

PATENTSCHRIFT 144 406

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

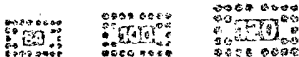
In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(11)	144 406	(44)	15.10.80	Int. Cl. ³	3(51) C 07 C 143/155
(21)	WP C 07 C / 213 800	(22)	21.06.79		

-
- (71) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, Leuna, DD
- (72) Berthold, Horst, Dr. Dipl.-Chem.; Mallock, Brigitte;
Mallock, Wolfgang; Matte, Edeltraud; Münchow, Klaus,
Dipl.-Ing.; Sass, Regina, Dr.; Scholz, Joachim;
Thierfelder, Wolfgang, Dr. Dipl.-Chem.; Winter, Harald,
Dr. Dipl.-Chem., DD
- (73) siehe (72)
- (74) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, FOIP, 4220 Leuna
-

- (54) Verfahren zur Herstellung hochkonzentrierter Acyltauride
mit erhöhter Reinheit
-

(57) Nach bekannten Verfahren fallen Acyltauride mit Gehalten bis maximal 37% Aktivsubstanz an und enthalten neben dem verfahrensmäßig bedingt gebildeten Natriumchlorid auch noch andere anorganische Salze und mit dem Methyltaurid eingebrachte Nebenprodukte. Ziel der Erfindung ist die Entfernung der Verunreinigungen. Dieses wird durch Abscheidung und Abtrennung einer wässrigen Unterlauge nach einer Temperaturbehandlung aus den erhaltenen pastenförmigen Acyltauriden erreicht. Der Trenneffekt wird durch Zusätze, wie beispielsweise Methyltaurinlösung, oder Einstellen eines bestimmten Natriumchloridgehaltes oder pH-Wertes verbessert. Acyltauride kommen besonders in der Textilindustrie und Bereichen der Leichtchemie zur Anwendung.



LP 78 119

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung hochkonzentrierter Acyltauride mit erhöhter Reinheit

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung hochkonzentrierter Acyltauride mit erhöhter Reinheit in Pasten- bzw. Teigform.

Acyltauride werden üblicherweise durch Umsetzung eines Fettsäurechlorids mit einem Alkalisalz des entsprechenden Taurins in Anwesenheit von Alkalihydroxid hergestellt.

Sie fallen als gelförmige, flüssige oder pastöse Produkte an, werden teilweise auch zu wasserfreien Produkten verarbeitet und kommen als oberflächenaktive Mittel in der Textilindustrie, als Reinigungs-, Netz-, Dispergier-, Walk- und Färbehilfsmittel, sowie zur Herstellung von Reinigungs- und Spülmitteln, für haushaltschemische, gewerbliche und kosmetische Produkte zum Einsatz. Weitere wichtige Einsatzgebiete sind die Landwirtschaft, die Bauindustrie und die chemische Industrie.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, die Acyltauride industriell durch Kondensation eines Fettsäurechlorids mit Natriummethyltaurid herzustellen. (Industrial and Engineering Chemistry, Bd. 42, 1950, S. 1626 bis 1938) (DL-PS 41 821)

Nachteilig bei diesen Verfahrensweisen ist, daß die Reaktionsprodukte mit relativ geringen Acyltaurid-Gehalten anfallen und somit ein hoher Aufwand an Emballagen, sowie an den Transport-, Umschlag- und Lager-Prozessen entsteht. Von Nachteil ist auch, daß neben dem verfahrensbedingt gebildeten Natriumchlorid noch andere organische Salze, meist Natriumphosphat, überschüssiges Alkalihydroxid, überschüssiges N-Methyltaurinat und die mit dem N-Methyltaurinat eingebrachten Nebenprodukte N-Methyldi-taurinat, N-Dimethyltaurinat, 2-hydroxyäthansulfonsaures Natrium, Natriumsulfat und Glykole enthalten sind.

Es ist auch bekannt, pastenförmige Fettsäurekondensationsprodukte mit 14,0 bis 22,4 % Acyltaurid-Gehalten unter Zusatz von Alkali und neutralen Salzen zu erhitzen und nach erfolgter Schichtentrennung die untere wässrige Salzlösung abzutrennen (DE-PS 840 543).

Nachteilig ist hierbei, daß der Acyltaurid-Gehalt bestenfalls von 14,0 % auf 22,2 % erhöht wird und in der Mehrzahl der Fälle sogar eine Verdünnung der ohnehin schon geringen Wirkstoff-Konzentration erfolgt. Ebenfalls nachteilig ist, daß die zwecks Schichtenbildung zugesetzten Produkte mit der Unterlauge verlorren gehen. Es handelt sich hierbei um große Mengen Natronlauge und Wasserglaslösung oder bis zu 7 kg Glaubersalz pro kg Acyltaurid. Außerdem wird nach Abtrennen der Unterlauge die Oberphase mit Schwefelsäure neutralisiert und somit gelangt wieder Fremdsalz in das Produkt.

Weiterhin ist bekannt, pastenförmige Acyltauride mit höheren Wirkstoffgehalten von etwa 40 % herzustellen (DD-PS 131 467). Auch hierbei sind die verfahrens- und rohstoffbedingt eingebrachten Verunreinigungen vollständig in den Finalprodukten enthalten.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist, die Nebenprodukte weitestgehend zu entfernen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es bestand die Aufgabe, ein Verfahren zur Herstellung hochkonzentrierter Acyltauride mit erhöhter Reinheit zu entwickeln, bei dem die pastenförmigen Produkte mit einem Gehalt von mindestens 43 Masse-% Acyltaurid anfallen und gleichzeitig deren Fremdstoffgehalt erheblich vermindert wird, wobei unter einer erheblichen Verminderung die Entfernung von mindestens 30 % der ursprünglich vorhandenen Fremdstoffe, bezogen auf den Natriumchlorid-Gehalt, verstanden werden soll.

Es ist kein Verfahren bekannt, bei dem die durch Umsetzung von Acylchloriden mit Alkalisalzen von Taurinen im alkalischen Medium erhaltenen pastenförmigen Reaktionsprodukte gleichzeitig bis zu einem Gehalt von mindestens 43 Masse-% Acyltaurid aufkonzentriert und von einem großen Teil der enthaltenen Fremdstoffe befreit werden.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß man das durch bekannte Umsetzung von Acylchloriden mit Alkalisalzen von Taurinen im alkalischen Medium erhaltene pastenförmige Acyltaurid erfindungsgemäß einer gezielten thermischen Behandlung unterzieht.

Es ist im Sinne einer verbesserten Abscheidung von anorganischen Salzen und den mit dem Methyltaurin in die Kondensationsreaktion eingebrachten Verunreinigungen, wenn die aufzukonzentrierende und zu reinigende Acyltaurid-Paste einen Gehalt an Natriumchlorid von größer als 6,5 %, bezogen auf 52 % Festgehalt der Paste, aufweist.

Weiterhin wurde überraschenderweise gefunden, daß der Grund der Aufkonzentrierung und Reinigung vom pH-Wert der Acyltaurid-Paste abhängig ist. Die gewünschten Effekte sind bei pH-Werten von 5,5 bis 6,5 oder 8,5 bis 12 zu erreichen.

Als weiteres Kriterium für die Aufkonzentrierung und Reinigung von Acyltaurid-Pasten durch Abtrennung einer wäßrigen Unterlage nach thermischer Behandlung wurde gefunden, daß die Phasentrennung nur in einem bestimmten Konzentrationsbereich erfolgt. Die Phasentrennung mit Aufkonzentrierung nach thermischer Behandlung setzt bevorzugt ein, wenn das pastenförmige Acyltaurid einen Wassergehalt von 30 bis 60 % aufweist.

Die Phasentrennung durch Temperatureinwirkung erfolgt z. B. in einem Behälter, der mit einer Heiz- und Kühlvorrichtung, wie beispielsweise mit einem Mantel oder einer Rohrschlange, und einer Mischvorrichtung, zweckmäßigerweise einem Rührer, ausgerüstet ist.

Die Phasentrennung erfolgt bis zu 48 Stunden bei Temperaturen von 30 bis 100 °C. Zweckmäßigerweise arbeitet man bei Temperaturen von 50 bis 90 °C und kühlt dann auf 10 bis 30 °C ab. Vorteilhaft ist es, die Abkühlperiode mit einer Schockwirkung durch kurzzeitiges Kühlen mit einem Kühlmittel einzuleiten.

Der Trennvorgang kann mehrfach wiederholt werden. Man kann durch lange Trennperioden über mehrere Wochen eine maximal mögliche Unterlagenmenge abscheiden, 80 bis 90 % dieser Menge sind jedoch bereits nach einer wesentlich kürzeren Zeit von nur 1 bis 3 Tagen angefallen.

Der Trenneffekt ist abhängig vom zeitlichen Verlauf der Wärmebehandlung. Es ist möglich, nach mehrstündiger Wärmezufuhr und Wärmehaltung am ersten Tag und anschließendem Abkühlen mit oder ohne Kühlmittel auf Raumtemperatur, diese periodische Behandlung über einen Zeitraum von mehreren Tagen fortzusetzen. Bei besonders intensivem Mischen der Reaktionspartner bei der Acyltaurid-Synthese ist es auch vorteilhaft, mit der Temperaturbehandlung erst am zweiten Tag zu beginnen. Man läßt den Heiz-/Abkühlvorgang so ablaufen, daß sich die Periode ohne Wärmezufuhr zur Periode der Wärmezufuhr und Wärmehaltung wie 2 zu 1 bis 10 zu 1 verhält.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß besonders an anorganischen Salzen arme Acyltaurid-Pasten erhalten werden, wenn man die aufzukonzentrierende und zu reinigende Paste vor der thermischen Behandlung mit bis zu 100 % technischer Methyltaurinslösung, die etwa 5 bis 70 %, insbesondere 20 bis 40 %, Methyltaurinat enthält, mischt.

Durch die auftretende Phasentrennung enthält die obere pastenförmige Phase verlustlos das gesamte Acyltaurid in konzentrierter Form. Die Temperaturbehandlung und die Aufkonzentrierung bewirken auch, daß die Anfälligkeit des Produktes in mikrobiologischer Sicht vermindert wird. Die untere wäßrige Phase enthält große Anteile der Fremdstoffe Natriumchlorid, Natriumphosphat, Natriumsulfat, Natriumhydroxid, N-Methyltaurinat, N-Methylditaurinat, N-Dimethyltaurinat, Isäthionat und Glykole.

Beispiele

Beispiel 1:

In einem stehenden Behälter mit Mantel und Rührer wurden 997 Masseteile einer Acyltaurid-Paste, die durch alkalische Kondensation von Oleinchlorid mit dem mittleren Molekulargewicht 300,5 mit Natriummethyltaurid hergestellt war und 35,1 % Natriumoleinmethyltaurid, 48,5 % Wasser, 6,66 % Natriumchlorid, 1,24 % Methyltaurinat, 0,08 % Natriumhydroxid und weitere rohstoff- und reaktionsbedingte Fremdstoffe enthielt, nach 24stündiger Lagerung bei Raumtemperatur in 2 Stunden auf 70 °C erwärmt und 8 Stunden bei dieser Temperatur gehalten. Danach wurde die Heizung abgestellt. Nach weiteren 14 Stunden waren 25 °C erreicht und an der tiefsten Stelle des Behälters wurden 324 Masseteile Unterlage abgelassen. Nach einer Wiederholung der vorstehenden Temperaturbehandlung fiel keine Unterlage mehr an. Die durch Rühren homogenisierten 670 Masseteile Acyltaurid-Paste enthielten 52,2 % Natriumoleinmethyltaurid, 37,8 % Wasser, 4,03 % Natriumchlorid, 0,64 % Methyltaurinat und 0,01 % Natriumhydroxid. Die Unterlage mit einem Festgehalt von 23,4 %

enthielt keine waschaktive Substanz. Neben 12,2 % Natriumchlorid und 2,5 % Methyltaurinat waren weitere 8,7 % wasserlösliche Fremdstoffe enthalten. Bezogen auf Natriumchlorid erfolgte eine 59%ige Fremdstoff-Entfernung.

Beispiel 2:

In einem Behälter gemäß Beispiel 1 wurden 998 Masseteile einer Acyltaurid-Paste, die durch alkalische Kondensation von Oleinchlorid mit dem mittleren Molekulargewicht 300,5 mit Natrium-methyltaurid hergestellt war und 34,6 % Natriumoleinmethyltaurid, 50,0 % Wasser, 6,45 % Natriumchlorid, 2,30 % Methyltaurinat, 0,35 % Natriumhydroxid und weitere rohstoff- und reaktionsbedingte Fremdstoffe enthielt, in 2 Stunden auf 70 °C erwärmt und 2 Stunden bei dieser Temperatur gehalten. Nach Abstellen der Heizung, kurzzeitigem Kühlen mit Kühlwasser und weiteren 20 Stunden wurden 130 Masseteile Unterlauge mit 23 °C abgelassen. Eine Wiederholung der vorstehenden Temperaturbehandlung, bei der das Produkt 6 Stunden bei 70 °C gehalten wurde, bewirkt die Abscheidung von weiteren 159 Masseteilen Unterlauge.

Nach deren Ablassen wurde die letztbeschriebene Temperaturbehandlung erneut wiederholt, wobei weitere 36 Masseteile anfielen und abgelassen wurden. Die 672 Masseteile Acyltaurid-Paste enthielten 51,3 % Natriumoleinmethyltaurid, 38,2 % Wasser, 3,75 % Natriumchlorid, 1,40 % Methyltaurinat und 0,12 % Natriumhydroxid. Die insgesamt angefallenen 325 Masseteile Unterlauge mit einem Festgehalt von 23,9 % enthielten keine waschaktive Substanz. Neben 12,1 % Natriumchlorid und 4,2 % Methyltaurinat waren weitere 7,6 % wasserlösliche Fremdstoffe enthalten. Bezogen auf Natriumchlorid erfolgte eine 61%ige Fremdstoff-Entfernung.

Beispiel 3:

In einem Behälter gemäß Beispiel 1 wurden 891 Masseteile einer Acyltaurid-Paste, die gemäß Beispiel 1 hergestellt war und 41,8 % Natriumoleinmethyltaurid, 41,5 % Wasser, 6,99 %

Natriumchlorid, 0,88 % Methyltaurinat, 0,08 % Natriumhydroxid und weitere rohstoff- und reaktionsbedingte Fremdstoffe enthielt, nach 24stündiger Lagerung bei Raumtemperatur in 2 Stunden auf 73 °C erwärmt und 1 Stunde bei dieser Temperatur gehalten. Nach Abstellen der Heizung und weiteren 21 Stunden wurden an der tiefsten Stelle des Behälters 197 Masseteile Unterlauge abgelassen. Die Temperatur hatte sich auf 23 °C eingestellt. Nach zweimaliger Wiederholung vorstehender Temperaturbehandlung fielen weitere 20 und 5 Masseteile Unterlauge an. Die 660 Masseteile Acyltaurid-Paste enthielten 56,4 % Natriumoleinmethyltaurid, 30,5 % Wasser, 3,73 % Natriumchlorid, 0,26 % Methyltaurinat und Spuren Natriumhydroxid. Die Unterlauge mit einem Festgehalt von 26,5 % enthielt keine waschaktive Substanz. Neben 17,0 % Natriumchlorid und 2,8 % Methyltaurinat waren weitere 6,7 % wasserlösliche Fremdstoffe enthalten. Bezogen auf Natriumchlorid erfolgt eine 60%ige Fremdstoff-Entfernung.

Beispiel 4:

In einem Behälter gemäß Beispiel 1 wurden 575 Masseteile einer Acyltaurid-Paste, die gemäß Beispiel 1 hergestellt war und 36,9 % Natriumoleinmethyltaurid, 48,5 % Wasser, 6,90 % Natriumchlorid, 0,53 % Methyltaurinat, 0,03 % Natriumhydroxid und weitere rohstoff- und reaktionsbedingte Fremdstoffe enthielt, mit 288 Masseteilen wäßriger Methyltaurinlösung mit 32,3 % Methyltaurinat verrührt, nach 24stündiger Lagerung bei Raumtemperatur in 2 Stunden auf 70 °C erwärmt und 7 Stunden bei dieser Temperatur gehalten. Danach wurde die Heizung abgestellt. Nach weiteren 15 Stunden und Erreichen von 22 °C wurden an der tiefsten Stelle des Behälters 497 Masseteile Unterlauge abgelassen. Nach Wiederholung vorstehender Temperaturbehandlung fielen weitere 3 Masseteile Unterlauge an, nach einer zweiten Wiederholung war keine Unterlauge mehr abgeschieden. Die 359 Masseteile Acyltaurid-Paste enthielten 59,1 % Natriumoleinmethyltaurid, 30,6 % Wasser, 1,52 % Natriumchlorid, 3,36 % Methyltaurinat und Spuren Natriumhydroxid. Die Unterlauge mit einem Fest-

gehalt von 29,5 % enthielt keine waschaktive Substanz. Neben 6,84 % Natriumchlorid und 16,8 % Methyltaurinat waren weitere 5,9 % wasserlösliche Fremdstoffe enthalten. Bezogen auf Natriumchlorid erfolgte eine 86%ige Fremdstoff-Entfernung.

Beispiel 5:

In einem Behälter gemäß Beispiel 1 wurden 1035 Masseteile einer Acyltaurid-Paste, die gemäß Beispiel 1 hergestellt war und 37,9 % Natriumoleinmethyltaurid, 48,5 % Wasser, 6,90 % (relativ viel) Natriumchlorid, 0,54 % Methyltaurinat, 0,04 % Natriumhydroxid und weitere rohstoff- und reaktionsbedingte Fremdstoffe enthielt, nach 22stündiger Lagerung bei Raumtemperatur in 2 Stunden auf 80 °C erwärmt. Nach Erreichen der Temperatur wurde die Heizung abgestellt. Nach 22 Stunden war der Behälterinhalt auf 23 °C abgekühlt und an der tiefsten Stelle des Behälters waren 280 Masseteile Unterlauge angefallen. Nach zweimaliger Wiederholung der vorstehenden Temperaturbehandlung fielen weitere 8 und 3 Masseteile Unterlauge an. Die 738 Masseteile Acyltaurid-Paste enthielten 53,2 % Natriumoleinmethyltaurid, 36,9 % Wasser, 4,06 % Natriumchlorid, 0,25 % Methyltaurinat und Spuren Natriumhydroxid. Die Unterlauge mit einem Feststoffgehalt von 22,8 % enthielt keine waschaktive Substanz. Neben 14,3 % Natriumchlorid und 1,26 % Methyltaurinat waren weitere 7,2 % wasserlösliche Fremdstoffe enthalten. Bezogen auf Natriumchlorid erfolgte eine 58%ige Fremdstoff-Entfernung.

Beispiel 6:

In einem Behälter gemäß Beispiel 1 wurden 1061 Masseteile einer Acyltaurid-Paste, die gemäß Beispiel 1 hergestellt war und 35,3 % Natriumoleinmethyltaurid, 50,1 % Wasser, 6,64 % Natriumchlorid, 1,87 % Methyltaurinat, 0,02 % Natriumhydroxid und weitere rohstoff- und reaktionsbedingte Fremdstoffe enthielt, mit 33 Masseteilen 18%iger Salzsäure unter Rühren auf pH 6 eingestellt. Nach 21stündiger Lagerung bei Raumtemperatur wurde in 2 Stunden auf 70 °C erwärmt und

1 Stunde bei dieser Temperatur gehalten. Die Heizung wurde danach abgestellt und nach weiteren 18 Stunden war die Temperatur auf 25 °C zurückgegangen. Es wurden am Behälterboden 287 Masseteile Unterlauge abgelassen. Nach anschließender zweimaliger Wiederholung vorstehender Temperaturbehandlung fielen weitere 84 und 3 Masseteile Unterlauge an. Die 711 Masseteile Acyltaurid-Paste enthielten 52,7 % Natriumoleinmethyltaurid, 37,6 % Wasser, 3,60 % Natriumchlorid, 1,01 % Methyltaurinat und 0,39 % Chlorwasserstoff. Die Unterlauge mit einem Festgehalt von 23,4 % enthielt keine waschaktive Substanz. Neben 12,0 % Natriumchlorid und 3,36 % Methyltaurinat waren weitere 8,0 % wasserlösliche Fremdstoffe enthalten. Bezogen auf Natriumchlorid erfolgte eine 64%ige Fremdstoff-Entfernung. Die in einem zweiten Behälter gemäß Beispiel 1 auf pH 8 eingestellte Acyltaurid-Paste gleicher Zusammensetzung konzentrierte sich durch gleiche Temperaturbehandlung auf einen Gehalt von 46,9 % Natriumoleinmethyltaurid auf und enthielt danach 4,76 % Natriumchlorid.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung hochkonzentrierter Acyltauride mit erhöhter Reinheit, dadurch gekennzeichnet, daß man das pastenförmige, mehr als 6,5 % Natriumchlorid, bezogen auf 52 % Festsubstanz, und 30 bis 60 % Wasser enthaltende Acyltaurid, das einen pH-Wert von 8,5 bis 12 oder 5,5 bis 6,5 aufweist, auf Temperaturen von 30 bis 100 °C erhitzt, diese Temperaturen bis zu 48 Stunden beibehält, auf 10 bis 30 °C abkühlt, die Vorgänge gegebenenfalls mehrfach wiederholt und ein Verhältnis von Wärmephase zu Abkühlphase von 1 zu 2 bis 1 zu 10 einhält.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Abkühlperiode mit einer Schockwirkung durch kurzzeitiges Kühlen mit einem Kühlmittel eingeleitet wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß die thermische Behandlung periodisch erfolgt.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß die durch besonderes intensives Mischen der Reaktionspartner hergestellte Acyltaurid-Paste erst nach einigen Stunden thermisch behandelt wird.
5. Verfahren nach Punkt 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß dem pastenförmigen Acyltaurid vor der thermischen Behandlung bis zu 100 %, insbesondere 20 bis 50 %, technische Methyltaurinlösung mit 5 bis 70 %, insbesondere 20 bis 40 %, Methyltaurinat zugemischt werden.