

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7042339号

(P7042339)

(45)発行日 令和4年3月25日(2022.3.25)

(24)登録日 令和4年3月16日(2022.3.16)

(51)国際特許分類

F I

C 0 7 C 305/10 (2006.01)

C 0 7 C 305/10

C S P

C 1 1 D 1/29 (2006.01)

C 1 1 D 1/29

C 0 9 K 23/02 (2022.01)

B 0 1 F 17/02

請求項の数 8 (全10頁)

(21)出願番号	特願2020-525877(P2020-525877)	(73)特許権者	505005522
(86)(22)出願日	平成30年11月8日(2018.11.8)		アルケマ フランス
(65)公表番号	特表2021-502369(P2021-502369 A)		フランス国 コロンブ、9 2 7 0 0 リュ 、デスティエヌ、ドルブ、4 2 0
(43)公表日	令和3年1月28日(2021.1.28)	(74)代理人	110001173
(86)国際出願番号	PCT/FR2018/052763		特許業務法人川口国際特許事務所
(87)国際公開番号	WO2019/092368	(72)発明者	ジレ, ジャン - フィリップ
(87)国際公開日	令和1年5月16日(2019.5.16)		フランス国、6 9 5 3 0 ・ブリニエ、リ ュ・デュ・ガレル、3 9
審査請求日	令和2年6月30日(2020.6.30)	(72)発明者	ゴンザレス・レオン, ファン・アントニ オ
(31)優先権主張番号	1760597		フランス国、6 9 0 0 8 ・リヨン、リュ ・サン・フルベール・1 0
(32)優先日	平成29年11月10日(2017.11.10)	(72)発明者	ブレ, カール
(33)優先権主張国・地域又は機関	フランス(FR)		フランス国、3 6 0 0 0 ・シャートルー 最終頁に続く

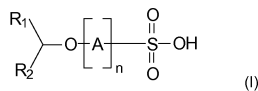
(54)【発明の名称】 アルコキシル化第二級アルコール硫酸塩

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

以下の式 (I) の化合物。

【化 1】



[式中、

- R₁、R₂ 並びに R₁ 及び R₂ が結合する炭素原子によって形成される基が、2 オクチル基であり、

- A は、エチレンオキシド単位、プロピレンオキシド単位及びブチレンオキシド単位、並びにそれらの混合物から選択される 1 つ以上の単位の配列を表し、

n は、1 ~ 1 0 0 の整数である。]

【請求項 2】

アルカリ金属カチオン、及びアルカリ土類金属カチオン、金属カチオンとの塩の形態、又は有機塩基を含む有機化合物との塩の形態の請求項 1 に記載の化合物。

【請求項 3】

n が、1 ~ 7 5 である、請求項 1 又は 2 に記載の化合物。

【請求項 4】

n が、1 ~ 50 である、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の化合物。

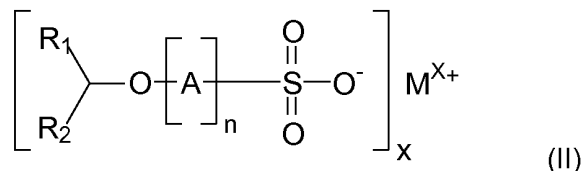
【請求項 5】

n が、3 ~ 15 の範囲であり、A が、エチレンオキシド単位、プロピレンオキシド単位及びブチレンオキシド単位、並びにそれらの混合物から選択される 1 つ以上の単位の配列を表す、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の化合物。

【請求項 6】

以下の式 (II) に対応する、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の化合物の塩。

【化 2】



10

[式中、

- M^{x+} は、アンモニウムカチオン、金属カチオン、窒素カチオン、ホウ素カチオン及びリンカチオンから選択される少なくとも 1 種のカチオンを有するカチオン性基を表し、

- x は、1 ~ 7 の範囲の整数であり、

- R_1 、 R_2 、A 及び n は、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に定義されている通りである。]

【請求項 7】

20

界面活性剤、低発泡界面活性剤、湿潤剤、発泡剤、ヒドロトロップ、洗剤、溶媒、反応性溶媒、コアレッサー、相溶剤、乳化剤、分散剤、化学中間体、腐食抑制剤、粘滑剤、可塑性剤、金属イオン封鎖剤、鉱物沈着抑制剤、イオン性液体、安定剤、潤滑剤、ビチューメン添加剤、脱インキ添加剤、油性ゲル化剤、浮遊選鉱コレクタ、プラスチックの製造における加工助剤、帯電防止剤、肥料コーティング添加剤としての、植物保護のため、布地の処理のため、原油の二次回収のため、電池用電極及び電解質の製造のための、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の化合物又は請求項 6 に記載の塩の使用。

【請求項 8】

1 種以上の水性、有機又は水性 - 有機溶媒、及び任意に 1 種以上の添加物及び充填剤と共に、単独の又は混合物としての請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に定義される少なくとも 1 種の式 (I) の化合物及び / 又はその塩を含む組成物。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、硫酸化反応に供されたアルコキシ化第二級アルコールの一般的な分野に関する。

【背景技術】

【0002】

有機アルコールの硫酸化は、有機アルコール硫酸塩を得るための周知の経路である。脂肪族アルコール硫酸塩は様々な用途で界面活性剤として知られている。具体的には、他のカチオン性界面活性剤及びアニオン性界面活性剤と比較して、一定数の固有の性質を持っている。

40

【0003】

有機アルコール硫酸塩の合成の主な中間体は有機アルコール自体である。出発物質として選択される有機アルコールに応じて、硫酸アルコールの様々な特性を得ることができる。

【0004】

これらの硫酸塩を合成するために使用される有機アルコールは、非常に異なる性質、例えば、直鎖状又は分枝状、小さな又は大きなモル質量、とりわけ官能性又は多官能性のものであり得る。

【0005】

50

それらはまたアルコキシル化工程を経た有機アルコールであってもよく、該工程でアルキルオキシド、例えば、エチレンオキシド、プロピレンオキシド又はブチレンオキシドの1つ以上の単位が前記有機アルコールに組み込まれる。

【0006】

有機アルコール硫酸塩の合成は、一番特別にはこの合成が簡単であり、実施するのに費用がかからない場合、特に種々の特性を得るために容易に修飾可能な市販の出発物質から始まる場合に、重要な工業的関心事である。

【0007】

また、環境問題が非常に重要な時期に、良好な生態毒性学的プロファイルを持つ、生物を原料とする、あるいは生分解性の高い試薬を用いることを想定することは、全く興味深いことである。

10

【0008】

第二級アルコールアルコキシレートは、広範囲の特性を提供する化合物の群である。実際、これらの用途は多様である。これらは、特に溶媒として、ヒドロトロップとして、又は非イオン性界面活性剤としても使用することができる。それらはまた、他の化合物、例えば、エーテルアミン又はリン酸化若しくは硫酸化によって得られるアニオン性界面活性剤に対する出発物質として作用し得る。したがって、第二級アルコールアルコキシレートは、多くのプレーヤーにとって産業上大きな関心事である種類の化合物を構成する。

【0009】

第二級アルコールアルコキシレートは、例えば、水酸化カリウムを用いた塩基性触媒により、慣習的に合成されている。別の種類の触媒、すなわちDMC触媒として一般に知られる二重金属シアニド型の触媒も使用することができる。種々の文献が、塩基性触媒及び/又はDMC触媒による、アルコールをはじめとする種々の化合物のアルコキシル化について述べている。

20

【0010】

このように、前記アルコールが短鎖でアルコキシル化されており、そのアルコキシル化は低コストの工業的及び商業的開発を可能にする簡単な方法によって行われる第二級アルコール硫酸が求められている。また、その出発化合物が生物を原料とする生分解性試薬である、アルコキシル化第二級アルコールを使用してこれらの硫酸塩を調製する方法を開発することも有利であろう。

30

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明の1つの目的は、上記の問題を解決するための解決策を提案することである。

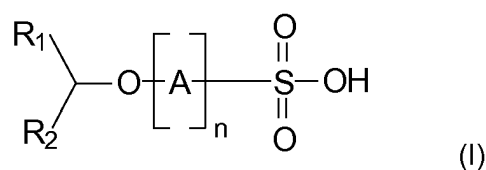
【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明の1つの主題は、以下の式(I)の化合物である。

【0013】

【化1】



40

式中、

- 基R₁とR₂は、同一であっても異なってもよく、互いに独立して、1~6個の炭素原子を含む直鎖状、分枝状又は環状の飽和又は不飽和の炭化水素系基を表し、基R₁及びR₂の炭素原子の合計は2~7の範囲であることが理解され、R₁及びR₂は、それらを支える炭素原子と共に6員環、7員環、又は8員環を形成してもよく、

50

- A は、エチレンオキシド単位、プロピレンオキシド単位及びブチレンオキシド単位、並びにそれらの混合物から選択される 1 つ以上の単位の配列を表し、

n は、限界値を含んで、1 ~ 100、好ましくは 2 ~ 100、より好ましくは 3 ~ 100、より具体的には 5 ~ 100、非常に好ましくは 10 ~ 100 の整数である。

【0014】

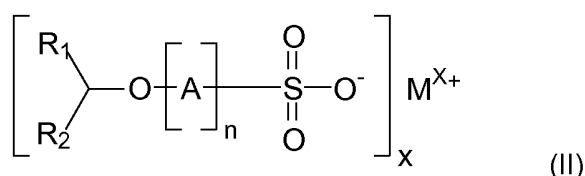
本発明の主題はまた、アンモニウムカチオン、金属カチオン、窒素カチオン、ホウ素カチオン及びリンカチオンから選択される少なくとも 1 種のカチオンを有する 1 種以上のカチオン性基を有する上記式 (I) の化合物の塩である。

【0015】

これらの塩の例は、以下の式 (II) によって記載することができる。

【0016】

【化 2】



式中、

- M^{X+} は、アンモニウムカチオン、金属カチオン、窒素カチオン、ホウ素カチオン及びリンカチオンから選択される少なくとも 1 種のカチオンを有するカチオン性基を表し、

- x は、1 ~ 7 の範囲の整数であり、

- R_1 、 R_2 、A 及び n は、先に定義されている通りである。

【0017】

本発明の主題はまた、少なくとも 1 種の式 (I) の化合物及び少なくとも 1 種の式 (II) の化合物の使用でもある。本明細書の残りの部分において、特に言及しない限り、「式 (I) の化合物」という用語は、少なくとも 1 種の式 (I) の化合物、又は少なくとも 1 種の式 (II) のその塩、又は少なくとも 1 種の式 (I) の化合物と少なくとも 1 種の式 (II) のその塩との混合物を示す。

【0018】

本発明の別の主題は、界面活性剤、低発泡界面活性剤、湿潤剤、発泡剤、ヒドロトロープ、洗剤、溶媒、反応性溶媒、コアレッサー、相溶剤、乳化剤、分散剤、化学中間体、腐食抑制剤、粘滑剤、可塑剤、金属イオン封鎖剤、鉱物沈着抑制剤、イオン性液体、安定剤、潤滑剤、ピチューメン添加剤、脱インキ添加剤、油性ゲル化剤、浮遊選鉱コレクタ、プラスチックの製造における加工助剤、帯電防止剤、肥料コーティング添加剤としての、植物保護のため、布地の処理のため、原油の二次回収のため、電池用電極及び電解質の製造のための、本発明による式 (I) の化合物の使用でもある。

【発明を実施するための形態】

【0019】

本発明の他の利点及び特徴は、詳細な記載を検討することでより明確になるであろう。本説明で用いた「~」という表現は、言及された限界値の各々を含むものとして理解されるべきであることが明記される。

【0020】

本発明の目的のために、「エチレンオキシド単位」という用語は、オキシラン環を開環した後にエチレンオキシドから誘導される単位を指す。同様に、「プロピレンオキシド単位」という用語は、オキシラン環を開環した後にプロピレンオキシドから誘導される単位を指す。同様に、「ブチレンオキシド単位」という用語は、オキシラン環を開環した後にブチレンオキシドから誘導される単位を指す。

【0021】

本発明の化合物は、上記の式 (I) の化合物、又は上記の式 (II) のその塩である。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 2 】

換言すれば、基 R_1 及び R_2 は、それらが結合している炭素原子と共に、3 ~ 8 個の炭素原子、好ましくは 6 ~ 8 個の炭素原子を含む第二級の基を示す。

【 0 0 2 3 】

好ましくは、基 R_1 と R_2 は、同一であっても異なってもよく、互いに独立して、メチル、エチル、 n プロピル、イソプロピル、 n ブチル、*sec* ブチル、*tert* ブチル、ペンチル又はヘキシル基を表す。

【 0 0 2 4 】

好ましくは、 R_1 、 R_2 並びに R_1 及び R_2 が結合する炭素原子によって形成される基は、2 - オクチル基及び 4 - メチル - 2 - ペンチル基から選択される。より具体的には、 R_1 、 R_2 並びに R_1 及び R_2 が結合する炭素原子によって形成される基は、2 - オクチル基である。

10

【 0 0 2 5 】

有利には、 n は、限界値を含んで、1 ~ 75、好ましくは 2 ~ 75、より好ましくは 3 ~ 75、より具体的には 5 ~ 75、非常に好ましくは 10 ~ 75 である。

【 0 0 2 6 】

有利には、 n は、限界値を含んで、1 ~ 50、好ましくは 2 ~ 50、より好ましくは 3 ~ 50、より具体的には 5 ~ 50、非常に好ましくは 10 ~ 50 である。

【 0 0 2 7 】

有利には、 n は、限界値を含んで、1 ~ 30、好ましくは 2 ~ 30、より好ましくは 3 ~ 30、より具体的には 5 ~ 30、非常に好ましくは 10 ~ 30 である。

20

【 0 0 2 8 】

好ましくは、 n は 2 ~ 30 の範囲である。

【 0 0 2 9 】

前述のように、 A は、エチレンオキシド単位、プロピレンオキシド単位及びブチレンオキシド単位、並びにそれらの混合物から選択される 1 つ以上の単位の配列を表し、特定の実施形態によれば、式 (I) の化合物が前記異なる単位の混合物を含む場合、それらはランダムに、交互に、又はブロック内に分布することができる。

【 0 0 3 0 】

好ましい実施態様によれば、 A は、交互に、ランダムに、又はブロック内に分布する少なくとも 1 つのエチレンオキシド単位及び少なくとも 1 つのプロピレンオキシド単位の配列を表す。

30

【 0 0 3 1 】

さらに別の好ましい実施形態によれば、 A は、交互に、ランダムに、又はブロック内に分布する少なくとも 1 つのエチレンオキシド単位及び少なくとも 1 つのブチレンオキシド単位の配列を表す。

【 0 0 3 2 】

さらに別の好ましい実施形態によれば、 A は、交互に、ランダムに、又はブロック内に分布する少なくとも 1 つのプロピレンオキシド単位及び少なくとも 1 つのブチレンオキシド単位の配列を表す。

40

【 0 0 3 3 】

本発明の好ましい実施態様によれば、 R_1 、 R_2 並びに R_1 及び R_2 が結合する炭素原子によって形成される基は、2 - オクチル基を表し、 n は、3 ~ 15 の範囲であり、 A は、エチレンオキシド単位、プロピレンオキシド単位及びブチレンオキシド単位、並びにそれらの混合物から選択される 1 つ以上の単位の配列を表す。

【 0 0 3 4 】

本発明はまた、上で定義された通りの式 (I) による第二級アルコール硫酸塩の混合物の混合物に関する。

【 0 0 3 5 】

本発明の主題は、上で定義された通りの式 (I) の化合物の塩でもある。

50

【0036】

より正確には、本発明の主題は、アルカリ金属カチオン、及びアルカリ土類金属カチオン、金属カチオンとの塩の形態、又は有機塩基を含む有機化合物の式(I)の化合物である。

【0037】

先に示したように、これらの塩は有機塩基又は無機塩基との式(I)の化合物の付加塩であつてもよい。

【0038】

これらの塩は、有機アミンの塩であつてもよく、前記アミンは、場合により1個又は2個又は数個のアミン基を含む。先に定義されている式(I)の化合物を塩化するために使用され得るアミンは、好ましくは、アルキルアミン、シクロアルキルアミン、芳香族アミン及びアルカノールアミンから、限定されない方法で選択され、前記アミンは、場合により、第一級、第二級又は第三級であり、また場合によりアルコキシル化されている。

10

【0039】

式(I)の化合物は、複素環アミン又は尿素の塩でもよい。式(I)の化合物とアンモニウムカチオン(NH_4^+)との塩も本発明の一部を形成する。

【0040】

これらの塩は無機塩であつてもよい。有利には、それらは、元素の周期律表の第1欄からの元素(アルカリ金属)、例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム、ルビジウム及びセシウムとの式(I)の化合物の塩である。

【0041】

本発明の別の有利な実施形態によれば、元素の周期律表の第2欄からの元素(アルカリ金属)、例えば、マグネシウム及びカルシウムとの式(I)の化合物の塩。

20

【0042】

本発明のさらに別の有利な実施形態によれば、式(I)の化合物の塩は、元素の周期律表の第3~13欄の元素(遷移金属)、例えば、バナジウム、マンガン、コバルト、ジルコニウム、イットリウム、鉄、カドミウム、アルミニウム及び亜鉛との塩である。

【0043】

さらに、本発明の別の有利な実施形態によれば、式(I)の化合物の塩は、希土類(ランタニド及びアクチニド)、例えば、ランタン、セリウム、トリウム、ウラン及びプルトニウムとの塩である。

30

【0044】

本発明による式(I)の化合物は、当業者に周知の方法に従って、アルコキシル化第二級アルコールの硫酸化によって有利に得ることができる。例えば、硫酸化は、とりわけ、三酸化硫黄、硫酸、オレウム、三酸化硫黄、三酸化硫黄錯体、スルファミン酸及びクロロスルホン酸から選択される硫酸塩をベースとする化合物と第二級アルコールとを反応させることからなる。

【0045】

先に示したように、これらの硫酸塩の合成及びそれらの調製方法の特徴は当業者に知られており、例えば、X. Domingono Anionic Surfactants、第5巻、H. W. Stache、(1996)、224~279頁、Encyclopedia of Chemical Technology、Kirk Othmer、第4版、(1997)、第23巻、146~175頁; Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry、第5版、E lvers, B., Hawkins, S., Schulz, G., (1994)、A25巻、778~783頁に記載されている。

40

【0046】

好ましくは、式(I)の化合物を合成するために使用される第二級アルコールは、2 オクタノール及びメチルイソブチルカルピノールから選択され、好ましくは、第二級アルコールは2 オクタノールである。

【0047】

50

このアルコールはいくつかの点で特に興味深い。具体的には、それは生物を原料とする生分解性生成物であり、良好な生態毒性学的プロファイルを有する。さらに、2 - オクタノールの沸点は高く、その原価は全く妥当である。

【 0 0 4 8 】

好ましい実施形態によれば、式 (I) の化合物を合成するために使用される第二級アルコールのアルコキシ化は、DMC触媒として知られる二重金属シアニド型の触媒によって得られる。好ましくは、二重金属シアニド型の触媒は、当業者に知られている任意の性質のものであり得る。この触媒は、特許US 6 4 2 9 3 4 2号、US 6 9 7 7 2 3 6号及びPL 3 9 8 5 1 8号に特に記載されている。より具体的には、使用される触媒はヘキサシアノコバルト酸亜鉛であり、これは例えば、Arcol (R) の名称でバイエル社により、又はMEO - DMC (R) の名称でメキセオ社により販売されている。

10

【 0 0 4 9 】

本発明の別の主題は、この種の化合物について知られている最も一般的な用途のうちのいくつかを挙げると、単独で、又は混合物として、界面活性剤、低発泡界面活性剤、湿潤剤、発泡剤、ヒドロトロブ、洗剤、溶媒、反応性溶媒、コアレッサー、相溶剤、乳化剤、分散剤、化学中間体、腐食抑制剤、粘滑剤、可塑剤、金属イオン封鎖剤、鉱物沈着抑制剤、イオン性液体、安定剤、潤滑剤、ピチューメン添加剤、脱インキ添加剤、油性ゲル化剤、浮遊選鉱コレクタ、プラスチックの製造における加工助剤、帯電防止剤、肥料コーティング添加剤としての、植物保護のため、布地の処理のため、原油の二次回収のため、電池用電極及び電解質の製造のための、先に定義された本発明による式 (I) の化合物の使用

20

【 0 0 5 0 】

さらに別の主題によれば、本発明は、先に定義された式 (I) の少なくとも1種の化合物、及び/又はその塩を単独で、又は混合物として、1種以上の水性、有機又は水性 - 有機溶媒、例えば、水、アルコール、グリコール、ポリオール、鉱油、植物油等を単独で又はその2種以上の混合物として、全ての割合で含む組成物に関する。

【 0 0 5 1 】

本発明による組成物はまた、非限定的な方法で、当業者に周知の1種以上の添加剤及び充填剤、例えば、アニオン性、カチオン性、両性又は非イオン性界面活性剤、レオロジー改質剤、粘滑剤、沈着抑制剤、消泡剤、分散剤、pH制御剤、着色剤、抗酸化剤、保存剤、腐食抑制剤、殺生物剤、及び他の添加剤、例えば、硫黄、ホウ素、窒素又はリン酸塩生成物等を含むこともできる。添加剤及び充填剤の性質及び量は、意図された用途の性質に応じて広い割合内で変化し得、当業者によって容易に適合され得る。

30

【 0 0 5 2 】

本発明は、以下の実施例によって説明されるが、実施例はいずれにせよ限定的なものではない。

【 実施例 】

【 0 0 5 3 】

使用される2 - オクタノール (CAS RN 1 2 3 - 9 6 - 6) は、アルケマ・フランスが販売する「精製」グレードの2 - オクタノールOleris (R) (純度 > 9 9 %) である。

40

【 0 0 5 4 】

[実施例 1 : プロポキシ化 2 - オクタノール硫酸塩の合成]

< ステップ 1 a > : 2 - オクタノールのプロポキシ化

【 0 0 5 5 】

水が200 ppm未満となるまで乾燥させた591 g (4 . 5 4 モル) の2 - オクタノール及び0 . 0 6 g (1 0 0 ppm) の触媒DMC Arcol (R) を清潔で乾燥した4 Lのオートクレーブに入れる。反応器を閉じて窒素でパージし、圧力下での気密性を検査する。窒素を用いて反応器を27 で0 . 2 2 5 MPaに加圧する。

【 0 0 5 6 】

50

反応媒体を撹拌しながら 90 にし、その後温度を 120 に上げる。この 120 の温度で、40 g のプロピレンオキシドを導入する。反応の開始が観察されたら、残りのプロピレンオキシドを導入し、すなわち、140 ~ 150 の温度で 60 分間にわたって計 792 g (13.62 M) を導入する。添加終了時に、該温度を 30 分間維持し、次いで窒素でフラッシング (ストリッピング) することによって残留プロピレンオキシドを除去する。反応器を 60 に冷却し、3 つのプロピレンオキシド単位 (3 PO) を含むアルコキシル化 2 - オクタノール 1381 g を取り出す。

【0057】

<ステップ 1 b> : プロポキシル化 2 - オクタノールの硫酸化

上記の工程 1 a で得られた 3 つの PO でプロポキシル化された 2 - オクタノール (304 g ; 1 M) を、窒素の不活性雰囲気下で、撹拌機、固体添加漏斗を備えた 500 cm³ の撹拌された反応器中に入れる。この系を撹拌し、窒素を散布しながら、110 にする。含水量は 2500 ppm 未満でなければならないが、これを検査して確認する。その後、温度を 130 にし、スルファミン酸 (101.5 g ; 1.05 M) の導入を開始する。130 の温度を維持するように導入速度を制御する。その後、系を 130 で 1 時間撹拌する。

10

【0058】

その後、系を 70 に冷却する。次に、過剰のスルファミン酸を中和するために 0.05 M のアンモニア水溶液を滴加する。次に、この系を取り出してフラスコに入れる。生成物 390 g を回収する。

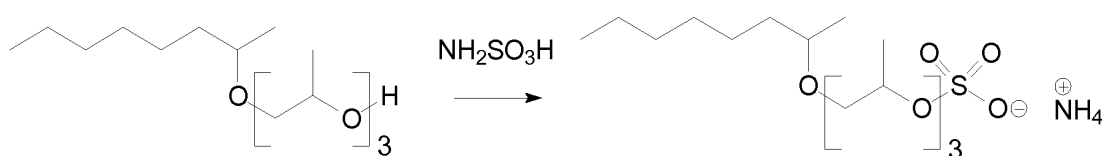
20

【0059】

この反応を模式的に以下に示す。

【0060】

【化 3】



【0061】

30

[実施例 2 : エトキシル化 2 - オクタノール硫酸塩]

<ステップ 2 a> : 2 - オクタノールのエトキシル化

【0062】

水が 200 ppm 未満となるまで乾燥させた 619 g (4.76 モル) の 2 - オクタノール及び 0.06 g (100 ppm) の触媒 DMC Arcol (R) を清潔で乾燥した 4 L のオートクレーブに入れる。反応器を閉じて窒素でパージし、圧力下での気密性を検査する。窒素を用いて反応器を 20 で 0.269 MPa に加圧する。

【0063】

反応媒体を撹拌しながら 120 にする。この 120 の温度で、40 g のエチレンオキシドを導入する。反応の開始が観察されたら、残りのエチレンオキシドを導入し、すなわち、140 ~ 150 の温度で 60 分間にわたって計 628 g (14.27 M) を導入する。添加終了時に、該温度を 30 分間維持し、次いで残留エチレンオキシドを窒素でストリッピングする。反応器を 60 に冷却し、3 つのエチレンオキシド単位を含むアルコキシル化 2 - オクタノール 1240 g を取り出す。(OHN : 210 mg の KOH / g 及び 26 Hz の着色度)。

40

【0064】

<ステップ 2 b> : エトキシル化 2 - オクタノールの硫酸化

上記の工程 2 a で得られたエトキシル化 2 - オクタノール 262 g (1 M) を不活性雰囲気下で 500 cm³ の反応器中に入れ、次にクロロスルホン酸 116 g (1 M) を撹拌しながら滴加する。クロロスルホン酸の添加は、温度 (30 を超えてはならない) を制御

50

しながら行う。添加終了時に、攪拌しながら反応器の温度を 30 で 20 分間維持する。反応媒体中に窒素を散布することによって塩酸を連続的に除去する。

【0065】

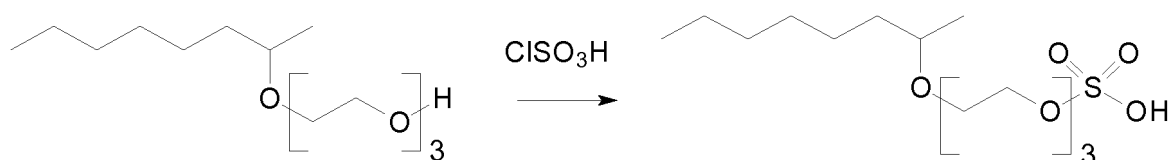
塩酸の生成量によって反応を監視する。値がもはや変化しなくなった時点で、反応は完結していると考えられる。3つのエチレンオキシド単位(3EO)を含むアルコキシル化2-オクタノール硫酸塩 340 g を回収する。

【0066】

この反応を模式的に以下に示す。

【0067】

【化4】



【0068】

[実施例3：水酸化ナトリウムによる塩化]

【0069】

342 g (1 M) の先(実施例4)に記載したように得たエトキシル化2-オクタノール硫酸塩を 1 L の反応器に入れる。次に水酸化ナトリウム 80 g (2 M) を攪拌しながら加える。添加終了時、攪拌しながら反応器の温度を 60 で 15 分間維持する。次いで、反応器を冷却し、生成物を単離する。

20

【0070】

3つのエチレンオキシド単位を含むアルコキシル化2-オクタノール硫酸塩のナトリウム塩約 380 g を回収する。

【0071】

[実施例4：脂肪族アミンによる塩化]

【0072】

342 g (1 M) の先に記載したように実施例2で得たエトキシル化2-オクタノール硫酸塩を 1 L の反応器に入れる。反応器を 80 に加熱し、Noram SH(R) という名称でアルケマ・フランス社が販売している約 18 個の炭素原子の鎖をもつ脂肪族アミン 259 g (1 M) を、その後、温度(80 を超えてはならない)を制御しながら攪拌しつつ加える。添加終了時、攪拌しながら反応器の温度を 80 で 15 分間維持する。次いで、反応器を冷却し、合成した生成物を回収する。

30

【0073】

こうして、3つのエチレンオキシド単位を含むアルコキシル化2-オクタノール硫酸塩の脂肪族アミン塩約 600 g を回収する。

40

フロントページの続き

、リュ・シャトービニ・67

審査官 高森 ひとみ

(56)参考文献 国際公開第96/011177(WO, A1)

特表2012-524744(JP, A)

特開2014-228763(JP, A)

特開2009-155567(JP, A)

特開昭63-145387(JP, A)

特開2016-044299(JP, A)

特開2011-105874(JP, A)

特表2009-541233(JP, A)

特開2000-327974(JP, A)

特開昭47-035123(JP, A)

特開平01-290604(JP, A)

特開2001-064551(JP, A)

WANG, W. et al. , Synthesis and properties of two surfactants containing polyoxypropylene block and short branched alkyl chain , Journal of Molecular Liquids , 2016年 , Vol.220 , p p.101-107 , DOI:10.1016/j.molliq.2016.04.034

BAKKER P. M. , Sulfonates and sulfates of sec-alkyl ethyl ether: detergents prepared by the addition of substituted alcohols to 1-alkenes , Chimie, physique et applications pratiques des agents de surface , 1968年 , pp.157-165

REGISTRY (STN) [ONLINE] , 2004年10月28日 , CAS登録番号 : 771417-41-5

(58)調査した分野 (Int.Cl. , DB名)

C07C

C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)