



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101903336 B

(45) 授权公告日 2014. 06. 25

(21) 申请号 200880121606. 3

(22) 申请日 2008. 11. 14

(30) 优先权数据

102007055265. 5 2007. 11. 20 DE

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2010. 06. 18

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2008/009646 2008. 11. 14

(87) PCT国际申请的公布数据

W02009/065530 DE 2009. 05. 28

(73) 专利权人 科莱恩金融 (BVI) 有限公司

地址 英属维尔京群岛托尔托拉

(72) 发明人 P·克鲁格 F-X·舍尔

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 邓毅

(51) Int. Cl.

C07C 231/12 (2006. 01)

A61K 8/42 (2006. 01)

C07C 233/47 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 4828824 , 1989. 05. 09, 说明书第 1 栏第 67 行至第 7 栏第 17 行 .

US 5458881 A, 1995. 10. 17, 说明书第 2 栏第 29 行至第 7 栏第 9 行 .

CN 1120533 A, 1996. 04. 17, 说明书 9-13 页 .

CN 1332721 A, 2002. 01. 23, 说明书第 7 页第 18 行至第 62 页 .

审查员 马晓婧

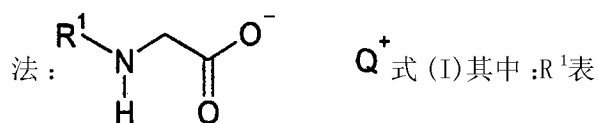
权利要求书 4 页 说明书 8 页

(54) 发明名称

酰基甘氨酸盐的制备方法

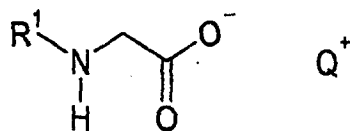
(57) 摘要

本发明涉及制备式 (I) 的酰基甘氨酸盐的方



示具有 6-30 个碳原子的线性或支化的饱和烷基,或是具有 6-30 个碳原子的线性或支化的、一重或多重不饱和烯酰基,以及 Q⁺是选自碱金属阳离子 Li⁺、Na⁺和 K⁺的阳离子,其特征在于,甘氨酸与脂肪酰氯 R¹Cl 在水中且在碱性碱金属化合物的存在下但在没有有机溶剂的情况下在 30-35℃ 下反应,其中 R¹具有在式 (I) 中规定的含义,阳离子 Q⁺选自 Li⁺、Na⁺和 K⁺,并且基于所使用的脂肪酰氯的总量计,含有具有 18 或更多个碳原子的酰基 R¹的脂肪酰氯 R¹Cl 的比例低于 2.0 重量%。

1. 制备式 (I) 的酰基甘氨酸盐的方法：



式 (I)

其特征在于, 甘氨酸与 C_{8-18} 椰油酰氯 R^1Cl 在水中且在碱性碱金属化合物的存在下但在没有有机溶剂的情况下在 $30-35^\circ\text{C}$ 下反应, 所述碱性碱金属化合物提供选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ 的阳离子 Q^+ , 并且含有具有 18 个碳原子的酰基 R^1 的 C_{8-18} 椰油酰氯 R^1Cl 的比例低于 2.0 重量%, 基于所使用的 C_{8-18} 椰油酰氯的总量计。

2. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, Q^+ 是选自碱金属阳离子 Na^+ 和 K^+ 的阳离子。

3. 根据权利要求 2 所述的方法, 其特征在于, Q^+ 是 Na^+ 。

4. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 所述碱性碱金属化合物提供选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子 Q^+ 。

5. 根据权利要求 4 所述的方法, 其特征在于, 所述碱性碱金属化合物提供是 Na^+ 的阳离子 Q^+ 。

6. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 作为碱性碱金属化合物使用碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 或 K^+ 或者它们的组合的碳酸盐或氢氧化物。

7. 根据权利要求 6 所述的方法, 其特征在于, 作为碱性碱金属化合物使用碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 或 K^+ 或者它们的组合的氢氧化物。

8. 根据权利要求 7 所述的方法, 其特征在于, 作为碱性碱金属化合物使用 NaOH 和 / 或 KOH 。

9. 根据权利要求 8 所述的方法, 其特征在于, 作为碱性碱金属化合物使用 NaOH 。

10. 根据权利要求 1-9 任一项所述的方法, 其特征在于, 该方法在 9-13 的 pH 值下进行。

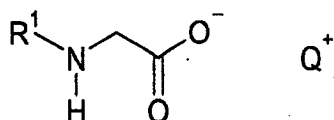
11. 根据权利要求 10 所述的方法, 其特征在于, 该方法在 12-13 的 pH 值下进行。

12. 根据权利要求 1-9 中任一项所述的方法, 其特征在于, 甘氨酸与 C_{8-18} 椰油酰氯 R^1Cl 的摩尔比为 1.1 : 1.0 至 1.0 : 1.0。

13. 根据权利要求 12 所述的方法, 其特征在于, 甘氨酸与 C_{8-18} 椰油酰氯 R^1Cl 的摩尔比为 1.05 : 1.0 至 1.0 : 1.0。

14. 组合物, 其含有

a) 21.0-28.0 重量%的一种或多种式 (I) 的酰基甘氨酸盐, 基于整个组合物计



式 (I)

其中

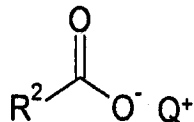
R^1 是 C_{8-18} 椰油酰基, 以及

Q^+ 是选自碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ 的阳离子

其中,含有具有 18 个碳原子的酰基 R^1 的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 2.0 重量%,基于式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总量计,

b) 高于或等于 1.0 重量%的一种或多种物质 Q^+Cl^- ,其中 Q^+ 具有式 (I) 的 Q^+ 的含义,基于整个组合物计,

c) 低于 2.0 重量%的一种或多种式 (II) 的脂肪酸盐,基于整个组合物计



式 (II)

其中

R^2CO 具有式 (I) 的 R^1 的含义,且

Q^+ 具有式 (I) 的 Q^+ 的含义,以及

d) 水

e) 但无有机溶剂。

15. 根据权利要求 14 所述的组合物,其特征在于, Q^+ 是选自碱金属阳离子 Na^+ 和 K^+ 的阳离子。

16. 根据权利要求 15 所述的组合物,其特征在于, Q^+ 是 Na^+ 。

17. 根据权利要求 14 所述的组合物,其特征在于,含有具有 18 个碳原子的酰基 R^1 的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 1.8 重量%,基于式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总量计。

18. 根据权利要求 14 所述的组合物,其特征在于,其含有 c) 高于 0.01 重量%且低于 2.0 重量%的一种或多种式 (II) 的脂肪酸盐,基于整个组合物计。

19. 根据权利要求 18 所述的组合物,其特征在于,其含有 c) 高于 0.1 重量%且低于 2.0 重量%的一种或多种式 (II) 的脂肪酸盐,基于整个组合物计。

20. 根据权利要求 19 所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 (a) 含有 23.0-27.0 重量%的一种或多种式 (I) 的酰基甘氨酸盐,基于整个组合物计。

21. 根据权利要求 19 所述的组合物,其特征在于, Q^+ 是选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子。

22. 根据权利要求 21 所述的组合物,其特征在于, Q^+ 是 Na^+ 。

23. 根据权利要求 14-19 任一项所述的组合物,其特征在于,含有具有 18 个碳原子的酰基 R^1 的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 1.8 重量%,基于式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总量计。

24. 根据权利要求 14-16 中任一项所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 a) 含有 21.0-28.0 重量%的具有 C_{8-18} -酰基的椰油酰基甘氨酸钠,基于整个组合物计,其中具有 C_{18} -酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 2.0 重量%,基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。

25. 根据权利要求 24 所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 a) 含有 23.0-27.0 重量%的具有 C_{8-18} -酰基的椰油酰基甘氨酸钠,基于整个组合物计。

26. 根据权利要求 24 所述的组合物,其特征在于,具有 C_{18} -酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 1.8 重量%,基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。

27. 根据权利要求 26 所述的组合物,其特征在于,具有 C_{18} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 1.0 重量%,基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。

28. 根据权利要求 14-16 中任一项所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 a) 含有 21.0-28.0 重量%的具有 C_{8-18} - 酰基的椰油酰基甘氨酸钠,基于整个组合物计,其中具有 C_8 - 和 C_{10} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总比例高于 5.0 重量%,具有 C_{12} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例为 50.0-72.0 重量%,且具有 C_{18} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 2.0 重量%,分别基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。

29. 根据权利要求 28 所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 a) 含有 23.0-27.0 重量%的具有 C_{8-18} - 酰基的椰油酰基甘氨酸钠,基于整个组合物计。

30. 根据权利要求 28 所述的组合物,其特征在于,具有 C_8 - 和 C_{10} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总比例为 10.0-14.0 重量%,基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。

31. 根据权利要求 28 所述的组合物,其特征在于,具有 C_{18} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 1.8 重量%,基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。

32. 根据权利要求 31 所述的组合物,其特征在于,具有 C_{18} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 1.0 重量%,基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。

33. 根据权利要求 14,17-19 中任一项所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 a) 含有 21.0-28.0 重量%的一种或多种式 (I) 的酰基甘氨酸盐,基于整个组合物计,其中 R^1 是具有 12 个碳原子的酰基,且 Q^+ 是选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ 的阳离子。

34. 根据权利要求 33 所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 a) 含有 23.0-27.0 重量%的一种或多种式 (I) 的酰基甘氨酸盐,基于整个组合物计。

35. 根据权利要求 33 所述的组合物,其特征在于, Q^+ 是选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子。

36. 根据权利要求 33 所述的组合物,其特征在于, Q^+ 是 Na^+ 。

37. 根据权利要求 14,17-19 中任一项所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 a) 含有总量为 21.0-28.0 重量%的一种或多种 R^1 是具有 12 个碳原子的酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐和另外一种或多种 R^1 是具有 14 个碳原子的酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐,基于整个组合物计, Q^+ 分别为选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ 的阳离子。

38. 根据权利要求 37 所述的组合物,其特征在于,该组合物作为组分 a) 含有总量为 23.0-27.0 重量%的一种或多种 R^1 是具有 12 个碳原子的酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐和另外一种或多种 R^1 是具有 14 个碳原子的酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐,基于整个组合物计。

39. 根据权利要求 37 所述的组合物,其特征在于, Q^+ 分别为选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子。

40. 根据权利要求 39 所述的组合物,其特征在于, Q^+ 是 Na^+ 。

41. 根据权利要求 14-19 中任一项所述的组合物,其特征在于,该组合物含有 1.0-8.0 重量%的 Q^+Cl^- ,基于整个组合物计。

42. 根据权利要求 41 所述的组合物,其特征在于,该组合物含有 2.0-7.0 重量%的 Q^+Cl^- ,基于整个组合物计。

43. 根据权利要求 42 所述的组合物,其特征在于,该组合物含有 4.0-6.0 重量%的 Q^+Cl^- ,基于整个组合物计。

44. 根据权利要求 14-19 中任一项所述的组合物,其特征在于,该组合物含有低于 1.8

重量%的式 (II) 的脂肪酸盐,基于整个组合物计。

45. 根据权利要求 44 所述的组合物,其特征在于,该组合物含有低于 1.5 重量%的式 (II) 的脂肪酸盐,基于整个组合物计。

46. 根据权利要求 45 所述的组合物,其特征在于,该组合物含有低于 1.0 重量%的式 (II) 的脂肪酸盐,基于整个组合物计。

47. 根据权利要求 14-19 中任一项所述的组合物,其特征在于,该组合物具有低于 5000mPa · s 的 35℃下的粘度。

48. 根据权利要求 47 所述的组合物,其特征在于,该组合物具有 400-2000mPa · s 的 35℃下的粘度。

49. 根据权利要求 48 所述的组合物,其特征在于,该组合物具有 500-1000mPa · s 的 35℃下的粘度。

50. 根据权利要求 14-49 中任一项所述的组合物用于制造化妆品制剂的用途。

51. 根据权利要求 14-49 中任一项所述的组合物作为化妆品制剂中的表面活性剂的用途。

酰基甘氨酸盐的制备方法

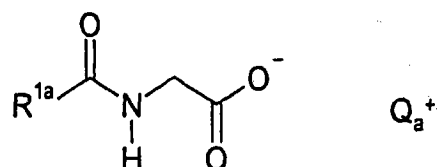
技术领域

[0001] 本发明涉及酰基甘氨酸盐的制备方法以及含有酰基甘氨酸盐的组合物。

背景技术

[0002] 式 (Ia) 的酰基甘氨酸盐是表面活性剂,其特别在亚洲在皮肤清洁产品中在用于面部清洁配方的化妆品中被认为有价值:

[0003]



[0004] 式 (Ia)

[0005] 其中

[0006] $\text{R}^{1a}-\text{C}(=\text{O})$ 是具有 6-30, 优选 8-22, 特别优选 8-18 个碳原子的线性或支化的饱和烷酰基,或是具有 6-30, 优选 8-22, 特别优选 12-18 碳原子的线性或支化的、一重或多重不饱和烯酰基,以及

[0007] Q_a^+ 是选自碱金属 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ , 碱土金属 Mg^{++} 、 Ca^{++} 的阳离子,但也是 Al^{+++} 和 / 或 NH_4^+ 、单烷基铵离子、二烷基铵离子、三烷基铵离子和 / 或四烷基铵离子,其中胺的烷基取代基可以彼此独立地是 $(\text{C}_1-\text{C}_{22})$ -烷基或 $(\text{C}_2-\text{C}_{10})$ -羟烷基。

[0008] 尤其适用于此的是椰油酰基甘氨酸钠和椰油酰基甘氨酸钾。

[0009] 表面活性剂,尤其椰油酰基甘氨酸钠和椰油酰基甘氨酸钾,在弱碱性溶液中以优异的方式发泡,并产生令人愉悦的、不油腻的皮肤感觉。

[0010] 然而,与相应的 N-甲基甘氨酸衍生物,所谓的肌氨酸盐相反,甘氨酸盐在制备过程中具有成问题的性能。如 JP8053693 中所述,酰基甘氨酸盐在水中不用其他溶剂仅能以刚刚超过 90% 的纯度获得,并且在 Schotten-Baumann 反应中形成了非常高粘性的反应溶液。通过该高粘度使得用于制备的脂肪酰氯的水解得到促进,该水解导致酰基甘氨酸盐的纯度降低。因此,JP 8053693 提出了在酰基甘氨酸盐的制备过程中添加醇,如丙醇、异丁醇或叔丁醇。

[0011] 然而,由于醇的气味该方式是不利的,为此,在酸化和相分离之后从该反应混合物中再次除去所述醇,所期望的烷酰基甘氨酸盐在中和之后大多以具有低盐含量的品质的形式获得。该方法是复杂的,并且产生了必需处理的含氯化钠的废水。

[0012] 因此,目的是提供制备酰基甘氨酸盐或含有酰基甘氨酸盐的组合物的方法,该方法不具有上述缺点或者至少减轻了这些缺点,且尤其具有这样的优点:所述方法可以在不使用有机溶剂的情况下进行并获得高纯度的酰基甘氨酸盐。该方法还使得直接制备具有高活性含量的酰基甘氨酸盐且具有低粘度的组合物成为可能。

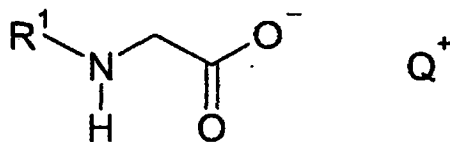
[0013] 令人惊奇地发现,该目的通过如下方式得以实现,如果通过如下方式制备酰基甘氨酸盐:使甘氨酸与脂肪酰氯在水中且在碱性碱金属化合物的存在下但不存在有机溶剂的

情况下反应,所述酰基甘氨酸盐的制备在 30-35℃ 的温度下进行,并且含有具有 18 或更多个碳原子的酰基的脂肪酰氯的比例低于 2.0 重量%,基于所使用的脂肪酰氯的总量计。

发明内容

[0014] 因此,本发明涉及制备式 (I) 的酰基甘氨酸盐的方法

[0015]



[0016] 式 (I)

[0017] 其中:

[0018] R^1 是具有 6-30, 优选 8-22 和特别优选 8-18 个碳原子的线性或支化的饱和烷酰基,或是具有 6-30, 优选 8-22 和特别优选 12-18 个碳原子的线性或支化的、一重或多重不饱和烯酰基,以及

[0019] Q^+ 是选自碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子,且特别优选是 Na^+ ,

[0020] 其中,甘氨酸与脂肪酰氯 R^1Cl 在水中且在碱性碱金属化合物的存在下但在没有有机溶剂的情况下在 30-35℃ 下反应,其中 R^1 具有在式 (I) 中规定的含义,所述碱性碱金属化合物提供了选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ , 特别优选是 Na^+ 的阳离子 Q^+ , 并且含有具有 18 或更多个碳原子的酰基 R^1 的脂肪酰氯 R^1Cl 的比例低于 2.0 重量%,基于所使用的脂肪酰氯的总量计。

[0021] 在本发明的范围内,式 (I) 中的线性或支化的饱和烷酰基 R^1 以及式 (I) 中的线性或支化的、一重或多重不饱和烯酰基 R^1 还一起被称为“酰基”。

[0022] 在根据本发明的方法中所使用的具有低比例的长链酰基的脂肪酰氯可以通过本领域技术人员已知的方法来获得,例如通过从常用的脂肪酰氯中蒸馏。

[0023] 作为碱性碱金属化合物优选使用碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 或 K^+ 或者它们的组合的碳酸盐或氢氧化物,优选氢氧化物。特别优选的是 NaOH 和 / 或 KOH , 尤其优选的是 NaOH 。

[0024] 根据本发明的方法优选在 9-13, 特别优选 12-13 的 pH 值下进行。

[0025] 此外,根据本发明的方法优选以使得甘氨酸和脂肪酰氯以等摩尔量使用的这种方式来进行。特别优选,以基于甘氨酸计略微不足量的量使用脂肪酰氯。甘氨酸与脂肪酰氯 R^1Cl 的摩尔比特别优选为 1.1 : 1.0 至 1.0 : 1.0, 极其优选为 1.05 : 1.0 至 1.0 : 1.0。

[0026] 在根据本发明方法的又一个优选具体实施方案中,使含有具有 8-18 个碳原子的酰基 R^1 的脂肪酰氯 R^1Cl 在碱性碱金属化合物的存在下反应,其中含有具有 18 个碳原子的酰基 R^1 的脂肪酰氯 R^1Cl 的比例低于 2.0 重量%,基于所使用的脂肪酰氯 R^1Cl 的重量计,所述碱性碱金属化合物提供了选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ , 特别优选是 Na^+ 的阳离子 Q^+ 。碱性碱金属化合物优选是碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 或 K^+ 或它们的组合的碳酸盐或氢氧化物,优选氢氧化物,特别优选是 NaOH 或 KOH , 且尤其优选是 NaOH 。

[0027] 在根据本发明方法的又一个优选的具体实施方案中,使含有低于 2.0 重量%的比例的具有 C_{18} -酰基的脂肪酰氯的 C_{8-18} -脂肪酰氯,优选椰油酰氯,在碱性碱金属化合物的存

在下反应,基于所使用的脂肪酰氯的总量计,所述碱性碱金属化合物提供了选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ , 特别优选是 Na^+ 的阳离子 Q^+ 。所述碱性碱金属化合物优选是碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 或 K^+ 或它们的组合的碳酸盐或氢氧化物, 优选氢氧化物, 特别优选是 NaOH 或 KOH , 特别优选是 NaOH 。

[0028] 在根据本发明的方法的特别优选的具体实施方案中,使具有 C_{8-18} -酰基的椰油酰氯在碱性碱金属化合物的存在下反应,其中具有 C_{18} -酰基的脂肪酰氯的比例低于 2.0 重量%且优选低于 1.0 重量%,基于所使用的椰油酰氯的总量计,所述碱性碱金属化合物提供了 Na^+ 阳离子。该碱性碱金属化合物优选是 Na_2CO_3 或 NaOH , 特别优选是 NaOH 。

[0029] 在根据本发明方法的特别优选的实施方案中,使具有 C_{8-18} -酰基的椰油酰氯在碱性碱金属化合物的存在下反应,其中具有 C_8 -和 C_{10} -酰基的脂肪酰氯的总比例高于 5.0 重量%, 优选为 10.0-14.0 重量%, 具有 C_{12} -酰基的脂肪酰氯的比例为 50.0-72.0 重量%, 且具有 C_{18} -酰基的脂肪酰氯的比例低于 2.0 重量%且优选低于 1.0 重量%, 分别基于所使用的椰油酰氯的总量计,所述碱性碱金属化合物提供 Na^+ 阳离子。该碱性碱金属化合物优选是 Na_2CO_3 或 NaOH , 特别优选是 NaOH 。

[0030] 在根据本发明方法的进一步优选的具体实施方案中,使脂肪酰氯 R^1Cl 在碱性碱金属化合物的存在下反应,其中 R^1 是具有 12 个碳原子的酰基的,所述碱性碱金属化合物提供选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ , 特别优选是 Na^+ 的阳离子 Q^+ 。该碱性碱金属化合物优选是碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 或 K^+ 或者它们的混合物的碳酸盐或氢氧化物, 优选氢氧化物, 特别优选是 NaOH 或 KOH , 尤其优选是 NaOH 。所述脂肪酰氯优选是月桂酰氯。

[0031] 在根据本发明方法的另一个优选的具体实施方案中,使 R^1 是具有 12 个碳原子的酰基的脂肪酰氯 R^1Cl 和 R^1 是具有 14 个碳原子的酰基的脂肪酰氯 R^1Cl 在碱性碱金属化合物的存在下反应,所述碱性碱金属化合物提供选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ , 特别优选是 Na^+ 的阳离子 Q^+ 。该碱性碱金属化合物优选是碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 或 K^+ 或者它们的组合的碳酸盐或氢氧化物, 优选氢氧化物, 特别优选是 NaOH 或 KOH , 尤其优选是 NaOH 。

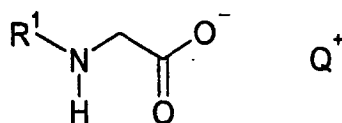
[0032] 根据本发明的方法优选如此进行:将甘氨酸在碱性碱金属化合物例如 NaOH 的存在下置于水中,并且在 30-35°C 下添加脂肪酰氯。在此,脂肪酰氯的添加优选在搅拌下缓慢进行。

[0033] 通过根据本发明的方法,可以制备具有具有低含量的副产物(例如脂肪酸盐)的、较高浓度的含盐甘氨酸盐溶液,该甘氨酸盐溶液具有低粘度并因此易于处理,而且还是成本有效的,因为不必进行分离步骤。而且,在此不需要有机反应溶剂,必须将所述有机反应溶剂再次分离并且必要时必须进行处理。

[0034] 因此,本发明还涉及组合物,其含有:

[0035] a) 21.0-28.0 重量%的一种或多种式 (I) 的酰基甘氨酸盐,基于整个组合物计

[0036]



[0037] 式 (I)

[0038] 其中

[0039] R^1 是具有 6-30, 优选 8-22 和特别优选 8-18 个碳原子的线性或支化的饱和烷酰基, 或是具有 6-30, 优选 8-22 和特别优选 12-18 个碳原子的线性或支化的、一重或多重不饱和烯酰基, 以及

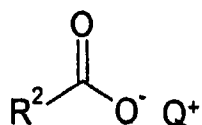
[0040] Q^+ 是选自碱金属阳离子 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子, 且特别优选是 Na^+ ,

[0041] 其中, 含有具有 18 或更多个碳原子的酰基 R^1 的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 2.0 重量%, 优选低于 1.8 重量%, 基于式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总量计,

[0042] b) 高于或等于 1.0 重量%的一种或多种物质 Q^+Cl^- , 其中 Q^+ 具有式 (I) 的 Q^+ 的含义, 基于整个组合物计,

[0043] c) 低于 2.0 重量%, 优选高于 0.01 重量%且低于 2.0 重量%, 特别优选高于 0.1 重量%且低于 2.0 重量%的一种或多种式 (II) 的脂肪酸盐, 基于整个组合物计

[0044]



[0045] 式 (II)

[0046] 其中

[0047] R^2CO 具有式 (I) 的 R^1 的含义, 且

[0048] Q^+ 具有式 (I) 的 Q^+ 的含义, 以及

[0049] d) 水

[0050] e) 但无有机溶剂。

[0051] Q^+Cl^- 还被表示为 QCl , 例如 Na^+Cl^- 表示为 $NaCl$ 。

[0052] 在式 (I) 和 (II) 的化合物以及在 Q^+Cl^- 中, Q^+ 选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ , 特别优选 Q^+ 是 Na^+ ,

[0053] 在本发明的一个优选的具体实施方案中, 根据本发明的组合物作为组分 (a) 含有 21.0-28.0 重量%, 优选 23.0-27.0 重量%的一种或多种式 (I) 的酰基甘氨酸盐, 基于整个组合物计, 其中 R^1 是具有 8-18 个碳原子的酰基, 且 Q^+ 是选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子, 且特别优选是 Na^+ , 且其中含有具有 18 个碳原子的酰基 R^1 的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 2.0 重量%, 优选低于 1.8 重量%, 基于式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总量计。

[0054] 特别优选的是含有椰油酰基甘氨酸钠的组合物, 其中椰油酰基部分具有仅少量的 C_{18} -酰基。

[0055] 在本发明的一个特别优选的具体实施方案中, 根据本发明的组合物作为组分 a) 含有 21.0-28.0 重量%, 优选 23.0-27.0 重量%的具有 C_{8-18} -酰基的椰油酰基甘氨酸钠, 基于整个组合物计, 其中具有 C_{18} -酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 2.0 重量%, 优选低于 1.8 重量%, 特别优选低于 1.0 重量%, 基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。在该具体实施方案中, Q^+Cl^- 中以及式 (II) 的脂肪酸盐中的 Q^+ 是 Na^+ 。

[0056] 在本发明的一个特别优选的具体实施方案中, 根据本发明的组合物作为组分 a) 含有 21.0-28.0 重量%, 优选 23.0-27.0 重量%的具有 C_{8-18} -酰基的椰油酰基甘氨酸钠, 基于整个组合物计, 其中具有 C_8 -和 C_{10} -酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总比例高于

5.0 重量%，优选为 10.0-14.0 重量%，具有 C_{12} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例为 50.0-72.0 重量%，且具有 C_{18} - 酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐的比例低于 2.0 重量%，优选低于 1.8 重量%，特别优选低于 1.0 重量%，分别基于椰油酰基甘氨酸钠的总量计。在该具体实施方案中， Q^+Cl^- 中以及式 (II) 的脂肪酸盐中的 Q^+ 是 Na^+ 。

[0057] 在本发明的一个极其优选的实施方案中，含有于根据本发明的组合物中的椰油酰基甘氨酸钠的纯度是 97% 或更高。该纯度以式 (II) 的脂肪酸盐和式 (I) 的酰基甘氨酸盐的总和为基准计。该纯度按照公式“椰油酰基甘氨酸钠的纯度 = [椰油酰基甘氨酸钠的量 : (椰油酰基甘氨酸钠的量 + 脂肪酸盐的量)]”来计算。

[0058] 在本发明的进一步优选的实施方案中，根据本发明的组合物作为组分 a) 含有 21.0-28.0 重量%，优选 23.0-27.0 重量%的一种或多种式 (I) 的酰基甘氨酸盐，基于整个组合物计，其中 R^1 是具有 12 个碳原子的酰基，且 Q^+ 是选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ ，优选选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子，且特别优选是 Na^+ 。进而，在式 (I) 的这些酰基甘氨酸盐中，优选的是酰基衍生自月桂酰氯的酰基甘氨酸盐。

[0059] 在本发明的另一个优选的具体实施方案中，根据本发明的组合物作为组分 a) 含有总量为 21.0-28.0 重量%，优选 23.0-27.0 重量%的一种或多种 R^1 是具有 12 个碳原子的酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐和另外一种或多种 R^1 是具有 14 个碳原子的酰基的式 (I) 的酰基甘氨酸盐，基于整个组合物计， Q^+ 分别为选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ ，优选选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子，且特别优选是 Na^+ 。

[0060] 根据本发明的组合物例如能够有利地用于化妆品应用。

[0061] 对于化妆品应用非常有利的是，根据本发明的组合物含有 1.0-8.0 重量%的量的 Q^+Cl^- ，使得可以不用在最终制剂中单独添加作为粘度调节剂的 Q^+Cl^- 。

[0062] 在本发明的另一个优选的具体实施方案中，根据本发明的组合物因此含有 1.0-8.0 重量%，优选 2.0-7.0 重量%和特别优选 4.0-6.0 重量%的 Q^+Cl^- ，基于整个组合物计。

[0063] 根据本发明的组合物的另一优点是它们含有仅少量的脂肪酸盐。

[0064] 在本发明的又一个优选的具体实施方案中，根据本发明的组合物因此含有低于 1.8 重量%，优选低于 1.5 重量%，特别优选低于 1.0 重量%的式 (II) 的脂肪酸盐，基于整个组合物计。在此，该下限优选在每种情况下高于 0.01 重量%，特别优选在每种情况下高于 0.1 重量%，基于整个组合物计。

[0065] 根据本发明的组合物是液体。

[0066] 根据本发明的组合物具有较低的粘度并因此易于处理也是非常有利的。

[0067] 在本发明的另一优选的具体实施方案中，根据本发明的组合物具有低于 5000mPa · s，优选 400-2000mPa · s 和特别优选 500-1000mPa · s 的 35°C 下的粘度。

[0068] 用于测定粘度的装置是 Thermo Haake 公司的转子流量计 (Viscotester 550)。所使用的芯轴为 MV-DIN(45.3 转 / 分钟)。

[0069] 根据本发明的组合物不含有有机溶剂，例如低级醇、二醇或其他溶剂。

[0070] 在本发明的一个特别优选的具体实施方案中，根据本发明的组合物由组分 a)、b)、c) 和 d) 组成。

[0071] 在本发明的又一个特别优选的具体实施方案中，根据本发明的组合物由组分 a)、

b)、c)、d) 和 $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COO}^-\text{Q}^+$ 组成, 其中 Q^+ 是选自 Li^+ 、 Na^+ 和 K^+ , 优选选自 Na^+ 和 K^+ 的阳离子, 且特别优选是 Na^+ 。在根据本发明的该组合中, 优选含有 0.01–1.0 重量%, 特别优选 0.05–0.5 重量%的化合物 $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COO}^-\text{Q}^+$, 基于整个根据本发明的组合物计。

[0072] 此外, 本发明还涉及通过根据本发明的方法制备根据本发明的组合物。

[0073] 根据本发明的组合物有利地适合于制备化妆品制剂。

[0074] 因此, 本发明还涉及根据本发明的组合物用于制备化妆品制剂的用途。特别有利的是, 可以使用如由根据本发明的方法所获得的那样的根据本发明的组合物, 即不用进一步后处理或纯化。

[0075] 此外, 根据本发明的组合物有利地适合作为化妆品制剂中的表面活性剂。

[0076] 因此, 本发明还涉及根据本发明的组合物作为化妆品中的表面活性剂的用途。在此, 还可以直接使用如由根据本发明的方法所获得的那样的根据本发明的组合物。

[0077] 以下实施例和应用应当更详细地解释本发明, 而并非将本发明限制于此。所有百分比数据是按重量百分比 (重量%)。

[0078] 椰油酰氯 (A): 具有降低的 C_{16} 和 C_{18} 比例的椰油部分 (Cocosschnitt)

[0079] 所使用的椰油酰氯的规格:

[0080] C_8/C_{10} : 10.0–14.0%

[0081] C_{12} : 60.0–62.0%

[0082] C_{14} : 19.0–24.0%

[0083] C_{16} : 3.0–10.0%

[0084] C_{18} : $\leq 2.0\%$

[0085] 实施例 1

[0086] 在搅拌下将 37.8g (0.504mol) 甘氨酸溶于 276g 软化水中, 用氢氧化钠溶液 (33%) 将 pH 值 (现状条件) 调节至 12–13。随后, 在搅拌下加热至 30–35°C, 通过冷却反应混合物在 30–35°C 下在 6 小时内计量加入 106.4g (0.478mol) 椰油酰氯 (A)。通过同时计量加入氢氧化钠溶液 (33%) 将 pH 值保持在 12–13。接近椰油酰氯的计量添加结束时, 使 pH 值降低至 9.5–10.5。为了使反应进行完全, 在 pH 9.5–10.5 下搅拌另外 2 小时。

[0087] 所得产物具有以下性能: 液态, 乳白色, 干燥残留物 (1 小时, 140°C): 31.0%, 甘氨酸盐 (HPLC): 0.6%, 脂肪酸盐 (HPLC): 0.6%, 粘度 (35°C): 756mPa · s, NaCl (滴定): 5.3%, 活性成分含量: 24.5%。

[0088] 根据本发明的组合物中的酰基甘氨酸盐的重量计算通过式“酰基甘氨酸盐的重量 = 干燥残留物 – 脂肪酸盐 – 甘氨酸盐 – Q^+Cl^- ”来进行。在本发明范围内, 该值称作“活性成分含量”。

[0089] 对比例 2: 较高的反应温度

[0090] 在搅拌下将 37.8g (0.504mol) 的甘氨酸溶于 276g 的软化水中, 用氢氧化钠溶液 (33%) 将 pH 值 (现状条件) 调节至 12–13。随后, 在搅拌下加热至 45–50°C, 在 45–50°C 下在 6 小时内计量加入 106.4g (0.478mol) 椰油酰氯 (A)。通过同时计量加入氢氧化钠溶液 (33%) 将 pH 值保持在 12–13。在大约 1/6 的椰油酰氯剂量之后, 停止添加该批料, 因为整个批料的氢氧化钠溶液 (33%) 的计算量已经被消耗。

[0091] 该批料具有两个相 (脂肪酸盐)。升高的温度主要导致椰油酰氯的水解。

[0092] 对比例 3 :较低的反应温度

[0093] 在搅拌下将 37.8g(0.504mol) 甘氨酸溶于 276g 软化水中,用氢氧化钠溶液(33%)将 pH 值(现状条件)调节至 12-13。随后,在搅拌下加热至 25-30℃,在冷却反应混合物的同时在 25-30℃下在 6 小时内计量加入 106.4g(0.478mol) 椰油酰氯(A)。通过同时计量加入氢氧化钠溶液(33%)将 pH 值保持在 12-13。接近椰油酰氯的计量添加结束时,使 pH 值降低至 9.5-10.5。为了使反应进行完全,在 pH 9.5-10.5 下搅拌另外 2 小时。

[0094] 所得产物具有以下性能:液态,浑浊,干燥残留物(1 小时,140℃):30.9%,甘氨酸盐(HPLC):1.3%,脂肪酸盐(HPLC):2.4%,粘度:未测定,NaCl(滴定):5.3%,活性成分含量:21.9%。

[0095] 实施例 4 :较高的甘氨酸过量

[0096] 在搅拌下将 37.8g(0.504mol) 甘氨酸溶于 250g 软化水中,用氢氧化钠溶液(33%)将 pH 值(现状条件)调节至 12-13。随后,在搅拌下加热至 30-35℃,在冷却反应混合物的同时在 30-35℃下在 6 小时内计量加入 95.2g(0.428mol) 椰油酰氯(A)。通过同时计量加入氢氧化钠溶液(33%)将 pH 值保持在 12-13。接近椰油酰氯的计量添加结束时,使 pH 值降低至 9.5-10.5。为了使反应进行完全,在 pH 9.5-10.5 下搅拌另外 2 小时。

[0097] 所得产物具有以下性能:液态,乳白色,干燥残留物(1 小时,140℃):31.3%,甘氨酸盐(HPLC):1.3%,脂肪酸盐(HPLC):0.2%,粘度(35℃):980mPa·s, NaCl(滴定):5.1%,活性成分含量:24.7%。

[0098] 实施例 5 :更高的浓度

[0099] 在搅拌下将 37.8g(0.504mol) 甘氨酸溶于 246g 软化水中,用氢氧化钠溶液(33%)将 pH 值(现状条件)调节至 12-13。随后,在搅拌下加热至 30-35℃,在冷却反应混合物的同时在 30-35℃下在 6 小时内计量加入 106.4g(0.478mol) 椰油酰氯(A)。通过同时计量加入氢氧化钠溶液(33%)将 pH 值保持在 12-13。接近椰油酰氯的计量添加结束时,使 pH 值降低至 9.5-10.5。为了使反应进行完全,在 pH 9.5-10.5 下搅拌另外 2 小时。

[0100] 所得产物具有以下性能:液态,乳白色,干燥残留物(1 小时,140℃):32.7%,甘氨酸盐(HPLC):0.8%,脂肪酸盐(HPLC):1.3%,粘度(35℃):4500mPa·s, NaCl(滴定):5.6%,活性成分含量:25.0%。

[0101] 对比例 6 :在 2- 丙醇 / 水中的无盐制备

[0102] 在搅拌下将 94.5g(1.26mol) 的甘氨酸溶于 400g 的软化水和 276g 的 2- 丙醇中,用氢氧化钠溶液(33%)将 pH 值(现状条件)调节至 12-13。随后,在冷却反应混合物的同时在搅拌下在 25-27℃下在 6 小时内计量加入 283.9g(1.24mol) 椰油酰氯(A)。通过同时计量加入氢氧化钠溶液(33%)将 pH 值保持在 12-13。为了使反应进行完全,在 pH12-13 下搅拌另外 2 小时。用浓盐酸将所得产物调节至 pH 1。在关掉搅拌器之后,立即开始相分离。分离出水相,用氢氧化钠溶液(3%)将有机相调节至 pH 4.6。在添加 740g 水之后,用氢氧化钠溶液(33%)调节至 pH 7.0。随后,在减压(约 140-160 毫巴)和 55℃下蒸馏掉 2- 丙醇 / 水,直到产物中的 2- 丙醇含量低于 1%。借助水和氢氧化钠溶液,调节出 30%的固含量和 10.0 的 pH 值。

[0103] 该产物具有以下性能:液态,透明,干燥残留物(1 小时,140℃):30.3%,甘氨酸盐(HPLC):< 0.1%,脂肪酸盐(HPLC):1.0%,2- 丙醇(GC):< 0.1%,氯化物(滴定):

0.35%，粘度：未测定，NaC 1（滴定）：0.6%，活性成分含量：28.7%。

[0104] 对比例 7：具有增加的 $C_{16/18}$ 比例的椰油部分，氢化

[0105] 所使用的椰油酰氯 (B) 的分布：

[0106] C_{12} ：55.6%

[0107] C_{14} ：23.0%

[0108] C_{16} ：11.1%

[0109] C_{18} 饱和：10.3%

[0110] 在搅拌下将 36.0g (0.480mol) 的甘氨酸溶于 280g 的软化水中，用氢氧化钠溶液 (33%) 将 pH 值（现状条件）调节至 12-13。随后，在搅拌下加热至 30-35℃，在冷却反应混合物的同时在 30-35℃ 下在 6 小时内计量加入 109.6g (0.456mol) 椰油酰氯 (B)。通过同时计量加入氢氧化钠溶液 (33%) 将 pH 值保持在 12-13。在椰油酰氯的计量添加的过程中，该批料变得越来越粘稠，直到不能再搅拌。通过添加 110g 水并随后将反应温度升高至 40℃，该批料保持尚可搅拌。在接近椰油酰氯剂量添加结束时，使 pH 值降至 9.5-10.5。为了使反应进行完全，在 pH 9.5-10.5 下搅拌另外 2 小时。

[0111] 所得产物具有以下性能：液态，浑浊，干燥残留物 (1 小时, 140℃)：25.8%，甘氨酸盐 (HPLC)：0.8%，脂肪酸盐 (HPLC)：1.2%，粘度：未测定，NaCl（滴定）：4.1%，活性成分含量：19.7%。

[0112] 上述实施例证明，具有 > 22.0%，优选 > 23.0% 和特别优选 > 24.0% 的活性成分含量的高浓度的甘氨酸碱金属盐溶液可以通过使用 C_{18} 含量低的椰油脂肪酸部分并在水中在 30-35℃ 下在不用其他溶剂的情况下反应而获得（实施例 1、实施例 4、实施例 5）。在实施例 1 中，可以达到 97.6% 的酰基甘氨酸盐的甘氨酸盐溶液纯度，基于脂肪酸盐和酰基甘氨酸盐的总和计。与此相反，较高的反应温度（对比例 2）导致了大大增加的脂肪酸盐含量。较低的反应温度（对比例 3）同样地导致了不期望的高比例的脂肪酸盐。使用富含 $C_{16/18}$ 的脂肪酰氯（对比例 7），获得了不期望的低活性成分含量。