



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 07 C / 264 482 2

(22) 25.06.84

(44) 17.07.85

(71) VEB Arzneimittelwerk Dresden, 8122 Radebeul, Wilhelm-Pieck-Straße 35, DD

(72) Kirchner, Renate; König, Thomas, Dipl.-Chem.; Löwe, Edgar, Dipl.-Chem.; Mendow, Eberhard, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Rüger, Claus, Dr. sc. nat. Dipl.-Chem.; Schunke, Dieter, DD

(54) Verfahren zur Stabilisierung von Thioglykolsäure und Thioglykolsäurelösungen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Stabilisierung von Thioglykolsäure in beliebiger Konzentration, das sowohl in der chemischen als auch kosmetischen Industrie Anwendung finden kann. Das Ziel, eine über einen längeren Zeitraum lagerfähige Thioglykolsäure mit konstantem Gehalt bereitzustellen, wird erreicht, indem der Thioglykolsäure substituierte Phenole zugesetzt werden. Die Konzentration der zugesetzten substituierten Phenole beträgt 0,001 bis 5 Gew.-%.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Stabilisierung von Thioglykolsäure und Thioglykolsäurelösungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft die Stabilisierung von Thioglykolsäure in Form der reinen Säure und in Form von Lösungen gegen Alterungsprozesse. Die Erfindung wird in der chemischen und kosmetischen Industrie angewendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Thioglykolsäure wird nach einer destillativen Reinigung im allgemeinen mit Wasser auf einen Gehalt von 80 % eingestellt und kann so begrenzte Zeit gelagert, versandt bzw. zu Estern, Kaltwellpräparaten und anderen Verbindungen oder Kompositionen verarbeitet werden.

Thioglykolsäure unterliegt bekanntermaßen Alterungsprozessen, deren Reaktionsgeschwindigkeit sich mit zunehmender Konzentration erhöht und durch die Einwirkung von Licht, Sauerstoff und Schwermetallen beschleunigt wird. Dadurch wird der Gehalt der Thioglykolsäure in der Lösung herabgesetzt und die Qualität der Säure beeinträchtigt. Dies führt zu Ausbeute- und Qualitätsbeeinträchtigungen bei der Weiterverarbeitung, beispielsweise bei der Herstellung von Estern oder zinnorganischen Verbindungen, aber auch zu geruchlichen Belästigungen, insbesondere bei der Anwendung der Thio-

25 JUN 1984 *180453

glykolsäure in der Kosmetik als wirksamer Bestandteil von Kaltwellpräparaten.

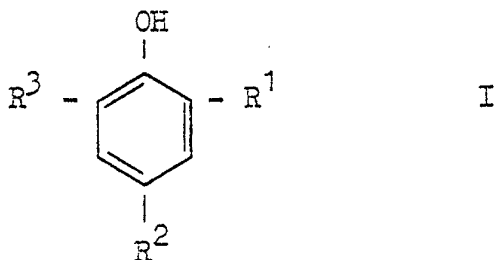
Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, eine Thioglykolsäure zu erhalten, die längere Zeit lagerfähig ist, ohne merkliche Alterungserscheinungen. Damit soll die Gebrauchswerteigenschaft der Säure gesteigert werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist, die Thioglykolsäure in einem allgemein anwendbaren, technisch einfachen und sicheren Verfahren so zu behandeln, daß deren Stabilisierung ohne Beeinträchtigung der Qualität und Ausbeute erfolgt.

Es wurde gefunden, daß die Aufgabe der Erfindung gelöst wird, indem der Thioglykolsäure substituierte Phenole der allgemeinen Formel



in der

R^1 bis R^3 = H, Alkyl (C_1 bis C_{10} , verzweigt oder unverzweigt, gegebenenfalls substituiert), vorzugsweise aber

R^1 = tert. Alkyl,

R^2 = CH_3 oder tert. Alkyl,

R^3 = H

bedeuten, zugesetzt werden.

Die substituierten Phenole werden in einer Konzentration von 0,001 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,01 bis 0,5 Gew.-% zu-

gesetzt und sind im angegebenen Anwendungsbereich in der Thioglykolsäure löslich.

Die erfindungsgemäßen Zusätze haben im gewählten Konzentrationsbereich keinen Einfluß auf die Thioglykolsäure und beeinflussen weder die Weiterverarbeitung noch die Verwendung.

Die zu stabilisierende Thioglykolsäure kann im Gehalt in den Grenzen von 5 bis 96 %, d. h. als mehr oder weniger konzentrierte wäßrige Lösung vorliegen.

Die substituierten Phenole der allgemeinen Formel I können der destillierten Thioglykolsäure zugesetzt werden. Es ist aber auch möglich, die substituierten Phenole der Thioglykolsäurelösung vor der Destillation zuzusetzen.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

Eine Probe destillierter Thioglykolsäure wird mit destilliertem Wasser auf 80 % eingestellt, mit 0,1 bzw. 0,01 Gew.-% an 2-tert. Butyl-4-methyl-phenol (A) versetzt und bei Raumtemperatur und Tageslicht aufbewahrt. Der Gehalt an Thioglykolsäure wird in verschiedenen Zeitabständen jodometrisch bestimmt und mit einer unbehandelten Parallelprobe verglichen.

Die Gehaltsveränderung der beiden Proben in Abhängigkeit von der Lagerzeit ist in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 2

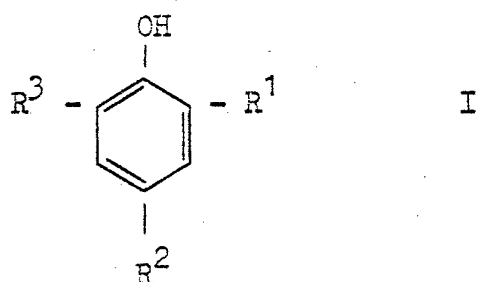
Eine weitere Probe destillierter Thioglykolsäure wird, wie im Beispiel 1 beschrieben, behandelt, jedoch mit 0,5 Gew.-% 2,4-Di(2,2-dimethylpropyl)-phenol (B). Die Gehaltsabnahme ist ebenfalls in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 3

Der zu destillierenden Thioglykolsäure werden 0,01 bzw. 0,1 Gew.-% 2-tert. Butyl-4-methyl-phenol (A) zugesetzt. Die Thioglykolsäure wird anschließend bei einem Druck von 1,3 kPa destilliert. Die so destillierte Thioglykolsäure wird anschließend, wie im Beispiel 1 beschrieben, auf 80 % eingestellt und gelagert. Die Gehaltsveränderung ist in Tabelle 1 dargestellt.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Stabilisierung von Thioglykolsäure und Thioglykolsäurelösungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Thioglykolsäure substituierte Phenole der allgemeinen Formel



in der

R^1 bis R^3 = H, Alkyl (C_1 bis C_{10} , verzweigt oder unverzweigt, gegebenenfalls substituiert), vorzugsweise aber

R^1 = tert. Alkyl,

R^2 = CH_3 oder tert. Alkyl,

R^3 = H

bedeuten, zugesetzt werden.

2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß die substituierten Phenole in einer Konzentration von 0,001 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,01 bis 0,5 Gew.-% zugesetzt werden.
3. Verfahren nach den Punkten 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Thioglykolsäure mit einem Gehalt von 5 bis 96 % eingesetzt wird.
4. Verfahren nach den Punkten 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die substituierten Phenole der destillierten Thioglykolsäure zusetzt.

5. Verfahren nach den Punkten 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die substituierten Phenole der Thioglykolsäurelösung vor der Destillation zusetzt.

Tabelle 1

Gehaltsabnahme von Thioglykolsäure (TGS) mit und ohne
Zusätzen bei der Lagerung

Produkt	$t_0 = 0$	$t_1 = 5$ Monate
TGS ohne Zusatz	80 %	78,0 %
TGS + 0,1 % A	80 %	80,0 %
TGS + 0,01 % A	80 %	79,4 %
TGS + 0,5 % B	80 %	79,3 %
TGS + 0,1 % A (gemäß Beispiel 3)	80 %	80,0 %
TGS + 0,01 % A (gemäß Beispiel 3)	80 %	79,3 %