



(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)



1-0023649

(51)⁷ C11D 1/14; A61Q 19/10; A61Q 5/02; (13) B
C11D 1/29; C07C 309/20; A61K 8/46;
C07C 309/08

(21) 1-2015-02915

(22) 31/01/2014

(86) PCT/JP2014/052258 31/01/2014

(87) WO2014/125940 21/08/2014

(30) 2013-025319 13/02/2013 JP

(45) 25/05/2020 386

(43) 25/11/2015 332A

(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

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội có thể gia tăng khả năng tạo bọt, bọt nhẹ, và đặc tính tan bọt một cách tức thời, và chế phẩm làm sạch chứa chế phẩm olefin sulfonat nội. Chế phẩm olefin sulfonat nội chứa (A) olefin sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) với thành phần (B), (A/B), nằm trong khoảng từ 10/90 đến 90/10, và tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong olefin sulfonat nội nằm trong khoảng từ 60% đến 100% khối lượng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội hữu ích như là thành phần chính của chất làm sạch và của chế phẩm làm sạch chứa olefin sulfonat nội.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất hoạt động bề mặt anion, cụ thể là alkyl sulfat và alkyl polyoxyalkylen sulfat, có khả năng tẩy rửa và tạo bọt tuyệt vời vì vậy được sử dụng rộng rãi như là các thành phần làm sạch để dùng trong nhà hoặc trong công nghiệp. Olefin sulfonat, cụ thể là olefin sulfonat nội thu được với olefin nội có liên kết đôi bên trong chuỗi olefin, không phải ở phần cuối của nó, như là nguyên liệu thô đã được đề cập như một trong những 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 sulfur trioxid thể khí, sau đó trung hòa và thủy phân axit sulfonic thu được. Ví dụ, các tài liệu sáng chế 1 đến 3 bộc lộ phương pháp sản xuất được cải thiện của nó.

Olefin sulfonat nội do đó thu được được biết đến là có khả năng phân hủy sinh học tốt hoặc các khả năng tương tự, nhưng nó vẫn là chưa đủ về tác dụng cơ bản như là chất 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, việc cải thiện hơn nữa về cơ bản vẫn được mong đợi. Nhiều người đã quan tâm về việc tiết kiệm nước hoặc sở thích người tiêu dùng đã được đa dạng hóa trong những năm gần đây, tác dụng bổ sung của chất lượng bột nhẹ và đặc tính tan bột ngay lập tức ngoài khả năng tạo bọt tốt là cần thiết đối với việc sử dụng như là chất hoạt hóa chủ yếu trong chất tẩy rửa quần áo, chất tẩy rửa bát đĩa, dầu gội đầu hoặc các chất tẩy rửa tương tự. Cụ thể, nó là cần thiết để phát triển chế phẩm hoạt động bề mặt mà cho phép bọt lan truyền nhanh chóng bằng cách đưa chất lượng bột nhẹ có nguồn gốc từ mật độ bong bóng to và bong bóng nhỏ và tính nhớt của bọt thấp trong suốt quá trình làm sạch và còn làm dễ chịu khi làm sạch và giữ trong một thời gian ngắn bằng cách có đặc tính tan bột ngay lập tức trong suốt quá trình giữ. Tác dụng bổ sung này là hữu ích đối với, ví dụ, dầu gội đầu sữa tắm. Nhiều người có thói quen làm sạch tóc hoặc cơ thể của họ trong một thời gian có giới hạn trước khi rời khỏi nhà sau khi thức dậy hoặc trước khi đi ngủ, xu hướng sử dụng một khoảng thời gian đáng kể để lan truyền bọt toàn bộ lên tóc hoặc giữ tóc hoàn toàn. Điều này phần lớn là do chất lượng bọt tốt và tính nhớt của bọt cao. Nếu chế phẩm hoạt động bề mặt có chất lượng bột nhẹ và đặc tính tan bột ngay lập tức có thể được tạo công thức ở dầu gội đầu, dầu gội đầu thu được cho phép làm sạch đầy đủ trong một thời gian ngắn, và không chỉ cho cảm giác dễ chịu khi làm sạch mà còn cho cảm giác sảng khoái sau khi sấy, dẫn đến việc thực hiện tiết kiệm nước.

Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ axit olefin sulfonic nội cụ thể được mong đợi là cho khả năng hòa tan, khả năng thẩm thấu, và khả năng giảm sức căng mặt ngoài như là thành phần làm sạch. Tài liệu này còn bộc lộ rằng khi được sử dụng, ví dụ như dầu gội đầu, sẽ tạo bọt tốt, và cho cảm giác được cải thiện mà không cần thiết phải chà xát. Tài liệu sáng chế 5 còn bộc lộ olefin sulfonat nội cụ thể với mục đích cải thiện khả năng tẩy rửa, và tài liệu này còn bộc lộ các ví dụ về việc áp dụng vào dầu gội đầu, xà phòng lỏng và các dạng xà phòng tương tự. Trong khi đó, tài liệu sáng chế 6 bộc lộ dầu để phục hồi sử dụng chất hoạt động bề mặt chứa nhiều olefin sulfonat nội khác nhau về số nguyên tử cacbon.

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-01-272564

Tài liệu sáng chế 2 : JP-A-61-134366

Tài liệu sáng chế 3 : JP-A-60-32759

Tài liệu sáng chế 4 : JP-A-2003-81935

Tài liệu sáng chế 5: US Patent số 5078916

Tài liệu sáng chế 6: WO-A 2010/129051

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Xét về các vấn đề nêu trên, việc cải thiện hơn nữa vẫn là cần thiết đối với bất kỳ các chế phẩm nào được mô tả trong tài liệu được đề cập trên đây để cho khả năng tạo bọt tốt cùng với chất lượng bọt nhẹ và đặc tính tan bọt ngay lập tức ở mức độ cao như là chất làm sạch để sử dụng cho da, tóc hoặc tương tự.

Để đạt được mục đích này, sáng chế đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội có thể gia tăng khả năng tạo bọt, bọt nhẹ, và đặc tính tan bọt một cách tức thời, và chế phẩm làm sạch chứa olefin sulfonat nội.

Sáng chế đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội chứa (A) olefin sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) với thành phần (B), (A/B), nằm trong khoảng từ 10/90 đến 90/10, và tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) và thành phần (B) nằm trong khoảng từ 60% đến 100% khối lượng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Việc cải thiện hơn nữa vẫn là cần thiết đối với bất kỳ các chế phẩm nào được mô tả trong tài liệu được đề cập trên đây để cho khả năng tạo bọt tốt cùng với chất lượng bọt nhẹ và đặc tính tan bọt ngay lập tức ở mức độ cao như là tác nhân làm sạch được áp dụng cho da, tóc.

Do đó, sáng chế đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội có thể tăng cường khả năng tạo bọt tốt, chất lượng bọt nhẹ, và đặc tính tan bọt ngay lập tức, và chế phẩm làm sạch chứa olefin sulfonat nội.

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 vì vậy đã phát hiện ra rằng chế phẩm olefin sulfonat nội mà có khả năng tạo bọt tốt cùng với chất lượng bọt nhẹ và đặc tính tan bọt ngay lập tức có thể thu được bằng cách đặt tỷ lệ giữa olefin

sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon tới phạm vi tiền xác định trong khi đặt tổng lượng của nó tới phạm vi tiền xác định. Dựa trên các sự phát hiện này, sáng chế đã được hoàn thành.

Sáng chế đề cập đến chế phẩm olefin sulfonat nội thỏa mãn khả năng tạo bọt tốt, còn cho chất lượng bọt nhẹ có nguồn gốc từ mật độ bong bóng to và bong bóng nhỏ và độ nhớt của bọt cho phép bọt lan truyền nhanh chóng trong suốt quá trình làm sạch, còn làm dễ chịu khi làm sạch bằng cách đưa đặc tính tan bọt ngay lập tức có khả năng tan bọt cùng một lúc trong suốt quá trình giữ, và có thể còn cho cảm giác tốt mà không thể nhận biết được các dư lượng từ tác nhân làm sạch sau khi làm sạch và sau đó lau khô bằng khăn, ví dụ chế phẩm làm sạch chứa olefin sulfonat nội.

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

Chế phẩm olefin sulfonat nội

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế chứa (A) olefin sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), nằm trong khoảng từ 10/90 đến 90/10, và tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) và thành phần (B) nằm trong khoảng từ 60% đến 100% khối lượng.

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) như là nguyên liệu

thô, sau đó trung hòa và thủy phân, như được mô tả trên đây. Do đó, sự sulfonat hóa của olefin nội sản xuất số lượng β -sulton, một số được chuyển hóa thành γ -sulton và axit olefin sulfonic, còn được chuyển hóa thành hydroxyalkan sulfonat và olefin sulfonat trong quy trình trung hòa và thủy phân (ví dụ, J. Am. Oil Chem. Soc. 69, 39 (1992)). Lưu ý rằng olefin nội trên đây có thể còn mang nghĩa rộng bao gồm vi lượng còn được gọi là α -olefin, trong đó liên kết đôi có mặt ở vị trí C-1 của chuỗi cacbon. Ở đây, nhóm hydroxyl của hydroxyalkan sulfonat thu được có mặt bên trong chuỗi kiềm, và liên kết đôi của olefin sulfonat thu được có mặt bên trong chuỗi olefin. Sản phẩm thu được là hỗn hợp chủ yếu của các chất đã được đề cập trên đây, một số chất này có thể bao gồm vi lượng của hydroxyalkan sulfonat có nhóm hydroxyl ở phần cuối của chuỗi cacbon, hoặc olefin sulfonat có liên kết đôi ở phần cuối của chuỗi cacbon. Theo sáng chế, mỗi sản phẩm và hỗn hợp của nó được đề cập như là olefin sulfonat nội. Hydroxyalkan sulfonat được đề cập như dạng hydroxy của olefin sulfonat nội (sau đây, còn có thể được đề cập như HAS), và olefin sulfonat được đề cập như dạng olefin của olefin sulfonat nội (sau đây, còn có thể được đề cập như IOS).

Tổng lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế nằm trong khoảng từ 10/90 đến 90/10 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 25/75 đến 90/10, còn tốt hơn là nằm trong

khoảng từ 50/50 đến 90/10, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 75/25 đến 90/10, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10, xét về chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy. Tổng lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10/90 đến 80/20, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10/90 đến 70/30, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10/90 đến 30/70, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10/90 đến 20/80, xét về khả năng tạo bột.

Tổng lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội là giá trị số được đo bằng khối phổ kế sắc ký lỏng hiệu suất cao (sau đây, được viết tắt là HPLC-MS). Cụ thể, olefin sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon được tách bởi HPLC, sau đó được nhận dạng bằng cách phân tích với MS. Từ vùng đỉnh HPLC-MS của nó, tổng lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội được xác định.

Tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế nằm trong khoảng từ 60 đến 100% khối lượng. Giới hạn thấp hơn của tổng lượng thành phần (A) và thành phần (B) tốt hơn 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, xét về khả năng tạo bọt, chất lượng bọt nhẹ, đặc tính tan bọt ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy.

Theo phương pháp được đề cập trên đây, nhóm sulfonat trong olefin sulfonat nội theo sáng chế có mặt bên trong chuỗi olefin hoặc chuỗi kiềm. Theo sáng chế, tốt hơn là lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở vị trí C-2 của chuỗi olefin hoặc chuỗi kiềm là thấp, trong khi lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt bên trong là cao, xét về khả năng tạo bọt, chất lượng bọt nhẹ, đặc tính tan bọt ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy. Còn tốt hơn là lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở vị trí C-2 của chuỗi olefin hoặc chuỗi kiềm là thấp, đối với cả hai olefin sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và 14 nguyên tử cacbon.

Lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội (thành phần (A) và thành phần (B)) có 12 và 14 nguyên tử cacbon theo sáng chế, trong tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B), tốt hơn là 28% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 25% khối lượng, tốt hơn nữa là 23% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 22% khối lượng hoặc nhỏ hơn, xét về chất lượng bọt nhẹ và đặc tính tan bọt ngay lập tức. Lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở 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, tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc nhiều hơn, và còn tốt hơn nữa là 19% khối lượng hoặc nhiều hơn, xét về chi phí và khả năng sản xuất.

Xem xét các quan điểm với nhau, lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở 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 28% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 28% khối lượng, tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 25% khối lượng, tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc nhiều hơn và 23% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 19% khối lượng hoặc nhiều hơn và 22% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Lượng của α -olefin sulfonat trong đó nhóm sulfonat được đặt ở vị trí C-1 của chuỗi olefin hoặc chuỗi kiềm, 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 nhỏ hơn, xét về chất lượng bột nhẹ, và đặc tính tan bột ngay lập tức. Lượng của α -olefin sulfonat trong đó nhóm sulfonat được đặt ở vị trí C-1 của chuỗi olefin hoặc chuỗi kiềm, 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 khả năng sản xuất. Xem xét các quan điểm với nhau, lượng của α -

olefin sulfonat trong đó nhóm sulfonat được đặt ở vị trí C-1 của chuỗi olefin hoặc chuỗi kiềm, 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, và còn tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc nhiều hơn và nhỏ hơn 2,8% khối lượng.

Lưu ý rằng lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội có 12 và 14 nguyên tử cacbon có thể được đo bằng phương pháp như quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân. Cụ thể hơn, nó là giá trị số được đo bằng phương pháp sử dụng phép sắc ký khí được mô tả dưới đây ở phần ví dụ thực hiện sáng chế.

Tổng lượng của dạng hydroxy so với dạng olefin, (dạng hydroxy/dạng olefin), trong olefin sulfonat nội có 12 và 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50/50 đến 100/0, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60/40 đến 100/0, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 70/30 đến 100/0, còn tốt hơn 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 chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy.

Tổng lượng của dạng hydroxy và dạng olefin trong olefin sulfonat nội có 12 và 14 nguyên tử cacbon theo sáng chế có thể được đo bằng phương pháp được mô tả dưới đây ở phần ví dụ thực hiện sáng chế.

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 nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 3% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 2% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, xét về chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy. Giá trị thấp hơn của lượng olefin sulfonat nội có 18 hoặc nhiều hơn nguyên tử cacbon tốt hơn là 0% khối lượng, do đó, 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 được trộn chắc chắn trong đó.

Đối với olefin sulfonat nội có 18 hoặc nhiều hơn nguyên tử cacbon, tốt hơn là có một lượng thấp của olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat được đặt ở vị trí C-2 của chuỗi olefin hoặc chuỗi kiềm và một lượng lớn của olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat được đặt bên trong hơn nữa, xét về chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy.

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế thu được bằng cách sulfonat hóa olefin nội, sau đó bằng cách 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 vẫn còn trong chế phẩm. Tốt hơn là lượng của các thành phần này là rất nhỏ.

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 đối với lượng olefin sulfonat nội xét về chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy.

Lượng olefin nội không phản ứng có thể được đo bằng phương pháp được mô tả dưới 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 đối với lượng olefin sulfonat nội xét về chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy.

Theo sáng chế, hợp chất vô cơ bao gồm tác nhân sulfat và kiềm. Lượng của các hợp chất vô cơ này có thể được đo bằng chuẩn độ điện thế. Cụ thể, lượng có thể được đo bằng phương pháp được mô tả dưới đây trong các ví dụ.

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế có thể chứa dạng hydroxy và dạng olefin có bất kỳ số nguyên tử cacbon khác từ thành phần (A) và thành phần (B). Số nguyên tử cacbon trong dạng hydroxy và dạng olefin khác với thành phần (A) và thành phần (B) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8 đến 24, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 16 đến 20, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 16 đến 18, và còn tốt hơn nữa là 16 xét về chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay

lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy. Các dạng hydroxy và các dạng olefin này có các số nguyên tử cacbon khác nhau có nguồn gốc từ olefin nội được sử dụng như là nguyên liệu thô.

Chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế có thể chứa các thành phần khác, ví dụ, nước như là trung gian, chất điều chỉnh pH, tác nhân làm giảm tính 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 bằng cách trung hòa và thủy phân. Cụ thể hơn, ví dụ, chế phẩm có thể được sản xuất theo các phương pháp đã được mô tả trong các Patent No. 1633184 và 2625150, và Tenside Surf. Det. 31 (5) 299 (1994), và các tài liệu tương tự.

Như được đề cập ở trên, theo sáng chế, olefin nội nguyên liệu thô đề cập đến olefin có liên kết đôi bên trong chuỗi olefin. Lượng α -olefin trong đó liên kết đôi có mặt ở 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 nhỏ hơn, xét về chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay lập tức, và cho cảm giác sau khi sấy. Lượng α -olefin trong đó liên

kết đôi có mặt ở 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 khả năng sản xuất. Xem xét các quan điểm với nhau, lượng của α -olefin sulfonat trong đó nhóm sulfonat được đặt ở vị trí C-1 của chuỗi olefin hoặc chuỗi kiềm, 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 nhỏ hơn.

Xét về chất lượng bột nhẹ, đặc tính tan bột ngay lập tức của chế phẩm olefin sulfonat nội thu được, số nguyên tử cacbon trong olefin nội nguyên liệu thô tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8 đến 24, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 12 đến 20, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 12 đến 18, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 12 đến 16, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 12 đến 14, và còn tốt hơn nữa là 12 và 14. Olefin nội được sử dụng như là nguyên liệu thô có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều olefin có thể được sử dụng.

Khi chế phẩm olefin sulfonat nội thu được bằng cách sulfonat hóa chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô, sau đó bằng cách trung hòa và thủy phân, lượng olefin nội trong đó liên kết đôi có mặt ở vị trí C-2 trong chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 40% khối lượng, và còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 35% khối lượng.

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

Chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô có thể chứa thành phần parafin. Lượng 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 nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, xét về khả năng tạo bọt.

Lượng của thành phần parafin có thể được đo, ví dụ, bằng GC-MS.

Phản ứng sulfonat hóa có thể được thực hiện bằng cách phản ứng khí sulfur trioxit với chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô ở tỷ lệ nằm trong khoảng từ 1 đến 1,2 mol của sulfur 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°C đến 40°C.

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

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

Trong việc sản xuất chế phẩm olefin sulfonat nội, olefin nội nguyên liệu thô trong đó số nguyên tử cacbon được phân bố nằm trong khoảng từ 8 đến 24 như là chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô để sulfonat hóa, trung hòa, và thủy phân để sản xuất chế phẩm olefin sulfonat nội. Sau đó, olefin nội nguyên liệu thô có số nguyên tử cacbon đồng đều có thể được xử lý để sulfonat hóa, trung hòa, và thủy phân để sản xuất axit olefin sulfonic nội, sau đó được trộn với nhiều 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 khả năng tạo bọt tốt cùng với chất lượng bọt nhẹ, và đặc tính tan bọt ngay lập tức ở mức độ cao, và do đó là hữu ích như thành phần làm sạch. Cụ thể, nó có thể được sử dụng như các tác nhân làm sạch trong nhà như dầu gội đầu, sữa tắm, chất làm sạch quần áo, và

chất tẩy rửa nhà bếp, và đặc biệt là hữu ích như là thành phần cơ bản đối với dầu gội đầu.

Chế phẩm làm sạch

Chế phẩm làm sạch theo sáng chế không có giới hạn cụ thể miễn nó chứa (A) olefin sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tổng lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), nằm trong khoảng từ 10/90 đến 90/10, và tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong olefin sulfonat nội nằm trong khoảng từ 60 đến 100% khối lượng, 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 mục đích mong muốn. Các ví dụ của các thành phần khác bao gồm chất hoạt động bề mặt khác, tác nhân tăng tạo bọt, và tác nhân hỗ trợ hoặc các tác nhân tương tự. Tổng lượng của olefin sulfonat nội trong chế phẩm làm sạch tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 80% khối lượng, còn tốt hơn 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.

Chất hoạt động bề mặt khác tốt hơn là, ví dụ, alkyl sulfat hoặc alkyl polyoxyalkylen sulfat. Các ví dụ của tác nhân hỗ trợ bao gồm, nhưng không có giới hạn, nước, polyme, dung dịch dầu, silicon, tác nhân dưỡng ẩm, chất điều chỉnh tính nhớt, chất bảo quản, tác nhân kháng viêm, chất chống oxy hóa, chất

hấp thụ tia cực tím, tác nhân càngh hóa, tác nhân 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 công thức chế phẩm olefin sulfonat nội thu được như được mô tả trên đây, và có thể được sản xuất bằng cách trộn chế phẩm olefin sulfonat nội với các thành phần được mô tả trên đây.

Theo sự tương quan của các phương án được đề cập trên đây, sáng chế còn mô tả chế phẩm olefin sulfonat nội và chế phẩm làm sạch sau đây:

<1> Chế phẩm olefin sulfonat nội bao gồm (A) olefin sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tổng lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), nằm trong khoảng từ 10/90 đến 90/10, và tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) nằm trong khoảng từ 60 đến 100% khối lượng.

<2> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm <1>, trong đó tổng lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội tốt hơn là nằm trong khoảng từ 25/75 đến 90/10, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50/50 đến 90/10, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 75/25 đến 90/10, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.

<3> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm <1>, trong đó tổng lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội

tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10/90 đến 80/20, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10/90 đến 70/30, tốt hơn nữa là 10/90 đến 30/70, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10/90 đến 20/80.

<4> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <3>, trong đó giới hạn thấp của tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm olefin sulfonat nội tốt hơn 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.

<5> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <4>, trong đó lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội có 12 và 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là 28% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 25% khối lượng, tốt hơn nữa là 23% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 22% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 7% khối lượng hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc nhiều hơn, và còn tốt hơn nữa là 19% khối lượng hoặc nhiều hơn.

<6> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <5>, trong đó tổng lượng của dạng hydroxy so với lượng của dạng

olefin, (dạng hydroxy/dạng olefin), trong olefin sulfonat nội có 12 và 14 nguyên tử cacbon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50/50 đến 100/0, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60/40 đến 100/0, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 70/30 đến 100/0, còn tốt hơn 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>, trong đó lượng olefin sulfonat nội có 18 hoặc nhiều hơn nguyên tử cacbon tốt hơn là 3% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 2% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, có giới hạn thấp tốt hơn là 0% khối lượng.

<8> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <7>, 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 đối với lượng olefin sulfonat nội.

<9> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <8>, trong đó lượng 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 đối với lượng olefin sulfonat nội.

<10> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <9>, trong đó số nguyên tử cacbon trong 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, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 16 đến 20, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 16 đến 18, và còn tốt hơn nữa là 16.

<11> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <10>, thu được bằng cách sulfonat hóa chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô chứa olefin nội nguyên liệu thô, sau đó trung hòa và thủy phân, với lượng olefin nội nguyên liệu thô trong đó liên kết đôi có mặt ở vị trí C-2 tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 40% khối lượng.

<12> Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm <11>, trong đó lượng olefin nội nguyên liệu thô trong đó liên kết đôi có mặt ở vị trí C-2 trong chế phẩm olefin nội nguyên liệu thô tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 35% khối lượng.

<13> Chế phẩm làm sạch thu được bằng cách tạo công thức chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <12>.

<14> Chế phẩm làm sạch bao gồm (A) olefin sulfonat nội có 12 nguyên tử cacbon và (B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon, trong đó tổng lượng

của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), nằm trong khoảng từ 10/90 đến 90/10, và tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) nằm trong khoảng từ 60 đến 100% khối lượng.

<15> Chế phẩm làm sạch theo điểm <13> hoặc <14>, trong đó lượng olefin sulfonat nội tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 80% khối lượng.

<16> Chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <13> đến <15>, còn bao gồm một hoặc nhiều được chọn từ nhóm bao gồm alkyl sulfat và alkyl polyoxyalkylen sulfat.

<17> Phương pháp làm sạch tóc, bao gồm bước bôi chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <13> đến <16> lên tóc, sau đó rửa và giữ.

<18> Phương pháp làm sạch da, bao gồm bôi chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <13> đến <16> lên da, sau đó giữ.

<19> Sử dụng chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <13> đến <16> để làm sạch tóc.

<20> Sử dụng chế phẩm làm sạch theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <13> đến <16> để làm sạch da.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết với sự tham khảo các ví dụ. Lưu ý rằng trừ khi có chỉ định khác, lượng của mỗi thành phần được thể hiện bằng %

khối lượng trong các bảng sau đây. Ngoài ra, các phương pháp để đo các đặc tính vật lý là như sau.

(1) Các điều kiện đo

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

Vị trí của liên kết đôi trong olefin nội được đo bằng phép sắc ký khí (sau đây, được viết tắt là GC). Cụ thể, olefin nội được chuyển hóa thành dẫn xuất dithiat 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 bởi vùng đỉnh của mỗi thành phần.

Thiết bị và các điều kiện phân tích được sử dụng để đo như sau. Thiết bị GC "HP6890" (sản phẩm của Hewlett-Packard Company); Cột "Siêu hợp kim-1HT cột mao dẫn" ($30\text{ m} \times 250\text{ }\mu\text{m} \times 0,15\text{ }\mu\text{m}$, 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 đo lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở vị trí C-2

Vị trí liên kết của nhóm sulfonat được đo bằng GC. Cụ thể, olefin sulfonat nội được phản ứng với trimethylsilyldiazometan để tạo dẫn xuất methyl-este hóa. Sau đó, 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 ở vị trí C-2 được định lượng.

Thiết bị và các điều kiện phân tích được sử dụng để đo như sau. Thiết bị GC "Agilent technology 6850" (sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); Cột "HP-1 cột mao dẫn" ($30\text{ m} \times 320\text{ }\mu\text{m} \times 0,25\text{ }\mu\text{m}$, 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 đo tỷ lệ khối lượng của dạng hydroxy/dạng olefin

Tỷ lệ khối lượng của dạng hydroxy/dạng olefin được đo bằng HPLC-MS. Cụ thể, dạng hydroxy và dạng olefin được tách bởi HPLC và mỗi sự hình thành này được nhận dạng bằng cách phân tích riêng rẽ với MS. Từ vùng đỉnh GC-MS thu được, phần nhỏ của mỗi sự hình thành được xác định.

Thiết bị và các điều kiện phân tích được sử dụng để đo như sau. Thiết bị HPLC "Agilent technology 1100" (sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); Cột "L-cột ODS $4,6 \times 150\text{ mm}$ " (sản phẩm của Chemicals Evaluation và Research Institute, Nhật Bản); Điều chế mẫu (hòa tan 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%)

→ 75 phút (30/70%)); Thiết bị MS "Agilent technology 1100 MS SL (G1946D)" (sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); và dò MS (dò anion m/z 60 - 1600, UV 240 nm).

(iv) Phương pháp đo lượng olefin nội nguyên liệu thô

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

Thiết bị và các điều kiện phân tích được sử dụng để đo như sau. Thiết bị GC "Agilent technology 6850" (sản phẩm của Agilent Technologies, Inc.); Cột "Siêu hợp kim-1HT cột mao dẫn, 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 đo lượng hợp chất vô cơ

Lượng hợp chất vô cơ được đo bằng chuẩn độ điện thế và chuẩn độ trung hòa. Cụ thể, lượng Na₂SO₄ được định lượng bằng cách đo sulfat ion (SO₄²⁻) bởi chuẩn độ điện thế. Ngoài ra, lượng NaOH được định lượng bởi chuẩn độ trung hòa với axit clohydric loãng.

(vi) Phương pháp đo lượng thành phần parafin

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

Lưu ý rằng thiết bị và các điều kiện phân tích được sử dụng tương tự như được sử dụng đối với việc đo lượng olefin nội nguyên liệu thô.

(2) Sản xuất olefin nội

Ví dụ sản xuất A: Tổng hợp C12 olefin nội trong đó 33,1% khối lượng của liên kết đôi có mặt ở vị trí C-2

Bình được trang bị thìa khuấy, (6000 g (35,6 mol) của 1-dodecen "LINEALEN 12, được sản xuất bởi Idemitsu Kosan Co., Ltd.", và như chất xúc tác axit rắn, 180 g (3% khối lượng liên quan đến nguyên liệu thô α -olefin) của protic β -zeolit (CP-814E, Zeolyst International, Inc.) được cho vào, và phản ứng được thực hiện trong 20 giờ ở 120°C trong khi khuấy. Sau đó, olefin nội thô được chuyển vào bình chưng cất và được chưng cất từ 124 đến 136°C/7,5 mmHg, qua đó thu được 100% olefin nội nguyên chất có 12 nguyên tử cacbon. Sự phân bố liên kết đôi trong olefin nội thu được là 0,5% khối lượng ở vị trí C-1, 33,1% khối lượng ở vị trí C-2, 23,7% khối lượng ở vị trí C-3, 21,2% khối lượng ở vị trí C-4, 15,0% khối lượng ở vị trí C-5, và 6,6% khối lượng ở vị trí C-6.

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

Bình được trang bị thìa khuấy, 6000 g (30,6 mol) của 1-tetradecen "LINEALENE 14, được sản xuất bởi Idemitsu Kosan Co., Ltd. ", và như chất xúc tác axit rắn, 180 g (3% khối lượng liên quan đến nguyên liệu thô α -olefin) của protic β -zeolit (CP-814E, Zeolyst International, Inc.) được cho vào, và phản ứng được thực hiện trong 20 giờ ở 120°C trong khi khuấy. Sau đó, olefin nội thô được chuyển vào bình chưng cất và được chưng cất từ 124 đến 136°C/7,5 mmHg, qua đó thu được 100% olefin nội nguyên chất 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 các vị trí C-6 và C-7.

(3) Sản xuất olefin sulfonat nội

Ví dụ sản xuất 1: (Tổng hợp C12 olefin sulfonat nội)

Lò phản ứng sulfonat hóa màng mỏng có vỏ bọc bên ngoài, olefin nội có 12 nguyên tử cacbon (lượng olefin nội trong đó liên kết đôi có mặt ở vị trí C-2 là 33,1% khối lượng) thu được trong ví dụ sản xuất A được cho vào, và phản ứng sulfonat hóa được thực hiện bằng cách sử dụng khí sulfur trioxit dưới các điều kiện 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 số mol của natri hydroxit liên quan đến giá trị axit giả định, sau đó được trung hòa ở 30°C trong một giờ trong khi khuấy. Sản phẩm được trung hòa thu được được thủy phân bằng cách gia nhiệt ở 160°C trong một giờ trong nồi hấp, qua đó thu được sản phẩm thô của natri C12 olefin sulfonat nội. Sau đó, 300 g của sản phẩm thô được chuyển đến phễu chia tách, trong đó 300 mL etanol được bổ sung và sau đó 300 mL ete dầu mỏ được bổ sung trên mỗi lần thực hiện, qua đó các tạp chất tan được 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 bằng quá trình tách nước- dầu. Quá trình loại bỏ/chiết trên đây được lặp đi lặp lại ba lần. Sau đó, phần pha dầu được bay hơi đến khô, qua đó thu được natri C12 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 92/8. 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 các hợp chất vô cơ là 0,2% khối lượng. Ngoài ra, lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở vị trí C-2 là 21,0% 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 ở 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 là nhỏ hơn 100 ppm (dưới giới hạn dò GC) và các hợp chất vô cơ là 0% khối lượng. Lượng olefin sulfonat nội trong đó nhóm sulfonat có mặt ở 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 công thức và trộn với tỷ lệ khối lượng là 10:90 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 công thức và trộn với tỷ lệ khối lượng là 25:75 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 công thức và trộn với tỷ lệ khối lượng là 50:50 để thu được chế phẩm olefin sulfonat nội 3.

Ví dụ sản xuất 6

Chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 1 và chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 2 được tạo công thức và trộn với tỷ lệ khối lượng là 75:25 để thu được chế phẩm olefin sulfonat nội 4.

Ví dụ sản xuất 7

Chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 1 và chế phẩm thu được trong ví dụ sản xuất 2 được tạo công thức và trộn với tỷ lệ khối lượng là 90:10 để thu được chế phẩm olefin sulfonat nội 5.

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 thông thường được chỉ ra trong bảng 1. Sau đó, sau khi áp dụng thuốc nhuộm tóc trơn được chỉ ra trong bảng 2, bó tóc được giữ sạch với nước máy thu được lộn tóc để đánh giá.

Mỗi chế phẩm olefin sulfonat nội 1 đến 5 thu được trong các ví dụ sản xuất 3 đến 7 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 đánh giá khả năng tạo bọt, chất lượng bọt nhẹ,

đặc tính tan bọt của nó trong quá trình giũ, và cho cảm giác sau khi làm sạch và lau khô bằng khăn (mà không thể nhận biết dư lượng) theo các tiêu chí đánh giá và các phương pháp đánh giá được chỉ ra dưới đây. (Cụ thể, 1,0 g của mỗi chế phẩm làm sạch được chỉ ra trong bảng 3 được áp dụng lên lọn tóc để đánh giá và tạo bọt, làm sạch và sau đó giũ). Các kết quả được chỉ ra trong bảng 3.

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

Bảng 1

Chế phẩm dầu gội đầu thông thường

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

Tổng 100,0

Sản xuất dầu gội đầu thông thường

Các thành phần được cho vào cốc có mỏ, được gia nhiệt tới 80°C, và sau đó được trộn. Sau khi xác nhận sự hòa tan hoàn toàn, hỗn hợp được làm mát để thu được dầu gội đầu thông thường.

Bảng 2

Chế phẩm thuốc nhuộm tóc trơn

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

Sản xuất thuốc nhuộm tóc trơn

Octadecyloxypropyl trimetyl amoni clorua và rượu stearyl được cho vào cốc có mỏ (A) và được làm tan chảy bằng cách gia nhiệt tới 80°C. Nước tinh khiết và metylparaben được cho vào cốc có mỏ khác (B) và được gia nhiệt tới

80°C trong khi khuấy. Sau khi xác nhận sự hòa tan hoàn toàn, dung dịch được trộn trong cốc có mỏ (A) được bổ sung vào cốc có mỏ (B) trong khi khuấy ở 80°C, và sự nhũ hóa được thực hiện trong 30 phút. Sau khi kết thúc việc gia nhiệt, và nó được làm mát tới nhiệt độ trong phòng thu được thuốc nhuộm tóc tron.

Các tiêu chí đánh giá và các phương pháp đánh giá

· Khả năng tạo bọt

5: Các đặc tính bọt rất tốt

4: Các đặc tính bọt tốt

3: Khả năng tạo bọt bình thường (tương đương với ví dụ so sánh tham khảo 3: SAS)

2: Các đặc tính bọt kém

1: Các đặc tính bọt rất kém để làm sạch tóc

· Chất lượng bọt nhẹ

5: Chất lượng bọt rất nhẹ và đẩy mạnh sự làm sạch với bong bóng to

4: Chất lượng bọt nhẹ không đáng kể và tốt

3: Chất lượng bọt bình thường (tương đương với ví dụ so sánh tham khảo 1: AES)

2: Chất lượng bọt nặng không đáng kể và kém

1: Chất lượng bọt rất nặng và gây trở ngại việc làm sạch

· Đặc tính tan bọt trong suốt quá trình giữ

5: Bọt tan trong khoảng thời gian giữ và được giữ dễ dàng

4: Bọt tan nhanh chóng

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

2: Bọt tan chậm

1: Bọt tan rất chậm và khó giữ

· Cho cảm giác sau khi làm sạch và lau khô bằng khăn

5: Kết thúc việc làm sạch cho cảm giác rất dễ chịu mà không thể nhận biết

dư lượng từ tác nhân làm sạch

4: Kết thúc việc làm sạch cho cảm giác hơi dễ chịu

3: Bình thường (tương đương với ví dụ so sánh tham khảo 1: AES)

2: Kết thúc việc làm sạch không cho cảm giác dễ chịu mà có thể nhận biết

dư lượng không đáng kể từ tác nhân làm sạch

1: Kết thúc việc làm sạch không cho cảm giác dễ chịu mà có thể nhận biết

mạnh mẽ dư lượng từ tác nhân làm sạch

Đánh giá việc làm sạch tay

Mỗi chế phẩm olefin sulfonat nội 1 đến 5 thu được trong các ví dụ sản xuất 3 đến 7 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 khả năng tạo bọt, đặc

tính tan bột trong suốt quá trình giữ, và cho cảm giác sau khi làm sạch và sau khi lau khô bằng khăn (mà không thể nhận biết dư lượng) theo các 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 tạo bọt, làm sạch và sau đó giữ, và sau đó lau khô bằng khăn. Các kết quả được chỉ ra trong bảng 3.

· Khả năng tạo bọt

5: Các đặc tính bọt rất tốt

4: Các đặc tính bọt tốt

3: Khả năng tạo bọt bình thường (tương đương với ví dụ so sánh tham

khảo 3: SAS)

2: Các đặc tính bọt kém

1: Các đặc tính bọt rất kém để làm sạch tay

· Đặc tính tan bột trong suốt quá trình giữ

5: Bọt tan trong khoảng thời gian giữ và được giữ dễ dàng

4: Bọt tan nhanh chóng

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

2: Bọt tan chậm

1: Bọt tan rất chậm và khó giữ

· Cho cảm giác sau khi làm sạch và sau đó lau khô bằng khăn

5: Kết thúc việc làm sạch cho cảm giác rất dễ chịu mà không thể nhận biết dư lượng từ các nhân làm sạch

4: Kết thúc việc làm sạch cho cảm giác hơi dễ chịu

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

2: Kết thúc việc làm sạch không cho cảm giác dễ chịu mà có thể nhận biết dư lượng không đáng kể từ tác nhân làm sạch

1: Kết thúc việc làm sạch không cho cảm giác dễ chịu mà có thể nhận biết mạnh mẽ dư lượng từ tác nhân làm sạch

Bảng 3

	Chế phẩm olefin sulfonat nội	Chế phẩm olefin sulfonat nội					Các ví dụ so sánh tham khảo		
		1	2	3	4	5	1	2	3
Chế phẩm olefin sulfonat nội	Số nguyên tử cacbon trong olefin sulfonat nội (tỷ lệ khối lượng trong dầu ngoặc đơn)	12/14 (10/90)	12/14 (25/75)	12/14 (50/50)	12/14 (75/25)	12/14 (90/10)	AES *1	AOS *2	SAS *3
	Tổng lượng của C12/14 (%)	100	100	100	100	100			
	Lượng olefin nội nguyên liệu thô liên quan đến lượng C16/14 olefin sulfonat nội	<100 ppm	<100 ppm	<100 ppm	<100 ppm	<100 ppm			
	Dạng hydroxy/dạng olefin trong C16/14 olefin sulfonat nội	93/7	93/7	92/8	92/8	92/8			
	Tỷ lệ nhóm sulfonat có mặt ở vị trí C-2 trong C12/14 olefin sulfonat nội (%)	21,6	21,5	21,4	21,2	21,1			
	Tỷ lệ của liên kết đôi có mặt ở vị trí C-2 trong olefin nội nguyên liệu thô (%)	31,9	32,1	32,4	32,7	32,9			

Các kết quả đánh giá	Lượng hợp chất vô cơ (%)											
	Đánh giá tóc	Đánh giá việc làm sạch tay	Khả năng tạo bọt	0,0	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2	2,0	2,4	3,0
			Chất lượng bọt (nhẹ)	5,0	4,6	4,2	4,0	3,8	3,0	3,6	3,4	
			Đặc tính tan bọt	4,2	4,4	4,6	4,8	5,0	2,4	3,0	2,0	
Cảm giác sau khi sấy (mà không thể nhận biết dư lượng)			4,4	4,6	4,6	4,8	5,0	3,0	3,4	2,4		
Đánh giá việc làm sạch tay	Khả năng tạo bọt	5,0	4,8	4,4	4,2	3,8	2,0	2,0	3,0			
	Đặc tính tan bọt	4,6	4,8	4,8	5,0	5,0	2,0	3,0	1,4			
	Cảm giác sau khi sấy (không thể nhận biết lượng dư)	4,2	4,4	4,6	4,8	5,0	2,6	3,0	1,8			

* ppm (part per million): một phần triệu

*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 có thể cho khả năng tạo bọt tốt cùng với chất lượng bọt nhẹ, và đặc tính tan bọt ngay lập tức ở mức độ cao. Do đó, chế phẩm olefin sulfonat nội theo sáng chế có thể được sử dụng thích hợp trong lĩnh vực về chất làm sạch trong nhà như dầu gội đầu, sữa tắm, chất làm sạch quần áo, chất tẩy rửa nhà bếp, và chất tẩy rửa gia đình, và còn thích hợp đối với chất nhũ hóa mỹ phẩm, chất nhũ hóa công nghiệp, các chất 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 12 nguyên tử cacbon và

(B) olefin sulfonat nội có 14 nguyên tử cacbon,

trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) với thành phần (B), (A/B), nằm trong khoảng từ 10/90 đến 90/10, và tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm olefin sulfonat nội nằm trong khoảng từ 60% đến 100% khối lượng.

2. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm 1, trong đó lượng olefin sulfonat nội có nhóm sulfonat ở vị trí C-2 trong olefin sulfonat nội có 12 và 14 nguyên tử cacbon bằng hoặc ít hơn 28% khối lượng.

3. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ khối lượng của dạng hydroxy trong olefin sulfonat nội có 12 và 14 nguyên tử cacbon so với dạng olefin trong olefin sulfonat nội có 12 và 14 nguyên tử cacbon, (dạng hydroxy/dạng olefin), nằm trong khoảng từ 50/50 đến 100/0.

4. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó lượng olefin nội làm nguyên liệu thô trong chế phẩm olefin sulfonat nội là ít hơn 5,0% khối lượng so với lượng olefin sulfonat nội.

5. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó lượng hợp chất vô cơ trong chế phẩm olefin sulfonat nội ít hơn 7,5% 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 chế phẩm này thu được bằng cách sulfonat hóa chế phẩm olefin nội làm nguyên liệu thô chứa olefin nội làm nguyên liệu thô, sau đó là sự trung hòa và sự thủy phân, trong đó olefin nội làm nguyên liệu thô có liên kết đôi ở vị trí C-2 với lượng nằm trong khoảng từ 15% đến 40% khối lượng.
7. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) với thành phần (B), (A/B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội nằm trong khoảng từ 80/20 đến 90/10.
8. Chế phẩm olefin sulfonat nội theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó tỷ lệ khối lượng của thành phần (A) so với thành phần (B), (A/B), trong chế phẩm olefin sulfonat nội nằm trong khoảng từ 10/90 đến 20/80.