

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4303516号  
(P4303516)

(45) 発行日 平成21年7月29日(2009.7.29)

(24) 登録日 平成21年5月1日(2009.5.1)

(51) Int.Cl.		F I
<b>CO8G 65/30</b>	<b>(2006.01)</b>	CO8G 65/30
<b>CO7C 41/46</b>	<b>(2006.01)</b>	CO7C 41/46
<b>CO7C 43/11</b>	<b>(2006.01)</b>	CO7C 43/11
<b>CO7C 303/08</b>	<b>(2006.01)</b>	CO7C 303/08
<b>CO7C 305/10</b>	<b>(2006.01)</b>	CO7C 305/10

請求項の数 8 (全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-123050 (P2003-123050)  
 (22) 出願日 平成15年4月28日(2003.4.28)  
 (65) 公開番号 特開2004-323760 (P2004-323760A)  
 (43) 公開日 平成16年11月18日(2004.11.18)  
 審査請求日 平成17年12月21日(2005.12.21)

(73) 特許権者 000002288  
 三洋化成工業株式会社  
 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1

(72) 発明者 未永 えりか  
 京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会社内

(72) 発明者 永井 邦夫  
 京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会社内

審査官 井津 健太郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルキレンオキサイド付加物の処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

活性水素原子含有基を1分子中に1~8個有する化合物に炭素数2~12のアルキレンオキサイドを付加して得られるアルキレンオキサイド付加物の重量に基づいて水が0.1~30重量%、5以下のpKaを有するプロトン酸(Z)およびヒドロキシルアミン塩(B)の存在下で前記アルキレンオキサイド付加物を攪拌処理することを特徴とするアルキレンオキサイド付加物の処理方法。

【請求項2】

(Z)の量が、アルキレンオキサイド付加物の重量に基づいて0.01~3重量%である請求項1記載の処理方法。

【請求項3】

(Z)が3以下のpKaを有するプロトン酸である請求項1または2記載の処理方法。

【請求項4】

(B)の量が、アルキレンオキサイド付加物の重量に基づいて0.1~3重量%である請求項1~3のいずれか記載の処理方法。

【請求項5】

アルキレンオキサイド付加物が、付加触媒としてルイス酸(塩)、過八口ゲン酸(塩)、硫酸(塩)、リン酸(塩)および硝酸(塩)からなる群から選ばれる1種以上を使用する工程を含む製造方法で得られたアルキレンオキサイド付加物であり、該アルキレンオキサイド付加物に(Z)を添加することを特徴とする請求項1~4のいずれか記載の処理方

法。

【請求項 6】

30 ~ 120 で攪拌処理することを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか記載の処理方法。

【請求項 7】

活性水素原子含有基を 1 分子中に 1 ~ 8 個有する化合物に炭素数 2 ~ 12 のアルキレンオキサイドを付加して得られるアルキレンオキサイド付加物の重量に基づいて水が 0.1 ~ 30 重量%、5 以下の pKa を有するプロトン酸 (Z) およびヒドロキシルアミン塩 (B) の存在下で前記アルキレンオキサイド付加物を攪拌処理した後、更に中和及び脱水することを特徴とするアルキレンオキサイド付加物の精製処理方法。

10

【請求項 8】

中和がアルカリ性化合物による中和であり、脱水が水分 0.2 重量%まで脱水を行う脱水であり、その後ろ過することを特徴とする請求項 7 記載の精製処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はアルキレンオキサイド付加物の精製処理方法、処理により得られる精製アルキレンオキサイド付加物、さらにアニオン化して得られるアニオン性界面活性剤並びにこれらを含む洗浄剤組成物に関する。

【0002】

20

【従来の技術】

従来からアルキレンオキサイド付加物の精製処理方法としては、主に低沸点不純物の蒸留除去、不純物の吸着除去及び還元剤の添加 (非特許文献 - 1 参照) などの方法が知られている。

【0003】

【非特許文献 - 1】

NaBH<sub>4</sub> 技術資料 [株式会社モートン・インターナショナル] PSJ5 (407200) の第 3 頁

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

30

しかしながら、これらの方法によって得られたアルキレンオキサイド付加物は不快な臭気がするとともに、さらにアニオン化する工程で着色し易いという問題がある。特に酸触媒によりアルキレンオキサイド付加反応を行ったものをアニオン化の際に著しい着色が見られた。

【0005】

本発明者は、上記の課題を解決すべく鋭意検討した結果、アルキレンオキサイド付加物をある一定量の水の存在下に、pKa が 5 以下の酸およびヒドロキシルアミン塩で処理することにより、臭気が少なくアニオン化の際に着色しにくい精製アルキレンオキサイド付加物が得られることを見出し、本発明に到達した。

【0006】

40

すなわち本発明は、活性水素原子含有基を 1 分子中に 1 ~ 8 個有する化合物に炭素数 2 ~ 12 のアルキレンオキサイドを付加して得られるアルキレンオキサイド付加物の重量に基づいて水が 0.1 ~ 30 重量%、5 以下の pKa を有するプロトン酸 (Z) およびヒドロキシルアミン塩 (B) の存在下で前記アルキレンオキサイド付加物を攪拌処理することを特徴とするアルキレンオキサイド付加物の処理方法である。

【0007】

【発明の実施と形態】

本発明においてアルキレンオキサイド付加物 (以下において、AOA と略記する) の精製処理の際に共存する水は、AOA の重量に基づいて通常 0.1 ~ 30 重量%、好ましくは 0.5 ~ 15% (以下において、特に限定しない限り % は重量% を表す。)、さらに好ま

50

しくは2～10%である。水分量が0.1%未満で処理して得られた精製AOAを使用したアニオン化物は着色し易くなる。また30%を超えると、処理後の水の蒸留除去に時間がかかるため経済的に不利である。

#### 【0008】

本発明において使用できる5以下のpKaを有するプロトン酸(Z)において、pKaは酸の解離定数(Ka)の逆数の対数値であり、ここでは、無限希釈水溶液における25の値を言い、 $-\log Ka$ に等しい。pKaの値は、改訂4版「化学便覧」基礎編II(日本化学会編：平成5年発行)のII-317頁およびII-322頁に記載されている。

(Z)としては以下のものが挙げられる。

(Z1)無機酸；塩酸(pKa=-8.0)、硫酸(pKa=1.86)、リン酸(pKa=2.15)、アミド硫酸(pKa=0.99)、ホスフィン酸(pKa=1.23)、ホスホン酸(pKa=1.50)、二リン酸(pKa=2.20)、など]、

(Z2)有機酸；1価～多価(2～6)価カルボン酸[酢酸(pKa=4.56)、蔞酸(pKa=1.04)、クエン酸(pKa=2.90)、マレイン酸(pKa=1.75)、リンゴ酸(pKa=3.24)、乳酸(pKa=3.66)、コハク酸(pKa=4.00)など]、

およびアミノ酸[アスパラギン酸(pKa=1.93)、ヒスチジン(pKa=1.7)、グルタミン酸(pKa=2.18)、サルコシン(pKa=2.15)、など]。

(Z)は、これらの2種以上の併用であってもよい。これらのうちで好ましいのは3以下のpKaを有するプロトン酸であり、さらに好ましいのは2.5以下のpKaを有するプロトン酸である。pKaが3以下のプロトン酸であると、さらに臭気的良好になる傾向がある。

(Z)の好ましい使用量は、AOAの重量に基づいて0.01～3%、さらに好ましくは0.1～2%である。

(Z)の量が0.01%以上であれば、得られる精製AOAを使用したアニオン化物は着色しにくく、また(Z)の量が3%未満であれば、低臭なアニオン化物が得られるという観点から好ましい。

#### 【0009】

なお、AOAの製造工程におけるアルキレンオキサイド付加反応工程において、付加触媒としては、通常、後述のアルカリ性触媒および/または酸性触媒が使用される。

AOA中にアルカリ性触媒が残存する場合は、上記(Z)を添加する前にアルカリ性触媒を中和しておくことが必要であり、中和剤としては、(Z)と同様の酸、又はその他の無機酸(例えば、リン酸二ナトリウム、ケイ酸、二酸化炭素など)およびその他の有機酸が使用できる。中和後の酸価は通常0～0.2mg KOH/g、好ましくは0～0.1mg KOH/gである。

また、AOA中に酸性触媒が残存する場合は、上記(Z)を添加する前に酸性触媒を中和しない方法と中和する方法が挙げられる。これらのうち、低臭気・低着色効果の観点から好ましいのは中和しない方法である。なお中和剤としては、アルカリ金属およびアルカリ土類金属の水酸化物(たとえば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウムなど)が挙げられる。中和後の酸価は通常0～0.2mg KOH/g、好ましくは0～0.1mg KOH/gである。

また、AOA中に残存する酸性触媒が(Z)である場合は、新たに(Z)を添加しなくてもよいが、本発明の低臭気・低着色効果をより大きくするためには新たに(Z)を添加することが好ましい。この場合の新たに添加する(Z)の好ましい添加量はAOAの重量に基づいて0.01～3%、さらに好ましくは0.1～2%である。

#### 【0010】

本発明において使用できるヒドロキシルアミン塩(B)としては、ヒドロキシルアミンと酸が1当量ずつ作用して形成された塩であれば特に限定されない。

塩を形成する酸としては上記の(Z)と同様のものが挙げられ、これらのうちで(Z1)が好ましい。

10

20

30

40

50

(B)の具体例としては、硫酸ヒドロキシルアミン、塩酸ヒドロキシルアミン、リン酸ヒドロキシルアミンおよび硝酸ヒドロキシルアミンなどが挙げられ、これらの2種以上の併用であってもよい。

(B)の使用量は、A O Aの重量に基づいて好ましくは0.1~3%、さらに好ましくは0.2~1%である。

(B)の量が0.1%以上であれば、得られる精製A O Aを使用したアニオン化物は着色しにくく、また(B)の量が3%未満であれば、低臭なアニオン化物が得られるという観点から好ましい。

#### 【0011】

本発明の処理方法において、仕込み方法としては特に限定されないが、固体の添加剤は、均一に溶解分散させやすく着色防止効果がより発揮できるという観点から、水溶液状にして仕込むのが好ましい。通常、(B)は固体であり、共存させる水の一部または全量で予め水溶液にして仕込むのが好ましい。

仕込みの順序は、通常は、A O A中にその他の添加物を添加するが、水、(Z)および(B)の添加の順序は特に限定されない。好ましいのはA O A中に、(Z)を仕込んだ後、水に溶解した(B)を仕込む方法などがあげられる。

#### 【0012】

なお、本発明において、(Z)と(B)の添加方法には、(Z)と(B)をそれぞれ別に添加する方法以外に、

1 ヒドロキシルアミンと、該ヒドロキシルアミンの当量よりも過剰当量の(Z)をそれぞれ添加して、系内で(B)を調製し、過剰の(Z)を残存させる方法、並びに

2 ヒドロキシルアミンと該ヒドロキシルアミンの当量よりも過剰当量の(Z)を予め混合して、(B)と過剰の(Z)との混合物を調製し、該混合物を添加する方法、も含まれる。

1 および 2 の場合の(Z)の好ましい過剰量は上述した(Z)の好ましい量に相当する量である。

#### 【0013】

処理温度は好ましくは30~120、さらに好ましくは60~90である。処理の際、攪拌することが好ましく、好ましい攪拌速度は容器の大きさにより異なるが、好ましくは5~1,000rpm、さらに好ましくは20~500rpmである。また、処理時間は、処理温度、容器の大きさおよび攪拌速度により異なるが、例えば60のとき1~4時間、90のときは30分~2時間が好ましい。また、気相部は空気でも窒素でもよく、大気圧でも、加圧または減圧下でもよい。

処理の終点は、硫酸による着色試験を行って決定することができる。着色試験は、試料2gを採取し、試料の水酸基に対して当量の濃硫酸を加えて混合し、さらにメタノール(試薬特級)5gを加えて希釈して分光光度計(島津製作所製「UV-1200」)で380nmの吸光度を測定し、吸光度が0.03以下になった時点を終点とすることができる。

処理終了後、通常は、残存する酸性成分をアルカリ性化合物(例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどの水溶液)で中和(終点の酸価=0.005~0.5mg KOH/g)し、その後、水分が0.2%以下となるまで加熱して脱水を行い、系内に析出した中和塩や残存するヒドロキシルアミン塩をろ過除去して精製A O Aを得る。

#### 【0014】

本発明において、上記の精製処理をされるA O Aとしては、後述のアルキレンオキサイド付加反応を行った後の未処理のA O A、または本発明の精製処理方法以外の処理を行ったA O Aのいずれでもよい。

#### 【0015】

本発明における精製処理方法が適用できるA O Aを製造するためのアルキレンオキサイド付加反応は、活性水素原子含有基を1分子中に1~8個有する化合物に炭素数2~12のアルキレンオキサイド(以下において、A Oと略記する)を付加する反応であり、活性

10

20

30

40

50

水素原子含有基には、水酸基、カルボキシル基、アミノ基、チオール基および酸アミド基が含まれる。

活性水素原子含有基を有する化合物の具体的な例としては、次の 1 ~ 6 が挙げられ、これらの 1 種または 2 種以上の混合物である。

【0016】

1 水

2 アルコール類 [ 1 価アルコール ( 炭素数 1 ~ 30 の直鎖、分岐、飽和、不飽和、脂環式、芳香族から選ばれるアルコール、例えばメタノール、エタノール、n または iso - プロパノール、2 - エチルヘキサノール、n - オクタノール、デシルアルコール、ドデシルアルコール、トリデシルアルコール、テトラデシルアルコール、ペンタデシルアルコール、オクタデシルアルコール、オレイルアルコールなど )、2 価アルコール ( エチレングリコール、プロピレングリコール、ネオペンチルアルコールなど )、3 価アルコール ( グリセリン、トリメチロールプロパンなど )、4 価アルコール ( ペンタエリスリトール、ソルピタンなど )、5 価アルコール ( ジペンタエリスリトール、ブドウ糖、果糖など )、6 価 ~ 8 価のアルコールなど、

3 カルボン酸類 [ 1 価カルボン酸 ( 酢酸、プロピオン酸、酪酸、オクタン酸、ラウリン酸、オレイン酸、リノール酸など )、2 価カルボン酸 ( リノール酸の 2 量化物、マレイン酸、イタコン酸など )、3 価カルボン酸 ( リノール酸の 3 量化物など )、4 価カルボン酸 ( イタコン酸、マレイン酸などの 2 量化物など )、5 価カルボン酸 ( アクリル酸の 5 量体など ) など ]、

4 アミン類 [ 1 価アミン ( ジエチルアミン、ジオレイルアミンなど )、2 価アミン ( メチルアミン、エチルアミン、プロピルアミン、n - ブチルアミンなど )、3 価アミン ( N - メチルアミノエチルアミンなど )、4 価アミン ( エチレンジアミン、プロピレンジアミンなど )、5 価アミン ( ジエチレントリアミン、ジプロピレントリアミンなど ) など ]

5 チオール類 [ 上記 1 の 1 ~ 5 価アルコールとチオ尿素との反応により得られる 1 ~ 5 官能のチオール、エピクロルヒドリン又はエピクロルヒドリンの 2 ~ 5 量体と水酸化ナトリウムとの反応により得られる 1 ~ 5 官能のチオールなど ]、

6 酸アミド類 [ オレイン酸アミド、不飽和モノカルボン酸アミドの 2 ~ 5 量体 ( モノカルボン酸アミドとしてはアクリルアミド、メタクリルアミドなど ) ]、

【0017】

活性水素原子含有基を有する化合物のうち、好ましくは、誘導体の製造のしやすさから 1 ~ 5 の化合物、さらに 1 および 2 であり、特に炭素数 2 ~ 24 の 2 が好ましい。活性水素の数は通常 1 ~ 8、好ましくは 1 ~ 3、さらに好ましくは 1 または 2 である。

最も好ましいのは、炭素数 8 ~ 24 の 1 価アルコールおよび炭素数 2 ~ 8 の 2 もしくは 3 価の多価アルコールである。

【0018】

本発明において活性水素原子含有基を有する化合物に付加できる AO としては、( 1 ) 炭素数 2 ~ 12 の AO [ 例えば、エチレンオキサイド ( 以下 EO と略記 )、1, 2 - プロピレンオキサイド ( 以下 PO と略記 )、1, 3 - プロピレンオキサイド、イソブチレンオキサイド、1, 2 - ブチレンオキサイド、2, 3 - ブチレンオキサイド、1, 3 - ブチレンオキサイド、トリメチルエチレンオキサイド、テトラメチルエチレンオキサイド、シクロヘキセンオキサイド、オキセタン、テトラヒドロフラン、テトラヒドロピラン、1, 2 - ペンテンオキサイド、1, 2 - ヘキセンオキサイドなど ]、

( 2 ) 炭素数 7 ~ 20 の - オレフィンオキサイド [ 1, 2 - オクテンオキサイド、1, 2 - ドデセンオキサイドなど ]、

( 3 ) 芳香族炭化水素基置換アルキレンオキサイド [ スチレンオキサイド、-メチルスチレンオキサイド、1, 1 - ジフェニルエチレンオキサイドなど ]、

( 4 ) 不飽和脂肪族炭化水素基置換アルキレンオキサイド ( ブタジエンモノオキサイド、

10

20

30

40

50

ビニルシクロヘキセンモノオキサイドなど)など、が含まれる。

【0019】

これらのうち好ましいものは(1)、特に炭素数2~4のAOであり、2種以上を併用する場合は、ランダム付加、ブロック付加およびこれらの併用でもよい。

【0020】

本発明におけるAOAのAOの付加モル数は、好ましくは1~4, 000、さらに好ましくは1~200、特に好ましくは1~10であり、AOAの数平均分子量は、通常70~200, 000、好ましくは100~10, 000である。なお、数平均分子量はGPCによるポリエチレングリコールを標準とした測定値である。

AOAの具体例としては、n-ブタノール(EO)20モル付加物、2-エチルヘキサノール(EO)3モル付加物、ドデシルアルコール(EO)2モル付加物、ドデシルアルコール(EO)2モル(PO)1モルランダム付加物、ステアリルアルコール(EO)4モル付加物、エチレングリコール(EO)30モル付加物、プロピレングリコール(EO)5モル(PO)30モル付加物、ペンタエリスリトール(EO)8モル付加物、グリセリン(PO)50モル付加物などが挙げられる。

【0021】

本発明におけるAOAは、活性水素原子含有基を有する化合物に触媒の存在下もしくは非存在下にAOを付加反応させることにより得ることができる。

反応条件としては、活性水素原子含有基を有する化合物に、触媒、および必要により溶媒を仕込み、窒素置換を行った後、 $-0.8 \sim 5 \text{ kgf/cm}^2 \text{ G}$ で、80~200でAOを導入し、所定量のAOを圧入後、80~200で反応系内の圧力が平衡になるまで熟成を行う方法などが挙げられる。

【0022】

触媒としては、アルカリ性触媒[アルカリ金属およびアルカリ土類金属の水酸化物、たとえば、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化セシウム、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウムなど、好ましくは水酸化カリウム、水酸化セシウム]、酸性触媒[ルイス酸触媒(四塩化スズ、五塩化アンチモン、三塩化鉄、三フッ化ホウ素など)、過ハロゲン酸もしくはその塩、硫酸もしくはその酸性塩、リン酸もしくはその酸性塩および硝酸もしくはその酸性塩など]が挙げられる。

塩を形成する場合の金属は、特に限定されるものではないが、アルカリ金属以外のものが好ましく、2価または3価の金属(Mg、Ca、Sr、Ba、Zn、Co、Ni、Cu、Al)であり、より好ましくは、Mg、Zn、Ca、Sr、Ba、Alであり、特に好ましくは、Mg、Zn、Al)が好ましい。

過ハロゲン酸(塩)のハロゲンとしては塩素、臭素、沃素が挙げられ、塩素が好ましい。これらの触媒のうち、好ましくはルイス酸(塩)、過ハロゲン酸(塩)、硫酸(塩)、リン酸(塩)および硝酸(塩)からなる群から選ばれる1種以上を含む触媒である。

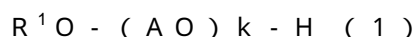
また、AOの付加反応に複数の工程(ブロック付加など)がある場合は、最初の工程で使用した触媒と後の工程で使用する触媒は、異なってもよいし、同じでもよい。

【0023】

触媒の使用量としては、反応速度と経済性の点から、仕上がりの合計100重量部当たり、0.001~1重量部が好ましい。さらに好ましくは0.003~0.8重量部、特に好ましくは0.005~0.5重量部である。

【0024】

本発明におけるAOAのうち、好ましいものは下記一般式(1)で示される脂肪族系アルコールAOA(以下において、Qと略記する)である。(本明細書中、脂肪族系アルコールとは、脂肪族アルコールと脂環式アルコールの両者を含むものとする。)



式中、 $R^1$ は炭素数8~24の脂肪族炭化水素基または炭素数8~24の脂環式炭化水素基；Aは炭素数2~12の1種以上のアルキレン基；kは平均が1~50となる0または1以上の整数。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 2 5 】

一般式 ( 1 ) において、 $R^1$ は、炭素数が 8 ~ 2 4 の脂肪族炭化水素基 ( アルキル基、アルケニル基、アルカジエニル基など ) または脂環式炭化水素基 ( シクロアルキル基、多環炭化水素基など ) を表す。また、 $R^1$ は、直鎖状でも分岐状でも両者の混合物でもよく、天然アルコールの残基でも合成アルコール ( チーグラールアルコール、オキソアルコール ) の残基でもよく、1 級アルコールの残基でも 2 級アルコールの残基でもよく、好ましくは 1 級アルコールである。また、これら 2 種以上の基の混合物であってもよい。

## 【 0 0 2 6 】

$R^1$ の具体例としては、アルキル基としてはオクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、オクタデシル、ノナデシル、エイコシル、ドコシル、テトラコシル、2 - エチルヘキシル、2 - エチルオクチル、2 - エチルデシル基などが挙げられる。アルケニル基としてはオクテニル、デセニル、ウンデセニル、ドデセニル、トリデセニル、テトラデセニル、2 - エチルデセニル、ペンタデセニル、ヘキサデセニル、ヘプタデセニル、オクタデセニル、ノナデセニルオレイル、ガドレイル基などが挙げられる。アルカジエニル基としてはリノレイル基などが挙げられる。シクロアルキル基としてはエチルシクロヘキシル、プロピルシクロヘキシル、オクチルシクロヘキシル、ノニルシクロヘキシル基などが挙げられる。多環炭化水素基としてはアダマンチル基などが挙げられる。

## 【 0 0 2 7 】

一般式 ( 1 ) 中、A は炭素数 2 ~ 1 2、好ましくは 2 ~ 8、さらに好ましくは 2 ~ 4、特に好ましくは炭素数 2 または 3 のアルキレン基を表し、( A O ) の部分は炭素数 2 以上の A O の付加により形成される。このような A O としては、前述の A O が挙げられる。好ましくは E O および / または P O である。一般式 ( 1 ) 中、k は A O の付加モル数に相当し、平均が 1 ~ 5 0 となる整数である。

## 【 0 0 2 8 】

前記脂肪族系アルコールは、 $R^1$  残基を与えるものであり、炭素数が通常 8 ~ 2 4 ( 好ましくは 1 2 ~ 1 8 ) のアルコールであり、天然アルコールでも合成アルコール ( チーグラールアルコール、オキソアルコールなど ) でもよい。具体例としては、オクチルアルコール、ノニルアルコール、デシルアルコール、ウンデシルアルコール、ドデシルアルコール、トリデシルアルコール、テトラデシルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オクタデシルアルコール、ノナデシルアルコールなどの飽和脂肪族アルコール ; オクテニルアルコール、デセニルアルコール、ドデセニルアルコール、トリデセニルアルコール、ペンタデセニルアルコール、オレイルアルコール、ガドレイルアルコール、リノレイルアルコールなどの不飽和脂肪族アルコール ; エチルシクロヘキシルアルコール、プロピルシクロヘキシルアルコール、オクチルシクロヘキシルアルコール、ノニルシクロヘキシルアルコール、アダマンチルアルコールなどの脂環式アルコールが挙げられ、これらの 1 種または 2 種以上が使用出来る。これら脂肪族系アルコールは 1 級または 2 級が好ましく、さらに 1 級が好ましい。また、アルキル基部分は直鎖状でも分岐状でもよい。特に好ましくはドデシルアルコール、トリデシルアルコール、テトラデシルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オクタデシルアルコールである。

## 【 0 0 2 9 】

( Q ) としては、工程が煩雑にならないように、脂肪族系アルコールと A O から直接製造されたものであることが好ましい。ここで、「直接製造された」とは、上記付加物が、精留などにより未反応アルコールや付加モル数の異なるものを分別する操作なしで、直接得られたものであることを意味する。但し、分別を目的としないで簡単な操作で未反応 A O や低沸点物をストリッピングしたものは直接製造されたものに含まれる。

## 【 0 0 3 0 】

本発明における、精製 A O A のアニオン化物は、本発明の精製処理方法で処理されて得られた精製 A O A をさらにアニオン化したものである。

アニオン化には、硫酸エステル ( 塩 ) 化、カルボキシエーテル ( 塩 ) 化、リン酸エステル

10

20

30

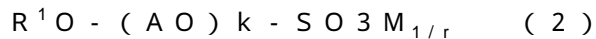
40

50

(塩)化およびスルホコハク酸エステル(塩)化が含まれる。

【0031】

アニオン化が硫酸エステル(塩)化である場合、生成する硫酸エステル(塩)は下記一般式(2)で表される化合物であることが好ましく、さらに好ましくはAOAが前述の(Q)である場合である。



式中、 $R^1$ 、Aおよびkは一般式(1)におけると同じであり、Mで表されるr価のカチオンとしては、アルカリ金属(例えばナトリウム、カリウム、リチウム)、アルカリ土類金属(例えばカルシウム、マグネシウム、バリウム)、有機アミンカチオン(脂肪族アミン、脂環式アミン、複素環アミンもしくはアルカノールアミン又はこれらのAO付加物等)および第4級アンモニウムカチオン(アルキル基の炭素数が1~18のテトラアルキルアンモニウムカチオン、シクロアルキル基の炭素数が4~12およびアルキル基の炭素数が1~6のシクロアルキルジアルキルアンモニウムカチオン、ヒドロキシアルキル基の炭素数2~8およびアルキル基の炭素数が1~6のトリヒドロキシアルキルアルキルアンモニウムカチオンなど)が挙げられる。

Mのうち好ましくは、アルカリ金属、有機アミンカチオンおよび第4級アンモニウムカチオンであり、さらに好ましくは、ナトリウム、カリウム、脂肪族および脂環式アミンもしくはそのAO付加物、並びに第4級アンモニウムカチオンである。

【0032】

本発明における硫酸エステル(塩)は、本発明の精製AOAを硫酸化し、必要により水酸化ナトリウムなどのアルカリを用いて中和することによって得られる。中和度は通常95~110モル%であり、中和物のpH(硫酸エステル塩の5%水溶液)は、好ましくは5~9である。

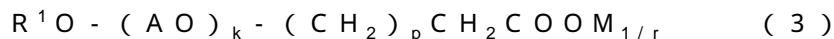
硫酸化の方法としては、例えば(i)クロロスルホン酸を用いる方法、(ii)サルファンを用いる方法、(iii)スルファミン酸を用いる方法、(iv)硫酸を用いる方法が挙げられる。(ii)のサルファンについては、乾燥窒素等で希釈して用いる。

反応温度は、(i)(ii)の場合は、通常0~70、好ましくは10~50である。(iii)(iv)の場合は、通常50~150、好ましくは60~130である。

反応形態は、(i)~(iv)いずれの場合についても、連続反応およびバッチ式反応の両方が可能である。

【0033】

アニオン化がエーテルカルボン酸(塩)化である場合、生成するエーテルカルボン酸(塩)は下記一般式(3)で表される化合物であることが好ましく、さらに好ましくはAOAが前述の(Q)である場合である。



[式中、 $R^1$ 、Aおよびkは一般式(1)におけると同じであり、pは0または1~5の整数、Mおよびrは一般式(2)におけると同じである。]

【0034】

精製AOAからエーテルカルボン酸(塩)を得る方法としては精製AOAを、例えば、モノクロル酢酸ナトリウム等のモノハロゲン化低級カルボン酸塩と苛性アルカリおよび必要により溶媒の存在下、脱塩反応する方法が挙げられる。

具体的には、例えば精製AOAとハロゲン化低級カルボン酸塩のモル比1.0:0.95~1.0:1.50、反応温度は通常30~100、好ましくは40~70で、トルエンなど溶剤を用い苛性アルカリを徐々に加えながら窒素雰囲気中で行うことができる。次いで、水洗、分離などの精製工程を経て精製AOAのエーテルカルボン酸(塩)を得る。その後、水を加えて精製AOAのエーテルカルボン酸(塩)の水溶液を得る。

【0035】

アニオン化がリン酸エステル(塩)化である場合、リン酸モノエステル(塩)、リン酸ジエステル(塩)、ポリリン酸のエステル(塩)などが含まれるが、下記一般式(4)で表

10

20

30

40

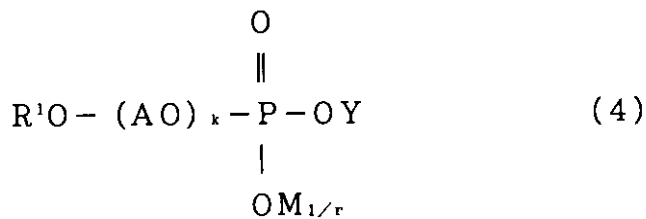
50



される化合物であることが好ましく、さらに好ましくはA O Aが前述の(Q)である場合である。

【0036】

【化1】



10

【0037】

式中、R<sup>1</sup>、Aおよびkは一般式(1)におけると同じであり、Mおよびrは一般式(2)におけると同じである。YはM<sub>1/r</sub>またはR<sup>2</sup>O - (A' O)<sub>k'</sub>-基を表す。R<sup>2</sup>(A' O)<sub>k'</sub>-基の場合がリン酸ジエステル(塩)に相当するが、用途に応じていずれであってもよい。

用途が界面活性剤の場合は、界面活性の点から、モノエステル(塩)とジエステル(塩)の合計に基づくモノエステル(塩)の含量は、このましくは60%以上が好ましく、70~99%のものがさらに好ましい。

20

M<sub>1/r</sub>としては、中和に用いる塩基の種類により異なるが、水素およびカチオン性対イオンが挙げられる。カチオン性対イオンとしては、前述のものが挙げられる。

【0038】

また、式(4)において、R<sup>2</sup>O - (A' O)<sub>k'</sub>-基におけるR<sup>2</sup>-基の例としては、前述のR<sup>1</sup>-基の他に、メチル、エチル、イソプロピル、ヘキセニル、シクロヘキシル基などの炭素数1~7の炭化水素基が挙げられ、A'としては前述のAと同様のものが挙げられるが、R<sup>2</sup>O - (A' O)<sub>k'</sub>-基はR<sup>1</sup>O - (AO)<sub>k</sub>-基と同じ基であることが好ましい。

【0039】

精製A O Aからリン酸エステル(塩)を得る方法としては、精製A O Aと、リン酸、ポリリン酸、無水リン酸、オキシ塩化リン等のリン酸化剤との反応によりリン酸化し、アルカリ金属の水酸化物、アミン等で中和する方法などが挙げられる。リン酸化はリン酸エステル化と同じであり、モノエステル、ジエステルなどが生成する。

30

【0040】

精製A O Aと無水リン酸の反応の例としては、反応温度は通常30~150、好ましくは60~130で、窒素雰囲気中で行い、(Q)のリン酸ジエステルを得て、次いで、反応に用いた無水リン酸と等モルの水を加えて加水分解し、リン酸モノエステルを得る方法が挙げられる。反応時間は反応温度によって異なるが、通常1~10時間、好ましくは2~5時間である。

【0041】

40

精製A O Aと無水リン酸の反応当量比は、リン酸モノエステルを主成分として得る場合は、好ましくは2.0:1.15~2.0:0.85、さらに好ましくは2.0:1.05~2.0:0.95であり、リン酸ジエステルを主成分として得る場合は、好ましくは1.0:0.4~1.0:0.6、さらに好ましくは1.0:0.45~1.0:0.55である。

その後、NaOH、KOHなどのアルカリ金属の水酸化物；Ba(OH)<sub>2</sub>などのアルカリ土類金属の水酸化物；メチルアミン、ブチルアミン、トリメチルアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどの、炭素数1~10のモノ、ジ、トリのアルキルおよび/またはアルカノールアミン、並びにアンモニアなどのアミン類；などの水溶液を用いて中和し、目的のリン酸化物を得る。中和度は随時選択

50

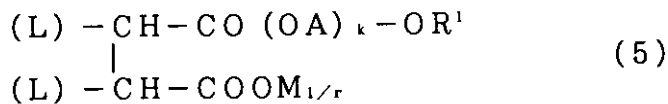
出来るが、好ましくは10%水溶液のpHが4~9となるような中和度である。

【0042】

アニオン化が、精製AOAをさらに(無水)マレイン酸もしくはフマル酸とのエステル化物とした後に行われるスルホコハク酸エステル塩化である場合、製造されたスルホコハク酸エステル(塩)は、下記一般式(5)で表される化合物であることが好ましく、さらに好ましくはAOAが前述の(Q)である場合である。

【0043】

【化2】



10

【0044】

式中、R<sup>1</sup>、Aおよびkは一般式(1)におけると同じであり、Lの一方は-SO<sub>3</sub>M<sub>1/r</sub>で、他方は水素原子、Mおよびrは一般式(2)におけると同じである。

【0045】

上記一般式(5)において、R<sup>1</sup>O-(AO)<sub>k</sub>-基は、アルコールAOAの残基である。Lを形成するSO<sub>3</sub>M<sub>1/r</sub>基は、例えば、アルコールAOAと無水マレイン酸とを反応させたエステル化物をスルホン化することにより導入されるスルホン酸塩基である。M<sub>1/r</sub>としては、用いるスルホン化剤の種類により異なるが、水素およびカチオン性対イオンが挙げられる。カチオン性対イオンとしては、例えば、前述のものが挙げられる。

20

【0046】

本発明におけるスルホコハク酸エステル(塩)は、公知の方法で製造することができる。一般式(5)においてM<sub>1/r</sub>が水素原子または/およびカチオン性対イオンを示す場合は、例えば、アルコールAOAと無水マレイン酸とを無触媒、非水系で40~150で反応させ、ハーフエステルを製造し、さらに、亜硫酸塩を40~100で反応させることで得られる。また、一般式(5)においてM<sub>1/r</sub>がR<sup>1</sup>O-(AO)<sub>k</sub>-基の場合は、上述のハーフエステルに、さらに酸触媒(p-トルエンスルホン酸、硫酸)などの存在下でアルコールのAOAを80~150で脱水しながら反応させてジエステル化物を製造し、得られたジエステル化物に酸性亜硫酸塩を60~140で2~15時間反応させることにより得られる。

30

【0047】

本発明の精製AOAおよびアニオン化物は、臭気が少なく、また着色が少ない。特にアニオン化物は着色が少ない。従って、界面活性剤としての使用に好適である。

【0048】

本発明の精製AOAまたはそれをアニオン化して生成するアニオン性界面活性剤は、単独で洗浄剤として用いてもよいが、これらの併用をしてもよい。さらに必要により、本発明の効果を妨げない量の本発明以外のアニオン性界面活性剤、本発明の精製アルキレンオキサイド付加物以外のノニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤から選ばれる1種以上の界面活性剤を配合して洗浄剤組成物とすることができる。また、洗浄剤組成物のpHは特に限定されないが、人体に対する安全性の面から中性~弱酸性(例えば、pH4~9)が好ましい。

40

洗浄剤組成物中の界面活性剤有効成分(固形分換算)の配合割合は、本発明のアニオン性界面活性剤が、好ましくは3~60%であり、さらに好ましくは5~50%である。本発明以外のアニオン性界面活性剤を用いる場合、本発明のアニオン性界面活性剤との合計量に基づいて、好ましくは60%以下、さらに好ましくは50%以下であり、かつアニオン性界面活性剤の合計の配合割合が上記範囲内であることが好ましい。また、本発明の精製AOAからなるノニオン性界面活性剤は、洗浄剤組成物中に好ましくは60%以下であり

50

、さらに好ましくは1～30%である。本発明以外のノニオン性界面活性剤を用いる場合、本発明のノニオン性界面活性剤との合計量に対して、好ましくは60%以下、さらに好ましくは50%以下である。カチオン性界面活性剤は、洗浄剤組成物中に好ましくは5%以下であり、さらに好ましくは0.05～3%である。両性界面活性剤は、洗浄剤組成物中に好ましくは50%以下であり、さらに好ましくは1～30%である。

#### 【0049】

具体的には、本発明以外のその他のアニオン性界面活性剤としては、炭素数8～24の炭化水素系硫酸エステル塩[ラウリル硫酸ナトリウム]、炭素数8～24の炭化水素系スルホン酸塩[ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等]及び炭素数8～24の炭化水素系リン酸エステル塩[ラウリルリン酸ナトリウム]、脂肪酸塩[ラウリン酸ナトリウム、ラウリン酸トリエタノールアミン等]、アシル化アミノ酸塩[ヤシ油脂肪酸メチルタウリンナトリウム、ヤシ油脂肪酸サルコシンナトリウム、ヤシ油脂肪酸サルコシントリエタノールアミン、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸トリエタノールアミン、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-グルタミン酸ナトリウム、ラウロイルメチル-L-アラニンナトリウム等]等が挙げられる。

10

#### 【0050】

本発明の精製AOA以外のノニオン性界面活性剤としては、多価(2価～10価またはそれ以上)アルコール脂肪酸(炭素数8～24)エステル[モノステアリン酸グリセリン、モノステアリン酸エチレングリコール、モノラウリン酸ソルピタン等]、脂肪酸アルカノールアミド[1:1型ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、1:1型ラウリン酸ジエタノールアミド等]、およびアルキル(炭素数8～24)ジアルキル(炭素数1～6)アミノオキシド[ラウリルジメチルアミノオキシド等]等が挙げられる。

20

#### 【0051】

カチオン性界面活性剤としては、第4級アンモニウム塩型[塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、エチル硫酸ラノリン脂肪酸アミノプロピルエチルジメチルアンモニウム等]、アミン塩型[ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド乳酸塩、ジラウリルアミン塩酸塩、オレイルアミン乳酸塩等]等が挙げられる。両性界面活性剤としては、ベタイン型両性界面活性剤[ヤシ油脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ラウリルヒドロキシスルホベタイン、ラウロイルアミドエチルヒドロキシエチルカルボキシメチルベタインヒドロキシプロピルリン酸ナトリウム等]、アミノ酸型両性界面活性剤[γ-ラウリルアミノプロピオン酸ナトリウム等]が挙げられる。これらの1種または2種以上が使用出来る。

30

#### 【0052】

また、本発明の洗浄剤組成物には、従来から公知の添加剤を1種以上配合して使用することができる。このようなものとしては、保湿剤としてグリセリン、ピロリドンカルボン酸ナトリウムなど；コンディショニング剤として使用する高分子化合物として、重量平均分子量500～500万の範囲のカチオン化セルロース、カチオン化グアーガム、ポリアクリル酸ナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース、タンパク質誘導体など；シリコンとして、ジメチルポリシロキサン、ジメチルポリシロキサンのメチル基の一部に各種の有機基を導入した変性シリコン、環状ジメチルシロキサンなど；キレート剤として、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、1-ヒドロキシエタン-1、1-ジホスホン酸ナトリウムなど；低級アルコール類として、エタノール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコールなどの炭素数2～6のアルコール類；香料、着色剤、防腐剤、紫外線吸収剤、水などが挙げられる。

40

#### 【0053】

本発明の洗浄剤組成物の形態は、液体、ペースト、固体、粉末など特に限定されないが、液体およびペーストが使いやすく好ましい。

例えば、液体およびペースト状のシャンプー用組成物の場合、本発明のアニオン性界面活

50

性剤が好ましくは5～30%、本発明のアニオン性界面活性剤を含む界面活性剤の合計量が好ましくは5～50%、さらに好ましくは、10～30%；高分子化合物、シリコン、香料、着色剤、防腐剤および紫外線吸収剤が好ましくは各々0～5%、保湿剤、キレート剤および低級アルコール類が好ましくは各々0～10%、これらの界面活性剤以外の添加剤の合計が好ましくは0～30%、さらに好ましくは1～25%；水が好ましくは35～95%用いられる。

#### 【0054】

本発明の洗浄剤組成物の用途も特に限定されないが、例えば、ボディシャンプー、洗顔料などの皮膚洗浄剤；シャンプーなどの毛髪洗浄剤；食器用洗剤、衣料用洗剤などの家庭用洗剤として用いられる。

10

#### 【0055】

本発明の精製AOAおよびアニオン性界面活性剤は、洗浄剤の他に、化粧品用基剤（頭髪用化粧品、メイクアップ化粧品、スキンケア化粧品）、乳化剤（乳化重合用乳化剤、金属加工用乳化剤、農薬用乳化剤、化粧品用乳化剤）、分散剤（製紙用分散剤、無機粒子用分散剤、コート紙用分散剤、懸濁重合用分散剤）、浸透剤（製紙用助剤など）、湿潤剤、可溶化剤などの各種の用途にも使用できる。

#### 【0056】

##### 【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。特に記載のない限り、部は重量部、%は重量%を示す。

20

#### 【0057】

##### 実施例1

攪拌機および温度調節機の付いたステンレス製オートクレーブに、ラウリルアルコール186部（1モル）、過塩素酸アルミニウム0.11部を投入し、混合系内の気相を窒素で置換した後、減圧下（20mmHg）、120にて1時間脱水を行った。次いでEO88部（2モル）を100にて、ゲージ圧が1～3kgf/cm<sup>2</sup>となるように導入した。EOの付加重合に要した時間は10時間であった。80まで冷却し、AOAを得た。上記AOAに、リン酸1.3部、さらに水25部に硫酸ヒドロキシルアミン0.8部を溶解させた溶液25.8部を添加し、75～85で2時間攪拌した。次いで30%水酸化ナトリウム水溶液を加え、攪拌し、中和（終点の酸価=0.1mgKOH/g）を行った。その後、水分が0.2%以下となるまで、減圧下（20mmHg）で100にて約2時間脱水を行った。系内に析出した無機塩や残存する硫酸ヒドロキシルアミンをろ過除去して精製AOA-1を得た。

30

精製AOA-1を、攪拌、温度調節機能および滴下ロートの付いたガラス容器に移し、温度を20に保ちながら、クロルスルホン酸120部（1.03モル）を徐々に滴下した。同温度で2時間脱塩酸を行った後、水酸化ナトリウム41.2部（1.03モル）を水1,110部に溶解した水溶液で硫酸化物を中和（終点pH=6.5）し有効成分25%を含有するアニオン界面活性剤（C1）を得た。

#### 【0058】

##### 実施例2

実施例1と同様のオートクレーブに、ラウリルアルコール186部（1モル）、過塩素酸マグネシウム0.32部および水酸化マグネシウム0.03部を投入し、混合系内の気相を窒素で置換した後、減圧下（20mmHg）、120にて1時間脱水を行った。次いでEO88部（2モル）を100にて、ゲージ圧が1～3kgf/cm<sup>2</sup>となるように導入した。EOの付加重合に要した時間は10時間であった。得られた反応物中の触媒を吸着除去後、水酸化カリウム1.3部を加え、EO44部（1モル）を130で反応させた。水酸化カリウムによるEOの付加重合に要した時間は4時間であった。80まで冷却後、硫酸1.1部を加えて触媒の水酸化カリウムを中和（終点の酸価=0.1mgKOH/g）してAOAを得た。水分は0.13%（カールフィッシャー法による測定）であった。

40

50

上記 A O A に、クエン酸 1 . 5 部、さらに、水 2 9 部に硫酸ヒドロキシルアミン 1 . 0 部を溶解させた溶液 3 0 . 0 部を添加し、7 5 ~ 8 5 で 2 時間攪拌した。次いで 3 0 % 水酸化ナトリウム水溶液を加え、攪拌し中和（終点の酸価 = 0 . 1 m g K O H / g ）を行った。減圧下（2 0 m m H g ）水分が 0 . 2 % 以下となるまで 1 0 0 にて約 2 時間脱水を行った。系内に析出した無機塩や残存する硫酸ヒドロキシルアミンをろ過除去して精製 A O A - 2 を得た。

精製 A O A - 2 を、攪拌機、温度調節機および滴下ロートの付いたガラス容器に移し、温度を 2 0 に保ちながら、サルファン 8 0 部（1 . 0 モル）を徐々に滴下した。同温度で 2 時間攪拌を行った後、水酸化ナトリウム 4 0 部（1 . 0 モル）を水 1 , 2 4 2 部に溶解した水溶液で硫酸化物を中和（終点の p H = 6 . 4 ）し、有効成分 2 5 % を含有するアニオン界面活性剤（C 2 ）を得た。

10

#### 【 0 0 5 9 】

##### 実施例 3

実施例 1 と同様のオートクレーブに、ラウリルアルコール 1 8 6 部（1 モル）、過塩素酸アルミニウム 0 . 1 5 部を投入し、混合系内の気相部を窒素で置換した後、減圧下（約 2 0 m m H g ）、1 2 0 にて 1 時間脱水を行った。次いで E O 8 8 部（2 モル）を 1 0 0 0 にて、ゲージ圧が 1 ~ 3 k g f / c m 2 となるように導入した。得られた反応物中の触媒を吸着除去後、水酸化カリウム 1 . 3 部を加え P O 1 1 6 部（2 モル）次いで E O 2 6 4 部（6 モル）の順に 1 3 0 にて反応を行い、8 0 まで冷却後、硫酸 1 . 1 部を加えて触媒の水酸化カリウムを中和（終点の酸価 = 0 . 1 m g K O H / g ）して A O A を得た。

20

上記の A O A に、リン酸 3 部、さらに、水 5 9 部に硫酸ヒドロキシルアミン 4 . 0 部を溶解させた溶液 6 1 . 0 部を添加し、7 5 ~ 8 5 で 2 時間攪拌した。次いで 3 0 % 水酸化ナトリウム水溶液を加え、攪拌し中和（終点の酸価 = 0 . 2 m g K O H / g ）を行った。減圧下（2 0 m m H g ）水分が 0 . 2 % 以下となるまで 1 0 0 にて約 4 時間脱水を行った。系内に析出した無機塩や過剰の硫酸ヒドロキシルアミンをろ過除去して精製 A O A - 3 を得た。

精製 A O A - 3 を、攪拌機、温度調節機および冷却管の付いたガラス容器に移し、モノクロル酢酸ナトリウム 1 2 8 部（1 . 1 モル）を仕込み、温度を 5 0 に保ちながら減圧度を 7 5 m m H g とした。その後減圧脱水しながら顆粒状の水酸化ナトリウム 5 0 部（1 . 2 5 モル）を 2 時間かけて仕込み、6 時間反応を行った。その後、水 3 3 0 部を加え、塩酸で酸性にして、静置分液後、水酸化ナトリウム 4 0 部（1 . 0 モル）を水 1 , 6 9 5 部に溶解した液を加えて、有効成分 3 0 % のアニオン界面活性剤（C 3 ）を得た。

30

#### 【 0 0 6 0 】

##### 比較例 1

硫酸ヒドロキシルアミンを添加しなかったこと以外は製造例 1 と同様にして比較の精製 A O A （比精製 A O A - 1 ）を得た。

さらに（比精製 A O A - 1 ）を製造例 1 と同様の方法で硫酸化を行い、アニオン界面活性剤（E 1 ）を得た。

#### 【 0 0 6 1 】

40

##### 比較例 2

水を添加しないで硫酸ヒドロキシルアミンを粉末のままに添加したこと以外は製造例 1 と同様にして比較の精製 A O A （比精製 A O A - 2 ）を得た。

さらに（比精製 A O A - 2 ）を製造例 2 と同様の方法で硫酸化を行い、アニオン界面活性剤（E 2 ）を得た。

#### 【 0 0 6 2 】

##### 比較例 3

水と硫酸ヒドロキシルアミンを使用せず、これらによる処理をしなかったこと以外は製造例 3 と同様にして比較の精製 A O A （比精製 A O A - 3 ）を得た。

さらに（比精製 A O A - 3 ）を製造例 3 と同様の方法でカルボキシメチル化を行い、アニ

50

オン界面活性剤（E3）を得た。

【0063】

<AOAの臭気評価>

男女5人づつ、計10人のモニターが、それぞれ（精製AOA-1）～（精製AOA-3）および（比精製AOA-1）～（比精製AOA-3）について5段階評価による臭気の官能試験を行った。

評価基準は、  
 ほとんど臭気無し：5点  
 僅かに臭気あり：4点  
 少し臭気あり：3点  
 かなり臭気あり：2点  
 臭気強い：1点

10

とし、10人の合計点数を比較した。

評価結果を表1に示す。

【0064】

【表1】

精製AOA の品名		実施例の精製AOA			比較例の精製AOA		
		精製 AOA-1	精製 AOA-2	精製 AOA-3	比精製 AOA-1	比精製 AOA-2	比精製 AOA-3
パ ネ ラ ー	Aさん	5	5	4	2	3	2
	Bさん	4	5	5	2	4	2
	Cさん	4	5	4	2	3	1
	Dさん	5	5	5	3	3	2
	Eさん	5	5	4	2	3	2
	Fさん	4	4	5	2	3	2
	Gさん	5	5	5	2	3	2
	Hさん	4	5	4	2	4	2
	Iさん	5	4	5	2	3	1
	Jさん	5	5	5	2	3	2
合計点数		46	48	46	21	32	18

20

30

【0065】

<アニオン化物の色相評価>

アニオン界面活性剤（C1）～（C3）および（E1）～（E3）について、JIS K 0071のハーゼン単位色数試験方法で行った。その結果を表2に示す。

【0066】

【表2】

40

	実施例のアニオン性界面活性剤			比較例のアニオン性界面活性剤		
アニオン性界面活性剤の品名	C 1	C 2	C 3	E 1	E 2	E 3
色数	1 0	2 0	1 0	1 5 0	3 1 0	1 3 0

10

## 【 0 0 6 7 】

これらの結果から、本発明の処理方法により処理して得られた精製アルキレンオキサイド付加物は、臭気が改良されており、アニオン化しても着色しにくいことが分かった。

## 【 0 0 6 8 】

## 【発明の効果】

本発明の精製処理方法によって処理されたアルキレンオキサイド付加物は、臭気が少なく、またこれをアニオン化すると着色の少ないアニオン化物が得られる。特に、酸触媒を使用して得られたアルキレンオキサイド付加物を本発明の精製処理方法で処理し、アニオン化したアニオン化物は従来のものに比べて着色が非常に少ない。

従って、本発明によって得られるアルキレンオキサイド付加物およびそのアニオン化物は、低臭気または淡色であることが要求される洗浄剤、化粧品、乳化剤などの用途に特に有用である。

20

---

 フロントページの続き

(51) Int.Cl.			F I	
C 1 1 D	1/06	(2006.01)	C 1 1 D	1/06
C 1 1 D	1/28	(2006.01)	C 1 1 D	1/28
C 1 1 D	1/29	(2006.01)	C 1 1 D	1/29
C 1 1 D	1/34	(2006.01)	C 1 1 D	1/34
C 1 1 D	1/72	(2006.01)	C 1 1 D	1/72

(56) 参考文献 特許第 4 1 4 2 3 1 7 ( J P , B 2 )  
 特表 2 0 0 2 - 5 0 6 8 9 8 ( J P , A )  
 特開平 0 4 - 2 2 6 5 2 8 ( J P , A )  
 特開平 1 0 - 2 1 2 3 4 9 ( J P , A )  
 特開平 0 6 - 1 5 7 7 4 4 ( J P , A )  
 特開 2 0 0 0 - 3 0 2 8 6 2 ( J P , A )  
 特開平 1 1 - 0 6 0 7 2 2 ( J P , A )  
 特開平 0 9 - 1 7 6 1 7 4 ( J P , A )

(58) 調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)  
 C08G 65/00- 65/48  
 C11D 1/00- 19/00  
 C07B 31/00- 63/04  
 C07C 1/00-409/44