



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0030555

(51)⁷ C11D 1/14; A61Q 19/10; C11D 1/29;
C07C 309/20; A61K 8/46; A61Q 5/02

(13) B

(21) 1-2015-02734

(22) 31/01/2014

(86) PCT/JP2014/052256 31/01/2014

(87) WO/2014/119727 07/08/2014

(30) 2013-018593 01/02/2013 JP

(45) 25/12/2021 405

(43) 26/10/2015 331A

(73) KAO CORPORATION (JP)

14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8210, Japan

(72) YOSHIKAWA, Yohei (JP); MITSUDA, Yoshinori (JP); HORI, Hiroshi (JP); DOI, Yasuhiro (JP); Yoshifumi NISHIMOTO (JP).

(74) Công ty Cổ phần Hỗ trợ phát triển công nghệ Detech (DETECH)

(54) CHẾ PHẨM OLEFIN SULFONAT NỘI VÀ CHẾ PHẨM LÀM SẠCH CHỨA NÓ

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội có khả năng tăng cường đủ tính tạo bọt, độ bôi trơn của bọt và thể tích bọt, và chế phẩm làm sạch chứa chế phẩm này.

Chế phẩm olefin sulfonat nội chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội được dùng như bazơ đối với chế phẩm làm sạch, và chế phẩm làm sạch chứa chúng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất hoạt động bề mặt anion, cụ thể, alkyl sulfat và alkyl polyoxyalkylen sulfat có khả năng tẩy rửa và tạo bọt tốt, và do đó, được sử dụng rộng rãi làm thành phần làm sạch cho công việc trong gia đình và trong công nghiệp. Olefin sulfonat, cụ thể, olefin sulfonat nội thu được từ olefin nội có liên kết đôi bên trong chuỗi olefin, không phải ở đầu tận cùng của nó, là nguyên liệu thô đã được báo cáo là một trong số các chất hoạt động bề mặt anion.

Olefin sulfonat nội này thường thu được bằng cách sulfonat hóa olefin nội qua các phản ứng với khí chứa lưu huỳnh trioxit thể khí, tiếp theo bằng cách trung hòa và sau đó thủy phân axit sulfonic thu được. Chẳng hạn, các tài liệu sáng chế 1 và tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp sản xuất cải tiến của chúng. Do đó, olefin sulfonat nội thu được được biết đến là có khả năng phân hủy sinh học tốt hoặc các khả năng tương tự, nhưng các đặc tính cơ bản vẫn không đủ để làm chế phẩm làm sạch bao gồm tính tạo bọt và chất lượng bọt, so với chất hoạt

động bề mặt thông thường như muối este của axit alkyl polyoxyalkylen sulfuric. Do đó, sự cải thiện hơn nữa về các đặc tính cơ bản này được yêu cầu. Trong những năm gần đây, nhiều người quan tâm đến việc tiết kiệm nước hoặc sở thích của người tiêu dùng đã được đa dạng hóa, tác dụng bổ sung có độ bôi trơn của bột tuyệt vời ngoài tính tạo bọt tốt và thể tích bọt cũng được yêu cầu để sử dụng làm chất hoạt động bề mặt chính trong các chế phẩm tẩy giặt, chất rửa bát đĩa, dầu gội đầu hoặc các chất tẩy rửa tương tự. Cụ thể, đã từng có mong muốn phát triển chế phẩm hoạt động bề mặt có độ bôi trơn của bột tuyệt vời cho phép lan tỏa bọt mịn trên bề mặt của mục tiêu làm sạch và có khả năng tạo bọt với một lượng lớn. Ví dụ, tác dụng bổ sung này rất hữu ích cho dầu gội đầu. Có vẻ như ngày càng có nhiều người bị hư tổn tóc vĩnh viễn hoặc màu tóc hoặc có mái tóc xơ xác, không có thân tóc và cứng do lão hóa bất kể giới tính. Đặc biệt, khi gội đầu cho tóc dài bị hư tổn hoặc tóc dài xơ xác, tóc có xu hướng bị rối và rất khó gội sạch. Ngoài ra, một người thường không gội đầu hoặc làm sạch da đầu của họ một cách đầy đủ vì họ lo lắng về việc gãy tóc hoặc tổn thương thêm do gội đầu. Nếu một chế phẩm hoạt động bề mặt có độ bôi trơn của bột tuyệt vời và thể tích bọt có thể được tạo thành công thức trong dầu gội đầu, dầu gội đầu thu được sẽ giúp cho cả mái tóc dài như vậy được làm sạch một cách đầy đủ mà không gây rối tóc, gãy tóc, hoặc các hư tổn cho tóc khác.

Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ một axit olefin sulfonic nội cụ thể nhằm mục đích truyền khả năng hòa tan, khả năng thâm thấu, và khả năng giảm sức căng bề mặt như một thành phần làm sạch. Tài liệu này cũng bộc lộ rằng khi được sử dụng, chẳng hạn như, dầu gội đầu, nó tạo bọt tốt mà không có ma sát, và đạt được cảm giác cải thiện.

Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ một olefin sulfonat nội cụ thể nhằm mục đích cải thiện khả năng tẩy rửa, và bộc lộ các ví dụ về việc ứng dụng dầu gội đầu, xà phòng lỏng và các loại tương tự.

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-01-272564 ;

Tài liệu sáng chế 2: JP-A-59-222466 ;

Tài liệu sáng chế 3: JP-A-2003-81935 ;

Tài liệu sáng chế 4 : Patent Mỹ số 5078916.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Xét về các vấn đề nêu trên, vẫn cần phải có sự cải thiện hơn nữa về chế phẩm bất kỳ được mô tả trong các tài liệu đã được đề cập trên đây để tạo ra tính tạo bọt tốt cùng với độ bôi trơn của bọt tuyết vôi và thể tích bọt với mức cao. Để đạt được mục đích này, sáng chế đề xuất chế phẩm olefin sulfonat nội có tính tạo bọt tốt, độ bôi trơn của bọt tuyết vôi, và đủ thể tích bọt.

Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.

Sáng chế còn đề cập đến chế phẩm làm sạch chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.

Mô tả chi tiết sáng chế

Vẫn cần phải có sự cải thiện hơn nữa về chế phẩm bất kỳ được mô tả trong các tài liệu đã được đề cập trên đây để tạo ra tính tạo bọt tốt cùng với độ bôi trơn của bọt tuyệt vời và thể tích bọt với mức cao.

Do đó, sáng chế đề xuất chế phẩm olefin sulfonat nội có khả năng tăng cường tính tạo bọt, độ bôi trơn của bọt và thể tích bọt, và chế phẩm làm sạch chứa chúng.

Các nhà sáng chế đã nghiên cứu độ dài của chuỗi béo trong olefin sulfonat nội, tỷ lệ của nó và các điều kiện khác, và do đó, đã tìm ra rằng chế phẩm olefin sulfonat nội thỏa mãn tính tạo bọt tốt và cũng có thể tạo ra độ bôi trơn của bọt tuyệt vời và đủ thể tích bọt có thể thu được bằng cách đặt tỷ lệ giữa olefin

sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon đến phạm vi được xác định trước. Trên cơ sở của các phát hiện này, sáng chế đã được hoàn thành.

Chế phẩm olefin sulfonat nội thỏa mãn tính tạo bọt tốt, cũng tạo ra độ bôi trơn của bọt tuyệt vời, và cho đủ thể tích bọt cùng với tốc độ tạo bọt tuyệt vời, và chế phẩm làm sạch chứa chúng.

Độ bôi trơn của bọt tốt có nghĩa là đặc tính của bọt không chỉ cải thiện độ trơn của bọt để bọt có thể lan tỏa thuận lợi và triệt để dưới tác dụng của lực yếu, dẫn đến việc làm sạch dễ dàng, mà còn có thể tạo ra độ trơn giữa các sợi tóc và giữa tóc và ngón tay, cũng dẫn đến việc dễ dàng làm sạch.

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết.

Chế phẩm olefin sulfonat nội

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.

Theo sáng chế, olefin sulfonat nội là sulfonat thu được bằng cách sulfonat hóa olefin nội (olefin có liên kết đôi bên trong chuỗi olefin) là nguyên liệu thô, tiếp theo bằng cách trung hòa và sau đó thủy phân, như được mô tả trên đây.

Nghĩa là, sự sulfonat hóa của olefin nội tạo ra β -sulton một cách định lượng, một số được chuyển hóa thành γ -sulton và axit olefin sulfonic, mà còn được chuyển hóa thành hydroxyalkan sulfonat và olefin sulfonat trong quá trình trung hòa và thủy phân (ví dụ, J. Am. Oil Chem. Soc. 69, 39 (1992)). Cần lưu ý rằng olefin nội nêu trên cũng có thể có nghĩa rộng bao gồm một lượng vết của cái gọi là α -olefin, trong đó một liên kết đôi có mặt tại vị trí C-1 của chuỗi cacbon. Ở đây, nhóm hydroxyl của hydroxyalkan sulfonat thu được có mặt bên trong chuỗi alkan, và liên kết đôi của olefin sulfonat thu được có mặt bên trong chuỗi olefin. Ngoài ra, sản phẩm thu được chủ yếu là hỗn hợp của các chất được đề cập ở trên, một số có thể bao gồm một lượng vết của hydroxyalkan sulfonat có nhóm hydroxyl tại đầu tận cùng của chuỗi cacbon, hoặc olefin sulfonat có liên kết đôi ở đầu tận cùng của chuỗi cacbon. Theo sáng chế, mỗi sản phẩm và hỗn hợp của nó gọi chung là olefin sulfonat nội. Hydroxyalkan sulfonat được gọi là dạng hydroxy của olefin sulfonat nội (dưới đây, còn có thể được gọi là HAS), và olefin sulfonat được gọi là dạng olefin của olefin sulfonat nội (dưới đây, còn có thể được gọi là IOS).

Tốt hơn là tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế nằm trong khoảng từ 80/20 đến 87/13 xét về tính tạo bọt, thể tích bọt, tốc độ tạo bọt, độ bôi trơn của

bọt, và đặc tính tan bọt trong quá trình gội đầu và xét về tính tạo bọt và độ bôi trơn của bọt trong quá trình làm sạch da và cảm giác sau khi làm sạch da. Ngoài ra, tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80/20 đến 82/18 và còn tốt hơn nữa là 80/20 xét về tính tạo bọt, thể tích bọt, và đặc tính tan bọt trong quá trình gội đầu và xét về tính tạo bọt trong quá trình làm sạch da và cảm giác sau khi làm sạch da. Ngoài ra, tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 83/17 đến 87/13 và còn tốt hơn nữa là 85/15, xét về độ bôi trơn của bọt trong quá trình gội đầu và độ bôi trơn của bọt trong quá trình làm sạch da.

Tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội là một số được xác định bởi phổ khối sắc ký lỏng hiệu suất cao (dưới đây, được viết tắt là HPLC-MS). Cụ thể, olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon được tách bởi HPLC, mỗi chúng sau đó được xác định bằng cách phân tích với MS. Từ vùng đỉnh HPLC-MS của nó, thu được tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B) trong chế phẩm olefin sulfonat nội.

Tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế tốt hơn là 50% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 70% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 80% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 90% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 95% khối lượng hoặc nhiều hơn, còn tốt hơn nữa là 96,5% khối lượng hoặc nhiều hơn, và còn tốt hơn nữa là 97% khối lượng hoặc nhiều hơn, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột. Giới hạn trên của tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) tốt hơn là 100% khối lượng.

Rõ ràng từ phương pháp sản xuất được đề cập ở trên, nhóm sulfonat trong olefin sulfonat nội theo sáng chế có mặt bên trong chuỗi olefin hoặc chuỗi alkan. Theo sáng chế, tốt hơn là lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 của chuỗi olefin hoặc chuỗi alkan là thấp, trong khi lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt bên trong là cao, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột. Tốt hơn nữa là lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 của chuỗi olefin hoặc chuỗi alkan là thấp, đối với cả hai olefin sulfonat nội nêu trên có 16 nguyên tử cacbon và 14 nguyên tử cacbon.

Lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội (thành phần (A) và thành phần (B)) có 16 và 14 nguyên

tử cacbon theo sáng chế trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là nhỏ hơn 20% khối lượng, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn 18% khối lượng, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột. Lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong thành phần (A) và thành phần (B) trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn, xét về chi phí và năng suất. Cùng xem xét các quan điểm này, lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong thành phần (A) và thành phần (B) trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 20% khối lượng, tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 20% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 18% khối lượng.

Lượng α -olefin sulfonat trong đó nhóm sulfonat được đặt tại vị trí C-1 của chuỗi olefin hoặc chuỗi alkan trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là nhỏ hơn 2,8% khối lượng và tốt hơn nữa là 2,0% khối lượng hoặc ít hơn, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột. Lượng α -olefin sulfonat trong đó nhóm sulfonat được đặt tại vị trí C-1 của chuỗi olefin hoặc chuỗi alkan trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và còn

tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc nhiều hơn, xét về chi phí và năng suất. Cùng xem xét các quan điểm này, lượng α -olefin sulfonat trong đó nhóm sulfonat được đặt tại vị trí C-1 của chuỗi olefin hoặc chuỗi alkan trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 2,8% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 2,8% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 2,8% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc nhiều hơn và 2,0% khối lượng hoặc ít hơn.

Cần lưu ý rằng lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon có thể được xác định bởi phương pháp như phổ cộng hưởng từ hạt nhân. Cụ thể hơn, đây là một số được xác định bởi phương pháp sử dụng phép sắc ký khí được mô tả sau đây trong các ví dụ.

Tỷ lệ khối lượng (dạng hydroxy/dạng olefin) của dạng hydroxy so với dạng olefin trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50/50 đến 100/0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60/40 đến 100/0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70/30 đến 100/0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75/25 đến 100/0, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75/25 đến 95/5, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột.

Tỷ lệ khối lượng của dạng hydroxy và dạng olefin trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon theo sáng chế có thể được xác định bởi phương pháp được mô tả sau đây trong các ví dụ.

Lượng olefin sulfonat nội có 18 hoặc nhiều hơn nguyên tử cacbon trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế tốt hơn là 5% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 2% khối lượng hoặc ít hơn, và còn tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc ít hơn, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột. Giới hạn dưới của lượng olefin sulfonat nội có 18 hoặc nhiều hơn nguyên tử cacbon tốt hơn là 0% khối lượng, nghĩa là, tốt hơn là chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế không chứa olefin sulfonat nội có 18 hoặc nhiều hơn nguyên tử cacbon trừ khi olefin sulfonat nội này chắc chắn được trộn lẫn trong đó.

Ngoài ra, đối với olefin sulfonat nội có 18 hoặc nhiều hơn nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nó có lượng olefin sulfonat nội thấp trong đó nhóm sulfonat được đặt tại vị trí C-2 của chuỗi olefin hoặc chuỗi alkan và lượng olefin sulfonat nội cao trong đó nhóm sulfonat được đặt bên trong nhiều hơn, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột.

Như là chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế thu được bằng cách sulfonat hóa olefin nội, sau đó trung hòa và thủy phân như được mô tả trên đây,

olefin nội nguyên liệu thô không phản ứng và các hợp chất vô cơ có thể còn lại trong chế phẩm. Được ưu tiên là lượng của các thành phần này là nhỏ hơn nhiều.

Lượng olefin nội nguyên liệu thô trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế tốt hơn là nhỏ hơn 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 3,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,5% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,0% khối lượng và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 0,05% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột.

Lượng olefin nội không phản ứng có thể được xác định bởi phương pháp được mô tả sau đây trong các ví dụ.

Lượng của các hợp chất vô cơ trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế tốt hơn là nhỏ hơn 7,5% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 3,0% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,0% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột.

Theo sáng chế, hợp chất vô cơ bao gồm sulfat và chất kiềm. Lượng của các hợp chất vô cơ này có thể được xác định bởi chuẩn độ điện thế. Cụ thể là, lượng này có thể được xác định bởi phương pháp được mô tả sau đây trong các ví dụ.

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế có thể chứa dạng hydroxy và dạng olefin có số nguyên tử cacbon bất kỳ khác với thành phần (A) và thành phần (B). Số nguyên tử cacbon ở dạng hydroxy và dạng olefin khác với thành phần (A) và thành phần (B) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8 đến 24, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 đến 20, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 đến 18, và còn tốt hơn nữa là 12 xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột. Các dạng hydroxy và các dạng olefin này có số nguyên tử cacbon khác nhau có nguồn gốc từ olefin nội được sử dụng làm nguyên liệu thô.

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế có thể chứa các thành phần khác, ví dụ, nước làm dung môi, chất điều chỉnh pH, chất giảm độ nhớt, dung môi hữu cơ, và các rượu polyhydric, ngoài các thành phần được mô tả trên đây.

Phương pháp sản xuất chế phẩm olefin sulfonat nội

Chế phẩm olefin sulfonat nội có thể được sản xuất bằng cách sulfonat hóa chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô chứa olefin nội nguyên liệu thô có 8 đến 24 nguyên tử cacbon, sau đó trung hòa và thủy phân. Cụ thể hơn, ví dụ, chế phẩm có thể được sản xuất theo các phương pháp được mô tả trong các Patent số 1633184 và 2625150, và Tenside Surf. Det. 31 (5) 299 (1994), và các tài liệu tương tự.

Như được mô tả trên đây, theo sáng chế, olefin nội nguyên liệu thô đề cập đến olefin về cơ bản có liên kết đôi bên trong chuỗi olefin. Lượng α -olefin trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-1 trong olefin nội nguyên liệu thô trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là nhỏ hơn 2,8% khối lượng và tốt hơn nữa là 2,0% khối lượng hoặc ít hơn, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột. Lượng α -olefin trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-1 trong olefin nội nguyên liệu thô trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc nhiều hơn, xét về chi phí và năng suất. Cùng xem xét các quan điểm này, lượng α -olefin sulfonat trong đó nhóm sulfonat được đặt tại vị trí C-1 của chuỗi olefin hoặc chuỗi alkan trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 2,8% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 2,8% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 2,8% khối lượng, còn tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc nhiều hơn và 2,0% khối lượng hoặc ít hơn.

Do đó, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột của chế phẩm olefin sulfonat nội thu được, số nguyên tử cacbon trong olefin nội tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8 đến 24, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 đến 20, tốt hơn nữa

là nằm trong khoảng từ 12 đến 18, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 đến 16, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 14 đến 16, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 14 và 16. Olefin nội được sử dụng làm nguyên liệu thô có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc sử dụng kết hợp hai hoặc nhiều loại của chúng.

Khi chế phẩm olefin sulfonat nội thu được bằng cách sulfonat hóa chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô, sau đó trung hòa và thủy phân, lượng olefin nội trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2 trong chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô tốt hơn là 25% khối lượng hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 22% khối lượng hoặc ít hơn, và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 20% khối lượng. Ngoài ra, giới hạn dưới của nó tốt hơn là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc nhiều hơn, và còn tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc nhiều hơn.

Trong sự tổng hợp của chế phẩm olefin sulfonat nội, lượng olefin nội nguyên liệu thô trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2 trong chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô có thể được xác định bởi phép sắc ký khí (dưới đây, được viết tắt là GC). Cụ thể, lượng này có thể được xác định bởi phương pháp được mô tả sau đây trong các ví dụ.

Chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô có thể chứa thành phần parafin. Lượng của thành phần parafin tốt hơn là nhỏ hơn 5% khối lượng, tốt hơn nữa là

nhỏ hơn 3% khối lượng, tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc ít hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc ít hơn, xét về độ bôi trơn của bột và thể tích bột.

Lượng của thành phần parafin có thể được xác định bởi phương pháp, ví dụ, GC-MS.

Phản ứng sulfonat hóa có thể được thực hiện bằng cách cho khí lưu huỳnh trioxit phản ứng với chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 1 đến 1,2 mol của lưu huỳnh trioxit trên mỗi mol của olefin nội nguyên liệu thô. Các phản ứng có thể được thực hiện ở nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 20 đến 40°C.

Sự trung hòa được thực hiện bằng cách cho từ 1 đến 1,5 lần lượng mol của dung dịch nước chứa kiềm như natri hydroxit, kali hydroxit, amoniac hoặc 2-aminoetanol phản ứng với giá trị giả định của nhóm sulfonat.

Phản ứng thủy phân có thể được thực hiện từ 90 đến 200°C trong khoảng từ 30 phút đến ba giờ với sự có mặt của nước. Các phản ứng này có thể liên tục được thực hiện. Ngoài ra, sau khi hoàn thành các phản ứng, các sản phẩm có thể được tinh chế bằng cách chiết, rửa hoặc các phương pháp tương tự.

Ngoài ra, trong quá trình sản xuất chế phẩm olefin sulfonat nội, olefin nội nguyên liệu thô trong đó số nguyên tử cacbon được phân bố trong khoảng từ 8

đến 24 có thể được đưa ra như một chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô trải qua sự sulfonat hóa, sự trung hòa, và thủy phân để sản xuất chế phẩm olefin sulfonat nội. Ngoài ra, olefin nội nguyên liệu thô có số nguyên tử cacbon đồng nhất có thể phải trải qua sự sulfonat hóa, sự trung hòa, và thủy phân để sản xuất axit olefin sulfonic nội, sau đó được trộn với các olefin sulfonat nội có số nguyên tử cacbon khác nhau để sản xuất chế phẩm olefin sulfonat nội.

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế cho tính tạo bọt tốt cùng với độ bôi trơn của bọt và thể tích bọt với mức cao, và do đó hữu ích làm thành phần làm sạch. Cụ thể, chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế có thể được sử dụng như các chế phẩm làm sạch trong gia đình như dầu gội đầu, sữa tắm, chế phẩm tẩy giặt, và chất tẩy sạch nhà bếp, và cụ thể, có thể được dùng như bazơ đối với dầu gội đầu.

Chế phẩm làm sạch

Chế phẩm làm sạch theo sáng chế không có giới hạn cụ thể miễn là chế phẩm làm sạch này chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10, như trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế. Chế phẩm làm sạch theo sáng chế có thể chứa các thành phần khác tùy thuộc vào các mục đích mong

muốn. Các ví dụ của các thành phần khác bao gồm chất hoạt động bề mặt khác, tác nhân đẩy mạnh sự tạo bọt, và tác nhân hỗ trợ hoặc các tác nhân tương tự. Tổng lượng của (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon trong chế phẩm làm sạch tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 80% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 50% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 30% khối lượng.

Ví dụ, chất hoạt động bề mặt khác tốt hơn là alkyl sulfat hoặc alkyl polyoxyalkylen sulfat. Các ví dụ của tác nhân hỗ trợ bao gồm, nhưng không có giới hạn cụ thể, nước, polyme, dung dịch dầu, silicon, tác nhân làm ẩm, chất điều chỉnh độ nhớt, chất bảo quản, chất kháng viêm, chất chống oxy hóa, chất hấp thụ tia cực tím, chất càn hóa, tác nhân óng ánh ngũ sắc, thuốc nhuộm, nước hoa, enzym, tác nhân tẩy trắng, chất hoạt hóa tẩy trắng, và chất điều chỉnh pH.

Chế phẩm làm sạch theo sáng chế có thể được sản xuất, ví dụ, bằng cách tạo thành công thức chế phẩm olefin sulfonat nội thu được như được mô tả trên đây, và có thể được sản xuất bằng cách trộn tiếp chế phẩm olefin sulfonat nội với các thành phần khác được mô tả trên đây.

Đề cập đến các phương án được đề cập ở trên, sáng chế còn mô tả chế phẩm olefin sulfonat nội và chế phẩm làm sạch sau đây.

<1> Chế phẩm olefin sulfonat nội chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.

<2> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm <1> nêu trên, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80/20 đến 87/13, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80/20 đến 82/18, và còn tốt hơn nữa là 80/20.

<3> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm <1> nêu trên, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80/20 đến 87/13, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 83/17 đến 87/13, và còn tốt hơn nữa là 80/20.

<4> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <3> nêu trên, trong đó tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm olefin sulfonat nội tốt hơn là 50% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 70% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 80% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 90% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 95% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 96,5% khối lượng hoặc

nhiều hơn, và còn tốt hơn nữa là 97% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn là 100% khối lượng.

<5> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <4> nêu trên, trong đó lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là nhỏ hơn 20% khối lượng và tốt hơn nữa là nhỏ hơn 18% khối lượng, và tốt hơn là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn và tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn.

<6> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <5> nêu trên, trong đó tỷ lệ khối lượng (dạng hydroxy/dạng olefin) của dạng hydroxy so với dạng olefin, trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50/50 đến 100/0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60/40 đến 100/0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70/30 đến 100/0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75/25 đến 100/0, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75/25 đến 95/5.

<7> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <6> nêu trên, trong đó lượng olefin nội nguyên liệu thô trong chế phẩm olefin sulfonat nội tốt hơn là nhỏ hơn 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 3,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,5% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ

hơn 1,0% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 0,05% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội.

<8> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <7> nêu trên, trong đó lượng của hợp chất vô cơ trong chế phẩm olefin sulfonat nội tốt hơn là nhỏ hơn 7,5% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 3,0% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,0% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội.

<9> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <8> nêu trên, trong đó số nguyên tử cacbon ở dạng hydroxy và dạng olefin khác với thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm olefin sulfonat nội tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8 đến 24, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 đến 20, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 đến 18, và còn tốt hơn nữa là 12.

<10> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <9> nêu trên, thu được bằng cách sulfonat hóa chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô chứa olefin nội nguyên liệu thô, sau đó trung hòa và sau đó thủy phân, với lượng olefin nội trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2 tốt hơn là 25% khối lượng hoặc ít hơn.

<11> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm <10> nêu trên, trong đó lượng olefin nội trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2 trong chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô tốt hơn nữa là nhỏ hơn 22% khối lượng và còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 20% khối lượng, và tốt hơn là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc nhiều hơn, và còn tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc nhiều hơn.

<12> Chế phẩm làm sạch thu được bằng cách tạo thành công thức chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <11> nêu trên.

<13> Chế phẩm làm sạch chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.

<14> Chế phẩm làm sạch theo điểm <12> hoặc <13> nêu trên, trong đó tổng lượng của (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 80% khối lượng.

<15> Chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <12> đến <14> nêu trên, tốt hơn là còn bao gồm một hoặc nhiều thành phần được chọn từ nhóm bao gồm alkyl sulfat và alkyl polyoxyalkylen sulfat.

<16> Phương pháp làm sạch tóc, bao gồm bước đưa chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <12> đến <15> lên tóc, sau đó gội và xả.

<17> Phương pháp làm sạch da, bao gồm bước đưa chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <12> đến <15> lên da, sau đó rửa sạch.

<18> Sử dụng chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <12> đến <15> để làm sạch tóc.

<19> Sử dụng chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <12> đến <15> để làm sạch da.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả một cách cụ thể cùng với sự tham khảo các ví dụ. Cần lưu ý rằng trừ khi có chỉ định cụ thể khác, lượng của mỗi thành phần được biểu hiện theo % khối lượng trong các bảng sau đây. Ngoài ra, các phương pháp để xác định các đặc tính vật lý khác nhau là như sau.

(1) Các điều kiện xác định

(i) Phương pháp xác định vị trí của liên kết đôi trong olefin nội

Vị trí của liên kết đôi trong olefin nội được xác định bởi phép sắc ký khí (dưới đây, được viết tắt là GC). Cụ thể, olefin nội được chuyển hóa thành dẫn xuất ditiat hóa bằng cách phản ứng với dimetyl disulfua, và sau đó mỗi thành phần được tách bởi GC. Vị trí của liên kết đôi trong olefin nội được xác định dựa trên vùng đỉnh của mỗi thành phần.

Các điều kiện phân tích và thiết bị được sử dụng để xác định như sau. Thiết bị GC "HP6890" (sản phẩm của Hewlett-Packard Company); Cột "cột mao dẫn Siêu-Hợp kim-1HT" ($30\text{ m} \times 250\text{ }\mu\text{m} \times 0,15\text{ }\mu\text{m}$, sản phẩm của Frontier Laboratories Ltd.); Máy dò (máy dò ion hóa ngọn lửa hydro (FID)); Nhiệt độ phun là 300°C ; Nhiệt độ máy dò là 350°C ; và tốc độ dòng chảy He là 4,6 mL/phút.

(ii) Phương pháp xác định lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2

Vị trí liên kết của nhóm sulfonat được xác định bởi GC. Cụ thể, olefin sulfonat nội được phản ứng với trimethylsilyldiazometan để tạo thành dẫn xuất methyl-este hóa. Tiếp theo, mỗi thành phần được tách bởi GC. Mỗi vùng đỉnh được coi là tỷ lệ khối lượng, và lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 được định lượng.

Các điều kiện phân tích và thiết bị được sử dụng để xác định như sau.

Thiết bị GC "Agilent technology 6850" (sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); Cột "cột mao dẫn HP-1" ($30\text{ m} \times 320\text{ }\mu\text{m} \times 0,25\text{ }\mu\text{m}$, sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); Máy dò (máy dò ion hóa ngọn lửa hydro (FID)); Nhiệt độ phun là 300°C ; Nhiệt độ máy dò là 300°C ; Tốc độ dòng chảy He là $1,0\text{ mL/phút.}$; và lò (60°C (0 phút.) $\rightarrow 10^{\circ}\text{C/phút.} \rightarrow 300^{\circ}\text{C}$ (10 phút.)).

(iii) Phương pháp xác định tỷ lệ khối lượng của dạng hydroxy/dạng olefin

Tỷ lệ khối lượng của dạng hydroxy/dạng olefin được xác định bởi HPLC-MS. Cụ thể, dạng hydroxy và dạng olefin được tách bởi HPLC và mỗi dạng được xác định bằng cách phân tích riêng rẽ với MS. Từ vùng đỉnh GC-MS thu được, phân đoạn của mỗi dạng được xác định.

Các điều kiện phân tích và thiết bị được sử dụng để xác định như sau.

Thiết bị HPLC "Agilent technology 1100" (sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); Cột "cột L-ODS $4,6 \times 150\text{ mm}$ " (sản phẩm của Chemicals Evaluation và Research Institute, Nhật Bản); Điều chế mẫu (pha loãng 100 lần với metanol); Dung môi rửa giải A (10 mM amoni axetat trong nước); Dung môi rửa giải B (10 mM amoni axetat trong metanol), Gradient (0 phút (A/B = 30/70%) $\rightarrow$ 10 phút (30/70%) $\rightarrow$ 55 phút (0/100%) $\rightarrow$ 65 phút (0/100%) $\rightarrow$ 66 phút (30/70%) $\rightarrow$ 75 phút (30/70%)); Thiết bị MS "Agilent technology 1100 MS SL

(G1946D)" (sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); và Lò MS (dò anion m/z 60 - 1600, UV 240 nm).

(iv) Phương pháp xác định lượng olefin nội nguyên liệu thô

Lượng olefin nội nguyên liệu thô được xác định bởi GC. Cụ thể, etanol và ete dầu mỏ được bổ sung vào dung dịch chứa nước của olefin sulfonat nội, tiếp theo bằng cách chiết thu được olefin trong pha ete dầu mỏ. Từ vùng đỉnh GC của olefin, lượng của nó được định lượng.

Các điều kiện phân tích và thiết bị được sử dụng để xác định như sau. Thiết bị GC "Agilent technology 6850" (sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); Cột "cột mao dẫn Siêu-Hợp kim-1HT, 15 m × 250 µm × 0,15 µm" (sản phẩm của Frontier Laboratories, Ltd.); Máy dò (máy dò ion hóa ngọn lửa hydro (FID)); Nhiệt độ phun là 300°C; Nhiệt độ máy dò là 350°C; và Tốc độ dòng chảy He là 3,8 mL/phút.

(v) Phương pháp xác định lượng hợp chất vô cơ

Lượng của hợp chất vô cơ được xác định bởi chuẩn độ điện thế và chuẩn độ trung hòa. Cụ thể, lượng của Na_2SO_4 được định lượng bằng cách xác định sulfat ion (SO_4^{2-}) bằng chuẩn độ điện thế. Ngoài ra, lượng của NaOH được định lượng bởi chuẩn độ trung hòa với axit clohydric loãng.

(vi) Phương pháp xác định lượng của thành phần parafin

Lượng của thành phần parafin được xác định bởi GC. Cụ thể, etanol và ete dầu mỏ được bổ sung vào dung dịch chứa nước của olefin sulfonat nội, tiếp theo bằng cách chiết để thu được parafin trong pha ete dầu mỏ. Từ vùng đỉnh GC của parafin, lượng của nó được định lượng.

Cần lưu ý rằng các điều kiện phân tích và thiết bị được sử dụng tương tự như được dùng đối với việc xác định lượng olefin nội nguyên liệu thô.

(2) Sản xuất olefin nội

Ví dụ sản xuất A: Tổng hợp C16 olefin nội trong đó 16,3% khối lượng của liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2

Trong một bình với thìa khuấy, 7000 g (28,9 mol) của 1-hexadecanol "KALCOL 6098" (sản phẩm của Kao Corporation), và là chất xúc tác axit rắn, 700 g (10% khối lượng so với rượu nguyên liệu thô) của γ -oxit nhôm (STREM Chemicals, Inc.) được đặt vào, và các phản ứng được cho tiến hành trong 5 giờ ở 280°C trong khi khuấy và đưa nitơ (7000 mL/phút) qua hệ thống. Tỷ lệ chuyển hóa rượu là 100% và độ tinh khiết của C16 olefin nội là 99,7% sau khi hoàn thành phản ứng. Olefin nội thô thu được được chuyển tới bình chưng cất và được chưng cất từ 136 đến 160°C/4,0 mmHg, qua đó thu được 100% olefin nội tinh khiết có 16 nguyên tử cacbon. Sự phân bố liên kết đôi trong olefin nội thu được là 0,7% khối lượng ở vị trí C-1, 16,3% khối lượng ở vị trí C-2, 15,1% khối

lượng ở vị trí C-3, 15,7% khối lượng ở vị trí C-4, 17,1% khối lượng ở vị trí C-5, 14,2% khối lượng ở vị trí C-6, và 20,8% khối lượng ở tổng của các vị trí C-7 và 8.

Ví dụ sản xuất B: Tổng hợp các C14 olefin nội trong đó 31,8% khối lượng của các liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2

Trong bình với thìa khuấy, 6000 g (26,7 mol) của 1-tetradecen "LINEALENE 14" (được sản xuất bởi Idemitsu Kosan Co., Ltd.), và là chất xúc tác axit rắn, 180 g (3% khối lượng so với α -olefin nguyên liệu thô) của protic β -zeolit "CP-814E" (Zeolyst International, Inc.) được đặt vào, và các phản ứng được cho tiến hành trong 20 giờ ở 120°C trong khi khuấy. Sau đó, olefin nội thô được chuyển tới bình chưng cất và được chưng cất từ 124 đến 136°C/7,5 mmHg, qua đó thu được 100% olefin nội tinh khiết có 14 nguyên tử cacbon. Sự phân bố liên kết đôi trong olefin nội thu được là 1,3% khối lượng ở vị trí C-1, 31,8% khối lượng ở vị trí C-2, 23,8% khối lượng ở vị trí C-3, 21,0% khối lượng ở vị trí C-4, 8,6% khối lượng ở vị trí C-5, và 13,6% khối lượng ở tổng của các vị trí C-6 và C-7.

(3) Sản xuất olefin sulfonat nội

Ví dụ sản xuất 1: (Tổng hợp C16 olefin sulfonat nội)

Sử dụng lò phản ứng sulfonat hóa màng mỏng có vỏ bọc bên ngoài, olefin nội có 16 nguyên tử cacbon (lượng olefin nội trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2 là 16,3% khối lượng) thu được trong ví dụ sản xuất A được đặt vào, và phản ứng sulfonat hóa được thực hiện bằng cách đưa qua khí lưu huỳnh trioxit trong khi đưa nước mát ở 20°C qua vỏ bọc bên ngoài của lò phản ứng. Tỷ lệ mol của SO₃/olefin nội đối với phản ứng sulfonat hóa được đặt ở 1,09. Sản phẩm sulfonat hóa thu được được bổ sung vào dung dịch kiềm chứa nước được điều chế với 1,5 lần tỷ lệ mol của natri hydroxit so với giá trị axit giả định, tiếp theo bằng cách trung hòa ở 30°C trong 1 giờ trong khi khuấy. Sản phẩm trung hòa thu được được thủy phân bằng cách gia nhiệt ở 160°C trong 1 giờ trong nồi hấp, qua đó thu được sản phẩm thô của natri C16 olefin sulfonat. Tiếp theo, 300 g của sản phẩm thô được chuyển vào phễu tách, trong đó 300 mL của etanol được bổ sung và sau đó, 300 mL của ete dầu mỏ được bổ sung trên mỗi lần thực hiện, qua đó các tạp chất tan trong dầu được loại bỏ bằng cách chiết. Tại thời điểm này, các hợp chất vô cơ (chủ yếu bao gồm natri sulfat) được kết tủa ở bề mặt nước-dầu bằng cách bổ sung etanol còn được tách và loại bỏ từ pha chứa nước bởi quá trình tách nước-dầu. Quá trình tách/loại bỏ trên đây được lặp lại ba lần. Tiếp theo, phía bên pha chứa nước được bay hơi tới khô, qua đó thu được natri C16 olefin sulfonat nội. Tỷ lệ khối lượng của dạng hydroxy (natri hydroxyalkan

sulfonat)/dạng olefin (natri olefin sulfonat) trong natri olefin sulfonat nội thu được là 88/12. Ngoài ra, lượng olefin nội nguyên liệu thô được chứa trong natri olefin sulfonat nội thu được nhỏ hơn 100 ppm (dưới giới hạn dò GC), và lượng của các hợp chất vô cơ là 0% khối lượng. Ngoài ra, lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 là 9,3% khối lượng.

Ví dụ sản xuất 2: (Tổng hợp C14 olefin sulfonat nội)

Natri C14 olefin sulfonat nội thu được dưới các điều kiện tương tự như được sử dụng trong ví dụ sản xuất 1 từ olefin nội có 14 nguyên tử cacbon (lượng olefin nội trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2 là 31,8% khối lượng) thu được trong ví dụ sản xuất B.

Tỷ lệ khối lượng của dạng hydroxy/dạng olefin trong natri olefin sulfonat nội thu được là 93/7. Ngoài ra, lượng olefin nội nguyên liệu thô được chứa trong natri olefin sulfonat nội thu được nhỏ hơn 100 ppm (dưới giới hạn dò GC) và lượng của các hợp chất vô cơ là 0,5% khối lượng. Ngoài ra, lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 là 21,7% khối lượng.

Ví dụ sản xuất 3

Chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 1 và chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 2 được tạo thành công thức và được trộn với tỷ lệ khối lượng là 80:20 để thu được chế phẩm olefin sulfonat nội 1.

Ví dụ sản xuất 4

Chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 1 và chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 2 được tạo thành công thức và được trộn với tỷ lệ khối lượng là 85:15 để thu được chế phẩm olefin sulfonat nội 2.

Ví dụ sản xuất 5

Chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 1 và chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 2 được tạo thành công thức và được trộn với tỷ lệ khối lượng là 90:10 để thu được chế phẩm olefin sulfonat nội 3.

Đánh giá tóc

Bó tóc (tóc của người Nhật Bản chưa qua xử lý như tẩy trắng hoặc nhuộm tóc; khoảng 20 cm, 15 g) được làm sạch với dầu gội đầu thô được chỉ ra trong bảng 1. Tiếp theo, sau khi áp dụng chế phẩm xả thô được chỉ ra trong bảng 2, bó tóc được rửa với nước máy để thu được bím tóc để đánh giá.

Các chế phẩm olefin sulfonat nội 1 đến 3 thu được trong các ví dụ sản xuất 3 đến 5 được hòa tan trong nước trao đổi ion để điều chế dung dịch chứa nước (13% khối lượng) của chế phẩm olefin sulfonat nội. Bằng cách dùng các dung dịch chứa nước này, năm chuyên gia đánh giá tính tạo bọt, tốc độ tạo bọt, độ bôi trơn của bọt và đặc tính tan bọt theo tiêu chí đáng giá và phương pháp đánh giá được chỉ ra sau đây. Cụ thể, 1,0 g của mỗi chế phẩm làm sạch được chỉ

ra trong bảng 3 được áp dụng lên bím tóc để đánh giá và để tạo bọt, làm sạch, và sau đó rửa. Thể tích bọt được xác định bởi phương pháp đã được chỉ ra dưới đây. Các kết quả này được chỉ ra trong bảng 3.

Bảng 3 còn cho thấy các kết quả đánh giá với sự tham khảo tới alkyl polyoxyetylen sulfat (AES), α -olefin sulfonat (AOS), và alkyl sulfonat bậc hai (SAS). Nồng độ của các chất hoạt động bề mặt này trong các chế phẩm làm sạch được điều chỉnh đến 13% khối lượng.

Bảng 1

Chế phẩm dầu gội đầu thô

(Thành phần)	(%)
Natri polyoxyetylen lauryl ete sulfat	11,3
(42,0% dưới dạng EMAL E-27C (được sản xuất bởi Kao Corp.; 27% trọng lượng của thành phần hoạt tính))	
Axit béo dầu dừa N-metyletanolamit	3,0
(AMINON C-11S (được sản xuất bởi Kao Corp.))	
Axit xitric	0,2
Metylparaben	0,3
Nước tinh khiết	Cân bằng
Tổng số	100,0

Sản xuất dầu gội đầu thô

Các thành phần được đặt vào cốc, được gia nhiệt tới 80°C, và sau đó được trộn. Sau khi chúng thực sự hòa tan đều, hỗn hợp được làm mát để thu được dầu gội đầu thô.

Bảng 2

Chế phẩm xả thô

(Thành phần)	(%)
Octadecyloxypropyl trimetyl amoni clorua	3,0
(6,7% dưới dạng QUARTAMIN E-80K (được sản xuất bởi Kao Corp.; 45% trọng lượng của thành phần hoạt tính))	
Rượu stearyl	6,0
(KALCOL 8098 (được sản xuất bởi Kao Corp.))	
Metylparaben	0,3
Nước tinh khiết	Cân bằng
Tổng số	100,0
Sản xuất chế phẩm xả thô	

Octadecyloxypropyl trimetyl amoni clorua và rượu stearyl được đặt vào cốc (A) và được làm nóng chảy bằng cách gia nhiệt tới 80°C. Nước tinh khiết và metylparaben được đặt vào cốc khác (B) và được gia nhiệt tới 80°C kèm khuấy.

Sau khi chúng thực sự hòa tan đều, dung dịch trộn trong cốc (A) này được bổ sung vào cốc (B) kèm khuấy ở 80°C, và được nhũ hóa trong 30 phút. Việc gia nhiệt được kết thúc, và hỗn hợp được làm mát tới nhiệt độ trong phòng để thu được chế phẩm xả thô.

Tiêu chí đánh giá

· Tính tạo bọt

5: Đặc tính tạo bọt rất tốt

4: Đặc tính tạo bọt tốt

3: Tính tạo bọt bình thường (tương đương như ví dụ so sánh tham khảo 3:

SAS)

2: Đặc tính tạo bọt kém

1: Đặc tính tạo bọt rất kém để làm sạch tóc

· Tốc độ tạo bọt

5: Tạo bọt rất nhanh và dễ làm sạch với thể tích bọt đủ

4: Tạo bọt nhanh với thể tích bọt vừa phải

3: Bình thường (tương đương như ví dụ so sánh tham khảo 2: AOS)

2: Tạo bọt chậm với thể tích bọt khá nhỏ

1: Tạo bọt rất chậm với thể tích bọt nhỏ

· Độ bôi trơn của bọt

5: Bọt có độ bôi trơn tuyệt vời và dễ làm sạch

4: Bọt có độ bôi trơn thận lợi

3: Bình thường (tương đương như ví dụ so sánh tham khảo 3: SAS)

2: Bọt có độ bôi trơn không đáng kể

1: Bọt có độ bôi trơn rất kém và gây khó khăn cho việc làm sạch

· Đặc tính tan bọt

5: Bọt tan rất nhanh và dễ rửa sạch

4: Bọt tan nhanh

3: Bình thường (tương đương như ví dụ so sánh tham khảo 2: AOS)

2: Bọt tan chậm

1: Bọt tan rất chậm và khó rửa sạch

Thể tích bọt

Lọn tóc được xử lý tương tự như được sử dụng trong việc đánh giá tóc.

Bọt thu được bằng cách tạo bọt tương tự như ở trên được đặt trong xy-lanh chia độ có đường kính 5 cm làm bằng thủy tinh, và thể tích bọt được xác định. Quy trình này được lặp lại ba lần, và trung bình của nó (làm tròn đến số nguyên gần nhất) được xác định như thể tích (mL) của bọt.

Đánh giá việc làm sạch tay

Các chế phẩm olefin sulfonat nội 1 đến 3 thu được trong các ví dụ sản xuất 3 đến 5 được hòa tan trong nước trao đổi ion để điều chế dung dịch chứa nước (13% khối lượng) của chế phẩm olefin sulfonat nội. Sử dụng các dung dịch chứa nước này, năm chuyên gia rửa tay của họ, và đánh giá tính tạo bọt, độ bôi trơn của bọt và cảm giác sau khi làm sạch theo tiêu chí đánh giá và phương pháp đánh giá sau đây. Cụ thể, 1,0 g của dung dịch chứa nước (13% khối lượng) được điều chế bằng cách sử dụng các chế phẩm olefin sulfonat nội được chỉ ra trong bảng 3 được áp dụng lên tay và trải qua sự tạo bọt, làm sạch, và sau đó rửa sạch. Các kết quả này được chỉ ra trong bảng 3.

Tiêu chí đánh giá

Tính tạo bọt

5: Đặc tính tạo bọt rất tốt

4: Đặc tính tạo bọt tốt

3: Tính tạo bọt bình thường (tương đương như ví dụ so sánh tham khảo 3:

SAS)

2: Đặc tính tạo bọt kém

1: Đặc tính tạo bọt rất kém để làm sạch tóc

· Độ bôi trơn của bọt

5: Bọt có độ bôi trơn tuyệt vời và dễ làm sạch

4: Bọt có độ bôi trơn không đáng kể

3: Bình thường (tương đương như ví dụ so sánh tham khảo 3: SAS)

2: Bọt có độ bôi trơn kém

1: Bọt có độ bôi trơn rất kém và gây khó khăn cho việc làm sạch

· Cảm giác sạch sau khi làm sạch

5: Rất sạch và dễ chịu

4: Hơi sạch

3: Bình thường (tương đương như ví dụ so sánh tham khảo 2: AOS)

2: Khó làm sạch

1: Không sạch, có cảm giác nhờn và kém

Bảng 3

		Chế phẩm olefin sulfonat nội			Các ví dụ so sánh tham khảo		
		1	2	3	1	2	3
Chế phẩm olefin sulfonat nội	Số nguyên tử cacbon trong olefin sulfonat nội (tỷ lệ khối lượng trong ngoặc đơn)	16/14 (80/20)	16/14 (85/15)	16/14 (90/10)	AES*1	AOS*2	SAS*3
	Tổng lượng của C16/14 (%)	100	100	100			
	Lượng olefin nội nguyên liệu thô so với lượng C16/14 olefin sulfonat nội	<100 ppm	<100 ppm	<100 ppm			
	Dạng hydroxy/dạng olefin trong C16/14 olefin sulfonat nội	89/11	88/12	88/12			
	Tỷ lệ của của nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong C16/14 olefin	11,8	11,2	10,5			

Các kết quả đánh giá

		Cảm giác sạch sau khi làm sạch	4,2	4,0	3,8	2,6	3,0	1,8
--	--	-----------------------------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----

*1: Natri alkyl polyoxyetylen sulfat (AES), được sản xuất bởi Kao Corp., EMAL 270S (thành phần hoạt tính: 70%)

*2: Natri α -olefin sulfonat (AOS), được sản xuất bởi Lion Corp., LIPOLAN LB-440 (thành phần hoạt tính: 36%)

*3: natri alkyl sulfonat thứ cấp (SAS), được sản xuất bởi LANXESS K.K., Mersolat H95 (thành phần hoạt tính: 95%)

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế cho tính tạo bọt tốt cùng với độ bôi trơn của bọt và thể tích bọt với mức cao. Do đó, chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế có thể được sử dụng thích hợp trong các lĩnh vực về các chế phẩm làm sạch dùng trong gia đình như dầu gội đầu, sữa tắm, chế phẩm tẩy giặt, chất tẩy sạch nhà bếp, và chất tẩy sạch nhà ở, và còn thích hợp đối với các chất nhũ hóa mỹ phẩm, các chất nhũ hóa công nghiệp, các chế phẩm làm sạch công nghiệp hoặc các chất tương tự.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm olefin sulfonat nội chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.
2. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm 1, trong đó tổng lượng của (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon trong chế phẩm olefin sulfonat nội nằm trong khoảng từ 50 đến 100% khối lượng.
3. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon nhỏ hơn 20% khối lượng.
4. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó tỷ lệ khối lượng (dạng hydroxy/dạng olefin) của dạng hydroxy trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon so với dạng olefin trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon, nằm trong khoảng từ 50/50 đến 100/0.

5. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó lượng olefin nội nguyên liệu thô trong chế phẩm olefin sulfonat nội nhỏ hơn 5,0% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội.
6. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó lượng của hợp chất vô cơ trong chế phẩm olefin sulfonat nội nhỏ hơn 7,5% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội.
7. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, thu được bằng cách sulfonat hóa chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô chứa olefin nội nguyên liệu thô, sau đó trung hòa và sau đó thủy phân, với lượng olefin nội nguyên liệu thô trong đó liên kết đôi có mặt tại vị trí C-2 là 25% khối lượng hoặc ít hơn.
8. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó tổng lượng của (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon trong chế phẩm olefin sulfonat nội nằm trong khoảng từ 90 đến 100% khối lượng.
9. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm 8, trong đó tổng lượng của (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon trong chế phẩm olefin sulfonat nội là 95% khối lượng hoặc nhiều hơn.

10. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm 8, trong đó tổng lượng của (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon trong chế phẩm olefin sulfonat nội là 97% khối lượng hoặc nhiều hơn.
11. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 87/13.
12. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 82/18.
13. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 83/17 đến 87/13.
14. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon nhỏ hơn 18% khối lượng.
15. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, trong đó lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2

trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn.

16. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 15, trong đó lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt tại vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn.

17. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 16, trong đó tỷ lệ khối lượng (dạng hydroxy/dạng olefin) của dạng hydroxy trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon so với dạng olefin trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon, nằm trong khoảng từ 70/30 đến 100/0.

18. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 17, trong đó tỷ lệ khối lượng (dạng hydroxy/dạng olefin) của dạng hydroxy trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon so với dạng olefin trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon, nằm trong khoảng từ 75/25 đến 100/0.

19. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 18, trong đó tỷ lệ khối lượng (dạng hydroxy/dạng olefin) của dạng hydroxy trong

- olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon so với dạng olefin trong olefin sulfonat nội có 16 và 14 nguyên tử cacbon, nằm trong khoảng từ 75/25 đến 95/5.
20. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 19, trong đó lượng olefin nội nguyên liệu thô trong chế phẩm olefin sulfonat nội nhỏ hơn 1,5% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội.
21. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 19, trong đó lượng của hợp chất vô cơ trong chế phẩm olefin sulfonat nội nhỏ hơn 3,0% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội.
22. Chế phẩm làm sạch thu được bằng cách điều chế công thức chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 21.
23. Chế phẩm làm sạch chứa (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng (A/B) của thành phần (A) so với thành phần (B), nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.
24. Chế phẩm làm sạch theo điểm 22 hoặc 23, trong đó tổng lượng của (A) olefin sulfonat nội có 16 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 0,1 đến 80% khối lượng.
25. Chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 22 đến 24, bao gồm một hoặc nhiều thành phần được chọn từ nhóm bao gồm alkyl sulfat và alkyl polyoxyalkylen sulfat.