

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 884 826**

51 Int. Cl.:

**C07C 303/32** (2006.01)

**C07C 309/20** (2006.01)

**C11D 1/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.11.2014 PCT/JP2014/081354**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.07.2015 WO15098415**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.11.2014 E 14875839 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.07.2021 EP 3088386**

54 Título: **Método para producir sulfonato de olefina interna**

30 Prioridad:

**27.12.2013 JP 2013272379**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**13.12.2021**

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)  
14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome Chuo-Ku  
Tokyo 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**HORI, HIROSHI;  
YOSHIKAWA, YOHEI;  
MITSUDA, YOSHINORI;  
FUJIOKA, TOKU y  
NISHIMOTO, YOSHIFUMI**

74 Agente/Representante:

**ROMERAL CABEZA, Ángel**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 884 826 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Método para producir sulfonato de olefina interna

**5 Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método para producir un sulfonato de olefina interna.

**Técnica anterior**

10 Convencionalmente, los tensioactivos aniónicos, en particular, los sulfatos de alquilo y los sulfatos de polioxialquilen alquil éter, se usan ampliamente como componentes de lavado para uso doméstico e industrial, ya que los tensioactivos son excelentes en cuanto a poder de lavado y poder espumante. Como uno de los tensioactivos aniónicos, se ha informado sobre un sulfonato de olefina, en particular, un sulfonato de olefina interna obtenido usando, como materia prima, una olefina interna que tiene un doble enlace, no en ningún terminal de la olefina sino en el interior de la misma.

20 Un sulfonato de olefina interna de este tipo se obtiene generalmente haciendo reaccionar una olefina interna con un gas que contiene trióxido de azufre gaseoso para sulfatar la olefina, neutralizando la olefina interna sulfonada resultante e hidrolizando adicionalmente el producto neutralizado. Se sabe que este sulfonato de olefina interna es bueno en cuanto a biodegradabilidad y otros. Sin embargo, en comparación con los tensioactivos de uso general, tales como los sulfatos de polioxialquilen alquil éter, el sulfonato de olefina interna aún no ha sido suficiente en cuanto a los rendimientos básicos de los agentes de lavado, siendo ejemplos típicos de los rendimientos el rendimiento espumante y la propiedad de la espuma. Por tanto, se ha deseado mejorar aún más el sulfonato de olefina interna. Con el fin de mejorar los rendimientos básicos de los agentes de lavado, es importante reducir las olefinas internas y una sustancia inorgánica que se subproducen en el procedimiento de producción del sulfonato.

30 Se ha entendido que las olefinas internas y la sustancia inorgánica (sulfato de sodio) se generan mediante reacciones inversas de  $\beta$ -sultona, que es un producto intermedio de reacción. El documento JP-A-2-073051 describe un método de producción de sulfonato de olefina interna para producir un sulfonato de olefina interna que tiene un bajo contenido de aceite libre, un bajo contenido de sulfato inorgánico y un color brillante. Este método incluye: hacer reaccionar una olefina interna con un agente sulfonante a una razón molar específica en un reactor de película delgada mientras este sistema de reacción se enfría a través de un medio de refrigeración que tiene una temperatura no mayor de 35°C; neutralizar el producto de reacción; y luego hidrolizar el producto. Esta publicación también establece que, en el momento de producir un sulfonato de olefina interna derivado de una olefina que tiene más de 14 átomos de carbono, es necesario lograr un mezclado íntimo del producto de reacción con una base acuosa en la neutralización y la hidrólisis.

40 Los documentos de la técnica anterior adicionales incluyen los siguientes:

45 El documento EP 0 351 928 A1 describe un procedimiento para la preparación de sulfonatos de olefina interna, que comprende hacer reaccionar en un reactor de película una olefina interna que tiene desde 8 hasta 26 átomos de carbono con un agente sulfonante, en una razón molar de agente sulfonante con respecto a olefina interna de 1:1 a 25:1 mientras se enfría el reactor con un medio de refrigeración que tiene una temperatura no mayor de 35°C, y permitir la neutralización e hidrolización del producto de reacción de la etapa de sulfonación y, además, obtener sulfonatos de olefina interna que tienen un alto contenido de beta-hidroxisulfonatos en comparación con los productos descritos habitualmente.

50 El documento WO 2013/093075 A1 describe un procedimiento para preparar un sulfonato de olefina interna, que comprende la sulfonación de una olefina interna para dar una olefina interna sulfonada, seguido de la puesta en contacto de la olefina interna sulfonada con una disolución que contiene una base, en el que la razón molar de olefina interna con respecto a disolvente para la base es superior a 0,06.

55 El documento WO 2013/131766 A1 describe un procedimiento para preparar un sulfonato de olefina interna, que comprende la sulfonación de una olefina interna, que tiene un número de carbonos promedio que es igual a o mayor de 20, en un reactor de sulfonación para dar una olefina interna sulfonada, seguido de la puesta en contacto de la olefina interna sulfonada con una disolución que contiene una base, en el que el reactor de sulfonación se enfría con un medio de refrigeración que tiene una temperatura que es mayor de 35°C.

60 El documento JP 2001-114749 A describe un método para producir un sulfonato de olefina interna introduciendo una olefina interna y trióxido de azufre en un reactor de sulfonación y llevando a cabo una sulfonación mientras se controla la temperatura de la disolución de reacción para que la temperatura más alta de la disolución de reacción en el reactor de sulfonación sea <20°C para dar un producto de reacción.

65 El documento JP 2003-147390 A describe una composición de pasta detergente que comprende (a) el 50-94% en peso de un tensioactivo aniónico, (b) el 1-30% en peso de una sal de etoxisulfato de alquilo y (c) el 5-35% en peso de

agua, en la que (a) se selecciona de (1) un sulfato de alquilo C10-20, (2) una mezcla de un sulfato de alquilo C10-18 con un sulfonato de alquilbenceno C10-16, o una mezcla de (1) con (2), y contiene una olefina o un sulfonato de parafina C14-16, una sal de ácido graso C8-24 o un sulfonato de éster metílico alquílico C12-20, o una mezcla de los mismos.

El documento JP 2000-096084 A describe un procedimiento para obtener un material sulfatado y neutralizado poniendo en contacto (A) un material sulfatado con (B) un material básico, preferiblemente bajo presurización, suministrando un gas para obtener una mezcla y evaporando instantáneamente la mezcla resultante y separando la mezcla en un componente en fase gaseosa y un componente en fase líquida, recuperando después el componente en fase líquida.

El documento WO 2008/078609 A1 describe un polvo que contiene una sal de éster alquílico de ácido graso  $\alpha$ -sulfonado, que supuestamente no presenta deterioro del color durante un procedimiento de concentración y tiene un olor reducido, así como un procedimiento para fabricarlo.

El documento JP 2003-081935 A describe un sulfonato de olefina interna que se obtiene mediante la sulfonación de la correspondiente olefina interna C8-30 con una razón de presencia de dobles enlaces en la posición 2 que es del 20-95% y una razón forma cis/forma trans que es de (1:9) a (6:4), seguido de neutralización e hidrólisis.

## Sumario de la invención

Un método para producir un sulfonato de olefina interna de la presente invención, que comprende:

una etapa de sulfonación de hacer reaccionar una olefina interna con trióxido de azufre para producir una olefina interna sulfonada;

una etapa de neutralización de mezclar la olefina interna sulfonada resultante con una disolución alcalina acuosa a 40°C o menos para producir una mezcla, y aplicar una fuerza de cizalladura a la mezcla a una velocidad de agitación de 5 m/s o más hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite de un producto oleoso de la mezcla se convierta en 10  $\mu\text{m}$  o menos para producir un producto neutralizado; y

una etapa de hidrolización de hidrolizar el producto neutralizado resultante.

## Modo para llevar a cabo la invención

Las técnicas convencionales son insuficientes para evitar la subproducción de cualquier olefina interna y sal inorgánica.

La presente invención proporciona un método para producir un sulfonato de olefina interna de alta calidad en el que el contenido de cualquier olefina interna y sustancia inorgánica es pequeño.

Los inventores han descubierto que puede restringirse la subproducción de cualquier olefina interna y sal inorgánica haciendo que las gotas de aceite de un producto oleoso sean finas en una etapa de neutralización, en una condición de baja temperatura, hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite se convierta en 10  $\mu\text{m}$  o menos, de modo que se obtenga un sulfonato de olefina interna de alta calidad. De este modo, se ha logrado la presente invención.

Es decir, la presente invención se refiere a un método para producir un sulfonato de olefina interna, que comprende:

una etapa de sulfonación de hacer reaccionar una olefina interna con trióxido de azufre para producir una olefina interna sulfonada;

una etapa de neutralización de mezclar la olefina interna sulfonada resultante con una disolución alcalina acuosa a 40°C o menos para producir una mezcla, y aplicar una fuerza de cizalladura a la mezcla a una velocidad de agitación de 5 m/s o más hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite de un producto oleoso de la mezcla se convierta en 10  $\mu\text{m}$  o menos para producir un producto neutralizado; y

una etapa de hidrolización de hidrolizar el producto neutralizado resultante.

La presente invención permite restringir la subproducción de cualquier olefina interna y sal inorgánica para producir un sulfonato de olefina interna de alta calidad de forma eficaz.

A continuación en el presente documento, se describirá con detalle la presente invención.

Un método para producir un sulfonato de olefina interna de la presente invención, que comprende:

una etapa de sulfonación de hacer reaccionar una olefina interna con trióxido de azufre para producir una olefina interna sulfonada;

5 una etapa de neutralización de mezclar la olefina interna sulfonada resultante con una disolución alcalina acuosa a 40°C o menos para producir una mezcla, y aplicar una fuerza de cizalladura a la mezcla a una velocidad de agitación de 5 m/s o más hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite de un producto oleoso de la mezcla se convierta en 10 µm o menos para producir un producto neutralizado; y

10 una etapa de hidrolización de hidrolizar el producto neutralizado resultante.

<Etapa de sulfonación>

15 La etapa de sulfonación consiste en hacer reaccionar una olefina interna con trióxido de azufre para producir una olefina interna sulfonada.

La olefina interna es una olefina que tiene, dentro de la cadena olefínica de la misma, un doble enlace. La olefina interna puede incluir una cantidad mínima de la denominada  $\alpha$ -olefina, que tiene, en la posición 1 de la cadena de carbonos, un doble enlace.

20 La olefina interna incluye preferiblemente un isómero de olefina interna que tiene, en la posición C2 del mismo, un doble enlace en una proporción que es preferiblemente del 48% o menos, más preferiblemente del 35% o menos en masa desde el punto de vista del rendimiento de lavado y del rendimiento espumante del sulfonato de olefina interna cuando el sulfonato se usa como agente de lavado. La proporción de este isómero es preferiblemente del 10% o más, más preferiblemente del 15% o más en masa desde el punto de vista de la productividad de la olefina interna.

25 El número de átomos de carbono en la olefina interna es preferiblemente de 10 o más, más preferiblemente de 12 o más, incluso más preferiblemente de 14 o más, y también es preferiblemente de 22 o menos, más preferiblemente de 18 o menos desde el punto de vista del rendimiento de lavado y otros del sulfonato de olefina interna cuando el sulfonato se usa para un agente de lavado.

30 Puede usarse un solo tipo de olefina interna, o dos o más tipos de la misma en combinación. En el caso del uso de dos o más tipos de olefina interna en combinación, se usa preferiblemente lo siguiente desde el punto de vista del rendimiento de lavado y otros del sulfonato de olefina interna cuando el sulfonato se usa para un agente de lavado: una combinación de una olefina interna que tiene 16 átomos de carbono con una olefina interna que tiene 18 átomos de carbono.

La olefina interna puede producirse mediante un método conocido, por ejemplo, un método descrito en la publicación internacional n.º 2011/052732.

40 El trióxido de azufre se hace reaccionar preferiblemente como gas de trióxido de azufre desde el punto de vista de una mejora de la reactividad del mismo.

45 La cantidad de uso de trióxido de azufre es preferiblemente de 0,8 mol o más, más preferiblemente de 0,9 mol o más, incluso más preferiblemente de 0,95 mol o más por mol de la olefina interna para mejorar el rendimiento de la olefina interna sulfonada y mejorar la reactividad. La cantidad es preferiblemente de 1,2 mol o menos, más preferiblemente de 1,1 mol o menos, incluso más preferiblemente de 1,05 mol o menos desde el punto de vista de la economía y de la prevención de la coloración de la olefina interna sulfonada.

50 Con el fin de hacer reaccionar la olefina interna en forma líquida con el trióxido de azufre en forma gaseosa, se prefiere usar, para la reacción de sulfonación, un reactor de sulfonación de película delgada equipado con una camisa externa.

La temperatura de tratamiento en la etapa de sulfonación es preferiblemente de 0°C o más para evitar la solidificación del trióxido de azufre y de la olefina interna sulfonada, y también es preferiblemente de 50°C o menos para restringir la coloración de la olefina interna sulfonada.

55 La reacción de sulfonación es una reacción exotérmica; por tanto, se prefiere dotar con una camisa externa al reactor y hacer pasar agua de refrigeración por la misma para enfriar el reactor. La temperatura del agua de refrigeración, que se hace pasar por la camisa externa del reactor, es preferiblemente de 0°C o más para mejorar la velocidad de reacción. La temperatura también es preferiblemente de 30°C o menos, más preferiblemente de 20°C o menos para restringir cualquier reacción secundaria para disminuir las impurezas, tales como una fracción de la olefina interna y cualquier sal inorgánica en el sulfonato de olefina interna finalmente obtenido.

60 La tasa de la reacción de sulfonación es preferiblemente del 95% o más, más preferiblemente del 97% o más, incluso más preferiblemente del 98% o más para mejorar el rendimiento de la olefina interna sulfonada. La tasa también es preferiblemente del 99,8% o menos para restringir la coloración de la olefina interna sulfonada provocada por una fracción de SO<sub>3</sub> en exceso.

## &lt;Etapa de neutralización&gt;

- 5 La etapa de neutralización es una etapa de mezclar la olefina interna sulfonada con una disolución alcalina acuosa a 40°C o menos para producir una mezcla, y aplicar una fuerza de cizalladura a la mezcla resultante a una velocidad de agitación de 5 m/s o más hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite de un producto oleoso de la mezcla se convierta en 10 µm o menos, obteniendo así un producto neutralizado.
- 10 El compuesto alcalino usado para la neutralización puede ser un compuesto alcalino inorgánico o un compuesto alcalino orgánico. Ejemplos del compuesto alcalino inorgánico pueden ser hidróxidos de metales alcalinos, tales como hidróxido de sodio e hidróxido de potasio, y carbonatos de metales alcalinos, tales como carbonato de sodio y carbonato de potasio. Ejemplos del compuesto alcalino orgánico pueden ser amoníaco y compuestos de amina que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, tales como 2-aminoetanol.
- 15 El compuesto alcalino es preferiblemente un compuesto alcalino inorgánico, más preferiblemente un hidróxido de metal alcalino, incluso más preferiblemente al menos uno seleccionado de hidróxido de sodio e hidróxido de potasio, incluso más preferiblemente hidróxido de sodio desde el punto de vista de la disponibilidad del mismo y de la economía.
- 20 La concentración en la disolución alcalina acuosa es preferiblemente del 1% o más, más preferiblemente del 4,5% o más, incluso más preferiblemente del 7% o más, incluso más preferiblemente del 10% o más, incluso más preferiblemente del 12% o más en masa desde el punto de vista de la economía y de la prevención de la producción de impurezas, tales como la olefina interna y sales inorgánicas. La concentración también es preferiblemente del 30% o menos, más preferiblemente del 25% o menos, incluso más preferiblemente del 23% o menos, incluso más preferiblemente del 20% o menos, incluso más preferiblemente del 15% o menos en masa desde el punto de vista de la productividad del objetivo en la etapa de hidrolización.
- 25 La cantidad de adición del compuesto alcalino es preferiblemente de 1 vez o más, más preferiblemente de 1,03 veces o más por mol en relación con el grupo sulfonato para restringir la producción de impurezas, tales como la olefina interna y sales inorgánicas, y mejorar la reactividad. La cantidad también es preferiblemente de 2,5 veces o menos, más preferiblemente de 2,0 veces o menos, incluso más preferiblemente de 1,5 veces o menos por mol desde el punto de vista de la economía y de la prevención de la producción de impurezas, tales como la olefina interna y sales inorgánicas.
- 30 En la etapa de neutralización, la concentración de la olefina interna sulfonada en la mezcla es preferiblemente del 15% o más, más preferiblemente del 30% o más, incluso más preferiblemente del 40% o más, incluso más preferiblemente del 45% o más, incluso más preferiblemente del 48% o más, incluso más preferiblemente del 50% o más en masa para restringir la producción de impurezas, tales como la olefina interna y sales inorgánicas, provocadas por la reacción de descomposición de la olefina interna sulfonada. La concentración es preferiblemente del 75% o menos, más preferiblemente del 70% o menos, incluso más preferiblemente del 65% o menos, incluso más preferiblemente del 60% o menos en masa para restringir el calor de neutralización. La concentración de la olefina interna sulfonada en la etapa de neutralización indica la totalidad de lo siguiente: la concentración de una fracción no neutralizada de la olefina interna sulfonada; y la concentración del producto neutralizado de la olefina interna sulfonada con respecto a la de la olefina interna sulfonada.
- 35 La temperatura cuando la olefina interna sulfonada se mezcla con la disolución alcalina acuosa en la etapa de neutralización y la temperatura en el momento de la reacción de neutralización son cada una de ellas de 40°C o menos, preferiblemente de 35°C o menos, más preferiblemente de 30°C o menos, incluso más preferiblemente de 25°C o menos para restringir la producción de impurezas, tales como la olefina interna y sales inorgánicas, a través de reacciones secundarias. Las temperaturas también son cada una preferiblemente de 0°C o más, más preferiblemente de 10°C o más, incluso más preferiblemente de 15°C o más, incluso más preferiblemente de 20°C o más para mejorar la reactividad.
- 40 La temperatura cuando la olefina interna sulfonada se mezcla con la disolución alcalina acuosa en la etapa de neutralización y la temperatura en el momento de la reacción de neutralización son cada una de ellas de 40°C o menos, preferiblemente de 35°C o menos, más preferiblemente de 30°C o menos, incluso más preferiblemente de 25°C o menos para restringir la producción de impurezas, tales como la olefina interna y sales inorgánicas, a través de reacciones secundarias. Las temperaturas también son cada una preferiblemente de 0°C o más, más preferiblemente de 10°C o más, incluso más preferiblemente de 15°C o más, incluso más preferiblemente de 20°C o más para mejorar la reactividad.
- 45 En la etapa de neutralización, con el fin de mejorar la reactividad para restringir la producción de impurezas, tales como la olefina interna y sales inorgánicas, a través de reacciones secundarias, se aplica una fuerza de cizalladura a la mezcla a 40°C o menos hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite de un producto oleoso de la mezcla se convierte en 10 µm o menos. La fuerza de cizalladura se aplica hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite del producto oleoso se convierte preferiblemente en 6,5 µm o menos, más preferiblemente en 4,0 µm o menos, incluso más preferiblemente en 3,8 µm o menos, incluso más preferiblemente en 2,5 µm o menos, incluso más preferiblemente en 2,0 µm o menos, incluso más preferiblemente en 1,8 µm o menos. El límite inferior del diámetro de partícula de las gotas de aceite no está particularmente limitado, y es preferiblemente de 0,1 µm o más, más preferiblemente de 0,5 µm o más, incluso más preferiblemente de 1 µm o más desde el punto de vista de la productividad. Al aplicar la fuerza de cizalladura al producto oleoso, tanto la reducción del tamaño del producto oleoso como la neutralización avanzan de manera que finalmente se obtiene un producto neutralizado. El diámetro de partícula de las gotas de aceite del producto oleoso se mide, específicamente, mediante un método descrito en el punto "Ejemplos".
- 50
- 55
- 60
- 65

- La olefina interna sulfonada contiene principalmente sulfona, que es insoluble en agua, para convertirse en un sistema bifásico de aceite y agua inicialmente en la etapa de neutralización. Al aplicar la fuerza de cizalladura a la misma para hacer que el producto oleoso sea fino rápidamente, puede obtenerse un sulfonato de olefina interna en el que la cantidad de olefina, como material de partida, y de subproductos, tales como sulfatos, es reducida. Se supone que el motivo para ello es el siguiente. La reacción de neutralización está provocada en la interfase. Una reacción inversa de la sulfonación está provocada en la fase de aceite. Por tanto, al aumentar el área de la interfase, la proporción de la reacción de neutralización objetivo puede elevarse de manera que puede restringirse cualquier reacción lateral.
- En la etapa de neutralización, puede usarse una mezcladora de cualquier tipo, siempre que la mezcladora sea capaz de mezclar eficazmente la olefina interna sulfonada con la disolución alcalina acuosa y aplicar una fuerza de cizalladura al producto oleoso. Los ejemplos de esta mezcladora incluyen una mezcladora de tipo estacionario, una mezcladora de tipo colisión, una mezcladora de tipo impulsor agitador y una mezcladora de tipo vibración. La mezcladora de tipo estacionario es, por ejemplo, una mezcladora estática fabricada por Noritake Co. La mezcladora de tipo colisión es, por ejemplo, una máquina emulsionadora de alta presión fabricada por Nanomizer Inc. La mezcladora de tipo impulsor agitador es, por ejemplo, un aparato Milder fabricado por Matsubo Corporation o un homomezcladora fabricada por PRIMIX Corporation. De estos ejemplos, se prefiere la mezcladora de tipo impulsor agitador desde el punto de vista de los costes de la máquina.
- Cuando se usa la mezcladora de tipo impulsor agitador, la velocidad de agitación de la máquina agitadora es preferiblemente de 10 m/s o más, incluso más preferiblemente de 20 m/s o más para restringir la producción de impurezas, tales como la olefina interna y sales inorgánicas. La velocidad de agitación es preferiblemente de 30 m/s o menos, más preferiblemente de 27,5 m/s o menos, incluso más preferiblemente de 25 m/s o menos para restringir la generación de calor. La velocidad de agitación es la velocidad de la punta del impulsor de agitación, y se representa de la siguiente manera:  $2 \times \text{“la constante circular”} \times \text{“el radio del impulsor agitador”} \times \text{“el número de rotaciones del impulsor agitador por unidad de tiempo”}$ .
- Cuando se usa la mezcladora de tipo impulsor agitador, la velocidad de cizalladura proporcionada al producto oleoso es preferiblemente de  $2 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$  o más, más preferiblemente de  $5 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$  o más, incluso más preferiblemente de  $1 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$  o más, incluso más preferiblemente de  $2 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$  o más para que el producto oleoso sea más fino. La velocidad también es preferiblemente de  $5 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$  o menos, más preferiblemente de  $3,8 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$  o menos, incluso más preferiblemente de  $2,5 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$  o menos para restringir el calor de neutralización.
- La etapa de neutralización puede realizarse mediante el denominado método continuo, en el que mientras se usa un reactor de tipo bucle para hacer circular el líquido de reacción, se añaden al mismo la olefina interna sulfonada y la disolución alcalina acuosa, y simultáneamente se retira el líquido de reacción del mismo. Desde el punto de vista de la prevención de la producción de subproductos y de la productividad, la etapa de neutralización se realiza preferiblemente mediante el método continuo, y se realiza más preferiblemente usando un reactor de tipo bucle.
- En la etapa de neutralización, un periodo para la neutralización es preferiblemente de 5 minutos o más, más preferiblemente de 10 minutos o más, incluso más preferiblemente de 15 minutos o más para llevar a cabo la reacción de neutralización suficientemente. El periodo es preferiblemente de 100 minutos o menos, más preferiblemente de 50 minutos o menos, incluso más preferiblemente de 20 minutos o menos para mejorar la productividad.
- En el caso del método continuo, el periodo de neutralización puede representarse como el tiempo de residencia medio obtenido dividiendo el volumen del reactor de tipo bucle entre la cantidad total de adición de la olefina interna sulfonada y la disolución alcalina acuosa por periodo unitario. El tiempo de residencia medio es preferiblemente de 8 minutos o más, más preferiblemente de 10 minutos o más, incluso más preferiblemente de 12 minutos o más para restringir el calor de neutralización. El periodo es preferiblemente de 60 minutos o menos, más preferiblemente de 30 minutos o menos, incluso más preferiblemente de 20 minutos o menos, incluso más preferiblemente de 15 minutos o menos para mejorar la productividad. En el caso del método continuo, la razón de circulación del líquido de reacción es preferiblemente de 3 veces o más, más preferiblemente de 6 veces o más, incluso más preferiblemente de 9 veces o más para mejorar la reactividad. La razón de circulación también es preferiblemente de 30 veces o menos, más preferiblemente de 20 veces o menos, incluso más preferiblemente de 15 veces o menos para restringir un aumento de la presión en el reactor. La razón de circulación es la razón entre la cantidad del contenido total que circula en el reactor y la cantidad fluyente del líquido de reacción cargado en el reactor, y se representa de la siguiente manera “la cantidad total que circula en el reactor”/“la cantidad cargada en el reactor”.
- En la etapa de neutralización, puede coexistir con la mezcla lo siguiente: un disolvente orgánico soluble en agua, tal como un alcohol o acetona, y/o un tensioactivo, tal como un polioxiétilen alquil éter o un ácido  $\alpha$ -olefinsulfónico. Se prefiere no usar el/los producto(s) coexistente(s) ya que el/los producto(s) está(n) desnaturalizado(s) en el momento de la reacción de neutralización, permanece(n) en el producto final o proporciona(n) una carga a la etapa de purificación del producto final. En el caso de usar el/los producto(s), el/los producto(s) se usa(n) en el líquido mixto en una proporción preferiblemente del 20% o menos, más preferiblemente del 10% o menos, incluso más preferiblemente del 2% o menos, incluso más preferiblemente del 1% o menos en masa.

<Etapa de hidrolización>

La etapa de hidrolización es una etapa de hidrolizar el producto neutralizado resultante.

5 En la etapa de hidrolización, la temperatura en el momento de la hidrólisis es preferiblemente de 120°C o más, más preferiblemente de 140°C o más, incluso más preferiblemente de 160°C o más para mejorar la reactividad. La temperatura también es preferiblemente de 220°C o menos, más preferiblemente de 180°C o menos para restringir la descomposición del producto.

10 La reacción de hidrólisis puede llevarse a cabo en un reactor discontinuo o en un reactor continuo.

El periodo de tratamiento en la etapa de hidrolización es preferiblemente de 30 minutos o más, más preferiblemente de 45 minutos o más para completar la reacción. El periodo también es preferiblemente de 4 horas o menos, más preferiblemente de 3 horas o menos, incluso más preferiblemente de 2 horas o menos, incluso más preferiblemente de 90 minutos o menos para mejorar la productividad.

15 La concentración en la disolución acuosa de sulfonato de olefina interna obtenida mediante la etapa de hidrolización es preferiblemente del 15% o más, más preferiblemente del 30% o más, incluso más preferiblemente del 40% o más, incluso más preferiblemente del 45% o más, incluso más preferiblemente del 48% o más, incluso más preferiblemente del 50% o más en masa desde el punto de vista de la productividad. La concentración también es preferiblemente del 75% o menos, más preferiblemente del 70% o menos, incluso más preferiblemente del 65% o menos, incluso más preferiblemente del 60% o menos en masa desde el punto de vista de la viscosidad de la disolución acuosa y otros.

20 El sulfonato de olefina interna puede usarse como tal para diversos fines. El sulfonato puede someterse además a purificaciones, tales como desalación y decoloración.

25 El sulfonato de olefina interna producido mediante el método de producción de la presente invención es bueno en cuanto a pureza y tono. Por tanto, el sulfonato puede usarse para diversos artículos, tales como agentes de lavado corporal, champús, agentes de lavado de ropa y agentes de lavado de vajilla.

30 La presente invención divulga, además de lo anterior, las siguientes realizaciones.

<1> Un método para producir un sulfonato de olefina interna, que comprende:

35 una etapa de sulfonación de hacer reaccionar una olefina interna con trióxido de azufre para producir una olefina interna sulfonada;

40 una etapa de neutralización de mezclar la olefina interna sulfonada resultante con una disolución alcalina acuosa a 40°C o menos para producir una mezcla, y aplicar una fuerza de cizalladura a la mezcla a una velocidad de agitación de 5 m/s o más hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite de un producto oleoso de la mezcla se convierta en 10 µm o menos para producir un producto neutralizado; y

una etapa de hidrolización de hidrolizar el producto neutralizado resultante.

45 <2> El método para producir un sulfonato de olefina interna según el punto <1>, en el que, en la etapa de neutralización, el mezclado de la olefina interna sulfonada con la disolución alcalina acuosa se realiza preferiblemente a 35°C o menos, más preferiblemente a 30°C o menos, incluso más preferiblemente a 25°C o menos, y preferiblemente a 0°C o más, más preferiblemente a 10°C o más, incluso más preferiblemente a 15°C o más, incluso más preferiblemente a 20°C o más.

50 <3> El método para producir un sulfonato de olefina interna según el punto <1> o <2>, en el que, en la etapa de neutralización, el mezclado de la olefina interna sulfonada con la disolución alcalina acuosa se lleva a cabo hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite del producto oleoso se convierte preferiblemente en 6,5 µm o menos, más preferiblemente en 4,0 µm o menos, incluso más preferiblemente en 3,8 µm o menos, incluso más preferiblemente en 2,5 µm, incluso más preferiblemente en 2,0 µm o menos, incluso más preferiblemente en 1,8 µm o menos, y preferiblemente en 0,1 µm o más, más preferiblemente en 0,5 µm o más, incluso más preferiblemente en 1 µm o más.

55 <4> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <3>., en el que, en la etapa de neutralización, la concentración de la olefina interna sulfonada es preferiblemente del 15% o más, más preferiblemente del 30% o más, incluso más preferiblemente del 40% o más, incluso más preferiblemente del 45% o más, incluso más preferiblemente del 48% o más, incluso más preferiblemente del 50% o más en masa, y preferiblemente del 75% o menos, más preferiblemente del 70% o menos, incluso más preferiblemente del 65% o menos, incluso más preferiblemente del 60% o menos en masa.

65 <5> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <4>, en el que,

en la etapa de neutralización, un medio para aplicar la fuerza de cizalladura es una máquina agitadora.

- 5 <6> El método para producir un sulfonato de olefina interna según el punto <5>, en el que la velocidad de agitación de la máquina agitadora es de 10 m/s o más, incluso más preferiblemente de 15 m/s o más, incluso más preferiblemente de 20 m/s o más, y preferiblemente de 30 m/s o menos, más preferiblemente de 27,5 m/s o menos, incluso más preferiblemente de 25 m/s o menos.
- 10 <7> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <6>, en el que, en la etapa de neutralización, un periodo para la neutralización es preferiblemente de 5 minutos o más, más preferiblemente de 10 minutos o más, incluso más preferiblemente de 15 minutos o más, y preferiblemente de 100 minutos o menos, más preferiblemente de 50 minutos o menos, incluso más preferiblemente de 20 minutos o menos.
- 15 <8> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <7>, en el que la etapa de neutralización se realiza preferiblemente mediante el método continuo, y se realiza más preferiblemente usando un reactor de tipo bucle.
- 20 <9> El método para producir un sulfonato de olefina interna según el punto <8>, en el que, en la etapa de neutralización, un periodo para la neutralización es preferiblemente de 8 minutos o más, más preferiblemente de 10 minutos o más, incluso más preferiblemente de 12 minutos o más, y preferiblemente de 60 minutos o menos, más preferiblemente de 30 minutos o menos, incluso más preferiblemente de 20 minutos o menos, incluso más preferiblemente de 15 minutos o menos para mejorar la productividad.
- 25 <10> El método para producir un sulfonato de olefina interna según el punto <8> o <9>, en el que la razón de circulación del líquido de reacción es preferiblemente de 3 veces o más, más preferiblemente de 6 veces o más, incluso más preferiblemente de 9 veces o más, y preferiblemente de 30 veces o menos, más preferiblemente de 20 veces o menos, incluso más preferiblemente de 15 veces o menos.
- 30 <11> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <10>, en el que un compuesto alcalino usado en la etapa de neutralización es preferiblemente un compuesto alcalino inorgánico, más preferiblemente un hidróxido de metal alcalino, incluso más preferiblemente al menos uno seleccionado de hidróxido de sodio e hidróxido de potasio, incluso más preferiblemente hidróxido de sodio.
- 35 <12> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <11>, en el que, en la etapa de neutralización, la concentración en la disolución alcalina acuosa es preferiblemente del 1% o más, más preferiblemente del 4,5% o más, incluso más preferiblemente del 7% o más, incluso más preferiblemente del 10% o más, incluso más preferiblemente del 12% o más en masa, y preferiblemente del 30% o menos, más preferiblemente del 25% o menos, incluso más preferiblemente del 23% o menos, incluso más preferiblemente del 20% o menos, incluso más preferiblemente del 15% o menos en masa.
- 40 <13> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <12>, en el que, en la etapa de neutralización, la cantidad de adición del compuesto alcalino es preferiblemente de 1 vez o más, más preferiblemente de 1,03 veces o más por mol con respecto al grupo sulfonato, y preferiblemente de 2,5 veces o menos, más preferiblemente de 2,0 veces o menos, incluso más preferiblemente de 1,5 veces o menos por mol.
- 45 <14> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <13>, en el que el contenido en porcentaje de un isómero de olefina interna que tiene, en una posición C2 del mismo, un doble enlace en la olefina interna es preferiblemente del 48% o menos, más preferiblemente del 35% o menos en masa, y preferiblemente del 10% o más, más preferiblemente del 15% o más en masa.
- 50 <15> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <14>, en el que el número de átomos de carbono en la olefina interna es preferiblemente de 10 o más, más preferiblemente de 12 o más, incluso más preferiblemente de 14 o más, y preferiblemente de 22 o menos, más preferiblemente de 18 o menos.
- 55 <16> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <15>, en el que se usa un solo tipo de olefina interna, o se usan dos o más tipos de la misma en combinación, y se usa preferiblemente una combinación de una olefina interna que tiene 16 átomos de carbono con una olefina interna que tiene 18 átomos de carbono.
- 60 <17> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <16>, en el que, en el momento de la sulfonación, la temperatura del agua de refrigeración del reactor es preferiblemente de 0°C o más, y preferiblemente de 30°C o menos, más preferiblemente de 20°C o menos.
- 65 <18> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <17>, en el que la cantidad de uso de trióxido de azufre es preferiblemente de 0,8 mol o más, más preferiblemente de 0,9 mol o más, incluso más preferiblemente de 0,95 mol o más por mol de la olefina interna, y preferiblemente de 1,2 mol o

menos, más preferiblemente de 1,1 mol o menos, incluso más preferiblemente de 1,05 mol o menos.

<19> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <18>, en el que la temperatura en el momento de la hidrólisis es preferiblemente de 120°C o más, más preferiblemente de 140°C o más, incluso más preferiblemente de 160°C o más, y preferiblemente de 220°C o menos, más preferiblemente de 180°C o menos.

<20> El método para producir un sulfonato de olefina interna según uno cualquiera de los puntos <1> a <19>, en el que la concentración en la disolución acuosa de sulfonato de olefina interna obtenida mediante la etapa de hidrolización es preferiblemente del 15% o más, más preferiblemente del 30% o más, incluso más preferiblemente del 40% o más, incluso más preferiblemente del 45% o más, incluso más preferiblemente del 48% o más, incluso más preferiblemente del 50% o más en masa, y preferiblemente del 75% o menos, más preferiblemente del 70% o menos, incluso más preferiblemente del 65% o menos, incluso más preferiblemente del 60% o menos en masa.

## 15 Ejemplos

A continuación en el presente documento, la presente invención se describirá específicamente basándose en los ejemplos. En las tablas, el contenido de cada componente se muestra en términos de la unidad “% en masa”, a menos que se especifique lo contrario. A continuación se describen diversos métodos de medición.

<Método para medir la posición del doble enlace de la olefina interna>

Las posiciones de los dobles enlaces de la olefina interna se midieron mediante cromatografía de gases (abreviada a continuación en el presente documento CG). Específicamente, se hizo reaccionar disulfuro de dimetilo con la olefina interna para preparar derivados ditionados de la misma. Posteriormente, se separaron entre sí los componentes individuales de los derivados resultantes mediante CG. A partir de las áreas de pico individuales, se analizaron las posiciones de los dobles enlaces de la olefina interna. Los instrumentos y las condiciones de análisis usados para la medición fueron los siguientes: instrumento de CG “HP6890” (fabricado por Hewlett Packard Company), una columna “Ultra-Alloy-1HT capillary column” (fabricada por Frontier Laboratories Ltd.; 30 m × 250 μm × 0,15 μm) y un detector (detector de ionización de llama (FID) de hidrógeno); y una temperatura de inyección de 300°C, una temperatura del detector de 350°C y una velocidad de flujo de He de 4,6 ml/min.

<Método para medir el contenido de olefina interna contenida en el sulfonato de olefina interna>

El contenido de olefina interna contenida en el sulfonato de olefina interna se determinó mediante CG. Específicamente, se añadieron etanol y éter de petróleo a una disolución acuosa de sulfonato de olefina interna y, a continuación, el resultado se sometió a extracción para obtener la olefina interna en una fase de éter de petróleo. A partir de las áreas de pico de la CG, se determinó cuantitativamente la olefina interna. Los instrumentos y las condiciones de análisis usados para la medición fueron los siguientes: instrumento de CG “AGILENT TECHNOLOGIES 6850” (fabricado por Agilent Technologies, Inc.), una columna “Ultra-Alloy-1HT capillary column” (fabricada por Frontier Laboratories Ltd.; 15 m × 250 μm × 0,15 μm) y un detector (detector de ionización de llama (FID) de hidrógeno); y una temperatura de inyección de 300°C, una temperatura del detector de 350°C y una velocidad de flujo de He de 3,8 ml/min.

<Método para medir el contenido de sal inorgánica contenida en el sulfonato de olefina interna>

El contenido de una sal inorgánica se determinó mediante valoración potenciométrica o valoración por neutralización. Específicamente, se determinó cuantitativamente el contenido de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> obteniendo la cantidad de iones sulfato (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) mediante valoración potenciométrica.

<Método para medir el diámetro de partícula de las gotas de aceite>

Se usó un instrumento de medición de la distribución de tamaño de partícula por dispersión “LA-920” (fabricado por HORIBA Ltd.) para medir el diámetro de partícula de las gotas de aceite de un producto oleoso en la etapa de neutralización. Específicamente, se muestreó apropiadamente el producto oleoso que se ha convertido en gotas de aceite y se diluyó el producto oleoso y se enfrió rápidamente sometida a agua de intercambio iónico cuya temperatura era la temperatura ambiente. Después de eso, se calculó la distribución de tamaño de partícula del producto oleoso. A partir del promedio de los valores de área respectivos de los picos resultantes, se midió el diámetro de partícula de las gotas de aceite (mediana del diámetro promedio en volumen).

<Método para producir olefina interna>

Ejemplo de producción A:

Síntesis de olefina interna que tiene 16 átomos de carbono (posición C2: 16,5% en masa)

En un matraz equipado con un agitador se cargaron 7000 g (28,9 mol) de 1-hexadecanol "KALCOL 6098" (fabricado por Kao Corp.) y 700 g (10% en masa del alcohol como material de partida) de  $\gamma$ -alúmina (fabricada por STREM Chemicals, Inc.) como catalizador ácido sólido. Se hizo reaccionar el alcohol con agitación a 280°C durante 5 horas mientras se hacía fluir nitrógeno (7000 ml/min) en el sistema. Después del final de la reacción, la tasa de conversión del alcohol fue del 100%. La pureza de la olefina interna C16 resultante fue del 99,7%. Se colocó la olefina interna en bruto resultante en un matraz para la destilación y se destiló a de 136 a 160°C y 4,0 mmHg para producir una olefina interna que tenía 16 átomos de carbono y una pureza de olefina del 100%. La distribución de dobles enlaces de la olefina interna resultante fue la siguiente: posición C1: 0,5% en masa; posición C2: 16,5% en masa; posición C3: 15,4% en masa; posición C4: 16,4% en masa; posición C5: 17,2% en masa; posición C6: 14,2% en masa; y posiciones C7 y C8: 19,8% en masa en total.

Ejemplo de producción B:

Síntesis de olefina interna que tiene 18 átomos de carbono (posición C2: 16,9% en masa)

En un matraz equipado con un agitador se cargaron 7000 g (25,9 mol) de 1-octadecanol "KALCOL 8098" (fabricado por Kao Corp.) y 1050 g (15% en masa del alcohol como material de partida) de  $\gamma$ -alúmina (fabricada por STREM Chemicals, Inc.) como catalizador ácido sólido. Se hizo reaccionar el alcohol con agitación a 285°C durante 13 horas mientras se hacía fluir nitrógeno (7000 ml/min) en el sistema. Después del final de la reacción, la tasa de conversión del alcohol fue del 100%. La pureza de la olefina interna C18 resultante fue del 98,5%. Se colocó la olefina interna en bruto resultante en un matraz para la destilación y se destiló a de 148 a 158°C y 0,5 mmHg para producir una olefina interna que tenía 18 átomos de carbono y una pureza de olefina del 100%. La distribución de dobles enlaces de la olefina interna resultante fue la siguiente: posición C1: 0,7% en masa; posición C2: 16,9% en masa; posición C3: 15,9% en masa; posición C4: 16,0% en masa; posición C5: 14,6% en masa; posición C6: 11,2% en masa; posición C7: 10,1% en masa; y posiciones C8 y C9: 14,6% en masa en total.

Ejemplo de producción C:

Preparación de olefinas internas que tienen 16/18 átomos de carbono (razón en masa: 74,0/26,0)

Se produjeron olefinas internas que tenían 16 átomos de carbono y 18 átomos de carbono, respectivamente, de la misma manera que en los ejemplos de producción A y B. Se mezclaron 11,1 kg de la olefina C16 resultante con 3,9 kg de la olefina interna C18 resultante para obtener 15 kg de olefinas internas C16/C18 (razón en masa: 74,0/26,0). La distribución de dobles enlaces de las olefinas internas resultantes fue la siguiente: posición C1: 0,6% en masa; posición C2: 16,6% en masa; posición C3: 15,5% en masa; posición C4: 16,3% en masa; posición C5: 16,6% en masa; posición C6: 13,4% en masa; posición C7: 9,9% en masa; y posiciones C8 y C9: 11,1% en masa en total.

Ejemplo de producción D:

Síntesis de olefina interna que tiene 16 átomos de carbono (posición C2: 30,7% en masa)

En un matraz equipado con un agitador se cargaron 7000 g (28,9 mol) de 1-hexadecanol "KALCOL 6098" (fabricado por Kao Corp.) y 700 g (10% en masa del alcohol como material de partida) de  $\gamma$ -alúmina (fabricada por STREM Chemicals, Inc.) como catalizador ácido sólido. Se hizo reaccionar el alcohol con agitación a 280°C durante 3 horas mientras se hacía fluir nitrógeno (7000 ml/min) en el sistema. Después del final de la reacción, la tasa de conversión del alcohol fue del 100%. La pureza de la olefina interna C16 resultante fue del 99,6%. Se colocó la olefina interna en bruto resultante en un matraz para la destilación y se destiló a de 136 a 160°C y 4,0 mmHg para producir una olefina interna que tenía 16 átomos de carbono y una pureza de olefina del 100%. La distribución de dobles enlaces de la olefina interna resultante fue la siguiente: posición C1: 0,6% en masa; posición C2: 30,7% en masa; posición C3: 26,1% en masa; posición C4: 18,8% en masa; posición C5: 10,5% en masa; posición C6: 6,7% en masa; y posiciones C7 y C8: 6,6% en masa en total.

Ejemplo de producción E:

Síntesis de olefina interna que tiene 18 átomos de carbono (posición C2: 25,0% en masa)

En un matraz equipado con un agitador se cargaron 7000 g (25,9 mol) de 1-octadecanol "KALCOL 8098" (fabricado por Kao Corp.) y 700 g (10% en masa del alcohol como material de partida) de  $\gamma$ -alúmina (fabricada por STREM Chemicals, Inc.) como catalizador ácido sólido. Se hizo reaccionar el alcohol con agitación a 280°C durante 10 horas mientras se hacía fluir nitrógeno (7000 ml/min) en el sistema. Después del final de la reacción, la tasa de conversión del alcohol fue del 100%. La pureza de la olefina interna C18 resultante fue del 98,2%. Se colocó la olefina interna en bruto resultante en un matraz para la destilación y se destiló a de 148 a 158°C y 0,5 mmHg para producir una olefina interna que tenía 18 átomos de carbono y una pureza de olefina del 100%. La distribución de dobles enlaces de la olefina interna resultante fue la siguiente: posición C1: 0,5% en masa; posición C2: 25,0% en masa; posición C3: 22,8% en masa; posición C4: 19,1% en masa; posición C5: 14,0% en masa; posición C6: 7,4% en masa; posición C7: 5,4% en masa; y posiciones C8 y C9: 5,8% en masa en total.

## Ejemplo de producción F:

Preparación de olefinas internas que tienen 16/18 átomos de carbono (razón en masa: 79,4/20,6)

Se produjeron olefinas internas que tenían 16 átomos de carbono y 18 átomos de carbono, respectivamente, de la misma manera que en los ejemplos de producción D y E. Se mezclaron 11,9 kg de la olefina C16 resultante con 3,1 kg de la olefina interna C18 resultante para producir 15 kg de olefinas internas C16/C18 (razón en masa: 79,4/20,6). La distribución de dobles enlaces de las olefinas internas resultantes fue la siguiente: posición C1: 0,6% en masa; posición C2: 29,5% en masa; posición C3: 25,5% en masa; posición C4: 18,9% en masa; posición C5: 11,2% en masa; posición C6: 6,8% en masa; posición C7: 3,7% en masa; y posiciones C8 y C9: 3,8% en masa en total.

## Ejemplo de producción G:

Síntesis de olefina interna que tiene 12 átomos de carbono (posición C2: 22,7% en masa)

En un matraz equipado con un agitador se cargaron 7000 g (41,6 mol) de 1-dodeceno "LINEALENE 12" (fabricado por Idemitsu Kosan Co., Ltd.) y 70 g (1% en masa de la  $\alpha$ -olefina como material de partida) de zeolita CP814E HY (fabricada por Zeolyst International, Inc.) como catalizador ácido sólido. Se hizo reaccionar la olefina con agitación a 165°C durante 5 horas mientras se hacía fluir nitrógeno (7000 ml/min) en el sistema. Después del final de la reacción, la tasa de conversión de la  $\alpha$ -olefina fue del 100%. La pureza de la olefina interna C12 resultante fue del 95,2%. Se colocó la olefina interna en bruto resultante en un matraz para la destilación y se destiló a de 148 a 158°C y 0,5 mmHg para producir una olefina interna que tenía 12 átomos de carbono y una pureza de olefina del 100%. La distribución de dobles enlaces de la olefina interna resultante fue la siguiente: posición C1: 0,1% en masa; posición C2: 22,7% en masa; posición C3: 22,2% en masa; posición C4: 21,4% en masa; posición C5: 17,3% en masa; y posición C6: 16,3% en masa.

## Ejemplo de producción H:

Síntesis de olefina interna que tiene 14 átomos de carbono (posición C2: 19,2% en masa)

En un matraz equipado con un agitador se cargaron 7000 g (35,6 mol) de 1-tetradeceno "LINEALENE 14" (fabricado por Idemitsu Kosan Co., Ltd.) y 70 g (1% en masa de la  $\alpha$ -olefina como material de partida) de zeolita CP814E HY (fabricada por Zeolyst International, Inc.) como catalizador ácido sólido. Se hizo reaccionar la olefina con agitación a 165°C durante 5 horas mientras se hacía fluir nitrógeno (7000 ml/min) en el sistema. Después del final de la reacción, la tasa de conversión de la  $\alpha$ -olefina fue del 100%. La pureza de la olefina interna C14 resultante fue del 94,7%. Se colocó la olefina interna en bruto resultante en un matraz para la destilación y se destiló a de 148 a 158°C y 0,5 mmHg para producir una olefina interna que tenía 14 átomos de carbono y una pureza de olefina del 100%. La distribución de dobles enlaces de la olefina interna resultante fue la siguiente: posición C1: 0,4% en masa; posición C2: 19,2% en masa; posición C3: 16,6% en masa; posición C4: 22,1% en masa; posición C5: 17,1% en masa; posición C6: 12,3% en masa; y posición C7: 12,3% en masa.

## &lt;Método para producir sulfonato de olefina interna&gt;

## Ejemplo 1

Se usó un reactor de sulfonación de película delgada que tenía una camisa externa que tenía un diámetro interior de 14 mm y una longitud de 4 m. Se hicieron fluir de forma descendente las olefinas internas que tenían 16 átomos de carbono y 18 átomos de carbono, respectivamente, (razón en masa: 74,0/26,0), que se produjeron en el ejemplo de producción C, para realizar una forma de película delgada a una tasa de suministro de 2,7 l/h a lo largo de la pared interior del reactor. Simultáneamente, se ajustó la temperatura del agua de refrigeración del reactor a la temperatura indicada en la tabla 1 y se añadió gas de SO<sub>3</sub> diluido con aire deshumidificado (concentración de SO<sub>3</sub> en el mismo: 1,1% en volumen) a una tasa de suministro de 130 l/min (en la tabla 1 se indica la razón en moles de SO<sub>3</sub>/olefinas) para llevar a cabo la reacción de sulfonación.

Se proporcionó hidróxido de sodio, cuya razón en moles con respecto a la olefina interna sulfonada resultante se estableció tal como se muestra en la tabla 1, en una disolución acuosa con la concentración indicada en la tabla 1. Se mezcló esta disolución acuosa con la olefina interna sulfonada a una temperatura de 30°C, usando una hommezcladora (nombre de la máquina: T. K. ROBOMIX, T. K. HOMO MIXER, T. K. HOMO DISPER, T. K. HOMO LINE MIL, fabricados por PRIMIX Corporation; impulsores rotativos: 30 mm de diámetro, velocidad de rotación: 10000 rpm y velocidad de agitación: mostrada en la tabla 1). Una vez transcurrido el periodo de neutralización indicado en la tabla 1, se comprobó el diámetro de partícula de las gotas de aceite del producto oleoso resultante. A continuación, se puso fin a la neutralización para obtener un producto neutralizado. El diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas se muestra en la tabla 1.

En el plazo de una hora después del final de la neutralización, se calentó el producto neutralizado en un autoclave a

una temperatura de 160°C durante 1 hora para su hidrolización. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 50% en masa. El sulfonato de olefina interna contenía una olefina interna y una sal inorgánica que tenían, cada una, una proporción de cantidad mostrada en la tabla 1. La proporción de cantidad mostrada en la tabla 1, que era una proporción de cada una de la olefina interna y la sal inorgánica, era una proporción obtenida haciendo un cálculo usando la cantidad de las sustancias activas como referencia.

#### Ejemplos 2 a 4

En cada uno de los ejemplos, se llevó a cabo la misma reacción de sulfonación que en el ejemplo 1, usando la olefina interna C18 producida en el ejemplo de producción B en lugar de las olefinas internas usadas en el ejemplo 1. A continuación, de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto las condiciones mostradas en la tabla 1, se neutralizó e hidrolizó la olefina interna sulfonada resultante para producir un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 15% en masa. La tabla 1 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas antes del final de la neutralización; y la proporción de cantidad de cada una de las olefinas internas y una sal inorgánica contenidas cada una en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo 5

Se produjo sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 50% en masa de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto por lo siguiente: en lugar de las olefinas internas usadas en el ejemplo 1, se hicieron fluir de forma descendente las olefinas internas C16/C18 (razón en masa: 79,4/20,6) producidas en el ejemplo de producción F para realizar una forma de película delgada a una tasa de suministro de 5,6 l/h; y además se ajustó la temperatura del agua de refrigeración del reactor a la temperatura indicada en la tabla 1 y se añadió gas de SO<sub>3</sub> diluido con aire deshumidificado (concentración de SO<sub>3</sub> en el mismo: 2,3% en volumen) a una tasa de suministro de 300 l/min (en la tabla 1 se indica la razón en moles de SO<sub>3</sub>/olefinas) para establecer las condiciones mostradas en la tabla 1. La tabla 1 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas antes del final de la neutralización; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo 6

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 5, y se hizo que fluyeran de forma descendente para realizar una forma de película delgada a una tasa de suministro de 5,6 l/h. Simultáneamente, se ajustó la temperatura del agua de refrigeración del reactor a la temperatura indicada en la tabla 1 y se añadió gas de SO<sub>3</sub> diluido con aire deshumidificado (concentración de SO<sub>3</sub> en el mismo: 2,7% en volumen) a una tasa de suministro de 250 l/min (en la tabla 1 se indica la razón en moles de SO<sub>3</sub>/olefinas) para llevar a cabo la reacción de sulfonación. Se hizo pasar la olefina interna sulfonada resultante a un reactor de neutralización de tipo continuo (en forma de bucle; diámetro interior de un tubo: 28 mm, longitud del tubo: 3,9 m y volumen de contenido del mismo: 2,4 l) a 90,0 g/min. Se proporcionó hidróxido de sodio, cuya razón en moles con respecto a la olefina interna sulfonada resultante se estableció tal como se muestra en la tabla 1, en una disolución acuosa que tenía una concentración mostrada en la tabla 1 y se hizo pasar esta disolución acuosa al reactor a 92,8 g/min. A continuación, se usó una mezcladora Milder (nombre del producto: MILDER MDN303V, fabricada por Matsubo Corporation; velocidad de agitación: mostrada en la tabla 1) para realizar la neutralización continua (temperatura de mezclado y temperatura de neutralización: 20°C). En este momento, el tiempo de residencia medio fue un periodo mostrado como el periodo de neutralización en la tabla 1 y la razón de circulación fue de 10 veces. Cuando se realizó la neutralización continua durante 90 minutos para que el sistema de reacción pasara a un estado estacionario, se recogieron 50 ml del líquido de reacción. A continuación, se comprobó el diámetro de partícula de las gotas de aceite del producto oleoso resultante y se obtuvo un producto neutralizado. La tabla 1 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite.

Se hidrolizó el producto neutralizado en las condiciones mostradas en la tabla 1 de la misma manera que en el ejemplo 1 para obtener un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 55% en masa. La tabla 1 muestra la proporción de cantidad de cada una de las olefinas internas y de las sales inorgánicas contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo comparativo 1

Se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 15% en masa mediante hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 2, excepto que la neutralización se realizó usando una homomezcladora a una velocidad de rotación de 1400 rpm en lugar de 10000 rpm y se usaron las condiciones mostradas en la tabla 1. La tabla 1 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas antes del final de la neutralización; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo comparativo 2

Se usó la misma olefina interna que en el ejemplo 2, y se hizo pasar para realizar una forma de película delgada a una

tasa de suministro de 5,6 l/h. Simultáneamente, se ajustó la temperatura del agua de refrigeración del reactor a 20°C y se añadió gas de SO<sub>3</sub> diluido con aire deshumidificado (concentración de SO<sub>3</sub> en el mismo: 1,8% en volumen) a una tasa de suministro de 250 l/min (en la tabla 1 se muestra la razón en moles de SO<sub>3</sub>/olefina) para llevar a cabo la reacción de sulfonación. Se llevaron a cabo la neutralización continua y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 6, excepto por lo siguiente: se hizo pasar la olefina interna sulfonada resultante a un reactor a 80,0 g/min; se hizo pasar al mismo una disolución acuosa de hidróxido de sodio que tenía una concentración mostrada en la tabla 1 a 165,2 g/min; y se usaron las condiciones mostradas en la tabla 1. De este modo, se obtuvo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 35% en masa. La tabla 1 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo comparativo 3

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 1 para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 1. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 50% en masa. La tabla 1 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo 7

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 1 para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 2. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 35% en masa. La tabla 2 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo 8

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 1 para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 2. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 45% en masa. La tabla 2 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo 9

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 5 para llevar a cabo la misma reacción de sulfonación que en el ejemplo 6. A continuación, de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 2, se neutralizó e hidrolizó la olefina interna sulfonada resultante para producir un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 68% en masa. La tabla 2 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplo 10

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 5 para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 9, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 2. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 72% en masa. La tabla 2 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplos 11 y 12

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 1 para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 2. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 50% en masa. La tabla 2 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplos 13 a 15

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 5 para lograr la sulfonación, la neutralización continua y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 6, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 3. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 55% en masa. La tabla 3 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una

de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

#### Ejemplos 16 a 18

5 Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 5 para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 9, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 3. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 50% en masa. La tabla 3 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

10

#### Ejemplo 19

Se usó la olefina interna C12 producida en el ejemplo de producción G para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 3. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 50% en masa. La tabla 3 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

15

20

#### Ejemplo 20

Se usó la olefina interna C14 producida en el ejemplo de producción H para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 3. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 50% en masa. La tabla 3 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

25

#### Ejemplo 21

Se usaron las mismas olefinas internas que se usaron en el ejemplo 5 para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 14, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 4. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 55% en masa. La tabla 4 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

30

35

#### Ejemplo 22

Se usó la misma olefina interna que se usó en el ejemplo 2 para lograr la sulfonación, la neutralización continua y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 6, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 4. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 40% en masa. La tabla 4 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

40

#### Ejemplo 23

Se usó la misma olefina interna que se usó en el ejemplo 2 para lograr la sulfonación, la neutralización y la hidrólisis de la misma manera que en el ejemplo 22, excepto que se usaron las condiciones mostradas en la tabla 4. De este modo, se produjo un sulfonato de olefina interna como una disolución acuosa al 40% en masa. La tabla 4 muestra el diámetro de partícula de las gotas de aceite comprobadas; y la proporción de cantidad de cada una de la olefina interna y una sal inorgánica contenidas en el sulfonato de olefina interna resultante.

50

[Tabla 1]

	Ejemplos									Ejemplos comparativos		
	1	2	3	4	5	6	1	2	3			
Olefina interna	El número de átomos de carbono	C16/C18	C18	C18	C16/C18	C16/C18	C18	C18	C16/C18			
	Razón en masa (C16/C18)	74,0/26,0	0/100	0/100	0/100	79,4/20,6	79,4/20,6	0/100	0/100	74,0/26,0		
Etapa de sulfonación	Doble enlace (% en masa) en la posición C2	16,6	16,9	16,9	16,9	29,5	29,5	16,9	16,9	16,6		
	Razón de reacción en moles de SO <sub>3</sub> /olefina	1,03	1,03	1,03	1,03	1,02	1,01	1,03	1,02	1,03		
	Temperatura del agua de refrigeración (°C)	10	10	10	10	20	10	10	20	10		
	Concentración (% en masa) en disolución alcalina acuosa	13,5	5,2	5,2	24,9	11,6	13,5	5,2	7,1	13,5		
Etapa de neutralización	Alcali/olefina interna sulfonada (razón en moles)	1,25	2,5	2,5	1,5	1,07	1,04	2,5	1,25	1,25		
	Temperatura (°C) en los momentos de mezclado y neutralización	30	30	30	30	30	20	30	60	30		
	Mezcladora de neutralización	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Milder	Homo-mezcladora	Milder	Homo-mezcladora		
	Velocidad de agitación (m/s)	15,7	15,7	7,9	15,7	15,7	23,6	2,2	23,6	2,2		
Etapa de hidrólisis	Periodo de neutralización (minutos)	15	15	15	15	15	13	15	26	15		
	Concentración de olefinas internas sulfonadas (%)	50	15	15	60	50	55	15	35	50		
	Diámetro de partícula de las gotas de aceite (µm)	3,8	2,0	6,5	2,0	4,0	1,7	18	0,4	16,4		
	Temperatura (°C)	160	160	160	160	160	160	160	160	160		
Evaluación	Periodo de reacción (minutos)	60	60	60	60	60	60	60	60	60		
	Olefina interna (% en masa)	1,0	1,2	3,8	0,7	3,6	1,3	11,0	5,3	9,7		
	Sal inorgánica (% en masa)	2,0	3,3	5,8	1,7	2,9	1,9	7,8	6,8	7,9		

[Tabla 2]

	Ejemplos							Ejemplos				
	7	8	1	9	10	11	1	10	11	1	12	
Olefina interna	El número de átomos de carbono	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18
	Razón en masa (C16/C18)	74,0/26,0	74,0/26,0	74,0/26,0	79,4/20,6	79,4/20,6	74,0/26,0	79,4/20,6	74,0/26,0	74,0/26,0	74,0/26,0	74,0/26,0
	Doble enlace (% en masa) en la posición C2	16,6	16,6	16,6	29,5	29,5	16,6	29,5	16,6	16,6	16,6	16,6
	Razón de reacción en moles de SO <sub>2</sub> /olefina	1,03	1,03	1,03	1,01	1,01	1,03	1,01	1,03	1,03	1,03	1,03
Etapa de sulfonación	Temperatura del agua de refrigeración (°C)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
	Concentración (% en masa) en disolución alcalina acuosa	7,4	10,9	13,5	22,1	25,7	13,5	25,7	13,5	13,5	13,5	13,5
Etapa de neutralización	Alcali/olefina interna sulfonada (razón en moles)	1,25	1,25	1,25	1,1	1,1	1,25	1,1	1,25	1,25	1,25	1,25
	Temperatura (°C) en los momentos de mezclado y neutralización	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	40
	Mezcladora de neutralización	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora
	Velocidad de agitación (m/s)	15,7	15,7	15,7	15,7	15,7	15,7	15,7	7,9	15,7	15,7	15,7
Etapa de hidrolización	Periodo de neutralización (minutos)	15	15	15	5	5	15	5	15	15	15	15
	Concentración de olefinas internas sulfonadas (%)	35	45	50	68	72	50	68	50	50	50	50
	Diámetro de partícula de las gotas de aceite (µm)	5,2	4,2	3,8	1,8	1,7	3,8	1,8	7,1	3,8	3,2	3,2
	Temperatura (°C)	160	160	160	160	160	160	160	160	160	160	160
Evaluación	Periodo de reacción (minutos)	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60
	Olefina interna (% en masa)	4,3	1,7	1,0	1,3	1,9	1,0	1,3	3,9	1,0	4,2	4,2
	Sal inorgánica (% en masa)	5,6	2,6	2,0	1,8	2,7	2,0	1,8	4,6	2,0	5,3	5,3

[Tabla 3]

	Ejemplos						Ejemplos			Ejemplos	
	13	6	14	15	16	17	18	19	20		
Olefina interna	El número de átomos de carbono										
	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C16/C18	C12	C14		
	Razón en masa (C16/C18)										
	79,4/20,6	79,4/20,6	79,4/20,6	79,4/20,6	79,4/20,6	79,4/20,6	79,4/20,6	-	-		
Etapa de sulfonación	Doble enlace (% en masa) en la posición C2										
	29,5	29,5	29,5	29,5	29,5	29,5	29,5	22,7	19,2		
	Razón de reacción en moles de SO <sub>3</sub> /olefina										
	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,03	1,03		
	Temperatura del agua de refrigeración (°C)										
	10	10	10	10	10	10	10	10	10		
	Concentración (% en masa) en disolución alcalina acuosa										
	13,5	13,5	13,5	13,5	11,5	11,5	11,5	16,6	15,4		
Etapa de neutralización	Alcali/olefina interna sulfonada (razón en moles)										
	1,04	1,04	1,04	1,04	1,1	1,1	1,1	1,25	1,25		
	Temperatura (°C) en los momentos de mezclado y neutralización										
	30	20	20	20	30	30	30	30	30		
	Mezcladora de neutralización										
	Milder	Milder	Milder	Milder	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora	Homo-mezcladora		
	Velocidad de agitación (m/s)										
	23,6	23,6	14,1	5,0	15,7	15,7	15,7	15,7	15,7		
	Periodo de neutralización (minutos)										
	13	13	13	13	5	30	90	15	15		
	Concentración de olefinas internas sulfonadas (%)										
	55	55	55	55	50	50	50	50	50		
Etapa de hidrolización	Diámetro de partícula de las gotas de aceite (µm)										
	0,9	1,7	1,9	2,3	5,5	2,6	1,4	0,3	1,2		
	Temperatura (°C)										
	160	160	160	160	160	160	160	160	160		
Evaluación	Periodo de reacción (minutos)										
	60	60	60	60	60	60	60	60	60		
	Olefina interna (% en masa)										
	1,4	1,3	1,5	1,6	2,5	2,3	1,8	1,7	3,9		
	Sal inorgánica (% en masa)										
	2,1	1,9	2,0	2,4	1,9	2,8	2,2	3,1	2,1		

[Tabla 4]

		Ejemplos				
		14	21	22	23	
Olefina interna	El número de átomos de carbono	C16/C18	C16/C18	C18	C18	
	Razón en masa (C16/C18)	79,4/20,6	79,4/20,6	0/100	0/100	
	Doble enlace (% en masa) en la posición C2	29,5	29,5	16,9	16,9	
Etapa de sulfonación	Razón de reacción en moles de SO <sub>3</sub> /olefina	1,01	1,01	1,02	1,02	
	Temperatura del agua de refrigeración (°C)	10	10	10	10	
	Concentración (% en masa) en disolución alcalina acuosa	13,5	13,5	8,6	8,6	
	Álcali/olefina interna sulfonada (razón en moles)	1,04	1,04	1,2	1,2	
	Temperatura (°C) en los momentos de mezclado y neutralización	20	20	20	20	
Etapa de neutralización	Mezcladora de neutralización	Milder	Homo-mezcladora	Milder	Homo-mezcladora	
	Velocidad de agitación (m/s)	14,1	14,1	23,6	23,6	
	Periodo de neutralización (minutos)	13	13	13	13	
	Concentración de olefinas internas sulfonadas (%)	55	55	40	40	
	Diámetro de partícula de las gotas de aceite (µm)	1,9	2,4	3,2	3,7	
	Temperatura (°C)	160	160	160	160	
Etapa de hidrolización	Periodo de reacción (minutos)	60	60	60	60	
	Olefina interna (% en masa)	1,5	1,9	2,7	2,9	
Evaluación	Sal inorgánica (% en masa)	2,0	2,3	2,2	2,5	

5 Tal como resulta evidente a partir de las tablas 1 a 4, en cada uno de los ejemplos 1 a 23, en los que, en el estado en que la temperatura en el momento de cada uno del mezclado y la neutralización se mantuvo a 40°C o menos, el diámetro de partícula de las gotas de aceite del producto oleoso se ajustó a 10 µm o menos, pudo obtenerse el sulfonato de olefina interna que tenía un contenido de olefina interna y contenido de sal inorgánica en porcentaje menores en comparación con los ejemplos comparativos 1 y 3, en los que el diámetro de partícula de las gotas de aceite estaba fuera del intervalo para el valor del mismo, y con el ejemplo comparativo 2, en el que la temperatura en el momento de cada uno del mezclado y la neutralización estaba fuera del intervalo para el valor de la misma.

10 **Aplicabilidad industrial**

Un sulfonato de olefina interna según la presente invención es útil como agente básico de un agente de lavado.

## REIVINDICACIONES

1. Método para producir un sulfonato de olefina interna, que comprende:
  - 5 una etapa de sulfonación de hacer reaccionar una olefina interna con trióxido de azufre para producir una olefina interna sulfonada;
  - 10 una etapa de neutralización de mezclar la olefina interna sulfonada resultante con una disolución alcalina acuosa a 40°C o menos para producir una mezcla, y aplicar una fuerza de cizalladura a la mezcla a una velocidad de agitación de 5 m/s o más hasta que el diámetro de partícula de las gotas de aceite de un producto oleoso de la mezcla se convierta en 10 µm o menos para producir un producto neutralizado; y
  - una etapa de hidrolización de hidrolizar el producto neutralizado resultante.
- 15 2. Método para producir un sulfonato de olefina interna según la reivindicación 1, en el que, en la etapa de neutralización, la concentración de la olefina interna sulfonada es de desde el 15 hasta el 75% en masa.
3. Método para producir un sulfonato de olefina interna según la reivindicación 1 ó 2, en el que, en la etapa de neutralización, un medio para aplicar la fuerza de cizalladura es una máquina agitadora.
- 20 4. Método para producir un sulfonato de olefina interna según la reivindicación 3, en el que la velocidad de agitación de la máquina agitadora es de desde 5 hasta 30 m/s.
5. Método para producir un sulfonato de olefina interna según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que, en la etapa de neutralización, un periodo para la neutralización es de desde 5 hasta 100 minutos.
- 25 6. Método para producir un sulfonato de olefina interna según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la olefina interna comprende el 48% o menos en masa de un isómero de olefina interna que tiene, en una posición C2 del mismo, un doble enlace.
- 30 7. Método para producir un sulfonato de olefina interna según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que, en la etapa de neutralización, el mezclado de la olefina interna sulfonada con la disolución alcalina acuosa se realiza a desde 0 hasta 35°C.
- 35 8. Método para producir un sulfonato de olefina interna según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el diámetro de partícula de las gotas de aceite del producto oleoso es de 0,1 µm o más.
9. Método para producir un sulfonato de olefina interna según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que, en la etapa de neutralización, la concentración de la olefina interna sulfonada es de desde el 30 hasta el 75% en masa.
- 40 10. Método para producir un sulfonato de olefina interna según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que, en la etapa de neutralización, la concentración de la olefina interna sulfonada es de desde el 40 hasta el 70% en masa.
- 45 11. Método para producir un sulfonato de olefina interna según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que, en el momento de la sulfonación, la temperatura del agua de refrigeración del reactor es de desde 0 hasta 20°C.
- 50 12. Método para producir un sulfonato de olefina interna según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la etapa de neutralización se realiza mediante un método continuo.
13. Método para producir un sulfonato de olefina interna según la reivindicación 12, en el que, en la etapa de neutralización, se usa un reactor de tipo bucle.
- 55 14. Método para producir un sulfonato de olefina interna según la reivindicación 12 ó 13, en el que la razón de circulación del líquido de reacción es de desde 3 hasta 30 veces.