(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.[6]
C07C 303/32

(45) 공고일자 1999년06월15일
(11) 등록번호 10-0200546
(24) 등록일자 1999년03월10일

(21) 출원번호	10-1992-0703056	(65) 공개번호	특1993-0700425
(22) 출원일자	1992년11월30일	(43) 공개일자	1993년03월15일
번역문제출일자	1992년11월30일		
(86) 국제출원번호	PCT/EP 91/00939	(87) 국제공개번호	WO 91/18870
(86) 국제출원일자	1991년05월21일	(87) 국제공개일자	1991년12월12일
(81) 지정국	EP 유럽특허 : AT BE CH & LI 및 리히텐스타인 DE DK SE FR GB IT LU NL ES GR 국내특허 : CA JP KR US		
(30) 우선권주장	P4017468.9 1990년05월30일 독일(DE)		
---	---
(73) 특허권자	헨켈 코만디트게젤샤프트 아우프 악티엔 한스 크리스토프 빌크; 미하엘 베르크만 독일 데-40191 뒤셀도르프 헨켈슈트라쎄 67
(72) 발명자	디에트마어 콜리그논 독일연방공화국 4006 에르크라트 암 코어레스베르크 11 에리크 도어라 독일연방공화국 4000 뒤셀도르프 13 암 춘더 61 퀸터 판텔 독일연방공화국 5657 하안 볼렌베르커 부슈 7 볼프강 슈미트 독일연방공화국 4019 몬아임 잔트스트라쎄 63 노어베르트 브레더 독일연방공화국 4000 뒤셀도르프 13 암 네트쉐스펠트 21
(74) 대리인	박해선, 이준구

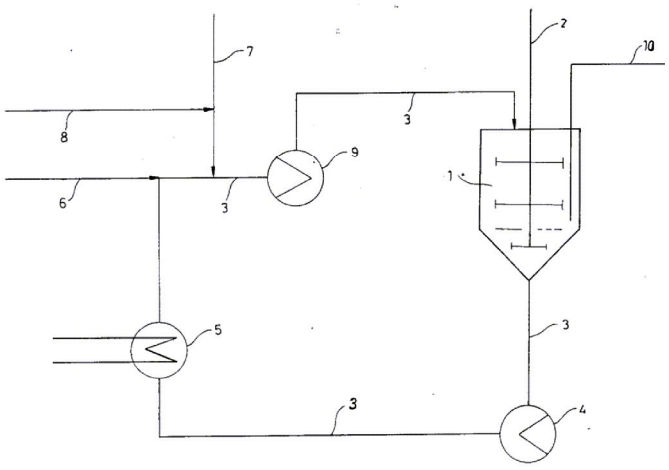
심사관 : 박창희

(54) 알파-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 고농축 페이스트의 제조방법

요약

지방산 알킬 에스테르를 기체상 SO_3 와 반응시킨 후 액상 후반응을 수행하고 알칼리 수산화물 수용액으로 중화하여 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 고농축 페이스트를 제조하는 데 있어서, 술폰화물 및 알칼리 금속 수산화물 수용액은 중화공정중 pH 2 ~ 8에서 세척활성물질 55 중량% 이상을 함유하는 초기 수성상에 도입되어 세척활성물질 함량을 60 ~ 70 중량%로 만든다.

대표도



명세서

[발명의 명칭]

α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼릴 금속 염의 고농축 페이스트의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 소정의 pH 조건하에 알칼리 금속 수산화물 수용액으로 산성 α-술포지방산 알킬 에스테르를 중화하는, 세척활성물질 (WAS) 60 ~ 70 중량 %를 함유하는 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 자유유동성 페이스트의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 있어서, 세척활성물질 (WAS)은 중화된 α-술포지방산 에스테르에 필요적으로 부산물로 존재하는 α-술포지방산 디알칼리 금속 염 및 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 총합을 의미한다.

α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염은 재생 천연 원료 기재 세정 세척제용 계면활성제로서의 중요성이 더욱 증대되고 있다. 공지 방법에 있어서, α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염은 저급 지방산 알킬 에스테르와 기체상 SO_3와의 반응에 의해 합성될 수 있는 α-술포지방산 알킬 에스테르의 중화에 의해 수용액 또는 페이스트 형태로 수득된다. 최종 분석에 있어서, α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 제조원은 지방분해 및 후속 유리 지방산과 저급 알칸올과의 에스테르화 반응에 의해 또는 천연 트리글리세라이드와 저급 알칸올과의 에스테르 교환 반응에 의해 저급 지방산 알킬 에스테르가 수득되는 천연원의 지방 및 오일이다. 두 반응 모두에 있어서 저급 알칸올로 바람직하게 사용되는 것은 메탄올이다. 저급 지방산 알킬 에스테르는 C_6~$_{22}$ 지방산 잔기가 존재하는 혼합물이며, 사슬 길이 분포는 천연 지방 또는 오일원에 좌우된다. 다수의 경우에 있어서 이들 지방산 혼합물은 합성시 그대로 사용되는 것이 아니라 일정 분획 형태로 사용된다. 지방산 에스테르 혼합물을 기체상 SO_3 로 술폰화하면 산성 α-술포지방산 알킬 에스테르가 수득되고 이것은 pH 6 ~ 8 로 중화됨으로써 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 수성 페이스트로 전환된다. 조 α-술포지방산 알킬 에스테르 및 그의 알칼리 금속 염은 다소 착색된 생성물이므로 일반적으로 중화 전 및/또는 후에 과산화수소 또는 알칼리 금속 차아염소산염 같은 통상의 표백제로 처리된다.

수성 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염 페이스트의 제조 및 취급시 특히 곤란한 것 중의 하나는 그 점도 특성이 고체 농도에 좌우됨으로써 야기된다. 수성 조성물에 있어서, 통상의 공업적 공정에 의해 생성된 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염 (이하 에스테르 술포네이트로 약칭하기도 함) 만이 충분히 자유롭게 유동하여 WAS 함량 약 40 중량 % 이하 및 이어서 WAS 함량 약 55 중량 % 초과에서 공업적 공정을 연속적으로 완결할 수 있을 정도로 저점도의 용액 또는 현탁액을 형성한다. 중간농도, 즉 WAS 함량 약 40 ~ 55 중량%의 범위에서는 수성 에스테르 술포네이트 조성물은 교반 또는 펌핑될 수 없는 다소의 고체 겔 형태일 경우 매우 높은 정도치를 나타낸다. 또한, 각 점도 최대치의 상한선 및 하한선은 고체 함량 ±5 중량 %만큼 변할 수 있다. 이러한 특정 농도/점도 특성의 결과로 WAS 함량 35 ~ 40 중량%의 에스테르 술포네이트 페이스트는 단순히 산성 α-술포지방산 알킬 에스테르를 소정량의 알칼리 금속 수산화물 수용액으로 중화하는 것만으로는 수득될 수 없다. 점도 최대치에 대한 하한선을 초과한 후 반응 혼합물은 그 교반성 및 혼화성을 상실한다. 교반성 및 혼화성의 결핍은 중화열의 적절 신속한 소산을 방지한다. 국소 농도 및 온도 피크는 불필요한 부반응, 보다 상세하게는 에스테르 술포네이트에 존재하는 에스테르 결합의 절단반응을 개시하여 유리 α-술포지방산 의 알칼리 금속 이염이 최종 생성물에 고농도로 존재하게 되므로 바람직하지 못하다. 점도가 크게 증가함으로써 고정화된 에스테르 술포네이트 페이스트의 후속 가공처리도 물론 당해 수성 조성물이 더 이상 주입 또는 펌핑될 수 없다는 사실로 인해 더 이상 단독으로는 불가능할 정도로 손상된다.

유리 α-술포지방산 알킬 에스테르 이염의 형성은 몇가지 이유로 인해 바람직하지 못하다. 이염은 물에 제한된 용해성만을 나타낼 뿐만 아니라 계면활성 특성이 불충분하다. 그러나, 특히 에스테르 술포네이트 페이스트에서 부산물인 이염은 상당한 점도증가효과를 갖는다.

종래 에스테르 술포네이트의 특정 농도/점도 특성 및 α-술포지방산 이염의 불필요한 형성에 의해 야기되는 불리한 효과를 적어도 대부분 제거하기 위한 시도가 많이 행해졌다. 즉, 유동 보조제를 첨가하여 수성 에스테르 술포네이트의 유동성을 개선시키려는 제안이 있었다. DE-OS 33 05 430에 따르면, 8 ~ 40개의 탄소원자 및 1 ~ 6 개의 히드록실기를 함유하는 지방족 알코올, 알킬페놀 및 20몰 이하의 에틸렌 옥시드 및/또는 프로필렌 옥시드와 상기 알코올 및 알킬페놀과의 첨가물이 점도 조절제로 사용된다.

산성 α-술포지방산 알킬 에스테르의 처리과정중 불필요한 이염 형성에 있어서, DE-OS 31 23 681 은 중화처리가 2단계로 수행되는 방법을 개시하고 있다. 즉, 제 1 중화단계에서 술폰화 생성물 중량을 기준으로 5 ~ 20 중량%의 양으로 C_1~$_4$ 알코올, 바람직하게는 메탄올 존재하에 15 ~ 50 중량%의 알칼리 금속 수산화물 용액을 사용하여 pH 가를 2.5 ~ 4로 되게한 후, 제 2 중화단계에서는 보다 희석도가 큰 알칼리 금속 수산화물 용액을 사용하여 최종 pH가를 6 ~ 7 로 조정한다. 이 방법에 의하면 에스테르 술포네이트 조성물의 이염 함량을 세척활성물질을 기준으로 5중량%이하로 줄일 수 있다고 한다. 이 방법은 심각한 결점은 명백하다: 이런 방식으로 생성된 에스테르 술포네이트 페이스트는 상당량의 알코올을 함유하는데, 이것은 불필요한 플루밍을 유발시킬 수 있는한 분무건조에 의한 세정제 혼합물 제조시 곤란하다. 최종 생성물의 알코올 함량을 제한하기 위해, DE-OS 33 34 517 은 임의의 표백공정 및 30 ~ 40 중량 % 및 α-술포지방산 에스테르염의 중량을 기준으로 5 ~ 15중량%의 저급 알코올 술페이트 및 8 ~ 40 중량%의 저급 알코올을 함유하는 수성 슬러리를 수득할 수 있을 정도의 양의 저급 알코올의 존재하에 조 α-술포지방산 알킬 에스테르의 중화공정을 수행할 것을 제안하였다. 최종적으로, 수성 슬러리는 40 ~ 65 중량 %의 α-술포지방산 에스테르 염, 2 ~ 10 중량 %의 저급 알코올 술페이트 및 2중량%이하의 저급 알코올을 함유하는 정도로 농축된다.

DE-OS 34 32 324에 따르면, α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속염 페이스트의 이염 함량은 수성

매질 처리 전의 조 술폰화물을 α- 술폰화에 사용되지 않은 SO_3를 기준으로 0.5몰 당량 이상의 알코올을 사용하는 에스테르 교환반응에 의해 조절 감소될 수 있다. DE-OS 35 38 910에 따르면, 고체 함량 35 중량%이상의 α-술포지방산 알킬 에스테르 염 페이스트는 DE-OS 34 32 324 에 따라 조 에스테르 술포네이트를 에스테르 교환반응을 수행시킨 후 예비 또는 후속 표백공정의 존재 또는 부재하의 후속 중화처리 중 수성 페이스트 내의 35 중량% 초과의 고체 함량을 설정함으로써 제조될 수 있다.

조 술폰화물의 처리과정중 저급 알코올이 첨가되는 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 제조방법은 통상의 표백제로 충분히 표백될 수 없는 페이스트 조성물을 생성하는 결점을 수반한다.

본 발명의 과제는 비교적 장쇄의 지방족 모노 - 및 폴리알코올류 및 그의 알킬렌 옥시드 첨가생성물, 알킬페놀류 및 그의 알킬렌 옥시드 첨가생성물 또는 단쇄의 알코올류 같은 외래 물질을 첨가할 필요 없이 산성 α-술포지방산 알킬 에스테르를 알킬리 금속 수산화물 수용액으로 직접 중화함으로써 WAS 함량 60 ~ 70 중량%의 자유유동성 펌프성 에스테르 술포네이트 페이스트를 수득할 수 있는 방법을 찾는 것이었다. 본 발명은 이러한 과제가 중화공정중 산성 술폰화물 및 알칼리 금속 수산화물 수용액을 기존의 수성 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속염 페이스트에 도입하고 동시에 수성상의 pH를 특정 범위내로 유지한다면 해결될 수 있다는 놀라운 관찰에 기초한 것이다.

본 발명은 지방산 알킬 에스테르를 기체상 SO_3와 반응시킨 후 액상 후 반응을 수행하고 알칼리 수산화물 수용액으로 중화함으로써 중화공정중 술폰화물 및 알칼리 금속 수산화물 수용액을 pH 2 ~ 8에서 세척활성물질 55중량% 이상을 함유하는 초기 수성상에 도입하여 60 ~ 70 중량%, 바람직하게는 60 ~ 65 중량%의 세척활성물질을 함유케 하는 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 고농축 용이표백성 페이스트의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명의 한 특정 구현예에서 술폰화물 및 알칼리 금속 수산화물 수용액은 세척활성물질 60 ~ 70 중량%를 함유하는 초기 수성상에 도입된다. 중화 개시시 세척활성물질 함유 용액의 pH는 2 ~ 8로 조정된다.

본 발명의 한 바람직한 구현예에서는 5 ~ 8, 바람직하게는 5.5 ~7.5의 pH 값이 중화공정중 수성상에 조정, 유지된다.

수성상의 pH 값은 α-술포지방산 알킬 에스테르 및 알칼리 금속 수산화물 수용액의 공급율 변화로 유지되는 것이 바람직하다. α-술포지방산 알킬 에스테르의 중화공정은 95℃ 이하, 바람직하게는 60 ~ 90℃에서 수행되는 것이 최선이다. 중화 염기로 바람직하게 사용되는 것은 수산화나트륨이다.

산성 α-술포지방산 알킬 에스테르의 중화공정은 제1도에 도식적으로 나타낸 유형의 중화 루프로 수행되는 것이 최선이다. 수성상의 대부분은 교반 탱크 1에 수용되어 교반기 2에 의해 연속 교반된다. 수성상은 순환 파이프 3을 통해 순환 펌프 4에 의해 연속 제거되고 냉각기 5에서 필요한 만큼 냉각되어 반응온도를 조절한다. 중화되는 α-술포지방산 알킬 에스테르는 파이프 6을 통해 순환 수성상 스트림으로 도입된다. 표준농도의 알칼리 금속 수산화물 수용액, 예컨대 50중량%의 수산화나트륨 용액은 파이프 7을 통해 회로에 도입된다. 표준 알칼리 금속 수산화물 용액의 농도는 파이프 8을 통해 물 도입에 의해 생성물 회로로 도입되기 전에 필요한 특정치로 감소될 수 있다. 이어서, 산성 α-술포지방산 알킬 에스테르, 알칼리 금속 수산화물 용액 및 순환 수성상의 혼합물은 믹서 9에 들어가 더 균등질화되고 믹서 9에서 순환 파이프 3의 마직막 구역을 통해 교반 탱크 1로 수송된다. 중화공정중 형성된 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염 페이스트는 파이프 10을 통해 제거될 수 있다. 상기 유형의 중화루프는 배타적으로 표준단위, 부속품 및 파이프로 이루어질 수 있다. 공지의 화학공정 측정 제어법이 pH 값 및 반응온도 모니터링용 및 생성물 및 냉각수 흐름 제어용으로 사용될 수 있다.

본 발명에 따른 공정은 중요한 변수를 적당히 조절하여 상기 중화 루프에서 연속 수행할 수 있다. 이 공정의 연속 수행에 있어서 α-술포지방산 알킬 에스테르 소듐 염 페이스트는 술폰화물 및 알칼리 금속 수산화물은 각각 파이프 6 및 7을 통과하여 도입되는 비율과 동일하게 파이프 10을 통과하면서 제거된다.

공정 수행시 수성상으로 사용되는 세척활성물질 55 중량 % 이상을 함유하는 페이스트는 수성상내의 세척활성물질의 함량이 원하는 바에 도달할때까지 중화 루프에서 95℃ 이하, 바람직하게는 60 ~ 90℃에서 및 pH 2 ~8, 바람직하게는 pH 3 ~ 5에서 수성상의 펌프순환을 이용하여 소정량의 물에 중화하는데 필요한 양의 알칼리 금속 수산화물 수용액 및 산성 α-술포지방산 알킬 에스테르를 도입하여 제조할 수 있다.

본 발명에 있어서 지방산 알킬 에스테르는 포화 지방산의 저급 알킬 에스테르, 보다 상세하게는 탄소수 10 ~ 18의 지방산 및 탄소수 1 ~ 4의 포화 지방족 알코올의 에스테르를 의미한다. 기본적으로 각 지방산 알킬 에스테르는 출발물질로 사용될 수 있다. 그러나, 일반적으로는, 에스테르 절단 및 저급 알칸올에 의한 후속 에스테르화에 의하거나 또는 공지 방법에 의한 저급 알칸올과의 에스테르 교환반응에 의해 천연 지방 및 오일에서 수득할 수 있는 유형의 에스테르 혼합물이 출발물질로 사용될 수 있으며 상응하는 지방산 메틸 에스테르 혼합물이 바람직하다. 이런 방식으로 수득된 지방산 에스테르 혼하물이 탄소수 10 미만의 지방산 에스테르를 비교적 다량 함유한다면 이들 헤드분획 지방산 에스테르는 통상 유거된다. 에스테르기에 대한 α-위치의 CH_2기와는 달리 지방산 에스테르는 황산성 또는 술폰화 성기를 전혀 함유하지 않는다. 이런 이유로 인해 히드록시지방산 에스테르 또는 히드록시지방산 에스테르 함유 혼합물은 출발물질로 적합하지 않다. 상당량의 불포화 지방산 에스테르를 함유하는 지방산 에스테르 혼합물, 보다 구체적으로는 요오드가가 5 이상인 에스테르는 공지 방법에 의한 수소화로 경화하는 과정중 이중결합의 포화후에야 출발물질로 적합할 뿐이다. 수소화 과정중 에스테르 혼합물의 요오드가는 0.2 이하로 감소되는 것이 바람직하다.

지방산 에스테르는 30 ~ 80℃에서 술폰화제인 기체상 SO_3로 술폰화된다. SO_3는 바람직하게는 1 ~ 10

부피%의 SO_3를 함유하는 기체 혼합물 형태로 공기 또는 질소로 희석된 후 지방산 에스테르와 접촉된다. SO_3양은 SO_3에 대한 지방산 에스테르의 몰비가 1:1.2 ~ 1:1.8로 되도록 측정된다. 이 반응은 유기 화합물, 예컨대 지방 알코올, 알킬 벤젠 또는 올레핀의 술폰화에 적합한 표준 반응기, 보다 상세하게는 폴링필름 반응기 또는 교반탱크 반응기의 다단계 캐스케이드에서 수행될 수 있다.

술폰화 반응기에서 나오는 조 술폰화물은 아직 원하는 정도의 술폰화도를 갖지 않는다. 이런 이유로 인해, 조 반응 생성물은 술폰화 직후에 적당한 장치로 이동하여 원하는 술폰화도에 도달할 때까지 기계적 교반하에 20 ~ 40분간, 바람직하게는 25 ~ 35분간 온도제어 후반응을 수행한다. 이 반응 공정에 필요한 장치는 가열 냉각 회로, 표준 온도 제어 파이프 코일 또는 교반탱크의 표준 캐스케이드를 갖는 표준 반응기로 이루어질 수 있다. 후반응은 60 ~ 100℃에서 수행된다. 술폰화물은 교반, 기압하 생성물 도입, 장치내 시케인상 배플 설치 또는 파이프 코일 사용시 난류 생성에 의해 후반응중 기계적으로 교반될 수 있다. 술폰화물의 후반응은 상기 변수, 보다 상세하게는 반응시간을 술폰화도가 90%이상, 바람직하게는 94 ~ 98%에 도달하도록 적당히 선택하므로써 제어될 수 있다.

후반응을 수행한 후 시효 술폰화물은 본 발명에 따라 중화된다.

중화후 수득된 에스테르 술포네이트 페이스트는 다소 착색된 물질이므로 후속 가공처리전에 표백되어야 한다. 표백은 차아염소산 나트륨 수용액 또는 바람직하게는 과산화수소 수용액 같은 통상의 표백제를 사용하여 공지 방법으로 수행된다. 과산화수소에 의한 표백은 산성영역, 바람직하게는 pH 5 이상에서 수행된다.

[실시예]

[실시예 1]

출발물질로는 공업 팔미트산/스테아르산 메틸 에스테르(지방산 부분의 사슬길이에 따른 중량%로 : 0.2C_{12}; 1.2 C_{14}; 61.4 C_{16}; 0.9 C_{17}; 35.9 C_{18}; 0.4 C_{20}; 평균분자량 281.5; 산가 1.1; 요오드가 0.1; 비누화가 202.1)를 사용한다. 지방산 메틸 에스테르를 80℃, 표준 폴링필름 반응기에서 몰비 1:1.25로 SO_3/공기 혼합물 (5 부피 %의 SO_3)을 사용하여 연속 술폰화한다. 생성 반응 혼합물을 보유시간 25분으로 4 교반탱크의 보유시간 캐스케이드에서 후반응시킨다. 그후, 술폰화물의 산가는 198이었다. 술폰화도는 96%이었다.

WAS 함량 62.5 중량%의 에스테르 술포네이트 페이스트 1,448kg(α-술포지방산 메틸 에스테르 소듐 염 52.0 중량 % 및 α-술포지방산 디소듐 염 10.5 중량%; pH 7.5)을 상기 유형의 중화 루프에 도입한 후 수성상과 같이 펌프 순환시킨다. 상기한 시효 술폰화물 및 25 중량% 수산화나트륨 수용액을 수성상의 pH가 7.5로 유지되는 비율로 순환 수성상에 공급한다. 25% 수산화나트륨 요액 0.53kg을 술폰화물 kg 당 중화회로에 도입한다. 수성상을 중화열 방출에 의해 75℃정도로 가열한 후 냉각기를 사용하여 유지한다. 술폰화물 및 수산화나트륨 용액을 중화 회로에 도입하는 비율과 동일하게 중화물을 교반 탱크에서 제거한다. 이런 방식으로 중화회로를 수일간 정상상태로 유지한다. 수성상은 언제나 용이하게 교반되어 펌핑될 수 있다.

연속 유출된 α-술포지방산 메틸 에스테르 소듐 염 페이스트 WAS 함량 62.5 ±2.5 중량%을 갖는다. 초기에 페이스트의 조성에 따른 세척활성물질의 조성을 어느 정도의 변화 범위내에서 수성 페이스트로 사용한다.

원래 수성 페이스트로 사용된 α-술포지방산 메틸 에스테르 소듐 염 페이스트는 다음과 같이 수득되었다 :

물 467kg을 상기 중화 루프에 도입하여 펌프 순환시킨다. 상기 시효 술폰화물 948kg 및 50 중량% 수산화나트륨 용액 250kg을 pH 값 4.5~5.5로 수성상에 유지되도록 수성상 회로에 초기 공급한다. 수성상의 WAS 함량이 55 중량%에 도달하면 술폰화물 및 수산화나트륨 용액의 유입율을 수성상의 pH가 6로 되도록 조정한다. 전체 산성 술폰화물을 중화 회로에 도입한 후 수성상의 pH 값을 잔존 수산화나트륨 용액을 첨가하여 7.5로 증대시킨다. 중화공정중 반응온도는 70~85℃로 유지한다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

중화공정중 산성 솔폰화물 및 알칼리 금속 수산화물 수용액 pH 2 ~ 8에서 세척활성물질 55중량% 이상을 함유하는 초기 수성상에 도입하여 세척활성물질 60 ~ 70 중량%로 함을 특징으로 하는, 지방산 알킬 에스테르를 기체상 SO_3와 반응시킨 후 액상 후반응을 수행하고 알칼리 수산화물 수용액으로 중화하여 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염의 고농축 용이표백성 페이스트를 제조하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 술폰화물 및 알칼리 금속 수산화물 수용액이 세척 활성 물질 60 ~ 70중량%를 함유하는 초기 수성상에 도입되는 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 수성상의 pH 값이 5 ~ 8로 유지되는 방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 수성상의 pH가 α-술포지방산 알킬 에스테르 및 알칼리 금속 수산화물 수용

액의 공급율의 변화로 유지되는 방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 중화가 95℃ 이하에서 수행되는 방법.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 지방산 메틸 에스테르가 출발물질로 사용되는 방법.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서, 천연지방 또는 오일로부터 선택한 하나 이상의 것과 메탄올의 에스테르 교환반응으로 수득할 수 있는 지방산 메틸 에스테르 혼합물이 출발물질로 사용되는 방법.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 있어서, 지방산 알킬 에스테르가 표준 술폰화 반응기에서 10% 이상의 몰 초과량의 SO_3 와 반응되는 방법.

청구항 9

제1항 또는 제2항에 있어서, SO_3 1 ~10 중량%를 함유하는 SO_3/공기 혼합물 또는 SO_3/질소 혼합물이 술폰화 시약으로 사용되는 방법.

청구항 10

제1항 또는 제2항에 있어서, SO_3 와의 반응이 SO_3 에 대한 지방산 에스테르의 몰비 1:1.2 ~ 1:1.8로 수행되는 방법.

청구항 11

제1항 또는 제2항에 있어서, SO_3와의 반응이 폴링 필름 반응기 또는 다단계 술폰화 캐스케이드에서 수행되는 방법.

청구항 12

제1항 또는 제2항에서 있어서, 술폰화 반응기에서 나오는 조 술폰화물이 적당한 장치에서 온도 제어 후반응을 수행하여 원하는 술폰화도에 도달할 때까지 기계적으로 교반되는 방법.

청구항 13

제1항 또는 제2항에서 있어서, 가열 냉각 회로, 온도제어 파이프 코일 또는 교반탱크 캐스케이드를 함유하는 반응기에서 수행되는 방법.

청구항 14

제1항 또는 제2항에서 있어서, 후반응이 60 ~ 100℃에서 수행되는 방법.

청구항 15

제1항 또는 제2항에서 있어서, 술폰화물이 교반, 가압하 생성물 도입, 장치내 시케인상 배플 설치 또는 파이프 코일내 난류 발생에 의해 후반응중 기계적으로 교반되는 방법.

청구항 16

제1항 또는 제2항에서 있어서, 술폰화물이 술폰화도가 90% 이상으로 될 때까지 후반응처리되는 방법.

청구항 17

제1항 또는 제2항에서 있어서, 수득된 α-술포지방산 알킬 에스테르 알칼리 금속 염 페이스트가 더 표백처리되는 방법.

청구항 18

제1항 또는 제2항에서 있어서, 페이스트가 과산화 수소 수용액을 사용하여 표백되는 방법.

청구항 19

제1항 또는 제2항에서 있어서, 표백이 pH 5.0 이상에서 수행되는 방법.

도면

도면1

