



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

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

(11)   
**1-0020130**

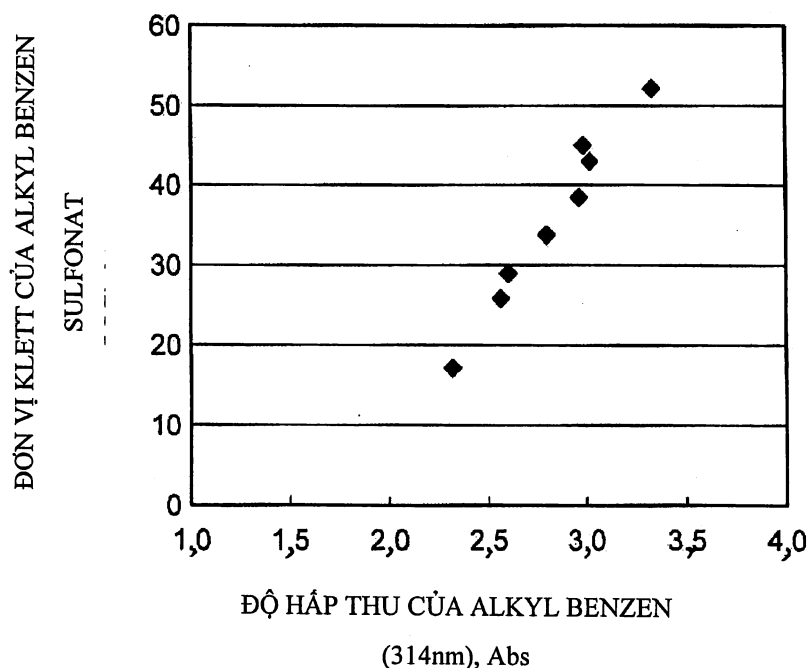
(51)<sup>7</sup> **C07C 15/107, 303/06, 309/31**

(13) **B**

- (21) 1-2015-04319 (22) 10.04.2014  
(86) PCT/JP2014/060438 10.04.2014 (87) WO2014/171398 23.10.2014  
(30) 2013-088671 19.04.2013 JP  
(45) 25.12.2018 369 (43) 25.01.2016 334  
(73) JX NIPPON OIL & ENERGY CORPORATION (JP)  
6-3, Otemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8162, Japan  
(72) KIMURA, Nobuhiro (JP), ISHIDA, Hiroki (JP), FURUSAWA, Ryuichiro (JP),  
MORI, Kazumi (JP), SUZUKI, Takashi (JP)  
(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỖN HỢP ALKYL-BENZEN ĐỂ SẢN XUẤT ALKYL BENZEN SULFONAT VÀ PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CHẤT LƯỢNG CỦA HỖN HỢP ALKYL-BENZEN ĐỂ SẢN XUẤT ALKYL BENZEN SULFONAT**

(57) Sáng chế đề cập đến hỗn hợp alkyl-benzen có khả năng cải thiện màu sắc của alkyl benzen sulfonat mạch thẳng dùng làm chất tẩy rửa, và phương pháp sản xuất alkyl benzen sulfonat. Hỗn hợp alkyl-benzen theo sáng chế là hỗn hợp alkyl-benzen được dùng trong quá trình sản xuất alkyl benzen sulfonat. Khi được đặt trong dụng cụ chứa mẫu thạch anh có độ dài đường dẫn 1cm và được đo quang phổ tại 314nm, hỗn hợp alkyl-benzen có độ hấp thu UV là bằng hoặc thấp hơn 2,98.



### **Lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế**

Sáng chế đề cập đến hỗn hợp alkyl-benzen để sản xuất alkyl benzen sulfonat, hỗn hợp alkyl-benzen theo sáng chế có khả năng cải thiện màu sắc của alkyl benzen sulfonat được sản xuất bằng cách sử dụng hỗn hợp alkyl-benzen này, và phương pháp sản xuất alkyl benzen sulfonat.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Alkyl benzen mạch thẳng được xác định là hữu ích dùng làm chất tẩy rửa (C15 đến C20) được sản xuất theo quy mô thương mại bằng phương pháp bao gồm bước alkyl hóa benzen với monoolefin mạch thẳng với sự có mặt của xúc tác axit. Thông thường, sau đó các alkyl benzen thu được được sulfonat hóa để thu được chất hoạt động bề mặt hữu ích cho các ứng dụng khác nhau.

Các ví dụ về phương pháp sản xuất alkyl benzen sulfonat bao gồm phương pháp khuấy trộn alkyl benzen với axit sulfuric bốc khói hoặc một lượng dư axit sulfuric đặc (gấp khoảng 4 lần mol lượng alkyl benzen) để tiến hành phản ứng từng đợt để sản xuất và phương pháp sulfonat hóa alkyl benzen với lưu huỳnh trioxit được pha loãng với khí trơ để tạo thành axit alkyl benzen sulfonic. Phương pháp khác được biết đến đó là tiến hành sulfonat hóa liên tục giữa alkyl benzen và lưu huỳnh trioxit trong tỷ lệ đẳng mol với sự có mặt của cả alkyl benzen và axit alkyl benzen sulfonic trong khi ngăn chặn sự hình thành sulfon và/hoặc chất tương tự để tạo thành axit alkyl benzen sulfonic (xem Tài liệu sáng chế 1, ví dụ).

Sự cải thiện màu sắc của alkyl benzen sulfonat là một sự thách thức cần được giải quyết. Ngày nay, một vài phương pháp cải thiện màu sắc của sulfonat đã được phát triển. Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ axit alkyl aryl sulfonic chứa ít nhất 1% khối lượng của olefin, đã cải thiện tính ổn định nhiệt và ổn định màu, và giảm bớt được hàm lượng cặn và axit sulfuric. Axit alkyl aryl sulfonic được mô tả trong Tài liệu sáng chế 2 được ngăn chặn sự hư hại màu xảy ra trong suốt sự bảo quản dài hạn. Tuy nhiên, khi một olefin như propylen oligome và buten oligome, ví dụ, propylen trime và propylen tetrame, được bổ sung vào axit này để bảo quản, axit alkyl aryl sulfonic

được mô tả trong Tài liệu sáng chế 2 cần thực hiện bước bổ sung để loại bỏ olefin tại thời điểm xếp hàng lên tàu sau đó bảo quản. Điều này làm phức tạp quy trình và cũng là vấn đề liên quan đến thiết bị bảo quản.

Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ việc xử lý axit sulfonic bằng cách dùng hydrocacbon chưa no có khối lượng mol trung bình nằm trong khoảng từ 600 đến 3000. Mặc dù tài liệu này mô tả sự cải thiện mà được sản xuất màu sắc của axit alkyl aryl sulfonic đã được tinh chế, Tài liệu sáng chế 3 không đề cập đến hiệu quả cải thiện màu sắc thu được bằng sự tiếp xúc với cấu trúc hydrocacbon chưa no. Bên cạnh đó, Tài liệu sáng chế 3 cũng cần loại bỏ hydrocacbon chưa no ra khỏi axit alkyl aryl sulfonic.

Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ phương pháp xử lý, với nhôm oxit bazơ, tạp chất florua hữu cơ còn lại ở lượng vết trong alkyl benzen được sản xuất bằng phương pháp alkyl hóa sử dụng HF (hydro fluorua) làm chất xúc tác. Tài liệu sáng chế 4 mô tả tạp chất florua hữu cơ có thể được loại bỏ bằng cách sử dụng nhôm oxit bazơ, việc xử lý có thể ngăn chặn sự gia tăng chỉ số brom, và sulfonat thu được bằng sự sulfonat hóa của alkyl benzen được sản xuất bằng phương pháp có sự cải thiện màu sắc. Tuy nhiên, trong Tài liệu sáng chế 4, chỉ số brom cao hơn 0,01 lần theo sự gia tăng chỉ số brom trong ví dụ và sự sulfonat có đơn vị Klett rất cao.

Tài liệu sáng chế 5 và 6 bộc lộ việc sử dụng các đất sét khác nhau và các zeolit khác nhau có thể đạt được việc loại bỏ tiền chất của chất nền mà gây ra sự mất màu của alkyl benzen, trước khi sulfonat hóa, mà hữu ích làm chất tẩy rửa. Tài liệu sáng chế 5 và 6 tập trung chủ yếu vào tiền chất của chất nền gây ra sự mất màu mà tiền chất này hấp thu ánh sáng tại bước sóng 368nm và mô tả tiền chất của chất nền gây ra sự mất màu này có thể được loại bỏ bằng cách hấp thu vào các đất sét khác nhau và các zeolit khác nhau. Tuy nhiên, Tài liệu sáng chế 5 và 6 không mô tả mà cũng không đề xuất chất nền mà hấp thu ánh sáng tại bước sóng 314nm.

Trong các năm gần đây, xu hướng alkyl benzen mạch thẳng hữu ích làm chất tẩy rửa (C15 đến C20) có chỉ số brom bằng hoặc thấp hơn 0,01 và sự cải thiện màu sắc của các alkyl benzen mạch thẳng này cũng được yêu cầu mạnh mẽ. Tuy nhiên, không có tài liệu nào trong số các tài liệu sáng chế được mô tả ở trên đề cập đến tạp chất mà còn lại sau sự sulfonat hóa của alkyl benzen có chỉ số brom bằng hoặc thấp hơn 0,01 có khả năng ảnh hưởng đến màu sắc.

## Danh sách trích dẫn

### Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn đăng ký sáng chế Nhật Bản số 53-63346

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn đăng ký sáng chế Nhật Bản 52-102245

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn đăng ký sáng chế Nhật Bản 5-262717

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn đăng ký sáng chế Nhật Bản 5-271115

Tài liệu sáng chế 5: Bằng độc quyền sáng chế Hoa Kỳ số US 4,468,476

Tài liệu sáng chế 6: Bằng độc quyền sáng chế Hoa Kỳ số US 4,433,196

### Bản chất kỹ thuật của sáng chế

#### Vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết

Cụ thể hơn, mục đích của sáng chế là đề xuất hỗn hợp alkyl-benzen có khả năng cải thiện màu sắc của alkyl benzen sulfonat mạch thẳng dùng làm chất tẩy rửa, và đề xuất phương pháp sản xuất alkyl benzen sulfonat.

#### Cách thức giải quyết vấn đề

Các tác giả của sáng chế đã thực hiện nghiên cứu chuyên sâu để đạt được mục đích và, kết quả là, đã tìm ra hỗn hợp alkyl-benzen có các đặc tính cụ thể cải thiện màu sắc của alkyl benzen sulfonat. Do đó, đã tạo ra sáng chế.

Cụ thể hơn, sáng chế đề xuất hỗn hợp alkyl-benzen mà là hỗn hợp alkyl-benzen dùng trong quá trình sản xuất alkyl benzen sulfonat. Hỗn hợp alkyl-benzen này có độ hấp thu UV là bằng hoặc thấp hơn 2,98, khi được đặt trong dụng cụ chứa mẫu thạch anh có độ dài đường dẫn 1cm và được đo quang phổ tại bước sóng 314nm.

Trong hỗn hợp alkyl-benzen được mô tả ở trên theo sáng chế, độ hấp thu tại bước sóng 314nm là bằng hoặc thấp hơn 2,69.

Trong hỗn hợp alkyl-benzen được mô tả ở trên theo sáng chế, độ hấp thu tại bước sóng 314nm là bằng hoặc thấp hơn 2,40.

Hỗn hợp alkyl-benzen được mô tả ở trên theo sáng chế bao gồm bằng hoặc lớn hơn 95% khối lượng của C16-C19 alkyl benzen.

Hỗn hợp alkyl-benzen được mô tả ở trên theo sáng chế có chỉ số brom bằng hoặc thấp hơn 0,01.

Hỗn hợp alkyl-benzen được mô tả ở trên theo sáng chế có hàm lượng flo bằng hoặc thấp hơn 0,5ppm.

Phương pháp sản xuất alkyl benzen sulfonat bao gồm bước sulfonat hóa hỗn hợp alkyl-benzen theo mục bất kỳ trong các mục ở trên với sulfat.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Hỗn hợp alkyl-benzen và phương pháp sản xuất alkyl benzen sulfonat theo sáng chế có thể điều chế axit alkyl benzen sulfonic với màu sắc được cải thiện bằng cách sulfonat hóa hỗn hợp alkyl-benzen có độ hấp thụ UV là bằng hoặc thấp hơn giá trị riêng khi được đo tại bước sóng riêng. Mặc dù màu sắc của lượng vết của mẫu có thể được xác định bằng kỹ thuật đo độ hấp thụ UV, tuy nhiên việc tìm ra rằng việc điều chỉnh độ hấp thụ UV của alkyl benzen tại bước sóng 314nm là bằng hoặc thấp hơn giá trị riêng trước khi sulfonat hóa tạo ra sự ức chế màu sắc sau khi sulfonat hóa là một sự đột phá.

#### **Mô tả văn tắt hình vẽ**

FIG. 1 là đồ thị thể hiện mối liên quan giữa độ hấp thụ UV của hỗn hợp alkyl-benzen tại 314nm và đơn vị Klett của alkyl benzen sulfonat.

#### **Mô tả các phương án thực hiện sáng chế**

Sáng chế được mô tả chi tiết dưới đây.

Alkyl benzen sulfonat được sản xuất bằng cách sử dụng hỗn hợp alkyl-benzen theo sáng chế có màu sắc được cải thiện. Ngoài ra, khi hỗn hợp alkyl-benzen theo sáng chế được sử dụng, alkyl benzen sulfonat với sự mất màu nhỏ được sản xuất một cách dễ dàng. Các sự cải thiện này đạt được bằng cách chọn hỗn hợp alkyl-benzen chứa đựng một mức độ thấp của tạp chất mà giải thích cho độ hấp thụ UV-Vis tại bước sóng 314nm. Cụ thể hơn, khi được đo bằng quang phổ kế UV-Vis tại bước sóng này, độ hấp thụ của hỗn hợp alkyl-benzen là bằng hoặc thấp hơn 2,98, tốt hơn là bằng hoặc thấp hơn 2,69, và tốt nhất là bằng hoặc thấp hơn 2,40.

Bước sóng, 314nm, được chọn để phân tích mẫu tinh khiết của hỗn hợp alkyl-benzen trong bình điện phân “có độ dài đường dẫn 1cm”. Một vài bước sóng bằng và gần bằng 314nm có thể được sử dụng khi bình điện phân có độ dài đường dẫn 1cm hoặc lớn hơn được sử dụng. Độ hấp thụ tại bước sóng trong vấn đề trong bản mô tả

này (314nm) chỉ là độ hấp thu tại bước sóng được chỉ định và không cần thêm độ hấp thu ở điểm cao nhất. Bất kỳ phương pháp phân tích nào để đo độ hấp thu UV-Vis đều có thể được sử dụng trong sáng chế.

Theo sáng chế, dụng cụ chứa mẫu có độ dài đường dẫn có thể thay đổi phụ thuộc vào phương pháp và thiết bị sử dụng để phân tích. Tuy nhiên, độ dài đường dẫn của dụng cụ chứa mẫu cần đủ dài để cho phép sự phát hiện của tạp chất trong vấn đề chứa trong hỗn hợp alkyl-benzen. Quang phổ kế UV-Vis yêu cầu một cách đơn giản để có thể vận hành được trong vùng gần tia cực tím, mà thường là 200nm đến 380nm.

Thuật ngữ “alkyl benzen” trong bản mô tả dùng để chỉ hỗn hợp C15-C20 alkyl benzen. Trong thuật ngữ của alkyl benzen được dùng làm nguyên liệu thô của alkyl benzen sulfonat cho các ứng dụng chất tẩy rửa, các sản phẩm có thể thương mại hóa như alkyl benzen thường có độ tinh khiết bằng hoặc hơn 95% khối lượng trong hàm lượng của C16-C19 alkyl benzen. Theo đó, hỗn hợp alkyl-benzen theo sáng chế tốt hơn là chứa bằng hoặc hơn 95% khối lượng của C16-C19 alkyl benzen.

Trong sáng chế, hỗn hợp alkyl-benzen được sản xuất từ monoolefin và benzen với việc sử dụng chất xúc tác, trong đó monoolefin thu được bằng cách dehydro hóa parafin thường C9-C14 với việc sử dụng xúc tác platin. Như chất xúc tác được dùng để sản xuất hỗn hợp alkyl-benzen, HF, zeolit, silic-nhôm oxit, hoặc chất tương tự được sử dụng. Phương pháp sản xuất alkyl benzen sử dụng HF làm chất xúc tác được gọi là quá trình alkyl hóa chất tẩy rửa, trong đó benzen và monoolefin mạch thẳng được alkyl hóa với sự có mặt axit hydrofloric lỏng (HF). Mặt khác, phương pháp sản xuất alkyl benzen sử dụng zeolit làm chất xúc tác được gọi là quá trình xúc tác rắn, trong đó benzen và monoolefin mạch thẳng được alkyl hóa với sự có mặt zeolit làm chất xúc tác rắn. Alkyl benzen được sản xuất bằng các phương pháp khác nhau, và các phương pháp sản xuất hỗn hợp alkyl-benzen theo sáng chế không bị giới hạn các phương pháp đã nêu ở trên.

Trong sự sản xuất alkyl benzen sử dụng HF làm chất xúc tác, flo còn lại trong lượng vết trong alkyl benzene thu được là để làm giảm chất lượng của alkyl benzen và do đó thường bị giảm trong lượng bằng hoặc thấp hơn 0,5ppm qua việc xử lý với chất hấp thụ nhôm oxit rắn ở bước tiếp theo.

Như chất hấp thụ nhôm oxit rắn, nhôm oxit hoạt tính được dùng để hấp thụ chất nền hữu cơ có thể được chứng minh bằng ví dụ. Chất hấp thụ nhôm oxit rắn có thể được định hình bằng cách sử dụng chất kết dính thích hợp. Ngoài ra, nhôm oxit được biến đổi ở kim loại thích hợp như các kim loại kiềm và các kim loại kiềm thổ trong dạng oxit hoặc hydroxit của chúng được hỗ trợ theo cách thích hợp thông qua sự thấm hoặc bằng phương pháp khác có thể được dùng vào với điều kiện là nó có thể hấp thụ flo. Tuy nhiên, nhôm oxit được nêu ở đây không cần thiết để phù hợp để hỗ trợ hoặc được thay đổi trong cách này, và nhôm oxit chứa lượng bằng hoặc thấp hơn 0,5% trọng lượng của kim loại kiềm như là natri hoặc kim loại kiềm thổ thường được sử dụng.

Phương pháp sản xuất alkyl benzen bao gồm phản ứng giữa monoolefin và benzen và do đó alkyl benzen thu được chứa lượng vết của thành phần olefin. Thành phần olefin còn lại trong lượng vết là để làm giảm chất lượng của alkyl benzen và do đó thường được xử lý với chất hấp phụ như đất sét hoạt hóa ở bước sau sao cho bị giảm về lượng. Lượng tạp chất có thể được xác định bằng cách đo chỉ số brom. Chỉ số brom tốt hơn là bằng hoặc thấp hơn 0,01, tốt hơn nữa là bằng hoặc thấp hơn 0,005, và tốt hơn nữa là bằng hoặc thấp hơn 0,001.

Thuật ngữ “alkyl benzen sulfonat” trong bản mô tả dùng để chỉ chế phẩm C15-C20 alkyl-benzen được sulfonat hóa với sulfat.

Thuật ngữ “mẫu alkyl benzen tinh khiết” trong bản mô tả dùng để chỉ một sản phẩm hóa học (alkyl benzen) mà thu được bằng cách tổng hợp hóa học alkyl benzen và sau đó tinh chế (trong một bước hoặc nhiều bước) của alkyl benzen được tổng hợp và không chứa một hoặc nhiều chất nền hóa học nhân tạo bổ sung thu được bằng phương pháp khác với phương pháp tổng hợp hóa học hoặc tinh chế (trong một bước hoặc nhiều bước).

Thuật ngữ “tạp chất” trong bản mô tả dùng để chỉ một hoặc nhiều hợp chất mà không tương đương về hóa học với alkyl benzen nhưng có độ hấp thụ UV tại bước sóng 314nm được đo theo phép đo phổ độ hấp thụ UV-Vis. Các tác giả của sáng chế đã tìm ra rằng các tạp chất này có thể được loại bỏ bằng cách tinh chế trong sự tiếp xúc với hợp chất vô cơ hoặc bằng cách chưng cất.

Quá trình chưng cất

Hỗn hợp alkyl-benzen đã được tinh chế theo sáng chế được tinh chế sao cho có độ hấp thu UV tại 314nm là bằng hoặc thấp hơn 2,98 có thể thu được bằng cách chưng cất nhiệt hỗn hợp alkyl-benzen chứa lượng vết của tạp chất dưới áp suất thích hợp.

Quá trình chưng cất có thể được thực hiện bởi phương pháp bất kỳ, ví dụ, bằng phương pháp theo mẻ hoặc phương pháp liên tục.

Quá trình xử lý tiếp xúc bằng chất hấp phụ

Ngoài ra, hỗn hợp alkyl-benzen đã được tinh chế theo sáng chế mà được tinh chế sao cho có độ hấp thu UV tại 314nm là bằng hoặc thấp hơn 2,98 có thể thu được bằng quá trình được gọi là quá trình xử lý tiếp xúc bằng chất hấp phụ mà trong đó alkyl benzen chứa lượng vết của tạp chất được cho tiếp xúc với chất hấp phụ.

Quá trình xử lý tiếp xúc bằng chất hấp phụ được thực hiện, ví dụ, bằng cách mang hỗn hợp alkyl-benzen chứa lượng vết của tạp chất đến tiếp xúc với chất hấp phụ như nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), đất sét hoạt hóa, silica, và zeolit. Nhôm oxit và đất sét hoạt hóa dùng để loại bỏ một hoặc nhiều hợp chất có độ hấp thu UV tại bước sóng 314nm có thể là nhôm oxit và đất sét hoạt hóa được sử dụng để loại bỏ HF và olefin.

Chất hấp phụ được sử dụng ở đây có đường kính hạt thường nằm trong khoảng từ 1 đến 10mm và tốt hơn là từ 2 đến 4mm và có diện tích bề mặt riêng thường nằm trong khoảng từ 50 đến 500m<sup>2</sup>/g và tốt hơn là từ 200 đến 500m<sup>2</sup>/g.

Sau khi hỗn hợp alkyl-benzen chứa lượng vết của tạp chất được cho tiếp xúc với chất hấp phụ, hỗn hợp alkyl-benzen có thể được tách từ chất hấp phụ bằng phương pháp như phương pháp lọc hoặc hấp phụ kết tủa sau đó phục hồi trên bề mặt.

Khi hỗn hợp alkyl-benzen được tinh chế bằng cách xử lý chưng cất và/hoặc xử lý tiếp xúc bằng chất hấp phụ sao cho có độ hấp thu UV tại bước sóng 314nm là bằng hoặc thấp hơn 2,98 được sử dụng như nguyên liệu thô của alkyl benzen sulfonat, alkyl benzen sulfonat thu được có mất màu một ít và chất lượng tuyệt vời, so với khi alkyl benzen có sẵn trên thị trường được sử dụng. Nguyên nhân dường như là tạp chất chứa trong alkyl benzen có sẵn trên thị trường làm ảnh hưởng tới sự mất màu trong suốt quá trình sulfonat hóa có thể được loại bỏ bằng cách tinh chế.

Xác định chỉ số brom

Chỉ số brom theo sáng chế được xác định bằng phương pháp chuẩn độ điện kế trong sự phù hợp với JIS K2605 (các sản phẩm dầu mỏ, phương pháp xác định chỉ số brom, phương pháp chuẩn độ điện kế).

Xác định hàm lượng flo

Hàm lượng flo theo sáng chế được xác định bằng phép sắc ký ion.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn bằng các ví dụ sau đây. Tuy nhiên, phạm vi của sáng chế không bị giới hạn các ví dụ này.

#### **Thử nghiệm 1**

Sử dụng hỗn hợp parafin thường C9-C14 và benzen làm nguyên liệu thô và HF lỏng làm chất xúc tác, alkyl benzen đã được sản xuất. Tiếp theo là xử lý với nhôm oxit (PSG-A25 được sản xuất bởi Axens) và đất sét (đất sét hoạt hóa: Galleonite 251 được sản xuất bởi Mizusawa Industrial Chemicals, Ltd.) (nhiệt độ xử lý: 70°C) và tinh chế bằng cách chưng cất. Alkyl benzen thu được chứa bằng hoặc hơn 95% khối lượng C16-C19 và có khối lượng mol trung bình nằm trong khoảng từ 240 đến 244, chỉ số brom bằng hoặc thấp hơn 0,01, và hàm lượng flo bằng hoặc thấp hơn 0,5ppm được thu lại ở dạng của 5 mẫu (Ví dụ từ 1 đến 3, Ví dụ so sánh 1 và 2). Mỗi mẫu được đo độ hấp tại 314nm với quang phổ kế UV-Vis. Mỗi hỗn hợp alkyl-benzen còn được sulfonat hóa, và alkyl benzen sulfonat thu được được đo đơn vị Klett. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

#### **Thử nghiệm 2**

Các mẫu được thu bằng phương pháp giống như ở Thử nghiệm 1, và mỗi mẫu được đo độ hấp thu tại 314nm với quang phổ kế UV-Vis. Mỗi alkyl benzen còn được sulfonat hóa của alkyl benzen, và alkyl benzen sulfonat thu được được đo đơn vị Klett (Ví dụ so sánh 3).

#### **Thử nghiệm 3**

Mỗi mẫu trong Thử nghiệm 2 được chưng cất vòng khác để thu được mẫu đã được loại bỏ từ 3% của thành phần nhẹ và 3% của thành phần nặng. Các mẫu thu được đo độ hấp thu tại 314nm với quang phổ kế UV-Vis. Mỗi alkyl benzen còn được

sulfonat hóa của alkyl benzen, và alkyl benzen sulfonat thu được được đo đơn vị Klett (Ví dụ 4).

#### Thử nghiệm 4

Các mẫu được thu bằng phương pháp giống như ở Thử nghiệm 1 trừ việc xử lý không có đất sét được thực hiện, tiếp theo là đo độ hấp thu tại 314nm với quang phổ kế UV-Vis. Mỗi alkyl benzen còn được sulfonat hóa của alkyl benzen, và alkyl benzen sulfonat thu được được đo đơn vị Klett (Ví dụ so sánh 4).

#### Thử nghiệm 5

Mỗi mẫu trong Thử nghiệm 2 được xử lý lặp đi lặp lại với đất sét hoạt hóa, và các mẫu thu được đo độ hấp thu tại 314nm với quang phổ kế UV-Vis. Mỗi alkyl benzen còn được sulfonat hóa của alkyl benzen, và alkyl benzen sulfonat thu được được đo đơn vị Klett (Ví dụ 5).

#### Phân tích UV-Vis

Mẫu alkyl benzen tinh khiết được đặt vào cuvet thạch anh có độ dài đường dẫn 1cm và sau đó được phân tích với quang phổ kế UV-Vis. Việc phân tích được thực hiện lại trong chân không, theo cách khác, không có bình được đặt trong ngăn trống. Quang phổ UV-Vis được thu lại trên QUANG PHỔ KẾ SHIMADZU UV-2550 UV-VIS. Sử dụng quang phổ kế, độ hấp thu UV-Vis quang phổ là nằm trong khoảng từ 200nm đến khoảng 800nm được ghi lại và chỉ thị giá trị bằng số độ hấp thu tại 314nm đã được cung cấp. Thông thường, độ hấp thu tại 314nm xuất hiện tại bậc của đỉnh cường độ đáng kể. Theo đó, độ hấp thu tại 314nm chỉ là độ hấp thu được đo tại bước sóng xác định và không cần thêm độ hấp thu ở đỉnh cao nhất.

#### Sulfonat hóa alkyl benzen và phép đo đơn vị Klett

Dựa vào phương pháp được mô tả trong Ví dụ 1 của Đơn đăng ký sáng chế Nhật Bản số 2008-94941, alkyl benzen sulfonat đã được tổng hợp. Alkyl benzen sulfonat thu được được chuẩn bị trong dung dịch Etanol 10% của nó, sau đó được đặt trong 10mm bình mẫu được đo độ hấp thu tại bước sóng tại 420nm với quang phổ kế sử dụng ethanol để kiểm soát. Độ hấp thu thu được đã được tăng lên nhiều lần với hệ số là 1000 (để đưa ra đơn vị Klett).

Mối liên quan giữa độ hấp thu của tất cả mẫu alkyl benzen và đơn vị Klett của các alkyl benzen sulfonat được thể hiện trong FIG. 1.

Bảng 1

|                         | Ví dụ 1              | Ví dụ 2              | Ví dụ 3              | Ví dụ so sánh 1      | Ví dụ so sánh 2      |
|-------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Độ hấp thu (314nm), Abs | 2,32                 | 2,80                 | 2,96                 | 3,02                 | 3,34                 |
| Chỉ số brom             | 0,001                | 0,001                | 0,003                | 0,006                | 0,001                |
| Hàm lượng f             | Không cao hơn 0,5ppm | Không cao hơn 0,5ppm | Không cao hơn 0,5ppm | Không cao hơn 0,5ppm | Không cao hơn 0,5ppm |
| Đơn vị Klett            | 17                   | 34                   | 38                   | 43                   | 52                   |

Bảng 2

|                         | Ví dụ 4              | Ví dụ 5              | Ví dụ so sánh 3      | Ví dụ so sánh 4      |
|-------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Độ hấp thu (314nm), Abs | 2,57                 | 2,60                 | 2,99                 | 3,33                 |
| Chỉ số brom             | 0,001                | 0,001                | 0,007                | 0,001                |
| Hàm lượng F             | Không cao hơn 0,5ppm | Không cao hơn 0,5ppm | Không cao hơn 0,5ppm | Không cao hơn 0,5ppm |
| Đơn vị Klett            | 26                   | 29                   | 45                   | 52                   |

Như được thể hiện trong Bảng 1, khi hỗn hợp alkyl-benzen theo sáng chế, theo cách khác, hỗn hợp alkyl-benzen có độ hấp thu UV tại 314nm là bằng hoặc thấp hơn 2,98 được đo qua phép đo phổ hấp thu UV-Vis được dùng làm nguyên liệu thô, alkyl benzen sulfonat thu được có màu sắc nhạt hơn. FIG. 1 đã xác nhận rằng độ hấp thu tại 314nm tương quan chặt chẽ với màu sắc. Đơn vị Klett của alkyl benzen sulfonat để làm các ứng dụng chất tẩy rửa có thể bằng hoặc thấp hơn 40 về mặt thương mại, nhưng tốt hơn là bằng hoặc thấp hơn 30 và tốt nhất là bằng hoặc thấp hơn 20.

**YÊU CẦU BẢO HỘ**

1. Phương pháp sản xuất hỗn hợp alkyl-benzen để sản xuất alkyl benzen sulfonat, phương pháp này bao gồm các bước:

bước alkyl hóa để alkyl hóa benzen bằng olefin bằng cách sử dụng chất xúc tác flohydric, olefin thu được bằng cách dehydro hóa parafin thường C9-C14;

bước phân tích trong đó hỗn hợp alkyl-benzen thu được ở bước alkyl hóa được đặt trong dụng cụ chứa mẫu thạch anh có độ dài đường dẫn 1cm để đo quang phổ hỗn hợp alkyl-benzen; và

bước tinh chế để tinh chế hỗn hợp alkyl-benzen thu được ở bước alkyl hóa, bằng cách xử lý với nhôm oxit, xử lý với đất sét, và xử lý chưng cất, trong đó:

bước tinh chế được thực hiện cho đến khi độ hấp thụ UV tại 314nm của hỗn hợp alkyl-benzen được phân tích trong bước phân tích là bằng hoặc thấp hơn 2,98.

2. Phương pháp sản xuất hỗn hợp alkyl-benzen để sản xuất alkyl benzen sulfonat theo điểm 1, trong đó bước tinh chế được thực hiện cho đến khi độ hấp thụ UV tại 314nm của hỗn hợp alkyl-benzen được phân tích trong bước phân tích là bằng hoặc thấp hơn 2,69.

3. Phương pháp sản xuất hỗn hợp alkyl-benzen để sản xuất alkyl benzen sulfonat theo điểm 1, trong đó bước tinh chế được thực hiện cho đến khi độ hấp thụ UV tại 314nm của hỗn hợp alkyl-benzen được phân tích trong bước phân tích là bằng hoặc thấp hơn 2,40.

4. Phương pháp sản xuất hỗn hợp alkyl-benzen để sản xuất alkyl benzen sulfonat theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hỗn hợp alkyl-benzen bao gồm bằng hoặc lớn hơn 95% khối lượng của C16-C19 alkyl benzen.

5. Phương pháp sản xuất hỗn hợp alkyl-benzen để sản xuất alkyl benzen sulfonat theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó hỗn hợp alkyl-benzen có chỉ số brom bằng hoặc thấp hơn 0,01.

6. Phương pháp sản xuất hỗn hợp alkyl-benzen để sản xuất alkyl benzen sulfonat theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó hỗn hợp alkyl-benzen có hàm lượng flo bằng hoặc thấp hơn 0,5ppm.

7. Phương pháp sản xuất alkyl benzen sulfonat, phương pháp này bao gồm bước sulfonat hóa hỗn hợp alkyl-benzen thu được bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 với sulfat.

8. Phương pháp xác định chất lượng của hỗn hợp alkyl-benzen để sản xuất alkyl benzen sulfonat, phương pháp này bao gồm các bước:

đặt hỗn hợp alkyl-benzen trong dụng cụ chứa mẫu thạch anh có độ dài đường dẫn 1cm để đo quang phổ hỗn hợp alkyl-benzen; và

xác định chất lượng của hỗn hợp alkyl-benzen bằng cách xác định liệu độ hấp thu UV tại 314nm của hỗn hợp alkyl-benzen là bằng hoặc thấp hơn giá trị được xác định trước.

FIG. 1

