



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 697 35 675 T2 2006.08.31

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 0 945 433 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 697 35 675.2

(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/JP97/04467

(96) Europäisches Aktenzeichen: 97 946 123.3

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 1998/025891

(86) PCT-Anmeldetag: 05.12.1997

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: 18.06.1998

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 29.09.1999

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: 12.04.2006

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 31.08.2006

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: C07C 309/12 (2006.01)

C07C 303/22 (2006.01)

C07C 303/32 (2006.01)

C11D 1/12 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

32871696 09.12.1996 JP

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB

(73) Patentinhaber:

Asahi Denka Kogyo K.K., Tokio/Tokyo, JP

(72) Erfinder:

MUSHA, Kiyoshi, Arakawa-ku,Tokyo 116, JP;

HAYASHI, Kazuhiko, Arakawa-ku,Tokyo 116, JP

(74) Vertreter:

HOFFMANN & EITLE, 81925 München

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ACYLOXYALKANSULFONSÄUREN

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung****Gebiet der Erfindung**

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Salzes einer Acyloxyalkansulfonsäure. Insbesondere betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines Salzes einer Acyloxyalkansulfonsäure, wobei die Acyloxyalkansulfonsäure unter milden Bedingungen hergestellt werden kann.

**Beschreibung des verwandten Stands der Technik**

**[0002]** Natriumsalze von Fettsäureestern von Hydroxyalkansulfonsäuren, wie z.B. Isethionsäure (2-Hydroxyethansulfonsäure) haben eine sehr viel stärkere Resistenz gegenüber hartem Wasser als Seife, sind für die Haut mild und stellen einen Schaum mit einem reichen Körper bereit. Sie sind auch relativ thermoplastisch, wenn sie als Material zum Formen synthetischer Seifen oder Kompositseifen verwendet werden. Aufgrund dieser Eigenschaften werden sie seit langer Zeit als Materialien zur Erzeugung synthetischer Seifen oder Kompositseifen verwendet, als Komponenten von Shampoos und Körperreinigungsmitteln, als Fasersäuberungsmittel und Farbhilfsstoffe und ähnliches.

**[0003]** Gemäß "HAPPI, 92, 1995" entdeckte PPG Industries, Inc., dass bei Raumtemperatur die Wasserlöslichkeit eines Salzes eines Kokosölfettsäureesters von Isethionsäure um 30 % verbessert wurde, wenn das Gegenion verändert wurde, und zwar von einem Natriumion zu einem Ammoniumion und führten das Salz als aktives Mittel ein, das mild, gegenüber der Umwelt freundlich war und gute Schaumbildungseigenschaften aufwies. Im Allgemeinen ist es bekannt, dass Ammoniumsalze eine höhere Wasserlöslichkeit aufweisen als die Natriumsalze. Es gibt jedoch eine Offenbarung, dass der durch das Ammoniumsalz von Kokosölfettsäureester von Isethionsäure herbeigeführte Unterschied unvorhergesehen groß ist, dass dieses Salz eine niedrige perorale Toxizität aufweist und als fast völlig unschädlich angesehen wird und dass seine Bioabbaubarkeit die OECD 301D-Richtlinien überschreitet, d.h. 65 % in 15 Tagen. Daher ist diese Substanz ein Tensid, das sehr vielversprechend ist.

**[0004]** Diese Salze von Acyloxyalkansulfonsäuren, wie z.B. Salze von Fettsäureestern von Isethionsäure werden typischerweise wie folgt hergestellt, wobei die Isethionsäure als repräsentatives Beispiel verwendet wird.

**[0005]** Ein solches Verfahren ist ein Prozess, worin man Isethionsäure direkt mit einer Fettsäure (US 3,151,156, Japanische Patentveröffentlichung Nr. 2-1454) reagieren lässt. Bei einem anderen Verfahren wird ein Salz einer Isethionsäure, erzeugt in irgendeinem Verfahren, z.B. aus einem Hydrogensulfit, wie einem Natriumhydrogensulfit oder Ammoniumhydrogensulfit, und Ethylenoxid mit einer Fettsäure verestert (hiernach als direktes Veresterungsverfahren bezeichnet).

**[0006]** In der oben erwähnten US 3,151,136 wird eine Fettsäure auf 100 bis 120°C unter reduziertem Druck erwärmt, dann wird Isethionsäure zugefügt und die Mischung wird bei 110°C gehalten und dann bei 135°C, um die Veresterungsreaktion abzuschließen. Die Japanische Patentveröffentlichung Nr. 2-1454 offenbart, dass Isethionsäure und eine Fettsäure bei 110 bis 120°C umgesetzt werden, und dann wird ein Nachröhren bei 135°C durchgeführt.

**[0007]** In der Japanischen Patentveröffentlichung Nr. 2-1454 wird ein Natriumsalz eines Fettsäureesters von Isethionsäure aus solchen Materialien wie Kokosölfettsäure und Isethionsäure erzeugt. Unreinheiten ergeben sich jedoch, wenn die Reaktion bei einer maximalen Temperatur von bis zu 135°C durchgeführt wird und das erhaltene Salz des Fettsäureesters von Isethionsäure hat einen geringen Reinheitsgrad und zeigt eine verschlechterte Wasserlöslichkeit. Dies ist kein Problem für ein Salz wie ein Natriumsalz, das keine hohe Wasserlöslichkeit aufweisen muss, jedoch bei einem Salz, das eine hohe Wasserlöslichkeit haben sollte, ist dieser Prozess nicht praktikabel.

**[0008]** Andere Beispiele, die das direkte Veresterungsverfahren verwenden, werden z.B. in der WO 95/01331 und der WO 95/11957 genannt, worin ein Prozess, worin Ammoniumisethionat aus Ammoniumhydrogensulfit und Ethylenoxid erzeugt wird, beschrieben wird, und das erhaltene Ammoniumisethionat wird zusammen mit einer Kokosölfettsäure verwendet, um ein Ammoniumsalz eines Kokosölfettsäureesters von Isethionsäure zu erzeugen. Bei einem solchen direkten Veresterungsverfahren und obwohl Natriumchlorid kein Nebenprodukt ist, benötigt die Reaktion eine Temperatur, die so hoch liegt wie fast 200°C, was zu dem Erhalt von Nebenprodukten führt, zu einer Verschlechterung des Farbtons und einer Erzeugung von schlechten Gerüchen. Eine De-

hydratisierung wird für die Veresterungsreaktion durchgeführt, jedoch tritt bei reduziertem Druck eine Menge Schaumbildung auf, die Reaktion benötigt eine lange Zeit, und es muss ein Reaktionsgefäß mit einer großen Kapazität in Relation zu der Menge des Produkts verwendet werden. Im Hinblick auf diesen Punkt gibt es in dem in der WO 95/01331 oder dem in der WO 95/11957 dargestellten Verfahren keine Verbesserung, da deren Hauptpunkte die Verminderung der Menge an Unreinheiten sind, wie z.B. Ethylenglykol, während der Erzeugung von Salzen von Isethionsäure.

**[0009]** Ein alternatives Verfahren ist ein Prozess, worin ein erhaltenes Isethionatsalz und ein Fettsäurechlorid miteinander zur Erzeugung eines Fettsäureesters von Isethionsäure reagieren können (hiernach bezeichnet als Säurechloridverfahren). Bei diesem Säurechloridverfahren kann das Produkt bei relativ niedriger Temperatur von nicht mehr ungefähr 100°C erhalten werden, jedoch wird Natriumchlorid immer noch in nachteiliger Weise als Nebenprodukt erzeugt.

**[0010]** Weiterhin gibt es noch ein weiteres Verfahren, worin ein erhaltenes Isethionatsalz und ein Methylester einer Fettsäure einer Esteraustauschreaktion unterzogen werden (hiernach bezeichnet als Esteraustauschverfahren). Bei diesem Esteraustauschverfahren ist wiederum eine Temperatur für die Reaktion nötig, die so hoch liegt wie ungefähr 200°C, daher existieren die Probleme der Nebenprodukte, des verschlechterten Farbtons und der Erzeugung von schlechten Gerüchen. Dieses Verfahren ist im Hinblick auf Kosten und einfache Durchführung weniger vorteilhaft, da eine Produktion von einem Methylester einer Fettsäure unvermeidlich ist.

**[0011]** Das Natriumsalz eines Kokosölfettsäureesters von Isethionsäure hat als anionisches Tensid begrenzte Verwendbarkeit, und zwar aufgrund seiner niedrigen Wasserlöslichkeit, mit bis zu etlichen Prozent bei Raumtemperatur. Obwohl das Ammoniumsalz eine relativ überlegene Wasserlöslichkeit aufweist, hat es das Problem, dass es bei höheren pH-Bereichen riecht. Daher ist ein Salz eines Fettsäureesters von Isethionsäure mit demselben oder einem höheren Niveau einer Wasserlöslichkeit und Schaumbildungseigenschaften wünschenswert. Die industriell zur Verfügung stehenden Hydrogensulfitsalze sind mehr oder weniger auf Natrium- und Ammoniumsalze begrenzt, und da das Gegenion bei der Produktion eines Isethionats aus einem Hydrogensulfitsalz und Ethylenoxid oder bei der direkten Veresterung eines Isethionats und einer Fettsäure nicht ersetzt wird, sind die Arten der Gegenionen des Fettsäureesters der Isethionsäure mehr oder weniger auf Natrium und Ammonium begrenzt. Um ein Salz von einer gewünschten Art herzustellen, muss ein Natrium- oder Ammoniumsalz eines Fettsäureesters von Isethionsäure einer Esteraustauschreaktion und ähnlichem unterworfen werden, um in das gewünschte Salz umgewandelt zu werden, so dass es nicht einfach ist, verschiedene Salze industriell zu erzeugen. Sobald ein Fettsäureester von Isethionsäure erhalten wird, kann er mit einer gewünschten Gegenbase zur industriellen Produktion verschiedener Arten von Salzen auf einfache Weise neutralisiert werden, und es gibt keinen Bedarf an einer Esteraustauschreaktion. Daher war die Entwicklung eines Prozesses zur Herstellung des Fettsäureesters von Isethionsäure seit langem wünschenswert.

**[0012]** Es ist der Zweck der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung eines Salzes einer Acyloxyalkansulfonsäure mit ausgezeichneter Löslichkeit in polaren Lösungsmitteln und Salze verschiedener Gegenionen, die einfach dadurch erzeugt werden können, wobei die Reaktion unter milden Bedingungen durchgeführt wird, bereitzustellen. Dementsprechend werden weniger Nebenprodukte erzeugt, Farbton und Geruch werden verbessert, es gibt wenig Schaumbildung und die Dehydratisierung des Reaktionssystems bei reduziertem Druck kann einfach durchgeführt werden, so dass die Reaktionszeit verkürzt werden kann, um eine polare Lösungsmittellösung des Salzes der Acyloxyalkansulfonsäure bereitzustellen.

#### Zusammenfassung der Erfindung

**[0013]** In einem Aspekt der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Herstellung eines Salzes einer Acyloxyalkansulfonsäure aus einer Fettsäure und/oder einem Alkylester einer Fettsäure und einer Hydroxyalkylsulfonsäure bereitgestellt, worin eine Veresterungsreaktion zwischen der Fettsäure und/oder dem Alkylester der Fettsäure und der Hydroxyalkylsulfonsäure bei einer maximalen Temperatur von nicht mehr als 130°C durchgeführt wird und sich Acyloxyalkansulfonsäure, die erhalten wurde, mit einer Base in einem wässrigen Medium umsetzen lässt, das auf einen pH in einem Bereich von 6 bis 8 eingestellt wurde.

**[0014]** Gemäß einem weiteren Aspekt der vorliegenden Erfindung wird ein Tensid bereitgestellt, umfassend ein Salz einer Acyloxyalkansulfonsäure, erhältlich durch das oben erwähnte Verfahren.

**[0015]** Gemäß noch einem weiteren Aspekt der vorliegenden Erfindung wird eine polare Lösungsmittellösung, Emulsion oder Dispersion eines Salzes einer Acyloxyalkansulfonsäure, erhältlich durch das oben erwähnte Verfahren bereitgestellt.

## Beste Ausführungsform der Erfindung

**[0016]** Gemäß der vorliegenden Erfindung ist eine Hydroxyalkylgruppe mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen als Hydroxyalkylgruppe der Hydroxyalkylsulfonsäure geeignet, und insbesondere kann die beste Wirkung erhalten werden, wenn die Hydroxyalkylsulfonsäure 2-Hydroxyethansulfonsäure ist (Isethionsäure). Dementsprechend wird die Erfindung unter Verwendung von Isethionsäure als repräsentatives Beispiel erklärt.

**[0017]** Das Verfahren zur Herstellung von Isethionsäure, die als Rohmaterial verwendet wird, ist nicht besonders begrenzt. Zum Beispiel offenbart das US-Patent Nr. 4,910,330 ein Verfahren, worin Mercaptoethanol oxidiert wird, die Japanische Patentveröffentlichung Nr. 4-275,270 offenbart ein Verfahren, worin ein Natriumsalz von Isethionsäure aus Natriumhydrogensulfit und Ethylenoxid erzeugt wird, und Natrium wird dann durch Elektrodialyse entfernt, US-Patent Nr. 4,499,028 offenbart ein Verfahren, worin ein getrocknetes Natriumsalz von Isethionsäure mit einer konzentrierten Salzsäure reagieren kann, US-Patent Nr. 4,696,773 offenbart ein Verfahren, worin die Isethionsäure aus einem Natriumsalz von Isethionsäure, Salzsäure und Ethanol erzeugt wird, das US-Patent Nr. 5,053,530 offenbart ein Verfahren, worin man ein Natriumsalz von Isethionsäure und Oxalsäure miteinander reagieren lässt, und die Japanische Patentveröffentlichung Nr. 3-66659 offenbart ein Verfahren, worin Isethionsäure aus einem Natriumsalz von Isethionsäure, Salzsäure und Ethanol erhalten wird. Gegenwärtig ist ein Verfahren, worin Mercaptoethanol mit Wasserstoffperoxid oxidiert wird, vorteilhaft, da es sich um ein preisgünstiges Verfahren handelt.

**[0018]** Die Gegenwart einer Verbindung, wie z.B. Ethylenglykol, die ein wasserunlösliches Produkt bei Veresterung mit einer Fettsäure erzeugt, wird die Wasserlöslichkeit eines Salzes eines Fettsäureesters von Isethionsäure in unerwünschter Weise vermindern und die Aufklastemperatur erhöhen. Bei einem Verfahren, worin Mercaptoethanol oxidiert wird, haben oxidierte Intermediate, wie z.B. 2,2'-Dithiodiehtanol und ein Sulfoxid, worin die S-S-Bindung aufrechterhalten bleibt und Sauerstoff zugefügt wird, Probleme, und dieser Gehalt sollte vorzugsweise nicht mehr als 1 % betragen, basierend auf einer 70%igen wässrigen Lösung von Isethionsäure. Wenn Mercaptoethanol oxidiert wird, kann die Verwendung einer überschüssigen Menge eines Oxidationsmittels für eine vollständige Oxidationsbehandlung die Menge an Unreinheiten reduzieren. Zusätzlich können diese Nebenprodukte entfernt werden, und das Produkt kann durch Ionenaustauschbehandlung, Adsorptionsbehandlung, Oxidationsbehandlung, Destillation, Austreibung und ähnliches raffiniert werden. Zum Beispiel kann ein Austreiben durchgeführt werden, indem Stickstoffgas bei 50 bis 100°C unter 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mmHg) eingeblasen wird.

**[0019]** Um ein Salz eines Fettsäureesters von Isethionsäure herzustellen, können entweder Isethionsäure allein oder eine Mischung von Isethionsäure und einem Salz von Isethionsäure verwendet werden. Je höher der Anteil des Salzes von Isethionsäure in der Mischung aus Isethionsäure und dem Salz der Isethionsäure, desto höher ist die für die Veresterungsreaktion benötigte Temperatur. Um die Aufgabe der vorliegenden Erfindung zu lösen, ist es daher wünschenswert, dass der Anteil des Salzes der Isethionsäure nicht mehr als 70 % beträgt. Weiterhin tritt kein Ersatz des Gegenions auf, so dass die Art des Gegenions des Isethionats abhängig davon entschieden wird, welche Art von Isethionsäurefettsäureestersalz gewünscht ist.

**[0020]** Ein Salz der Isethionsäure kann durch teilweise Neutralisierung von Isethionsäure mit einer Base erhalten werden. Das Gegenion der verwendeten Base ist nicht besonders begrenzt. Zum Beispiel können Basen, worin ein Alkalimetallion (Natrium, Kalium, Lithium und ähnliche), ein Erdalkalimetallion (Magnesium, Calcium und ähnliche), Ammoniumion, Alkanolaminion (Ethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, Isopropanolamin, Diisopropanolamin, Triisopropanolamin und Ethylendiamintetra(propylenglykol) und ähnliche) Gegenionen sind, verwendet werden. Die Konzentration und Menge der Base sind nicht besonders begrenzt. Ein Salz von Isethionsäure kann auch aus einem Hydrogensulfitsalz und Ethylenoxid synthetisiert werden.

**[0021]** Die Fettsäure kann entweder eine gesättigte oder eine ungesättigte Fettsäure sein. Die Zahl der Kohlenstoffatome der Fettsäure liegt bei 6 bis 22, besonders bevorzugt bei 8 bis 18.

**[0022]** Beispiele beinhalten Kokosnussfettsäure, Palmkernölkettsäure, Laurinsäure, Ölsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure und ähnliche. Ein Alkylester einer Fettsäure kann ein Alkylester von entweder einer gesättigten oder ungesättigten Fettsäure sein. Die Zahl der Kohlenstoffatome der Fettsäure liegt bei 6 bis 22, besonders bevorzugt 8 bis 18. Beispiele beinhalten Kokosnussfettsäure, Palmkernölkettsäure, Laurinsäure, Ölsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure und ähnliche. Die durch eine Esterbindung angebundene Alkylgruppe ist nicht besonders begrenzt, und es kann eine Methyl- oder eine Ethylgruppe verwendet werden.

**[0023]** Das molare Verhältnis einer Fettsäure und/oder eines Alkylesters einer Fettsäure zu der Isethionsäure

und/oder einem Salz davon, geladen für die Veresterung, beträgt vorzugsweise 0,95 bis 1,1. Wenn dieses Verhältnis mehr als 1,1 beträgt, wird eine Fettsäure und/oder ein Alkylester der Fettsäure nach der Veresterung zurückgelassen oder eine wasserunlösliche veresterte Verbindung wird erzeugt, was zu einer Abnahme der Wasserlöslichkeit des neutralisierten Salzes und einem Anstieg der Aufklärtemperatur der wässrigen Lösung führt. Wenn das Verhältnis geringer ist als 0,95, wird die Veresterung nur unvollständig durchgeführt, und dies ist nachteilig.

**[0024]** Obwohl ein Katalysator üblicherweise nicht für eine Veresterung von Isethionsäure und/oder einem Salz davon und einer Fettsäure und/oder einem Alkylester einer Fettsäure benötigt wird, wird es bevorzugt, zunächst eine Fettsäure einer Isethionsäure und/oder ein Salz davon zuzufügen, da dies die Reaktionszeit verkürzen kann.

**[0025]** Da die Isethionsäure und/oder ein Salz davon typischerweise in Form einer wässrigen Lösung erhalten werden, sind sie auf der anfänglichen Stufe der Veresterung der Isethionsäure und/oder einem Salz davon und einer Fettsäure und/oder einem Alkylester einer Fettsäure nicht gegenseitig löslich, und es wird eine nicht-homogene Zweiphasen-Reaktion durchgeführt, und das System wird homogen, wenn die Reaktion fortschreitet und ein Fettsäureester von Isethionsäure oder einem Salz davon erzeugt wird. Wenn eine geeignete Menge eines Fettsäureesters von Isethionsäure oder einem Salz davon vor der Veresterung zugefügt wird, wird das System gleich von Beginn der Reaktion an homogen, und die Reaktionszeit kann in vorteilhafter Weise verkürzt werden. Die Menge des zuzufügenden Fettsäureesters der Isethionsäure oder einem Salz davon beträgt vorzugsweise 5 bis 20 % der Gesamtmenge der Isethionsäure und/oder von ihrem Salz und der Fettsäure und/oder dem Alkylester der Fettsäure. Wenn die Menge geringer ist als dieser Bereich, kann kein homogenes System bereitgestellt werden, während eine größere Menge als dieser Bereich im Hinblick auf die Kosten nachteilig ist. Die Veresterungsreaktion wird durch Erwärmen der geladenen Mischung an Isethionsäure und/oder einem Salz davon und der Fettsäure und/oder dem Alkylester der Fettsäure auf die Reaktionstemperatur, gefolgt von einem Dehydratisieren bei reduziertem Druck, weitergeführt.

**[0026]** Die Reaktionstemperatur beträgt 50 bis 130°C, vorzugsweise 60 bis 120°C. Eine höhere Reaktions temperatur als in diesem Bereich ist aufgrund der Nebenreaktionen, einer Färbung oder einem Geruch unnötig oder sogar nicht wünschenswert. Bei einer niedrigeren Temperatur als diesem Bereich verlangsamt sich die Reaktionsrate oder die Reaktion schreitet nicht fort. Während der gesamten Veresterungsreaktionen beträgt die Maximaltemperatur nicht mehr als 130°C, vorzugsweise weniger als 100°C. Bei einer höheren Temperatur als dieser treten Nebenreaktionen, Färbung oder Gerüche auf, und die Aufgabe der vorliegenden Erfindung kann nicht erreicht werden. Gemäß dem Verfahren der vorliegenden Erfindung kann die Reaktion bei einer niedrigen Temperatur durchgeführt werden, und es wird davon ausgegangen, dass dies darauf zurückzuführen ist, dass die Isethionsäure selbst als Katalysator wirkt.

**[0027]** Gemäß der vorliegenden Erfindung ist die Reduktion des Drucks nicht sehr begrenzt, da wenig Schaumbildung auftritt. Daher kann das Wasser, das durch die Veresterung erzeugt wird oder das Wasser, das als Lösungsmittel existierte, schneller entfernt werden und bei einem niedrigeren reduzierten Druck als bei konventionellen Verfahren. Dementsprechend kann die Reaktion in einer kürzeren Zeitspanne als bei dem konventionellen Verfahren abgeschlossen werden und noch wichtiger wird die Erzeugung von Nebenprodukten kontrolliert, und ein Fettsäureester von Isethionsäure mit besserer Wasserlöslichkeit als derjenige des konventionellen Verfahrens kann erhalten werden.

**[0028]** Gemäß der vorliegenden Erfindung kann eine Veresterungsreaktionsrate von 90 % oder mehr wie in den Beispielen dargestellt erreicht werden.

**[0029]** Wenn ein Salz eines Fettsäureesters von Isethionsäure erzeugt wird, lässt man das Produkt nach der Veresterung mit einer gewünschten Base reagieren. In einem solchen Fall wird der erzeugte Ester hydrolysiert, wenn er mit dem Wasser unter sauren oder alkalischen Bedingungen bei hoher Temperatur und für eine lange Zeitspanne in Kontakt kommt, und da die wässrige Lösung trüb wird, und sich die Aufklärtemperatur erhöht, ist es vorzuziehen, dass die wässrige Lösung der Base gerührt wird, so dass kein hoher pH-Bereich lokal erzeugt wird. Der endgültige pH wird auf 6 bis 8, vorzugsweise 6,5 bis 7,0 eingestellt, um eine Hydrolyse der Esterbindung zu verhindern.

**[0030]** Das Gegenion der Base, das verwendet wird, ist nicht besonders begrenzt. Zum Beispiel können Basen, worin ein Alkalimetallion (Natrium, Kalium, Lithium und ähnliche), ein Erdalkalimetallion (Magnesium, Calcium und ähnliche), Ammonium, Alkanolaminion (Ethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, Isopropanolamin, Diisopropanolamin, Triisopropanolamin und Ethylendiamintetra(propylenglykol) und ähnliche) Gege-

nionen sind, verwendet werden. Ein Alkanolaminsalz, das aus einer Base erhalten wird, worin ein Alkanolamin als Gegenion enthalten ist, zeigt sehr viel bessere Mischeigenschaften, Schaumbildungseigenschaften, Wasserlöslichkeit und Gefühl bei der Verwendung als diejenigen von Natrium- und Ammoniumsalzen. Insbesondere hat das Alkanolaminsalz eine gute Wasserlöslichkeit, und seine Viskosität in wässriger Lösung ist sehr viel niedriger als diejenige des Ammoniumsalzes. Weiterhin hat es gute Mischeigenschaften mit anderen aktiven Mitteln. Die Viskosität der wässrigen Lösung des Alkanolamins wird durch Addition einer Natriumverbindung und ähnlichem erhöht, die ursprünglich eine niedrige Wasserlöslichkeit aufweisen, so dass die Viskosität der wässrigen Lösung einfach eingestellt werden kann. Konzentration und Menge der verwendeten Base sind nicht besonders begrenzt.

**[0031]** Wenn eine wässrige Lösung des erzeugten Fettsäureesters von Isethionsäure oder einem Salz davon Probleme, wie z.B. eine Färbung und schlechte Gerüche aufweist, ist manchmal eine Behandlung mit Wasserstoffperoxid effektiv. Zum Beispiel können die Färbung und die Gerüche durch Zusatz von 30 % Wasserstoffperoxid zu einer wässrigen Lösung eines Salzes eines Fettsäureesters von Isethionsäure in einer Menge von 0,01 bis 1 %, gefolgt von einer Behandlung bei 50 bis 100°C, verbessert werden.

**[0032]** Das erhaltene Salz des Isethionsäurefettsäureesters kann für dieselben Zwecke verwendet werden wie dasjenige der konventionellen Verfahren. Das bedeutet, dass es in verschiedenen Verwendungen als anionisches Tensid, verwendbar ist. Zum Beispiel kann es in einem polaren Lösungsmittel gelöst, emulgiert oder auch dispergiert werden, um eine synthetische Seife, Kompositseife, Shampoo, Gesamtkörperreinigungsmittel, Faserreinigungsmittel, Färbehilfsstoffe, Rostschutzmittel, Gleitmittel oder Harzumformungsmittel und ähnliches bereitzustellen. Insbesondere sind ein Salz eines Alkanolamins oder ein Ammoniumsalz als Hauptkomponenten in Shampoos und Körperreinigungsmitteln geeignet. Im ersten Fall zeigt das Produkt verbesserte Mischeigenschaften, Schaumbildungseigenschaften und Gefühl nach der Verwendung im Vergleich zu Produkten, die mit dem Natriumsalz erzeugt wurden.

### Beispiele

**[0033]** Die vorliegende Erfindung wird nun weiter durch die folgenden Beispiele illustriert, jedoch ist die vorliegende Erfindung nicht auf diese Beispiele begrenzt, solange sie nicht die essentiellen Merkmale der vorliegenden Erfindung überschreiten.

**[0034]** Die Analyse der Reaktion wurde durch ein  $^1\text{H}$ -NMR-Verfahren durchgeführt. Das heißt, dass im Fall einer Fettsäure ein Signal einer Methylengruppe benachbart zu einem Carbonyl-Kohlenstoff bei  $\delta$  2,22 ppm auftritt, während in dem Ester das Signal einer Methylengruppe benachbart zu einem Carbonyl-Kohlenstoff bei  $\delta$  2,29 ppm auftritt. Das heißt, der Grad der Umwandlung einer Fettsäure wurde aus einer Probe erhalten, gelöst in Dimethylsulfoxid (DMSO) durch Messung der Intensität des Signals bei  $\delta$  2,22 ppm und dessen bei  $\delta$  2,29 ppm unter Verwendung eines JNM-LA400 F-NMR-Apparats, erzeugt von JEOL Ltd. und durch Berechnung des Intensitätsverhältnisses dieser Signale. Im Hinblick auf den Umwandlungsgrad von Isethionsäure wurde, da das Signal einer Methylengruppe, benachbart zu einer Sulfonatgruppe bei  $\delta$  2,72 ppm bei der Isethionsäure auftritt und bei  $\delta$  2,82 ppm beim Ester das Signal einer Methylengruppe benachbart zum Sauerstoff bei  $\delta$  3,69 ppm auftritt (Isethionsäure) und bei  $\delta$  4,24 ppm (Ester) der Umwandlungsgrad von Isethionsäure aus dem Intensitätsverhältnis dieser Signale erhalten, und ein Mittelwert wurde berechnet.

**[0035]** Das als Nebenprodukt erzeugte 2,2'-Dithiodiethanol und das Sulfoxid davon wurden durch ein Standardadditionsverfahren unter Verwendung von  $^{13}\text{C}$ -NMR bestimmt, und die Schwefelsäure wurde durch Ionenchromatographie bestimmt.

**[0036]** Die polare Lösungsmittel-(Wasser) Lösung von jedem Salz des Fettsäureesters von Isethionsäure wurde gekühlt, bis eine Trübe beobachtet wurde und dann graduell wieder erwärmt, und die Temperatur, bei der die Lösung transparent wurde, (Aufklärtemperatur) wurde durch visuelle Beobachtung erhalten. Der Farbton wurde durch visuelle Beobachtung überprüft. Der Geruch wurde durch einen organoleptischen Test überprüft. Die Viskosität wurde unter Verwendung eines B-Typ-Viskometers gemessen. Schaumeigenschaften wurden mit einer 0,2%igen wässrigen Lösung bei 50°C durch das Ross-Miles-Verfahren überprüft.

**[0037]** In Tabelle 1 bedeuten die Bezeichnungen "direkt nach" und "5 Minuten nach", dass die Schaumeigenschaften "direkt nach" und "5 Minuten nach" der Herstellung einer 0,2%igen wässrigen Lösung eines Salzes gemessen wurden, das durch Zugabe einer Base und Wasser, jeweils in den Tabellen aufgeführt, erhalten wurde. Der Einheit des Werts ist die Höhe in mm des Schaums.

## Beispiel 1

**[0038]** (1) 71,5 % wässrige Isethionsäurelösung wurde durch Oxidation von Mercaptoethanol mit Wasserstoffperoxid erhalten. Die Gesamtmenge an 2,2'-Dithiodiethanol und einem Sulfoxid davon, die als Nebenprodukte erhalten wurden, betrug 0,7 %. Die Menge der Schwefelsäure betrug 0,1 %. Dann wurden 127 g dieser 71,5%igen wässrigen Isethionsäurelösung (0,72 mol Isethionsäure) und 144 g (0,72 mol) Laurinsäure (Neutralisierungswert 280 mg KOH/g) zu einem Vierhalskolben zugefügt und unter einem Stickstoffstrom auf 100°C erwärmt. Diese Mischung wurde für 30 Minuten bei 100°C gehalten, und dann wurde der Druck graduell reduziert, während der Schaumzustand mit in die Betrachtung eingezogen wurde. Es gab wenig Schaumbildung, und es war möglich, den Druck von Normaldruck auf 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mmHg) über ungefähr 30 Minuten nach Beginn der Druckreduktion zu reduzieren. Das Wasser als Lösungsmittel und das durch die Veresterung erzeugte Wasser wurden bei reduziertem Druck von 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mmHg) für 2 Stunden entfernt, um einen Laurinsäureester von Isethionsäure der vorliegenden Erfindung zu ergeben.

**[0039]** Die Veresterungsreaktionsrate der Fettsäure in diesem Beispiel betrug 98 % und die Veresterungsreaktionsrate der Isethionsäure 97 %.

**[0040]** (2) Zu dem erhaltenen Reaktionsprodukt wurde jede Base wie dargestellt in Tabelle 1 (Beispiele 1a bis 1h) zugefügt und Wasser zugefügt, so dass der pH 6,5 und die Feststoffkonzentration 30 % annahm, um eine wässrige Lösung von jedem Salz von dem Laurinsäureester der Isethionsäure der vorliegenden Erfindung zu ergeben. Die Messergebnisse der Aufklärtemperatur, des Farbtons, des Geruchs und der Schaumeigenschaften dieser Produkte, zusammen mit den zugefügten Basen, sind in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1

| Bsp. | Base  | Aufklär-temperatur (°C) | Farbton APHA Nr. | Geruch* | Schaumeigenschaft (mm) |            |
|------|---|-------------------------|------------------|---------|------------------------|------------|
|      |   |                         |                  |         | direkt nach            | 5 min nach |
| 1a   | 28 % wässrige Ammoniaklösung                        | 15                      | 150              | ±       | 212                    | 212        |
| 1b   | wässrige Ethanolaminlösung                          | 5 oder niedriger        | 140              | ±       | 223                    | 223        |
| 1c   | wässrige Triethanolaminlösung                       | 5 oder niedriger        | 130              | ±       | 221                    | 220        |
| 1d   | wässrige Isopropanolaminlösung                      | 5 oder niedriger        | 140              | ±       | 232                    | 232        |
| 1e   | wässrige Triisopropanolaminlösung                   | 5 oder niedriger        | 140              | ±       | 220                    | 220        |
| 1f   | wässrige Ethylen-diamintetra(propylen glykol)lösung | 5 oder niedriger        | 130              | ±       | 230                    | 230        |
| 1g   | wässrige Natriumhydroxidlösung                      | geliert                 | -                | ±       | 212                    | 204        |
| 1h   | wässrige Kaliumhydroxidlösung                       | geliert                 | -                | ±       | -                      | -          |

\* Kriterien für die Bewertung von Geruch

- ++: stark bemerkbar
- +: bemerkbar
- $\pm$ : kaum bemerkbar
- : nicht bemerkbar

### Beispiel 2

**[0041]** (1) 127 g einer 71,5%igen wässrigen Isethionsäurelösung (0,72 mol Isethionsäure), wie verwendet in Beispiel 1, 157 g (0,72 mol) Kokosölfettsäure (Neutralisierungswert 257 mg KOH/g) und 28 g eines vorher synthetisierten Fettsäureesters von Isethionsäure (10 %, basierend auf der wässrigen Lösung) wurden einem Vierhalskolben zugefügt. Die Mischung wurde homogen, wenn man sie rührte. Die Mischung wurde unter einem Stickstoffstrom auf 80°C erwärmt und direkt, nachdem sie 80°C erreicht hatte, wurde der Druck graduell reduziert, während der Schaumzustand mit in die Betrachtung einbezogen wurde. Es gab wenig Schaumbildung, und es war möglich, den Druck von dem Normaldruck auf 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mm Hg) über ungefähr 30 Minuten nach Beginn der Druckreduzierung zu reduzieren. Das Wasser als Lösungsmittel und das durch die Veresterung erzeugte Wasser wurden bei reduziertem Druck von 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mm Hg) für 3 Stunden entfernt, um einen Kokosölfettsäureester von Isethionsäure zu ergeben.

**[0042]** Die Schaumbildung während der Dehydratisierungsreaktion bei reduziertem Druck war sehr viel geringer als im Fall des später erwähnten Vergleichsbeispiels 1, und die Arbeitsschritte konnten einfach durchgeführt werden. Die Veresterungsreaktionsrate der Kokosölfettsäure, bestimmt durch das <sup>1</sup>H-NMR-Verfahren an dem Reaktionsprodukt, betrug 95 %, die Veresterungsreaktionsrate von Isethionsäure war 95 %.

**[0043]** (2) Dann wurde dem Reaktionsprodukt jede in Tabelle 2 dargestellte Base (Beispiele 2a bis 2g) und Wasser zugefügt, so dass der resultierende pH 6,6 wurde und die Feststoffkonzentration 31 % annahm, um eine wässrige Lösung von jedem Salz des Kokosölfettsäureesters von Isethionsäure gemäß der vorliegenden Erfindung zu ergeben. Sie waren in einem gewissen Ausmaß gefärbt, und so wurden 30 Wasserstoffperoxid in einer Menge von 0,4 %, basierend auf der wässrigen Lösung, zugefügt und einer Behandlung bei 80°C unterzogen. Die Ergebnisse der Messungen der erhaltenen Produkte nach der Behandlung zusammen mit den zugefügten Basen sind in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2

| Bsp. | Base   | Aufklär-<br>Tempera-<br>tur<br>(°C) | Farbton<br>APHA<br>Nr. | Ge-<br>ruch | Schaumeigenschaft<br>(mm) |               | Viskosi-<br>tät<br>(cPs) |
|------|--|-------------------------------------|------------------------|-------------|---------------------------|---------------|--------------------------|
|      |  |                                     |                        |             | direkt<br>nach            | 5 min<br>nach |                          |
| 2a   | 28 % wässrige<br>Ammoniaklösung                                  | 15                                  | 250                    | ±           | 219                       | 218           | 570                      |
| 2b   | wässrige Etha-<br>nolaminlösung                                  | 5 oder<br>niedriger                 | 240                    | ±           | 224                       | 224           | 9                        |
| 2c   | wässrige Tri-<br>ethanolaminlösung                               | 5 oder<br>niedriger                 | 230                    | ±           | 224                       | 224           | 8                        |
| 2d   | wässrige Iso-<br>propanollösung                                  | 5 oder<br>niedriger                 | 240                    | ±           | 228                       | 228           | 10                       |
| 2e   | wässrige Triiso-<br>propanolamin-<br>lösung                      | 5 oder<br>niedriger                 | 240                    | ±           | 225                       | 225           | 6                        |
| 2f   | wässrige Ethy-<br>lendiamintetra-<br>(propylenglykol)-<br>lösung | 5 oder<br>niedriger                 | 230                    | ±           | 227                       | 227           | 6                        |
| 2g   | wässrige Natrium-<br>hydroxidlösung                              | Geliert                             | -                      | ±           | 216                       | 216           | -                        |

Beispiel 3

**[0044]** (1) 74,5 % wässrige Isethionsäurelösung wurde durch Oxidation von Mercaptoethanol mit Wasserstoffperoxid erhalten. Das als Nebenprodukt erzeugte 2,2'-Dithiodiethanol und das Sulfoxid davon lagen bei 1,3 % und die Schwefelsäure bei 0,3 %. Die wässrige Isethionsäurelösung wurde einer Austreibung mit Stickstoff bei 100°C bei 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mmHg) für 2 Stunden unterzogen. Zu 122 g dieser 74,5%igen wässrigen Isethionsäurelösung (0,72 mol Isethionsäure), erhalten nach der Austreibungsbehandlung wurden 144 g (0,72 mol) Laurinsäure zugefügt, und die Mischung wurde unter einem Stickstoffstrom auf 100°C erwärmt. Die Mischung wurde 30 Minuten bei 100°C gehalten, und dann wurde der Druck graduell reduziert, während der Zustand des Schaums mit in die Betrachtung einbezogen wurde. Es gab wenig Schaumbildung, und es war möglich, den Druck von dem Normaldruck auf 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mm Hg) über ungefähr 30 Minuten nach Beginn der Druckreduzierung zu reduzieren. Das Wasser als Lösungsmittel und das durch die Veresterung erzeugte Wasser wurden bei reduziertem Druck von 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mm Hg) für 2 Stunden entfernt, um einen Laurinsäureester von Isethionsäure zu ergeben.

**[0045]** Die Veresterungsreaktionsrate der Laurinsäure, bestimmt durch das <sup>1</sup>H-NMR-Verfahren an dem Reaktionsprodukt, betrug 95 %, die Veresterungsreaktionsrate von Isethionsäure war 95 %.

**[0046]** (2) Zu dem erhaltenen Reaktionsprodukt wurde eine 28%ige wässrige Ammoniaklösung und Wasser so zugefügt, dass der pH 6,7 und die Feststoffkonzentration 32 % annahmen, um eine wässrige Lösung eines Ammoniumsalzes von Laurinsäureester von Isethionsäure der vorliegenden Erfahrung zu ergeben. Die Aufklärtemperatur der wässrigen Lösung lag bei 20°C.

Beispiel 4

**[0047]** (1) Zu 127 g der 71,5%igen wässrigen Isethionsäurelösung (0,72 mol Isethionsäure), wie verwendet in Beispiel 1, wurden 22 g einer 28%igen wässrigen Ammoniaklösung (0,36 mol) unter Kühlen für eine Neutra-

lisierung zugefügt, und es wurde ein 50%iges Ammoniak-neutralisiertes Produkt von Isethionsäure erhalten. Dann wurden 150 g (0,75 mol) Laurinsäure zugefügt und die Mischung wurde unter einem Stickstoffstrom auf 120°C erwärmt. Nachdem die Mischung 120°C erreicht hatte, wurde der Druck graduell reduziert, während der Schaumzustand mit in die Betrachtung einbezogen wurde. Es gab wenig Schaumbildung, und es war möglich, den Druck von dem Normaldruck auf 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mm Hg) über ungefähr 30 Minuten nach Beginn der Druckreduzierung zu reduzieren. Das Wasser als Lösungsmittel und das durch die Veresterung erzeugte Wasser wurden bei reduziertem Druck von 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mm Hg) für 2 Stunden entfernt, um ein Teil-Ammoniumsalz eines Laurinsäureesters von Isethionsäure zu ergeben. Die Veresterungsreaktionsrate der Laurinsäure, bestimmt durch das <sup>1</sup>H-NMR-Verfahren des Reaktionsprodukts, betrug 94 %, die Veresterungsreaktionsrate von Isethionsäure war 97 %.

**[0048]** (2) Zu dem erhaltenen Reaktionsprodukt wurde eine 28%ige wässrige Ammoniaklösung und Wasser so zugefügt, dass der pH 6,7 und die Feststoffkonzentration 31 % annahmen, um eine wässrige Lösung eines Ammoniumsalzes von Laurinsäureester von Isethionsäure der vorliegenden Erfindung zu ergeben. Die Aufklärtemperatur der wässrigen Lösung lag bei 17°C. Der Farbton lag bei APHA Nr. 150.

#### Vergleichsbeispiel 1

**[0049]** Zu 122 g (0,69 mol) der in Beispiel 1 verwendeten 71,5%igen wässrigen Isethionsäurelösung wurden 42 g einer 28%igen wässrigen Ammoniaklösung (0,69 mol) zugefügt, und der pH wurde auf 5 eingestellt, um ein Ammoniumsalz von Isethionsäure zu ergeben. Zu dieser Mischung wurden 151 g (0,69 mol) der in Beispiel 2 verwendeten Kokosölfettsäure zugefügt, sowie 0,25 g Methansulfonsäure als Katalysator und 0,42 g hypophosphorige Säure, und die Mischung wurde unter einem Stickstoffstrom auf 130°C erwärmt und der Druck wurde graduell reduziert, während der Schaumzustand mit in die Betrachtung einbezogen wurde. Es trat eine kräftige Schaumbildung auf, und es war schwierig, den Druck auf unter 19 bis 20 kN/m<sup>2</sup> (140 bis 150 mmHg) zu reduzieren, und zwar selbst 60 Minuten nach Beginn der Druckreduktion und es brauchte 10 Stunden, damit der Druck 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mmHg) erreichte.

#### Vergleichsbeispiel 2

**[0050]** Ein Ammoniumsalz von Isethionsäure, Kokosölfettsäure, Methansulfonsäure und hypophosphoriger Säure wurden auf ähnliche Weise wie in Vergleichsbeispiel 1 vermischt und die Mischung wurde unter einem Stickstoffstrom auf 170°C erwärmt und der Druck graduell reduziert, während der Schaumzustand mit in die Betrachtung einbezogen, wurde. Eine kräftige Schaumbildung trat auf, und es war schwierig, den Druck auf unter 19 bis 20 kN/m<sup>2</sup> (140 bis 150 mmHg) selbst 60 Minuten nach Beginn der Druckreduktion zu reduzieren. Die Reaktion wurde 5 Stunden bei einem reduzierten Druck von um 13 bis 19 kN/m<sup>2</sup> (100 bis 140 mmHg) weiter fortgesetzt. Das erzeugte Wasser wurde bei einem reduzierten Druck von 13 bis 19 kN/m<sup>2</sup> (100 bis 140 mmHg) für 3 Stunden entfernt, und ein Ammoniumsalz von Kokosölfettsäureester von Isethionsäure wurde synthetisiert. Die Veresterungsreaktionsrate von Kokosölfettsäure, erhalten durch die <sup>1</sup>H-NMR-Analyse des Reaktionsprodukts betrug 83 %.

**[0051]** Dann wurde eine 28%ige wässrige Ammoniaklösung und Wasser dem Reaktionsprodukt zugefügt, so dass der pH 6,9 und der Feststoffgehalt 32 % annahmen und 30 % Wasserstoffperoxid wurden in einer Menge von 0,1 %, basierend auf der wässrigen Lösung, zugefügt und die Mischung wurde für 3 Stunden einer Behandlung bei 60°C unterzogen. Die nach der Behandlung erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 3 dargestellt. Der Farbton der wässrigen Lösung war Gardner Nr. 5, und Farbton und Geruch wurden durch die Behandlung in einem gewissen Ausmaß verbessert, jedoch war der Farbton dem des Beispiels 2 unterlegen und der Geruch war stärker. Der Verfahren der vorliegenden Erfindung stellt einen besseren Farbton und Geruch bereit, wie vergleichsweise mit diesem Vergleichsbeispiel gezeigt.

Tabelle 3

|           | Base                           | Aufklär-temperatur (°C) | Farbton       | Geruch |
|-----------|--------------------------------|-------------------------|---------------|--------|
| Bsp. 2a   | 28%ige wässrige Ammoniaklösung | 13                      | APHA Nr. 250  | ±      |
| Vgl. Bsp. |                                |                         |               |        |
| 2         | 28%ige wässrige Ammoniaklösung | 60 oder höher           | Gardner Nr. 5 | ++     |
| 3         | 28%ige wässrige Ammoniaklösung | 60 oder höher           | Gardner Nr. 5 | ++     |
| 4         | 28%ige wässrige Ammoniaklösung | 60 oder höher           | Gardner Nr. 4 | ++     |

## Vergleichsbeispiel 3

**[0052]** 122 g (0,72 mol) der 74,5%igen wässrigen Isethionsäurelösung gemäß Beispiel 3 und 166 g (0,76 mol) Kokosölfettsäure wurden einem Vierhalskolben zugefügt und unter einem Stickstoffstrom auf 160°C erwärmt. Nachdem 160°C erreicht worden war, wurde der Druck graduell reduziert, und das erzeugte Wasser bei reduziertem Druck von 1,3 bis 4,0 kN/m<sup>2</sup> (10 bis 30 mmHg) durch Destillation entfernt, und ein Kokosölfettsäureester von Isethionsäure wurde synthetisiert. Die Veresterungsreaktionsrate der Kokosölfettsäure, erhalten durch <sup>1</sup>H-NMR-Analyse des Reaktionsprodukts betrug 84 %. Eine 28%ige wässrige Ammoniaklösung und Wasser wurden dem Reaktionsprodukt so zugefügt, dass der pH 6,7 und der Feststoffgehalt 31 % annahmen, um die wässrige Lösung einzustellen. Die Aufklärtemperatur der wässrigen Lösung lag über 60°C, und der Farbton der wässrigen Lösung war Gardner Nr. 5. Wie im Vergleich mit diesem Vergleichsbeispiel gezeigt, stellt das Verfahren der vorliegenden Erfindung einen ausgezeichneten Farbton und Geruch bereit.

## Vergleichsbeispiel 4

**[0053]** 157 g (0,72 mol) Kokosölfettsäure wurden auf 110°C erwärmt und auf einen reduzierten Druck von 6,7 bis 9,3 kN/m<sup>2</sup> (50 bis 70 mmHg) durch Verwendung einer Wasserstrahlvakuumpumpe gebracht. Dann wurden 127 g (0,72 mol) der in Beispiel 1 verwendeten 71,5%igen Isethionsäure tropfchenweise zugefügt, und die Mischung wurde für 30 Minuten bei 110°C und für 30 Minuten bei 135°C gerührt, während Lösungsmittel und Wasser, die sich aus der Reaktion ergaben, durch Verdampfung entfernt wurden, um einen Fettsäureester von Isethionsäure zu ergeben. Eine Schaumbildung während der Dehydratisierungsreaktion bei reduziertem Druck war fast auf demselben Niveau wie bei jedem der Beispiele, jedoch betrug die Veresterungsreaktionsrate der Kokosölfettsäure, erhalten durch <sup>1</sup>H-NMR-Analyse des Reaktionsprodukts 79 %.

**[0054]** Zu dem erhaltenen Reaktionsprodukt wurden eine 28%ige wässrige Ammoniaklösung und Wasser zugefügt, so dass der resultierende pH 6,8 und die Feststoffkonzentration 32 annahm, um ein Ammoniumsalz eines Kokosölfettsäureesters von Isethionsäure zu ergeben. Die erhaltene wässrige Lösung hatte eine Aufklärtemperatur von über 60°C und einen Farbton von Gardner Nr. 4. Wie durch den Vergleich mit diesem Vergleichsbeispiel dargestellt, stellt das Verfahren der vorliegenden Erfindung eine ausgezeichnete Aufklärtemperatur und einen ausgezeichneten Farbton bereit.

## Gewerbliche Anwendbarkeit

**[0055]** Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Herstellung eines Salzes eines Fettsäureesters von Isethionsäure und eine wässrige Lösung des Salzes des Fettsäureesters der Isethionsäure mit ausgezeichneter Löslichkeit in polaren Lösungsmitteln bereit, und es können Salze verschiedener Gegenionen damit erzeugt werden, wobei die Reaktion unter milden Bedingungen durchgeführt wird und dementsprechend wenige Nebenprodukte erzeugt werden, Farbton und Geruch werden verbessert, es tritt wenig Schaumbildung auf und da die Dehydratisierung des Reaktionssystems bei reduziertem Druck einfach durchführbar ist, kann die Re-

aktionszeit verkürzt werden.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Salzes einer Acyloxyalkansulfonsäure, umfassend:

Umsetzen einer Fettsäure und/oder eines Alkylesters einer Fettsäure und eine Hydroxyalkylsulfonsäure in einer Veresterungsreaktion, wodurch eine Acyloxyalkansulfonsäure bereitgestellt wird, und Umsetzen der Acyloxyalkansulfonsäure mit einer Base, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Veresterungsreaktion bei einer maximalen Temperatur von nicht mehr als 130°C durchgeführt wird und dass die Acyloxyalkansulfonsäure mit der Base in einem wässrigen Medium umgesetzt wird, das auf einen pH in einem Bereich von 6 bis 8 eingestellt ist.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei die Veresterungsreaktion bei einer Maximaltemperatur unterhalb von 100°C durchgeführt wird.

3. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 oder 2, wobei die Veresterungsreaktion bei einem reduzierten Druck von nicht mehr als 4,0 kN/m<sup>2</sup> (30 mmHg) durchgeführt wird.

4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Hydroxyalkansulfonsäure 2-Hydroxyethansulfonsäure ist.

5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei das Gegenion der reagierenden Base ein oder mehrere Ionen ist, gewählt aus einer Gruppe, bestehend aus Alkalimetallionen, Erdalkalimetallionen und Ammoniumionen.

6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die reagierende Base ein Alkanolamin ist.

7. Verfahren gemäß Anspruch 6, wobei das Alkanolamin Ethylenediamintetra(propylenglykol) ist.

8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei die Veresterungsreaktion in Gegenwart eines vorher hergestellten Fettsäureesters einer Hydroxyalkylsulfonsäure oder einem Salz davon durchgeführt wird.

9. Wasserlösliches Salz einer Acyloxyalkansulfonsäure, erhältlich durch das Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8.

10. Tensid, umfassend ein Salz einer Acyloxyalkansulfonsäure, erhältlich durch das Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8.

11. Polare Lösungsmittellösung, Emulsion oder Dispersion eines Salzes einer Acyloxyalkansulfonsäure, erhältlich durch das Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen