性固体组合物的水含量。这些方法在实验部分解释。

用于本发明的吸湿性两性表面活性剂的吸湿性值大于 1% 重量，优选大于 2% 重量，更优选大于 4% 重量，最优选大于 8% 重量。本发明非吸湿性固体组合物的吸湿性低于 8% 重量，优选低于 4% 重量，更优选低于 3% 重量，最优选低于 2% 重量。本发明固体组合物的结块值低于 10，优选低于 5，最优选低于 3。本发明组合物的水含量低于 8% 重量，优选低于 4% 重量，最优选低于 2% 重量。

除了吸湿性两性表面活性剂，本发明的固体组合物基本上没有洗涤剂和/或常规的洗涤剂添加剂。在本发明的范围内，应该理解，词语基本上的含义是指，本发明组合物中存在低于 20% 重量，优选低于 10%

重量，更优选低于 8% 重量，最优选低于 5% 重量的这些其它成分，以所述组合物的总重计算。本发明组合物最优选实质上没有洗涤剂和洗涤剂添加剂。

但本发明组合物可包含杂质如残余溶剂、起始原料、副产物等，这些杂质例如在制备两性表面活性剂时与所述两性表面活性剂和/或脂肪酸一起被引入。在本发明组合物中，吸湿性两性表面活性剂加上脂肪酸的量优选为基于所述组合物总重的 80-100% 重量，更优选 90-100% 重量，更进一步优选 95-100% 重量。本发明组合物最优选实质上由两性表面活性剂和脂肪酸组成。

在本发明的固体组合物中，原则上可以使用任何脂肪酸。该脂肪酸优选为直链或支链、饱和或不饱和 C_6-C_{30} 脂肪酸，更优选 C_6-C_{22} 脂肪酸，更进一步优选 C_{10}-C_{20} 脂肪酸，最优选 C_{12}-C_{18} 脂肪酸。

可以使用单个脂肪酸或脂肪酸混合物。脂肪酸的混合物可得自天然生成的脂肪和油，例如描述于化学和物理手册，第 58 版 1977-1978，CRC 出版社，D-216 至 D-217 页。其中，牛油、椰子油、棕榈油、和棕榈核油特别适用于本发明组合物。脂肪和油可以其本身使用或部分或完全氢化，这是本领域熟练技术人员已知的。

适用于本发明组合物的脂肪酸的例子包括辛酸、癸酸、十二烷酸(月桂酸)、十四烷酸(肉豆蔻酸)、十六烷酸(棕榈酸)、十八烷酸(硬脂酸)、及其混合物。脂肪酸如椰油酸、牛油酸、氢化牛油酸的混合物也可以使用。

脂肪酸在本发明组合物中的量并不严格，而且本领域熟练技术人员容易确定。这取决于两性表面活性剂和两性表面活性剂/脂肪酸产物的熔点和吸湿性(参见实验部分)。通常，表面活性剂与脂肪酸的重量比为 5:1-1:3，优选 4:1-1:2，更优选 2:1-1:1。加入太少的脂肪酸导致不能常规储存在例如大袋中的粘性或吸湿性物质，而加入太多脂肪酸则在考虑生产、储存和运输成本时经济上不理想，因为这时的两性表面活性剂组合物的体积和重量增加。

本发明固体组合物成型为颗粒形式。通过熔化并随后冷却该固体组

合物，可以形成薄片、粒剂、小球、或锭剂，其中使用冷却挤出机、造粒机、造粒塔、冷却圓筒之类的装置，视需要结合使用筛状造粒机或冷却带，视需要结合使用制锭设备。如果使用冷却圓筒，优选在上部具有加料滚筒的单个圓筒或双圓筒体系。薄片优选在筛状造粒机中粉碎。使用筛子去除细小物。优选将本发明组合物成型为粒剂。

本发明还涉及一种制备包含本发明吸湿性两性表面活性剂的所述固体组合物的方法。

本发明方法的特征在于，将吸湿性两性表面活性剂与脂肪酸进行接触，然后将其产物分离并成型为颗粒形式。

对吸湿性两性表面活性剂与脂肪酸之间何时进行这种接触，并不严格要求。可以这样进行：在脂肪酸或脂肪酸与溶剂的混合物中制备出所述两性表面活性剂；在溶剂中制备出所述两性表面活性剂，然后在完全形成所述两性表面活性剂之后加入脂肪酸；或将所述两性表面活性剂(即，早期制备的分离产物)与脂肪酸进行混合，然后分离出两性表面活性剂/脂肪酸产物。

在本发明方法的一个实施方案中，所述吸湿性两性表面活性剂在脂肪酸的存在下制成。例如，在脂肪酸的存在下，将叔胺与浓过氧化氢溶液进行反应，形成氧化胺/脂肪酸组合物。这种特定的实施方案的优点在于，由于加入脂肪酸并控制反应温度，因此反应混合物并不形成凝胶，而是在整个所需反应时间内保持可搅拌。

以下，通过在脂肪酸的存在下由胺制备出氧化胺，以此为例更详细描述该实施方案。本领域熟练技术人员可以了解，如何将其适用于其它反应，尤其是其它氧化反应的。

在本发明方法的该例子中，适用的叔胺包括具有以下结构的化合物：

$R^1R^2R^3N$ (VIII)，和

$(R^1)(R^2C(O)NH(CH_2)_x)(R^3)N$ (IX)，

其中 R^1、R^2、R^3 和 x 含义如上。

优选的是，R^1 为甲基或羟乙基，R^2 为 C_6-C_{22} 基团，R^3 为甲基、羟乙

基、或 C_6-C_{22} 基团，且 x 为 3。更优选的是，R^1 为甲基，R^2 为 C_6-C_{22} 基团，且 R^3 为甲基或 C_6-C_{22} 基团。

以上已经描述了在本发明方法的该实施方案中使用的脂肪酸的种类以及相对氧化胺用量的脂肪酸用量。

“浓过氧化氢溶液”是指一种包含至少 35% 重量过氧化氢的过氧化物水溶液。优选使用 50-75% 重量的过氧化氢溶液。通常，过氧化氢的用量相对于所述叔胺至少为化学计量。可以使用小过量的过氧化氢。但使用太多过量的过氧化氢并不理想，因此其用量一般为相对所用叔胺的化学计量的 1.0-1.1 倍。

已知对于这种氧化工艺，由于该反应的放热性质而优选在受控速率下混合这些反应物。一般优选将反应物保持接触直到该反应基本上完成，这可通过分析叔胺和过氧化氢而监控，该方法是本领域熟练技术人员已知的。如果需要，可以将附加量的叔胺或过氧化氢加入该反应混合物中。

在进行本发明方法的该实施方案时，温度可以是常用于这种氧化反应的任何温度。通常，所用温度为 20-100℃。随着反应的进行，该反应混合物形成凝胶。这种凝胶形成作用当然取决于在什么温度下将何种反应物进行反应。为了保持反应混合物为液体并因此可搅拌，可升高温度。反应要么在这种高温下进行以使最终反应混合物保持液态，要么在反应过程中以受控速率升温。在高于保持液体反应混合物所需的温度下开始反应的缺点在于，在将叔胺转化成相应氧化胺之前，部分过氧化氢可能会分解。因此，可能必须加入附加量的过氧化氢。因此，优选随着反应的进行而逐步或逐渐升温。

过氧化氢优选以受控速率，例如分批或连续加入脂肪酸和叔胺的混合物中，而温度则随着反应的进行而升高。

本发明方法的该实施方案可根据需要在能够提高反应速率的螯合剂，如二亚乙基三胺五乙酸或乙二胺四乙酸的存在下进行。其用量优选为基于所述叔胺重量的 0.05-0.5% 重量。本领域熟练技术人员已知在由胺合成氧化胺时使用螯合剂。

尽管并不需要，但本发明方法的该实施方案优选在已有技术已知能提高反应速率的试剂，如二氧化碳的存在下进行。通常，其用量为基于所述叔胺重量的 0.01-5% 重量。

反应结束时的反应混合物可包含一定量的水，这取决于过氧化氢的用量和浓度。将水从反应混合物中去除。这可通过本领域熟练技术人员已知的几种方法来进行，包括蒸发、蒸馏、真空汽提、和用惰性气体如氮气进行喷射。优选使用薄膜蒸发器蒸馏掉水。随后，如上所述，将包含两性表面活性剂和脂肪酸的反应混合物固化在并成型为颗粒形式。

本发明方法的另一实施方案包括，在完全形成两性表面活性剂之后并在处理反应混合物之前，将脂肪酸加入该混合物中。这时，两性表面活性剂在水介质或含有机溶剂的介质中制成。这样，脂肪酸就不会影响两性表面活性剂的制备。其优点在于，溶剂容易从反应混合物中去除。

在本发明方法的另一实施方案中，将包含两性表面活性剂的早期制备的分离产物与脂肪酸进行混合，然后分离出两性表面活性剂/脂肪酸产物。

以上已描述了用于该实施方案工艺的脂肪酸的种类和用量。该混合物可通过常规方式，例如通过使用薄膜旋转式蒸发器加以浓缩。非吸湿性固体两性表面活性剂/脂肪酸组合物可被分离和如上所述成型为例如粒剂。

在本发明方法的该实施方案中，适用的起始原料包括吸湿性两性表面活性剂的市售水溶液。也可使用两性表面活性剂在有机溶剂中的溶液。这些溶液可以是两性表面活性剂在有机溶剂中的制备的分离反应产物，或它们可通过从表面活性剂的水溶液中蒸发溶剂并随后将残余物溶解在有机溶剂中而制成。

本发明方法的该特定实施方案特别适用于甜菜碱。

通过本发明方法得到的固体两性表面活性剂/脂肪酸产物不是吸湿性的。它们可用于许多用途如洗衣用洗涤剂、盥洗边块皂、和个人护

理产品。它们特别适用于制造个人护理配方如传统皂条、合成皂条和复合皂条(combi soap bars)；固体洗发棒；冒泡浴片剂；修面皂条或霜；除臭棒；牙膏配方；防晒块；和唇膏。

通过以下实施例来说明本发明。

原料

Farmin DM1214A，椰油二甲基胺，98%，来自 Kao Chemicals

Armeen 2M14D，十四烷基二甲基胺，98%，来自 Akzo Nobel

Armeen SM16D，十六烷基二甲基胺，97%，来自 Akzo Nobel

Armeen M2HT，十八烷基二甲基胺，96%，来自 Akzo Nobel

Armeen 2MHTD，氢化牛油二甲基胺，98%，来自 Akzo Nobel

椰油酰氨基丙基二甲基胺，98%

月桂基酰氨基丙基二甲基胺，98%

Kortacid 1099，癸酸，99%，来自 Akzo Nobel

Kortacid 1299，月桂酸，99%，来自 Akzo Nobel

Kortacid 1499，肉豆蔻酸，99%，来自 Akzo Nobel

Kortacid 1895，硬脂酸，95%，来自 Akzo Nobel

SMCA，一氯乙酸钠，来自 Akzo Nobel

过氧化氢，50%水溶液，来自 Akzo Nobel

Na_2EDTA，99%，来自 Akzo Nobel

粒剂形成

将反应器的内容物倒到盘上。使用刮刀将凝固产物手工成型为 1 毫米层。将盘放置过夜以完全硬化。从该盘上收集薄片状固体。借助于 Frewitt 筛状造粒机，由这些薄片制成粒剂。使用孔径 1.0 毫米的筛子。在振荡装置(Retsch，1.2 毫米振幅)中，使用 355μ筛子，或在粘结粉末时，使用 500μ筛子去除细小物。收集粒剂，收率至少为 65%。

水含量和吸湿性

样品/粒剂的水含量通过将约 5 克的准确量的粒剂(*m*1)称量到 10 厘米直径玻璃盘中。将粒剂在填充有硅胶的干燥器中贮存过夜，进行干燥。将粒剂称重(*m*2)，然后使用公式[(*m*1-*m*2)/*m*2]×100%计算出湿度

或水含量。

液体和凝胶的水含量通过一种调整的方法来确定，其中将称重粒剂与已知量的砂进行混合，然后在 105℃炉中干燥。

吸湿性是已在 28℃和 60％相对湿度的气候盒(Heraeus 炉)中储存至平衡的样品的水含量。

测试样品在大袋储存时的适应性。这可通过视觉确定样品是否自由流动或通过测定结块值来确定

结块值

将 30 克样品加入结块测试圓筒中，然后放在许多钢球下，这些钢球用以模拟约 1 米产品柱的重量。将该圓筒在 40℃下储存 24 小时，然后小心卸载。将样品放在振幅 1 毫米的振荡筛子上 120 秒。测定 120 秒之后留在筛子上的残余物的重量，以总重的百分数表示。

实施例 1

室温下，向配有搅拌、加热、冷却、和真空蒸馏装置的反应器中装入脂肪酸(200 克，1 摩尔月桂酸)、叔胺(228.8 克，1.013 摩尔椰油二甲基胺)、和 Na_2EDTA(0.23 克，基于叔胺的 0.1％重量)。将温度升至约 45℃。然后加入二氧化碳(2.2 克，基于叔胺的 5％摩尔)，溶解之后，分批加入过氧化氢(70.9 克，1.043 摩尔)。同时，将反应混合物的温度逐步升至 70℃以保持反应混合物为液体。反应结束之后(约 5 小时)，真空蒸馏去除水。将反应混合物倒到盘上并冷却至室温，然后将所得固体产物破碎成大片。

所得产物(即，椰油二甲基氧化胺/月桂酸)的 NMR 分析表明有 54.4％重量的氧化胺、44.9％重量的脂肪酸、和 0.8％重量的叔胺。该产物不是吸湿性的且自由流动。

实施例 2-7

基本上按照实施例 1 的相同步骤，制备出以下实施例所述的产物。在每种情况下，使用 1 摩尔的叔胺和 1 摩尔的脂肪酸。使用过量约 10％摩尔的过氧化氢。反应混合物的温度也被调节以保持混合物为液体，即 70-100℃之间。

实施例 2

十四烷基二甲基氧化胺/癸酸

分析：60.1%重量的氧化胺、37.9%重量的脂肪酸、2.0%重量的叔胺、1.0%重量的水含量、结块值 3%重量、0.4%重量的吸湿性。

实施例 3

氢化牛油二甲基氧化胺/癸酸

分析：63.9%重量的氧化胺、32.6%重量的脂肪酸、3.5%重量的叔胺、1.2%重量的水含量、结块值 10%重量、2.4%重量的吸湿性。

实施例 4

十四烷基二甲基氧化胺/肉豆蔻酸

分析：53.2%重量的氧化胺、42.0%重量的脂肪酸、4.8%重量的叔胺、0.6%重量的水含量、结块值 0%重量、0.8%重量的吸湿性。

实施例 5

氢化牛油二甲基氧化胺/肉豆蔻酸

分析：57.2%重量的氧化胺、38.9%重量的脂肪酸、3.9%重量的叔胺、0.8%重量的水含量、结块值 0%重量、1.3%重量的吸湿性。

实施例 6

十四烷基二甲基氧化胺/硬脂酸

分析：47.7%重量的氧化胺、49.1%重量的脂肪酸、3.2%重量的叔胺、1.2%重量的水含量、结块值 2%重量、0.2%重量的吸湿性。

实施例 7

氢化牛油二甲基氧化胺/硬脂酸

分析：51.7%重量的氧化胺、45.9%重量的脂肪酸、2.4%重量的叔胺、1.2%重量的水含量、结块值 4%重量、0.6%重量的吸湿性。

实施例 8

室温下，向配有搅拌、加热、冷却、和蒸馏装置的玻璃反应器中装入 227 重量份十八烷基二甲基胺(0.75 摩尔)、131 重量份一氯乙酸钠(1.13 摩尔)、406 重量份 2-丙醇、和 31 重量份水。搅拌下，将温度升至 80℃。通过加入 50% NaOH 水溶液，将 pH 值保持在 8-9。在此合

成中，总共使用 30 重量份的碱性溶液。将反应混合物在 85℃下保持 10 小时。反应 8 小时之后，将 pH 值升至 10-11。将反应器内容物冷却至 60℃，然后使用乙酸将 pH 值降至 8-9。通过加入 175 重量份 2-丙醇，将所形成的 NaCl 全部沉淀，然后在 50℃下继续搅拌 2 小时。过滤去除反应混合物中的 NaCl。

透明滤液包含：30%重量的十八烷基二甲基甜菜碱、60%重量的 2-丙醇、5%重量的水、和 3%重量的甘醇酸钠。

然后，将 118 重量份透明滤液(0.1 摩尔的甜菜碱)和 28 重量份硬脂酸(0.1 摩尔)进行混合。将该混合物加热至 60℃，然后将所得透明液体倒到冷却盘上。在减压(100 毫巴)下，将凝固产物室温干燥 12 小时。将所得固体粉碎，得到一种自由流动的粉末。该粉末吸湿性低(1.6%重量)且能够在上述 60%相对湿度/28℃的条件下自由流动。

实施例 9-12

基本上按照实施例 8 所述的相同步骤，制备出以下实施例所述的组合物。

实施例 9

十四烷基二甲基甜菜碱/肉豆蔻酸

新制备的粉末是自由流动的，而且在上述 60%相对湿度/28℃的条件下储存之后也自由流动。吸湿性为 2.5%重量。

实施例 10

十六烷基二甲基甜菜碱/棕榈酸

新制备的粉末是自由流动的，而且在上述 60%相对湿度/28℃的条件下储存之后也自由流动。吸湿性为 1.0%重量。

实施例 11

椰油酰氨基丙基二甲基甜菜碱/棕榈酸

新制备的粉末是自由流动的，而且在上述 60%相对湿度/28℃的条件下储存之后也自由流动。吸湿性为 2.6%重量。

实施例 12

月桂基酰氨基丙基二甲基甜菜碱/棕榈酸

新制备的粉末是自由流动的，而且在上述 60％相对湿度/28℃的条件下储存之后也自由流动。吸湿性为 3.6％重量。

对比例 A

制备出实施例 8 所述的相同甜菜碱，其中没有加入脂肪酸用于对比。新制备的产物是自由流动的，但在上述 60％相对湿度/28℃的条件下储存之后变得发粘。吸湿性为 13.5％重量。

对比例 B

制备出实施例 9 所述的相同甜菜碱，其中没有加入脂肪酸用于对比。新制备的产物是自由流动的，但在上述 60％相对湿度/28℃的条件下储存之后变得发粘。吸湿性为 28.4％重量。

对比例 C

制备出实施例 10 所述的相同甜菜碱，其中没有加入脂肪酸用于对比。新制备的产物是自由流动的，但在上述 60％相对湿度/28℃的条件下储存之后变得发粘。吸湿性为 13.8％重量。

对比例 D

制备出实施例 11 所述的相同甜菜碱，其中没有加入脂肪酸用于对比。新制备的产物是自由流动的，但在上述 60％相对湿度/28℃的条件下储存之后变成发粘的凝胶。吸湿性为 15.7％重量。

对比例 E

制备出实施例 12 所述的相同甜菜碱，其中没有加入脂肪酸用于对比。新制备的产物是自由流动的，但在上述 60％相对湿度/28℃的条件下储存之后变得发粘。吸湿性为 16.2％重量。