



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 600 03 264 T2** 2004.04.29

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 066 234 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **600 03 264.7**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP00/00345**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 900 914.3**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/43340**

(86) PCT-Anmeldetag: **25.01.2000**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **27.07.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **10.01.2001**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **11.06.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **29.04.2004**

(51) Int Cl.⁷: **C07C 43/13**
C07C 41/26

(30) Unionspriorität:
1534999 25.01.1999 JP

(73) Patentinhaber:
Kao Corp., Tokio/Tokyo, JP

(74) Vertreter:
HOFFMANN · EITLE, 81925 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB

(72) Erfinder:
**MIYAJIMA, Tetsuya, Wakayama-shi, Wakayama
640-8580, JP; UNO, Mitsuru, Wakayama-shi,
Wakayama 640-8580, JP**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON GLYCERYLETHERN**

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 eingelegt, 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

Technisches Gebiet

[0001] Diese Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erzeugung eines Glycerylethers mit einem niedrigen Gehalt einer Organohalogen-Verbindung.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Glycerylether werden im allgemeinen durch ein Verfahren erzeugt, das drei Schritte umfaßt, d.h. einen ersten Schritt zur Reaktion eines Alkohols mit einem α -Epihalohydrin in der Gegenwart eines sauren Katalysators, wie Schwefelsäure, Zinntetrachlorid oder Bortrifluorid-Ether-Komplex unter Erhalt eines Halohydrinethers; einen zweiten Schritt zur Durchführung eines intramolekularen Ringschlusses mit dem Halohydrinether unter Verwendung eines Alkali, unter Erhalt des entsprechenden Glycidylethers, und einen dritten Schritt zur Durchführung einer Hydrolysebehandlung mit dem Glycidylether. In dem ersten Schritt zur Additionsreaktion des Epihalohydrins wird jedoch ein 2 mol-Addukt aus dem Epihalohydrin und einem Isomer aus dem Halohydrinether mit einer anderen Position der Alkoholzugabe, unvermeidbar erzeugt. Weil diese 2 mol-Addukte, Isomere und dgl., die Organohalogen-Verbindungen sind, durch den intramolekularen Ringschluß des zweiten Schrittes und selbst bei dem dritten Schritt zum Umwandeln des Glycidylether in den entsprechenden Glycerylether durch ein bekanntes Verfahren nicht zersetzt werden können (japanische offengelegte Patentanmeldungen SHO 49-86307, SHO 56-133281, HEI 5-32578), sind sie schwer zu hydrolysieren und somit enthalten die somit erhaltenen Glycerylether notwendigerweise Organohalogen-Verbindungen.

[0003] Ein solcher Glycerylether mit einem hohen Gehalt einer Organohalogen-Verbindung ist zur Verwendung in Kosmetika, Körperreinigungsmitteln nicht geeignet, die bei der Anwendung mit einem Körper in direkten Kontakt gelangen.

[0004] Als Mittel zur Entfernung oder zur Zersetzung solcher Organohalogen-Verbindungen kann die Reinigung oder die Zersetzung durch ein starkes Alkali überlegt werden. Jedoch hat der oben beschriebenen Halohydrinether mit einer anderen Position der Alkoholaddition physikalische Eigenschaften wie Siedepunkt, die eng bei denen des beabsichtigten Glycerylethers liegen, was es schwierig macht, diesen durch übliche Reinigung wie Destillation zu entfernen. Es ist möglich, diesen durch Zugabe eines starken Alkali wie NaOH oder KOH mit anschließendem Erwärmen zu zersetzen, aber dieses Mittel ist nicht bevorzugt, weil es eine deutliche Färbung und ebenfalls eine Teilzersetzung des beabsichtigten Glycerylethers verursacht.

[0005] In der japanischen offengelegten Patentanmeldung HEI 6-25052 ist ein Verfahren zur Reduktion des Organochlor-Gehaltes durch Synthese eines Glycerylesters und anschließende Durchführung einer alkalischen Hydrolyse in der Gegenwart eines Alkohols offenbart. Dieses Verfahren, das eine Fettsäure in einer Menge von nicht weniger als einem Äquivalent pro Mol erfordert, ist jedoch keineswegs ökonomisch.

[0006] US-A-3 933 923 betrifft ein Verfahren zur Erzeugung von höheren benachbarten Diolen oder Polyolen durch Hydrolyse der entsprechenden Mono- oder Polyepoxide, worin die Hydrolyse unter Verwendung einer wäßrigen Lösung von Salzen von aliphatischen Mono- und/oder Polycarbonsäuren und bei Temperatur oberhalb von 100°C, bevorzugt 200 bis 350°C durchgeführt wird.

Offenbarung der Erfindung

[0007] Es ist ein Ziel dieser Erfindung, ein ökonomisches Verfahren zur Erzeugung eines Glycerylethers anzugeben.

[0008] Es ist ein anderes Ziel dieser Erfindung, ein Verfahren zur Erzeugung eines Glycerylethers anzugeben, das einen deutlich niedrigen Gehalt an Organohalogen-Verbindungen aufweist.

[0009] Diese Erfinder haben festgestellt, daß die Organohalogen-Verbindung, die bei der Herstellung eines Glycidylethers gebildet wird, durch Erwärmen des Glycidylethers oder eines Glycerylethers auf eine vorbestimmte Temperatur in der Gegenwart eines Salzes, das aus einer basischen Verbindung eines Elementes der Gruppe 1A oder Gruppe 2A und einer sauren Verbindung gebildet ist, die Carbonsäure, Phosphorsäure oder Kohlensäure ist, zersetzt werden kann.

[0010] Diese Erfindung gibt daher ein Verfahren zur Erzeugung eines Glycerylethers an, umfassend die Reaktion eines Alkohols mit einem α -Epihalohydrin in der Gegenwart eines sauren Katalysators, Durchführung eines Ringschlusses mit der Reaktionsmischung, unter Umwandlung in den entsprechenden Glycidylether und anschließende Hydrolyse des resultierenden Glycidylethers in den entsprechenden Glycerylether, worin die Reaktionsmischung nach der Hydrolyse bei 100 bis 230°C in der Gegenwart eines Salzes erwärmt wird, das aus einer basischen Verbindung eines Elementes der Gruppe 1A oder 2A und einer sauren Verbindung gebildet ist, die Carbonsäure, Phosphorsäure oder Kohlensäure ist.

[0011] Eine detaillierte Beschreibung dieser Erfindung und viele begleitende Vorteile davon werden unter Bezugnahme auf die folgende detaillierte Beschreibung leicht erhalten.

[0012] Zunächst wird erfindungsgemäß ein Alkohol und ein α -Epihalohydrin in der Gegenwart eines sauren Katalysators reagiert, unter Erzeugung eines Halohydrinethers.

[0013] Beispiele des Alkohols, der in dieser Erfindung verwendet werden kann, umfassen solche mit der folgenden Formel (1):



worin R eine gesättigte oder ungesättigte, lineare oder verzweigte C_{1-36} -Kohlenwasserstoff-Gruppe ist, A eine C_{2-4} -Alkylen-Gruppe ist und p 0 bis 100 ist.

[0014] Die Alkohole, bei denen R 4 bis 22 Kohlenstoffatome, insbesondere 4 bis 18 Kohlenstoffatome aufweist, sind bevorzugt. Spezifische Beispiele umfassen gesättigte aliphatische Alkohole wie Butanol, Pentanol, Hexanol, Heptanol, Octanol, Nonanol, Decanol, Undecanol, Dodecanol, Tridecanol, Tetradecanol, Pentadecanol, Hexadecanol, Heptadecanol, Octadecanol, 2-Ethylhexanol und 3,5,5-Trimethylhexanol und ungesättigte aliphatische Alkohole wie Oleylalkohol und Linoleylalkohol, und Alkylenoxid-Addukte davon. In der Formel (1) bedeutet A bevorzugt Ethylen, während p bevorzugt für 0 bis 20 steht, wobei 0 besonders bevorzugt ist.

[0015] Beispiele des α -Epihalohydrins, das erfindungsgemäß verwendbar ist, umfassen α -Epihalohydrin, α -Epibromhydrin und α -Epiiodhydrin, von denen α -Epichlorhydrin angesichts der leichten Verfügbarkeit insbesondere bevorzugt ist.

[0016] Als saurer Katalysator, der erfindungsgemäß verwendbar ist, werden Brönsted-Säuren wie Salzsäure und Schwefelsäure, Metallverbindungen mit zumindest einem Element wie Bor, Aluminium, Silicium, Titan, Eisen, Cobalt, Zink, Zirkon, Zinn oder Antimon, die sogenannte Lewis-Säuren sind, erwähnt. Spezifische Beispiele der Lewis-Säure umfassen Bortrifluorid-Ether-Komplex, Bortrifluorid-Essigsäure-Komplex, Bortrifluorid-Phenol-Komplex, Aluminiumchlorid, Aluminiumbromid, Zinkchlorid, Zinntetrachlorid, Antimonchlorid, Titan-tetrachlorid, Siliciumtetrachlorid, Ferrichlorid, Ferribromid, Cobalt(II)-Chlorid, Cobalt(II)-bromid, Zirkoniumchlorid, Boroxid und saures aktives Aluminiumoxid.

[0017] Wenn eine solche Lewis-Säure verwendet wird, kann die Reaktion ohne oder nach der Entfernung von Wasser aus dem System auf konventionelle Weise bewirkt werden, aber die zuletztgenannte Art ist bevorzugt, weil diese eine Erhöhung sowohl bei der Reaktionsrate als auch bei der Ausbeute bringt.

[0018] Der Katalysator wird in einer Menge von 0,001 bis 0,1 mol pro Mol Alkohol verwendet, wobei 0,005 bis 0,05 mol insbesondere bevorzugt sind.

[0019] Die Bildung eines Halohydrinethers von einem Alkohol und einem α -Epihalohydrin kann auf übliche Weise durchgeführt werden, spezifisch beschrieben durch Reaktion des α -Epihalohydrins mit dem Alkohol, wobei dieses in einer Menge von 0,5 bis 1,5 mol, bevorzugt 0,6 bis 1,2 mol pro Mol des Alkohols verwendet wird, in Gegenwart des oben veranschaulichten sauren Katalysators bei einer Temperatur von 10 bis 150°C, bevorzugt 70 bis 120°C für 0,5 bis 10 Stunden.

[0020] Aus dem durch die oben beschriebene Reaktion erhaltenen Halohydrinether kann der entsprechende Glycidylether und dann der Glycerylether hergestellt werden, indem der Katalysator und nicht-reagierende Ausgangsmaterialien von der Reaktionsmischung gegebenenfalls entfernt werden, indem ein Alkali zum Rest gegeben wird, mit der resultierenden Mischung eine Ringschluß durch Dehydrohalogenierung durchgeführt und die Hydrolyse des dehydrohalogenierten Produktes durchgeführt wird.

[0021] Hierin können der Ringschluß und die Hydrolyse getrennt oder gleichzeitig durchgeführt werden.

[0022] Wenn der Ringschluß und die Hydrolyse getrennt durchgeführt werden, können die verbleibenden Ausgangsmaterialien, der Alkohol und das Epihalohydrin, durch bekannte Trenn- und Reinigungsmittel wie Destillation, Waschen, Rekristallisierung oder Säulenchromatographie nach Vollendung der Ringschlußreaktion entfernt werden; oder die Hydrolyse kann ohne Entfernung durchgeführt werden.

[0023] Beispielhafte alkalische Mittel, die bei der Ringschlußreaktion verwendbar sind, umfassen Hydroxide eines Elementes der Gruppe 1A wie Natriumhydroxid und Kaliumhydroxid und Hydroxide eines Elementes der Gruppe 2A wie Calciumhydroxid und Bariumhydroxid. Unter diesen sind Natriumhydroxid und Kaliumhydroxid insbesondere bevorzugt. Das Alkali wird bevorzugt in einer Menge von 1,0 bis 4,0 mol, insbesondere 1,0 bis 2,5 mol pro Mol Epihalohydrin verwendet. Das Alkali wird bevorzugt z.B. in der Form einer 10 bis 50%igen wäßrigen Lösung zugegeben. Die Reaktion wird bevorzugt bei 40 bis 200°C für 0,1 bis 20 Stunden durchgeführt.

[0024] Der Glycerylether ist durch Hydrolyse des Glycidylethers erhältlich, der in der oben beschriebenen Reaktion erhalten ist, und zwar auf bekannte Weise unter Verwendung einer wäßrigen Lösung aus einer Säure oder einem Alkali.

[0025] Beispiele der Säure oder des Alkalis, die für die Hydrolyse verwendet werden, umfassen Mineralsäuren wie Salzsäure und Schwefelsäure, Hydroxide eines Elementes der Gruppe 1A des Periodensystems wie Natriumhydroxid und Kaliumhydroxid, Hydroxide eines Elementes der Gruppe 2A wie Calciumhydroxid und

Bariumhydroxid, Carbonate eines Elementes der Gruppe 1A wie Natriumcarbonat, Natriumbicarbonat und Kaliumcarbonat und Carbonate eines Elementes der Gruppe 2A wie Calciumcarbonat und Magnesiumcarbonat. Unter diesen sind die Carbonate eines Elementes der Gruppe 1A wie Natriumcarbonat, Natriumbicarbonat und Kaliumcarbonat im Hinblick auf die Selektivität der Reaktion bevorzugt.

[0026] Wasser wird in einer Menge von 1 bis 100 Moläquivalenten pro Mol des Glycidylethers verwendet, wobei die Menge von 2 bis 10 Moläquivalenten angesichts der Selektivität der Reaktion und der Produktivität insbesondere bevorzugt ist.

[0027] Die oben beschriebene Hydrolyse unter Verwendung einer Säure oder eines Alkalis kann innerhalb eines Temperaturbereiches von 50 bis 250°C unter normalem Druck oder unter Druck durchgeführt werden. Angesichts der Reaktionsrate und der Stabilität der Verbindung wird die Hydrolyse bevorzugt bei 80 bis 200°C für 0,1 bis 30 Stunden durchgeführt.

[0028] Alternativ kann der Glycidylether z.B. entsprechend dem Verfahren (japanische offengelegte Patentanmeldung Hei 5-32578) unter Verwendung von Phosphorsäure oder Aktivlehm als saurer Katalysator und eines N,N-substituierten Amides als Lösungsmittel oder entsprechend dem Verfahren (japanische offengelegte Patentanmeldung Hei 7-53431) durchgeführt werden, bei dem die Hydrolyse in der Gegenwart eines tertiären Amins bewirkt wird. Bei dem zuletztgenannten Verfahren wird die Hydrolyse bei einer Temperatur von nicht mehr als 140°C im Hinblick auf die Stabilität durchgeführt. Es ist ebenfalls möglich, den Glycidylether durch einen Fettsäureester, Dioxolan oder dgl. zu hydrolysieren.

[0029] Diese Erfindung ist gekennzeichnet durch die Zersetzung der Organohalogen-Verbindung, die mit dem Glycidylether existiert, nach der Hydrolyse davon.

[0030] Bei der Zersetzung der Organohalogen-Verbindung nach der Hydrolyse wird die Reaktionsmischung bei 100 bis 230°C, bevorzugt 130 bis 200°C, mehr bevorzugt 150 bis 200°C in der Gegenwart eines Salzes erwärmt, das aus einer basischen Verbindung eines Elementes der Gruppe 1A oder 2A und einer sauren Verbindung gebildet ist, die Carbonsäure, Phosphorsäure oder Kohlensäure ist, mit anschließendem Rühren für 0,1 bis 100 Stunden.

[0031] Selbst bei dem Verfahren (japanische offengelegte Patentanmeldung Hei 7-53431), worin die Hydrolyse des Glycidylethers in der Gegenwart eines tertiären Amins bewirkt wird, kann die Organohalogen-Verbindung durch die Reaktion bei einer Temperatur von nicht weniger als 140°C zersetzt werden. Das resultierende quaternäre Ammoniumsalz, das in dem System gebildet ist, ist jedoch bei einer hohen Temperatur von nicht weniger als 140°C instabil und wird in dem System unter Bildung eines niedermolekularen Amins zersetzt, das der Grund für Geruch und Entfärbung wird.

[0032] Erläuternde Beispiele des Salzes, das bei der Zersetzung der Organohalogen-Verbindung verwendet wird, umfassen Salze die aus einer sauren Verbindung wie Carbonsäure, Phosphorsäure oder Kohlensäure mit einem Element der Gruppe 1A des Periodensystems wie Natrium oder Kalium oder einem Element der Gruppe 2 wie Magnesium oder Calcium gebildet ist. Unter diesen sind Salze aus einer C₁₋₂₂, insbesondere C₁₋₁₈ Carbonsäure und solche von Kohlensäure bevorzugt. Spezifische Beispiele der sauren Verbindung umfassen gesättigte oder ungesättigte C₁₋₂₂-Fettsäuren wie Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure, Octansäure, Laurinsäure und Oleinsäure, C₂₋₁₈-Dicarbonsäuren wie Succinsäure, Adipinsäure, Glutarsäure und Dodecandisäure, Oxy-carbonsäuren wie Milchsäure, Äpfelsäure und Zitronensäure, Kohlensäure und saures Carbonat. Unter diesen sind C₂₋₁₂-Fettsäuren und Dicarbonsäuren wie Essigsäure, Octansäure, Laurinsäure und Adipinsäure angesichts der Reaktivität, Kosten der Ausbeute bevorzugt. Insbesondere bevorzugt sind Essigsäure und Laurinsäure.

[0033] Demzufolge wird die Verbindung aus einem Ion eines Metallelementes der Gruppe 1A oder 2A und einer sauren Verbindung, die Carbonsäure, Phosphorsäure oder Kohlensäure ist, gebildet.

[0034] Das aus der obigen basischen Verbindung und der obigen sauren Verbindung gebildete Salz kann in der Form eines Salzes zugegeben werden, oder alternativ kann das Salz in dem Reaktionssystem durch Zugabe dieser gebildet werden.

[0035] Das Salz wird bevorzugt in einer Menge von 0,1 bis 50 mol, mehr bevorzugt 0,5 bis 10 mol, insbesondere 1 bis 5 mol pro Mol der Organohalogen-Verbindung, die in dem Glycidylether enthalten ist, verwendet. Hierin wird die Menge der Verbindung aus der Organohalogen-Verbindung, die in dem Glycidylether enthalten ist, durch Gaschromatographie bestimmt.

[0036] Der somit erhaltene Glycerylether kann durch bekannte Isolier- und Reinigungsverfahren wie z.B. Destillation, Waschen, Rekristallisierung, Säulenchromatographie isoliert und gereinigt werden.

Beispiele

[0037] Nachdem diese Erfindung allgemein beschrieben wurde, kann ein weiteres Verständnis durch Bezugnahme auf einige spezifische Beispiele erhalten werden, die nur zum Zwecke der Erläuterung angegeben werden und nicht beschränkend sein sollen, wenn nichts anderes angegeben ist.

Beispiel 1

[0038] Octanol (130 g) und 2,84 g eines Bortrifluorid-Ether-Komplexes wurden unter Rühren auf 0°C gekühlt. Bei einer Temperatur, die bei 0°C gehalten wurde, wurden 138,8 g Epichlorhydrin tropfenweise über eine Stunde zugegeben. Nach Vollendung der tropfenweisen Zugabe wurde ein überschüssiger Alkohol bei 100°C unter vermindertem Druck (13 bis 26 Pa) abdestilliert. Die Reaktionsmischung wurde auf 50°C gekühlt und unter Beibehaltung der Temperatur bei 50°C wurden 125 g einer 48%igen wäßrigen Natriumhydroxid-Lösung tropfenweise über eine Stunde zugegeben. Nach dreistündigem Rühren wurden 200 ml Wasser zu der Reaktionsmischung zur Verursachung einer Trennung gegeben. Die somit erhaltene Wasserschicht wurde entfernt und dann wurde der Rest zweimal mit 100 ml Wasser gewaschen, wodurch 208 g roher Octylglycidylether erhalten wurden.

[0039] In einem Autoklaven wurden 208 g des resultierenden rohen Octylglycidylethers, 104,8 g Wasser, 5,82 g Laurinsäure und 18,5 g Kaliumhydroxid gegeben. Die resultierende Mischung wurde 5 Stunden bei 140°C gerührt. Die Reaktionsmischung wurde bei 100°C unter vermindertem Druck (6,67 kPa) dehydratisiert, mit anschließender Zugabe von 9,7 g Laurinsäure und 2,72 g Kaliumhydroxid. Nach der Reaktion bei 160°C für 15 Stunden wurde die Reaktionsmischung durch Destillation unter vermindertem Druck (53 bis 67 Pa, 120 bis 123°C) gegeben, wodurch 110,2 g Monoctylglycerylether erhalten wurden. Als Ergebnis der GLC wurde festgestellt, daß das resultierende Produkt eine Reinheit von nicht weniger als 99% hatte und der Gehalt der Organochlor-Verbindungen war nicht größer als 100 ppm.

Beispiel 2

[0040] Zu einer Mischung aus 406 g Aceton und 10 g Bortrifluorid wurden 163 g n-Pentylglycidylether, erhalten auf ähnliche Weise wie bei Beispiel 1, tropfenweise über 2 Stunden unter Kühlen zugegeben, während die Temperatur bei 20 bis 30°C gehalten wurden. Nach einstündiger Reaktion wurde die Reaktionsmischung in eine große Menge einer verdünnten wäßrigen Lösung Natriumbicarbonat zur Neutralisierung gegossen. Diethylether wurde zugegeben und die resultierende Mischung gerührt. Die Reaktionsmischung konnte zur Verursachung einer Trennung stehen. Die somit getrennte Diethylether-Schicht wurde durch Zugabe von Natriumsulfat dehydratisiert. Von dem Rest wurde der Feststoff durch Filtration entfernt und dann wurde das Lösungsmittel vom Filtrat bei Raumtemperatur unter vermindertem Druck (133 Pa) abdestilliert. Zu 215 g 2,2-Dimethyl-4-pentylloxymethyl-1,3-dioxolan, das somit erhalten war, wurden 1000 ml Ethanol und 1000 ml 0,1 N Schwefelsäure gegeben. Unter Rühren wurde die resultierende Mischung auf 80°C erwärmt. Nach 10-stündiger Reaktion wurde die Reaktionsmischung auf Raumtemperatur gekühlt. Die somit erhaltene Lösung wurde zweimal mit 1000 ml Diethylether zum Extrahieren einer Ölschicht behandelt. Zu der extrahierten Ölschicht wurde eine wäßrige Natriumbicarbonat-Lösung gegeben und die verbleibende Säure wurde hierdurch neutralisiert. Nach Trennung und Entfernung der resultierenden Wasserschicht und Destillieren des Diethylethers wurden 20 g Natriumacetat zu dem Rest gegeben.

[0041] Die resultierende Mischung wurde auf 180°C erwärmt und 5 Stunden gerührt. Nach der Neutralisierung mit 16,8 g Natriumbicarbonat wurde die Reinigung durch Destillation unter vermindertem Druck (133 bis 266 Pa, 114 bis 115°C) bewirkt, wodurch 108,7 g Monopentylglycerylether erhalten wurden. Als Ergebnis der GLC wurde festgestellt, daß die resultierende Verbindung eine Reinheit von nicht weniger als 99% hatte und daß der Gehalt der Organochlor-Verbindungen nicht größer als 100 ppm war.

Vergleichsbeispiel 1

[0042] In einen Autoklaven wurden 200 g roher Octylglycidylether, erhalten auf ähnliche Weise wie bei Beispiel 1, 100 g Dimethylformamid und 65 g Wasser gegeben. Nach Zugabe von 5 g Aktivlehm wurde die resultierende Mischung bei 135°C 8 Stunden reagiert. Nach Vollendung der Reaktion wurde der Katalysator durch Filtration entfernt und das Wasser und das Lösungsmittel bei 100°C unter vermindertem Druck (2,7 kPa) abdestilliert. Der Rest wurde dann unter vermindertem Druck (53 bis 67 Pa, 120 bis 123°C) gereinigt, wodurch 95 g Monoctylglycerylether erhalten wurden. Als Ergebnis der GLC wurde festgestellt, daß die resultierende Verbindung eine Reinheit von 97% hatte und der Gehalt der Organochlor-Verbindung war 3%.

Möglichkeit der Anwendung in der Industrie

[0043] Erfindungsgemäß kann ein Glycerylether, der eine deutlich kleine Menge Organohalogen-Verbindungen enthält, erzeugt werden. Ein solcher Glycerylether kann für verschiedene Anwendungen wie Lösungsmittel, Kosmetika und Reinigungsmittel, Emulgatoren, Feuchtmittel, Feuchtigkeitsmittel und Ölmittel verwendet werden. Insbesondere kann er geeignet für Kosmetika und Körperreinigungsmittel verwendet werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung eines Glycerylethers, umfassend die Reaktion eines Alkohols mit einem α -Epihalohydrin in der Gegenwart eines sauren Katalysators, Durchführung einer Ringschlussreaktion mit der Reaktionsmischung, zum Umwandeln der Mischung in den entsprechenden Glycidylether und anschließendes Hydrolysieren des resultierenden Glycidylethers, worin die Reaktionsmischung nach der Hydrolyse in der Gegenwart eines Salzes, gebildet aus einer basischen Verbindung eines Elementes der Gruppe 1A oder 2A und einer sauren Verbindung, die Dicarbonsäure, Phosphorsäure oder Kohlensäure ist, bei 100 bis 230°C erwärmt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, worin die saure Verbindung eine C₂ bis C₁₂ Fettsäure ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, worin das Element der Gruppe 1A oder 2A Natrium, Kalium, Magnesium oder Calcium ist.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, worin das Salz, das aus der basischen Verbindung und der sauren Verbindung gebildet ist, in einer Menge von 0,5 bis 10 mol pro mol der Organohalogenverbindung, die in dem Glycidylether enthalten ist; verwendet wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, worin das Salz, das aus der basischen Verbindung und der sauren Verbindung gebildet ist, in einer Menge von 1 bis 5 mol pro mol der Organohalogenverbindung verwendet wird, die in dem Glycidylether enthalten ist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen