

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2010 年 6 月 10 日(10.06.2010)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2010/064429 A1

- (51) 国際特許分類:
C07C 303/06 (2006.01) C11D 1/28 (2006.01)
C07C 309/17 (2006.01) C11D 11/04 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2009/006570
- (22) 国際出願日: 2009 年 12 月 2 日(02.12.2009)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2008-307530 2008 年 12 月 2 日(02.12.2008) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): ライオン株式会社 (LION CORPORATION) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所一丁目 3 番 7 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): ニ口季紀 (FUTAKUCHI, Hidenori) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所一丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP). 木村純弘 (KIMURA, Yoshihiro) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所一丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP). 矢島敏夫 (YAJIMA, Toshio) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所一丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 志賀正武, 外 (SHIGA, Masatake et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目 9 番 2 号 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ユーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: METHOD FOR SELECTING ALIPHATIC ACID ALKYL ESTER FOR USE IN MANUFACTURE OF α -SULFO ALIPHATIC ACID ALKYL ESTER (SALT), METHOD FOR PREDICTING DEGREE OF PIGMENTATION OF REACTION PRODUCT, α -SULFO ALIPHATIC ACID ALKYL ESTER (SALT), AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称: α -スルホ脂肪酸アルキルエステル (塩) 製造用の脂肪酸アルキルエステルの選定方法、反応生成物の着色度の予測方法、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル (塩) とその製造方法

(57) Abstract: Disclosed are a selection method capable of accurately and easily evaluating the quality of an aliphatic acid alkyl ester used as a starting material in the manufacture of an α -sulfo aliphatic acid alkyl ester (salt); a method for predicting the degree of pigmentation of a reaction product obtained with a sulfonation process and/or esterification process which uses the aforementioned selection method; and an α -sulfo aliphatic acid alkyl ester (salt) and a manufacturing method therefor. This method for selecting an aliphatic acid alkyl ester used as a starting material in the manufacture of an α -sulfo aliphatic acid alkyl ester (salt) is characterized in that the aforementioned aliphatic acid alkyl ester undergoes a sulfuric acid coloration process and the colorability of the aforementioned aliphatic acid alkyl ester is evaluated by measuring the degree of pigmentation of an obtained specimen.

(57) 要約: α -スルホ脂肪酸アルキルエステル (塩) の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルの品質を正確かつ簡便に評価できる選定方法、前記選定方法を利用した、スルホン化工程および/またはエステル化処理工程で得られる反応生成物の着色度の予測方法および α -スルホ脂肪酸アルキルエステル (塩) とその製造方法を提供する。 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル (塩) の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルの選定方法であって、前記脂肪酸アルキルエステルに対して硫酸呈色処理を行い、得られた試料の着色度を測定することにより、前記脂肪酸アルキルエステルの着色性を評価することを特徴とする選定方法。

WO 2010/064429 A1

明 細 書

発明の名称：

α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）製造用の脂肪酸アルキルエステルの選定方法、反応生成物の着色度の予測方法、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）とその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルの選定方法、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造における反応生成物の着色度の予測方法、および α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）とその製造方法に関する。

本願は、2008年12月2日に、日本に出願された特願2008-307530号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩（脂肪酸アルキルエステルのスルホン化物の中和塩）は、耐硬水性、生分解性が良好であるうえ、洗浄力に優れ、皮膚にマイルドな界面活性剤であり、資源面からも再生可能な天然原料系でコスト的にも有利であり、地球環境保護の面からも重要視されている。

α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の製造方法としては、脂肪酸アルキルエステルを原料として α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（脂肪酸アルキルエステルスルホネート）を得、前記 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルをアルカリによって中和する方法が一般的である。

[0003] α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルは、一般的に、メタノール等の低級アルコールで油脂のエステル交換を行うことにより脂肪酸低級アルキルエステルを含む油相を得て、前記油相からトッピングなどにより低級アルコールや水分を除去して脂肪酸低級アルキルエステルを得る。あるいは、動植物油脂由来の脂肪酸や α -オレフィンのオキシ法から誘導される合成脂肪酸由来の脂肪酸と低級

アルコールとからエステル化反応によって得られる。このようにして得た前記脂肪酸低級アルキルエステルを水素添加反応させてから、蒸留により留出させるか、蒸留により留出させた脂肪酸低級アルキルエステルを水素添加反応することにより製造されている。

しかし、上述のような脂肪酸アルキルエステルをそのままスルホン化した場合、得られる α -スルホ脂肪酸アルキルエステルには、通常、顕著な着色がある。このような着色は、最終的に得られる α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩を洗浄剤等の用途に用いるうえで不都合である。

このような問題に対し、これまで、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の着色度を改善するために、たとえば α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩に対して漂白処理を行う方法、脂肪酸アルキルエステルのスルホン化を着色抑制剤の存在下で行う方法等が実施されている。

[0004] また、原料である脂肪酸アルキルエステルの品質が、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの着色度に影響することが知られている。

これまで、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの着色度に影響するとされている脂肪酸アルキルエステルの性状として、ヨウ素価、酸価、過酸化物価、カルボニル価等が知られている。 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの着色度を改善するために、これらの値を調節することが提案されており、たとえば特許文献1では、脂肪酸アルキルエステルの水添処理を行い、二重結合を還元し、ヨウ素価を低減することが提案されている。

また、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの着色度を改善するために、脂肪酸アルキルエステルに含まれる、着色度等の品質を劣化させる要因となる不純物を低減することも提案されている。たとえば特許文献2では、原料中の脂肪酸グリセリドの含有量を所定値以下とすることが提案され、特許文献3では、脂肪酸アルキルエステル中のオキシ化合物の含有量を所定値以下とすることが提案され、特許文献4では、脂肪酸アルキルエステル中の極性不純物を除去する方法が提案され、特許文献5では、グリセリンおよびその誘導体の含有量が所定値以下の脂肪酸アルキルエステルを用いる方法が提案さ

れている。

先行技術文献

特許文献

- [0005] 特許文献1：特表昭57-126895号公報
特許文献2：特表平5-505816号公報
特許文献3：特開平9-278739号公報
特許文献4：特開2005-171137号公報
特許文献5：特開2008-024672号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0006] 上述したように、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルの品質を評価するうえで指標となると考えられている性状はいくつか存在するが、本発明者らの検討によれば、これらの性状は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの着色度との相関性が高いとはいえず、前記性状を指標として脂肪酸アルキルエステルの品質を正確に評価すること、および前記脂肪酸アルキルエステルから得られる α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの着色度を正確に予測することは困難である。

また、脂肪酸アルキルエステル中に含まれる不純物は、その含有量が少ない場合には定量が難しく、その定量値から、脂肪酸アルキルエステルの品質を正確に評価すること、および前記脂肪酸アルキルエステルから得られる α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの着色度を正確に予測することは困難である。

そのため、これらの評価および予測を正確かつ簡便に実施できる方法の確立が望まれていた。

本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであって、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）製造用の脂肪酸アルキルエステルの品質を正確かつ簡

便に評価できる選定方法、前記選定方法を利用した、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造における反応生成物の着色度の予測方法および α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）とその製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明者らは、鋭意検討の結果、脂肪酸アルキルエステル中に含まれる、硫酸呈色反応により呈色する物質の量が、前記脂肪酸アルキルエステルから得られる α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの着色度と高い相関性を示すことを見出した。

なお、硫酸呈色については、従来、医薬品や化粧品原料に含まれる微量の不純物で硫酸によって容易に着色する物質を試験する方法として、「化粧品原料基準 第二版 注解 - 1984 -」や「第十五改正 日本薬局方」に硫酸呈色物試験法が規定されている。ただし、前記硫酸呈色物試験法は、医薬品や化粧品原料として、薬剤や化粧品中にそのまま配合される成分について、精製の度合いを確認するのに有効な手段として純度試験に適用されている方法であり、スルホン化等の反応を行う製造原料としての脂肪酸アルキルエステルの品質を評価するためには用いられていない。

[0008] 本発明は、上記知見に基づいてなされたものであり、以下の態様を有する。

[1] α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の選定方法であって、予め原料である脂肪酸アルキルエステルと硫酸とを混合し、所定温度で硫酸呈色処理を行い、その着色度により満足する品質のものだけを選定する工程を実施することを特徴とする α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の選定方法。

[0009] [2] 脂肪酸アルキルエステルをスルホン化するスルホン化工程と、前記スルホン化工程で得られる生成物をアルコールにてエステル化処理するエステル化処理工程と、前記エステル化処理工程で得られる生成物とアルカリ水溶液とを接触させる中和工程とを含む α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（

塩)の製造方法における前記スルホン化工程および／またはエステル化処理工程で得られる反応生成物の着色度の予測方法であって、[1]に記載の選定方法により脂肪酸アルキルエステルの着色性を評価し、前記着色性を指標として、前記脂肪酸アルキルエステルから得られる前記反応生成物の着色度を予測することを特徴とする予測方法。

[3] 脂肪酸アルキルエステルをスルホン化するスルホン化工程と、前記スルホン化工程で得られる生成物をアルコールにてエステル化処理するエステル化処理工程と、前記エステル化処理工程で得られる生成物とアルカリ水溶液とを接触させる中和工程とを含む α -スルホ脂肪酸アルキルエステル(塩)の製造方法であって、前記脂肪酸アルキルエステルとして、[1]記載の選定方法により選定された品質の脂肪酸アルキルエステルを用いることを特徴とする α -スルホ脂肪酸アルキルエステル(塩)の製造方法。

[4] [3]に記載の製造方法を用いて製造されたことを特徴とする α -スルホ脂肪酸アルキルエステル(塩)。

発明の効果

[0010] 本発明によれば、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル(塩)の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルの品質を正確かつ簡便に選定できる選定方法、前記選定方法を利用した、スルホン化工程および／またはエステル化処理工程で得られる反応生成物の着色度の予測方法および α -スルホ脂肪酸アルキルエステル(塩)とその製造方法を提供できる。

発明を実施するための形態

[0011] <選定方法>

本発明の選定方法は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル(塩)の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルの選定方法であって、前記脂肪酸アルキルエステルと硫酸とを混合し、所定温度で硫酸呈色処理を行い、得られた試料の着色度を測定することにより、前記脂肪酸アルキルエステルの着色性を選定することを特徴とする。

[0012] 硫酸呈色処理は、評価対象の脂肪酸アルキルエステルと、硫酸とを混合し

、反応させることにより行われる。

硫酸としては、濃度が70～98質量%の硫酸（水溶液）を用いることが好ましい。かかる硫酸としては、一般的に特級試薬として市販されているもの（通常、濃度98質量%程度）、あるいは一般的に硫酸呈色物試験用硫酸として用いられるものを用いることができる。

硫酸の使用量は、脂肪酸アルキルエステル100質量部に対して20～120質量部が好ましく、30～100質量部がより好ましい。

硫酸呈色処理の際、脂肪酸アルキルエステルは、硫酸と混合する前に、予め、所定の反応温度に予熱しておくことが好ましい。これにより、速やかに呈色反応を行うことができる。

[0013] 硫酸呈色処理の反応温度は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）を製造する際のスルホン化の反応温度と同等の温度が好ましい。具体的には、60～100℃が好ましく、70～90℃がより好ましい。反応温度が上記範囲内であると、得られた試料の着色度と、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造における反応生成物（ α -スルホ脂肪酸アルキルエステル）の着色度との相関性が高く、本発明の効果に優れる。一方、反応温度が上記範囲の下限值よりも低いと、呈色が不十分になるおそれがあり、上限値よりも高いと、呈色が強すぎて比較が困難となるおそれがある。

硫酸呈色処理の反応時間は、上記反応温度で十分な呈色する時間であればよい。たとえば反応温度が70～90℃である場合、0.5～4時間が好ましく、0.5～2時間がより好ましい。反応時間が短いと、呈色が不十分になるおそれがある。長すぎても、色の変化が鈍いため無駄となる。

[0014] 硫酸呈色処理は、例えば、脂肪酸アルキルエステルと、該脂肪酸アルキルエステル5 gに対して1～6 gの硫酸と混合し、70～90℃で0.5～4時間保温することにより行われる。

[0015] α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルを選定する方法であるので、実施者が適当と思われる方法で着色度を測定することができる。また、その測定法により着

色度の判定基準を定め、原料として使用可能かどうかを判定することができる。なお、前述の硫酸呈色処理方法により処理を行うと通常、試験液の外観は黄色～赤色を呈する。従って、着色度の測定はこれら呈色範囲について色や濃淡について判定できる方法であれば、いかなる測定法を用いても構わない。使用できる測定法の例として分光光度計を用いて、特定波長の吸光度、あるいは波長のある範囲における吸光度を測定する方法、別途作成した判定基準となる標準色（水、有機溶媒、油等の液体や紙、樹脂、繊維等を発色させたものあるいは色素等で色付けしたものでも良い）を単独または複数作成し、この標準色と試験液の着色度を比較することにより判定する方法、または測色計、色差計、色彩計（spectrophotometer、colorimeter）によって色差を測定する方法が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

得られる測定値の正確性、測定操作の簡便さ等を考慮すると、前記試料をエタノールで希釈し、得られた試料液の着色度を、光電（分光）光度計（photoelectric spectrophotometer。光電測色計（photoelectric colorimeter）ともいう。）
、紫外可視分光光度計等の分光光度計で測定することが好ましい。

[0016] このとき得られた試料の着色度の測定値は、ヨウ素価、酸価等の従来一般的に評価されていた性状に比べて、前記脂肪酸アルキルエステルを原料としてスルホン化等の反応を行って α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）を製造する際に生じる反応生成物（ α -スルホ脂肪酸アルキルエステル）の着色度と高い正の相関を示す。そのため、前記測定値を指標とすることで、脂肪酸アルキルエステルの着色性、つまり前記脂肪酸アルキルエステルが、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）を製造する過程においてどの程度着色するか、を評価できる。また、後述する本発明の予測方法に示すように、前記製造過程での反応生成物の着色度を予測することができる。

[0017] 本発明において、試料の着色度の測定および前記脂肪酸アルキルエステルの着色性を評価する方法についてわかりやすくするために、実施形態の一例

を具体的に示すが、本発明を制限するものではない。試料の着色度を下記測定方法（１）により測定し、その測定値から、下記数式（１）により着色度（１）を求め、前記着色度（１）を指標として前記脂肪酸アルキルエステルの品質を評価する選定方法が挙げられる。

測定方法（１）：前記硫酸呈色処理により得られた試料をエタノールで希釈し、得られた試料液を測定用セル、例えば、１０mm光路長のセルに採取し、４２０nmにおける吸光度を測定する。

[0018] [数1]

$$\text{着色度(1)} = \text{吸光度(420nm)} \times 1000 \times \text{希釈倍率} \times \frac{1}{\text{使用した脂肪酸アルキルエステルの質量}} \quad \dots (1)$$

[0019] 希釈倍率（＝エタノール希釈後の質量／希釈前の試料の質量）は、特に限定されず、呈色の程度に応じて、測定可能な濃度となるよう適宜設定すればよい。通常、２～５倍程度である。

４２０nmにおける吸光度は、紫外可視分光光度計を用いて測定できる。

測定用セルおよび紫外可視分光光度計は実施者の都合によりそれぞれ市販のものを利用できる。

[0020] また、上記実施形態以外に、本発明において、試料の着色度の測定および前記脂肪酸アルキルエステルの着色性を評価する際の好ましい実施形態として、前記試料の着色度を下記測定方法（２）により測定し、その測定値から、下記数式（２）により着色度（２）を求め、前記着色度（２）を指標として前記脂肪酸アルキルエステルの着色性を評価する方法が挙げられる。

測定方法（２）：前記硫酸呈色処理により得られた試料をエタノールで希釈し、得られた試料液を測定用セル、例えば４０mm光路長のセルに採取し、ブルーフィルターを取り付けたクレット光電光度計でKlett値を測定する。

[0021] [数2]

$$\text{着色度(2)} = \text{Klett値} \times \text{希釈倍率} \times \frac{1}{\text{使用した脂肪酸アルキルエステルの質量}} \quad \dots (2)$$

[0022] 希釈倍率（＝エタノール希釈後の質量／希釈前の試料の質量）は、特に限定されず、呈色の程度に応じて、測定可能な濃度となるよう適宜設定すればよい。通常、3～10倍程度である。

クレット光電光度計（K l e t t P h o t o e l e c t r i c C o l o r i m e t e r）は、可視光範囲のフィルター（レッド、ブルー、グリーン）のカラーフィルター）を用いて測定を行う光電光度計であり、液体の色を測定するために一般的に用いられている。

クレット光電光度計は、たとえばK L E T T－S U M M E R S O N光電光度計として、米国ベルアート社から市販されている。

クレット光電光度計において、フィルターは、光源とセルとの間に配置される。

本実施形態においては、フィルターとして、ブルーフィルターを取り付けて測定を行う。ブルーフィルターは、適用波長範囲400～450nmのフィルターである。ここで、「適用波長範囲」とは、光源からの光をフィルターによって分光する波長範囲が400～450nmであることを意味する。よって、別の目的のためには異なるフィルターで分光した光で測定することも可能である。

前記ブルーフィルターは、たとえばK L E T T－S U M M E R S O N光電光度計に、フィルターN o. K S－42のフィルター（N o. 42ブルーフィルター）として付属しているものを用いてもよく、別途購入してもよい。

[0023] これらの着色度（1）および（2）は、それぞれ、脂肪酸アルキルエステルをスルホン化する工程と、前記スルホン化工程で得られる反応生成物をアルコールにてエステル化処理する工程とを含む α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造方法における前記スルホン化工程および／またはエステル化工程で得られる反応生成物の着色度との相関性が高い。また、測定方法も簡易である。そのため、着色度（1）または（2）は、脂肪酸アルキルエステルの着色性を示す指標として有用である。

[0024] 上記本発明の選定方法で求められる着色性は、ヨウ素価、酸価等の従来一

一般的な性状と比べて、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造過程で生じる反応生成物の着色度との相関性が高い。

そのため、本発明の選定方法によれば、脂肪酸アルキルエステルの一般的な示性値には表れてこない、定量が困難な微量不純物が、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造過程で生じる反応生成物の着色度に与える影響を簡易的に評価することができる。

なお、本発明の選定方法において、脂肪酸アルキルエステル中に含まれる、硫酸呈色により呈色する物質としては、原料油脂由来の微量不純物が考えられる。前記微量不純物の具体例としては、トコフェロール類やステロール類が考えられる。

[0025] <予測方法>

本発明の予測方法は、脂肪酸アルキルエステルをスルホン化する工程と、前記スルホン化工程で得られる生成物をアルコールにてエステル化処理する工程と、前記エステル化処理工程で得られる生成物とアルカリ水溶液とを接触させる中和工程とを含む α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造方法における前記スルホン化工程および／またはエステル化工程で得られる反応生成物の着色度の予測方法であって、前記本発明の選定方法により脂肪酸アルキルエステルの着色性を評価し、前記着色性を指標として、前記脂肪酸アルキルエステルから得られる前記反応生成物の着色度を予測することを特徴とする。

ここで、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルおよび α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩のいずれであってもよいことを示す。

[0026] 前記予測方法は、たとえば以下に示す手順で実施できる。

まず、複数の脂肪酸アルキルエステルを用意し、それぞれを原料として、脂肪酸アルキルエステルをスルホン化するスルホン化工程と、前記スルホン化工程で得られる生成物をアルコールにてエステル化処理するエステル化処理工程とを実施する。このとき、スルホン化工程および／またはエステル化

処理工程で得られた反応生成物（ α -スルホ脂肪酸アルキルエステル）の着色度を測定する。このとき、反応生成物の着色度の測定には、試料の着色度の測定と同様の方法が利用できる。

別途、前記複数の脂肪酸アルキルエステルそれぞれについて、硫酸呈色処理を、スルホン化を行った際の反応温度（たとえば80℃）で所定の反応時間（たとえば1時間）行い、得られた各試料の着色度を測定する。

上記で得られた反応生成物の着色度と試料の着色度とは正の相関を示すため、上記で測定した試料の着色度の測定値と、反応生成物の着色度の測定値とから、これらの関係を示す一次相関関係式が得られる。

この一次相関関係式を検量線として用いることで、得られる反応生成物の着色度を予測することができる。

[0027] <脂肪酸アルキルエステル>

動植物由来の油脂と炭素数1～3の低級アルコールとからエステル交換反応によって得られる。あるいは、動植物油脂由来の脂肪酸や α -オレフィンのオキシ法から誘導される合成脂肪酸由来の脂肪酸と炭素数1～3の低級アルコールとからエステル化反応によって得られる。

脂肪酸アルキルエステルは、牛脂、魚脂、ラノリンなどから誘導される動物系油脂由来、大豆油、菜種油、ひまわり油、とうもろこし油、パーム油、やし油、パーム核油、ジャトロファ（ヤトロファ）油、砂桃油などから誘導される植物系油脂由来、 α -オレフィンのオキシ法から誘導される合成脂肪酸由来のアルキルエステルなどのいずれでもよい。

α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の着色度を低くするためには、原料となる脂肪酸アルキルエステルに含まれる不純物を少なくすることと、ヨウ素価が低いものを使用することが望ましい。

原料となる油脂、脂肪酸は通常の方法（公知技術）により精製処理を行ったものでも良く、粗原料を用いて脂肪酸アルキルエステルを得てから精製処理を行っても構わない。精製処理とは不純物を少なくして純度を高めるために行うものであり、ろ過、吸着、カラム分離、脱ガム、脱酸、脱色、脱臭、蒸

留、溶媒抽出、再結晶などの操作が含まれる。これら精製処理は単独、または複数の方法を組み合わせて用いることができる。実施者が必要としない限り精製処理は必須ではないが、精製処理を行うほうが着色度の低い α -脂肪酸アルキルエステルを得られやすい。

脂肪酸アルキルエステルに含まれるグリセリン及びその誘導体含量は、0.5重量%以下であることが望ましい。

脂肪酸アルキルエステルのヨウ素価を低くするためには、含まれる不飽和脂肪酸アルキルエステルに触媒存在下で水素を付加させて（水素添加工程）、不飽和脂肪酸アルキルエステルを少なくする。不飽和脂肪酸アルキルエステルの存在量の指標であるヨウ素価は0.5以下であることが望ましい。過酸化価が5ミリ当量/kg以下の未水添脂肪酸アルキルエステルを選択して前記水素添加工程に用いるのが望ましい。

[0028] α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の製造においては、一般的に、上記スルホン化工程およびエステル化工程の後、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩とするために、中和工程が行われる。また、洗浄剤等の用途においては、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩として淡色のものが好まれるため、漂白工程が行われる。

スルホン化工程および／またはエステル化処理工程で得られた反応生成物（ α -スルホ脂肪酸アルキルエステル）の着色度が淡いほど、中和工程で得られる反応生成物（ α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩）の着色度も淡いものとなり、その後の漂白工程の負荷も低減される。

そのため、スルホン化工程および／またはエステル化処理工程で得られる反応生成物の着色度について上限値を設定しておき、上記予測方法において、前記反応生成物の着色度が、設定した上限値以下の所望の値になると予測された脂肪酸アルキルエステルを用いて α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の製造を行うことで、淡色の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩を効率よく製造することができる。

つまり、上記本発明の選定方法で評価した着色度（たとえば前記着色度（

１）、着色度（２））から予測される前記反応生成物の着色度が所望の値となる脂肪酸アルキルエステルを原料として用いることで、淡色の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩を効率よく製造することができる。

[0029] <製造方法>

本発明の製造方法は、脂肪酸アルキルエステルをスルホン化するスルホン化工程と、前記スルホン化工程で得られる生成物をアルコールにてエステル化処理する工程と、前記エステル化処理工程で得られる生成物とアルカリ水溶液とを接触させる中和工程とを含む α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造方法であって、前記脂肪酸アルキルエステルとして、下記のいずれかの脂肪酸アルキルエステルを用いることを特徴とする。

・前記着色度（１）が１２０以下、好ましくは１１０以下、より好ましくは９０以下、さらに好ましくは５０以下の脂肪酸アルキルエステル。

・前記着色度（２）が１９０以下、好ましくは１８０以下、より好ましくは１６０以下、さらに好ましくは１００以下の脂肪酸アルキルエステル。

着色度（１）、（２）の下限は特に限定されず、０であっても良いが、実用上、それぞれ１０以上であっても本発明の効果は十分に得られる。

[0030] 着色度（１）および（２）は、それぞれ、上述したように、スルホン化工程および／またはエステル化処理工程で得られる反応生成物の着色度に対応している。そのため、着色度（１）または（２）が所定値以下の脂肪酸アルキルエステルを用いることで、前記反応生成物として着色度の淡いものが得られる。そのため、エステル化処理工程後に任意に中和工程を行った際に、淡色の中和物（ α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩）が得られ、また、得られた α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の漂白に要する負荷も低減できる。

[0031] 本発明の製造方法は、予め原料である脂肪酸アルキルエステルと硫酸とを混合し、所定温度で硫酸呈色処理を行い、前記脂肪酸アルキルエステルの着色度（１）または（２）を求め、その値が上記範囲内であるものを選択して用いることにより実施でき、それ以外は、公知の α -スルホ脂肪酸アルキル

エステル（塩）の製造方法を利用できる。

[0032] 以下、本発明の製造方法の好ましい工程（A）～（F）を示す。

- （A）原料の選定工程
- （B）スルホン化工程
- （C）熟成工程
- （D）エステル化工程
- （E）中和工程
- （F）漂白工程

あるいは、以下のように（E）中和工程の前に（F）漂白工程を行っても良い。

- （A）原料の選定工程
- （B）スルホン化工程
- （C）熟成工程
- （D）エステル化工程
- （F）漂白工程
- （E）中和工程

[0033] 以下、各工程について具体的に示す。

- （A）原料の選定工程

予め、原料である脂肪酸アルキルエステルに対して硫酸呈色処理を行い、その着色度により品質を評価して選定する工程。

- （B）スルホン化反応工程

原料である脂肪酸アルキルエステルと SO_3 ガスや発煙硫酸を接触させることにより、反応させる。好ましくは SO_3 ガスである。

反応温度は、融点 $+70^\circ\text{C}$ の範囲内で通常、 $50\sim120^\circ\text{C}$ 、より好ましくは $60\sim90^\circ\text{C}$ である。 SO_3 は、脱湿空気又は窒素などの不活性ガスで SO_3 濃度を $3\sim30$ 容量%に希釈して用いる。

反応モル比は、脂肪酸アルキルエステル1モルに対して、 $1.0\sim2.0$ モル

反応時間は、薄膜式反応器を用いる場合 5 ～ 120 秒、槽型反応器を用いる場合は 10 ～ 180 分が適当である。

反応器は、2 重円管型流下薄膜式反応器（ライオン（株）社製 T O リアクターなど）、流下薄膜式反応器（バレストラ社製など）や槽型反応器を用いることができる。

流下薄膜式反応器では、反応器の出口から排出されてから着色抑制剤を加えても良い。

槽型反応器では、あらかじめ脂肪酸アルキルエステルを投入した後に着色抑制剤を 0 ～ 30 質量%加えることができる。

着色抑制剤としては、一価の金属塩である有機酸塩、無機硫酸塩等が用いられ、好ましくは無機硫酸塩が用いられる。有機酸塩としては、例えば蟻酸ナトリウム、蟻酸カリウム、酢酸ナトリウム等を例示できる。無機硫酸塩は、一価の金属塩である粉末状の無水塩であれば特に限定されず、例えば硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸リチウム等が挙げられる。無機硫酸塩は着色抑制効果が高く、安価なものが多く、さらに洗浄剤に配合される成分なので、洗浄剤用途の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩製造の場合は、無機硫酸塩を α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩から除去する必要がないので好ましい。

（C）熟成工程

スルホン化反応工程を行った後、所定の温度条件で保持し、反応を促進させる工程である。

保持温度は 50 ～ 100 °C、保持時間（熟成時間）は 1 ～ 120 分が好ましい。

（D）エステル化工程

前記熟成工程で得られる生成物に対して、炭素数 1 ～ 6 のアルコールを添加し、所定の反応温度で所定の反応時間保持することにより行うことができる。これにより、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの収率が向上し、副生物の生成も抑制される。

反応温度は、50～100℃、好ましくは50～90℃であり、反応時間は、5～180分、好ましくは10～60分である。

アルコールは、炭素数1～6のアルコールで直鎖でも分岐でも構わない。1価アルコールが好ましい。

アルコール添加量は、熟成後の生成物100質量%に対して、1～10質量%が好ましい。より好ましくは、2～5質量%である。

(E) 中和工程

中和は、たとえば、エステル化工程後の生成物と、アルカリ水溶液とを接触させることにより実施できる。

アルカリ水溶液としては、目的とする塩を形成することができるものであればよく、たとえば、水酸化ナトリウム等のアルカリ金属の水酸化物、アルカリ金属の炭酸塩、アルカリ土類金属の水酸化物、アンモニア、エタノールアミン等が挙げられる。アルカリ水溶液の濃度は、下記中和物のA I濃度となるように調整する。

ここで、「A I」とは、生成物中に含まれる、界面活性剤としての機能を有する化合物である。本発明の製造方法により得られる生成物中には、通常、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩のほか、副生物として α -スルホ脂肪酸ジアルカリ塩が含まれる。 α -スルホ脂肪酸ジアルカリ塩も、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩と同様、界面活性剤としての機能を有している。したがって、本発明において、A I濃度は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩と、副生物の1つである α -スルホ脂肪酸ジアルカリ塩との合計の濃度として求められる。

中和物中のA I濃度は、10～80質量%が好ましい。特に、粘度が適度に低く、製造効率、ハンドリング性ともに優れることから、A I濃度は、60～80質量%がより好ましく、62～75質量%がさらに好ましい。

中和温度は30～140℃が好ましく、より好ましくは50～140℃、さらに好ましくは30～80℃である。

中和時間は5～60分間が好ましく、より好ましくは20～60分間であ

る。

また、中和工程においては、生成した α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の加水分解とそれに伴う副生物の生成を防止するために、過激な中和操作を避け、極力マイルドな中和処理を行うことが好ましい。

かかる中和処理としては、ループ中和方式が挙げられる。この方式は、ループ状の配管（リサイクルループ）内で、中和処理した中和物の一部（リサイクル中和物）を循環させ、前記リサイクル中和物を、エステル化工程後の未中和の生成物に添加して中和を行う方式である。

ループ中和方式において、中和は、たとえばリサイクル中和物と未中和の生成物との混合物に対してアルカリ水溶液を接触させて行ってもよく、また、前記リサイクル中和物と、未中和の生成物と、アルカリ水溶液とを、強力なせん断力の元で瞬時に混合して行ってもよい。

リサイクル中和物の添加量は、未中和の生成物とアルカリ水溶液との合計量の5～25質量倍が好ましく、10～20質量倍がより好ましい。未中和の生成物とアルカリ水溶液との合計量に対するリサイクル中和物の添加量の比、すなわちリサイクル比が5以上であると副生物の生成抑制効果に優れ、25以下であると製造効率が向上する。

中和工程は、アルカリ水溶液を用いる以外に、固体の金属炭酸塩または炭酸水素塩を用いることによっても行うことができる。特に固体の金属炭酸塩（濃厚ソーダ灰）による中和は、濃厚ソーダ灰が他のアルカリよりも安価であるため好ましい。また、固体の金属炭酸塩で中和を行うと、生成物と混合した際に、その混合物に含まれる水分量が少なく強アルカリ性になりにくく、また、中和時の中和熱が金属水酸化物の場合よりも低いため、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の加水分解を抑制でき、有利である。

金属炭酸塩または炭酸水素塩としては、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸アンモニウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素アンモニウムなどの無水塩、水和塩、またはこれらの混合物などが挙げられる。

（F）漂白工程

漂白工程は、所望により（E）中和工程の後に行っても良く、（D）エステル化工程を実施後に行い、（F）漂白工程を実施し、（E）中和工程を実施しても良い。

漂白工程は、常法により行うことができ、たとえば漂白工程の前工程で得られた生成物と漂白剤を混合し、前記混合物を、所定の漂白温度で、所定の漂白時間維持する方法により行われる。

漂白剤としては、例えば過酸化水素、次亜塩素酸塩などの水溶液が好ましく用いられる。中和前に実施する場合は、過酸化水素が好ましく用いられる。漂白剤の使用量は、A I に対して純分で0.1～10質量%が好ましく、0.1～5質量%がより好ましい。漂白温度は、使用する漂白剤に適した温度とすればよい。たとえば過酸化水素を用いる場合は50～140℃が好ましく、80～140℃がより好ましい。また、次亜塩素酸塩を用いる場合は30～80℃が好ましい。

漂白時間は、所望の着色度に漂白されるまで行えばよく、実用上は30分～7日程度が実用的である。

漂白工程を中和工程後に行う場合は、pHは4～9の条件下で行うことが好ましい。これにより、優れた漂白効果が発揮され、良好な着色度の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩が得られる。

実施例

[0034] 以下に実施例として記載するが、これらに限定されるものではない。特に着色度の測定方法と品質の判定基準は、実施者の製造設備や目標とする品質、経済的理由などの都合により適宜調整されるべき項目であり、何ら限定されるものではない。

原料として、以下の手順で9種類の脂肪酸メチルエステル（以下、MEと略記する。）（ME-1～4、7～9の脂肪酸組成はいずれもC16/C18=80/20、ME-5は70/30、ME-6は65/35）を調製し、それぞれについて、以下の物性の測定および評価を行った。結果を表1に示す。

(原料(脂肪酸メチルエステル)の調製法)

RBDパームステアリンのエステル交換反応を、メタノール(添加量: 35質量%対RBDパームステアリン)を用いて、苛性ソーダ(添加量: 0.25質量%対RBDパームステアリン)を触媒として、ゲージ圧0.1MPa以下において80℃、60分間攪拌することにより行った。なお、RBDパームステアリン(Refined bleached deodorized palm stearin)とは、パーム油をウインターリング(特定温度にて結晶化し固液分離)した後の固体分(パームステアリン)を精製、漂白、脱臭処理した油である。

エステル交換反応終了後、水洗し、重液を分離して、粗製脂肪酸メチルエステルを得た。得られた粗製脂肪酸メチルエステルの一部で蒸留を行い、99%のパルミチン酸メチルを得た。蒸留は、ゲージ圧0.13~0.67kPa、ボトム温度を180~220℃で実施した。

残りの粗製脂肪酸メチルエステルとパルミチン酸メチルを混合してC16/C18の比率を80/20に調整し、混合脂肪酸メチルエステルを得た。ME-5はパルミチン酸メチルとの混合比率を変えてC16/C18の比率を70/30に調整し、ME-6は粗製脂肪酸メチルエステルにパルミチン酸メチルを混合せずにそのまま用いたので、C16/C18の比率は65/35だった。

これら混合脂肪酸メチルエステルに対し、下記の手順で水素添加処理を行ってヨウ素価を低減した後、蒸留することにより、目的の脂肪酸メチルエステルME-1~ME-9を得た。

このとき、水素添加処理は、常法に従い、Ni触媒(フレークニッケル触媒SO-850、堺化学工業(株)製、組成: ニッケルーケイソウ土-硬化油、金属含有率20%)を、脂肪酸メチルエステルに対して0.1質量%添加し、190℃まで昇温すると同時に、反応容器下方に挿入した管から水素ガスを60L/分/kgで吹き込み、この状態を1時間保持することにより実施した。吹き込みの際、反応器上部空隙に抜けた所定ガスは、容器内圧力

が0.64MPaの条件となるように設定した背圧弁により、順次容器外に排出した。

水素添加処理後の蒸留は、常法に従い、減圧下で加熱して行った。留出率を適宜調整して、9種の脂肪酸メチルエステルME-1～ME-9を得た。

[0035] <過酸化物価（POV）>

「日本油化学会制定 基準油脂分析試験法 2003年版」より、2.5.2.1.-2003 過酸化物価（酢酸—イソオクタン法）に記載の方法により測定を行った。

[0036] <ヨウ素価>

「日本油化学会制定 基準油脂分析試験法 2003年版」より、2.3.4.1.-1996 ヨウ素価（ウィイス—シクロヘキサン法）に記載の方法により測定を行った。

[0037] <酸価>

「日本油化学会制定 基準油脂分析試験法 2003年版」より、2.3.1.-1996 酸価に記載の方法により測定を行った。

[0038] <硫酸呈色1（硫酸呈色物の紫外可視分光光度計を用いた測色および着色度の算出）>

1. 栓のできるエプトン管に、評価するMEを5.0g採取し、80℃の恒温水槽に浸漬し、予熱した。

2. 予熱したエプトン管内に、硫酸（濃度98%）1.9gを正確に加えて振り混ぜた後、80℃の恒温水槽で1時間保温した。

3. 前記硫酸呈色処理後、エプトン管の内容物（硫酸呈色物）5.0gを栓のできる容器に採取し、エタノール（EtOH）を12.5g添加し、混合することにより試験液を調製した。

4. 試験液を10mm光路長のセルに採取し、紫外可視分光光度計（島津製作所社製UV-2200）により、前記試験液の420nmにおける吸光度を測定した。

5. 得られた測定値（吸光度（420nm））から、次式により、着色度

(1) を求めた。

[0039] [数3]

$$\text{着色度 (1)} = \text{吸光度 (420nm)} \times 1000 \times \frac{\text{調製した試験液の量 (g)}}{\text{採取した硫酸呈色物の量 (g)}} \times \frac{1}{\text{採取したMEの量 (g)}}$$

[0040] <硫酸呈色 2 (硫酸呈色物のクレット光電光度計を用いた測色および着色度の算出) >

1' . 栓のできるエプトン管に、評価するMEを5. 0 g 採取し、8 0 °C の恒温水槽に浸漬し、予熱した。

2' . 予熱したエプトン管内に、硫酸 (濃度 9 8 %) 1. 9 g を正確に加えて振り混ぜた後、8 0 °C の恒温水槽で 1 時間保温した。

3' . 前記硫酸呈色処理後、エプトン管の内容物 (硫酸呈色物) 5. 0 g を栓のできる容器に採取し、エタノール (E t O H) を 2 5. 0 g 加えて混合することにより試験液を調製した。

4' . 試験液を 4 0 mm 光路長のセルに採取し、フィルター (フィルター No. K S - 4 2、フィルターの色: ブルー、適用波長範囲: 4 0 0 ~ 4 5 0 nm) を取り付けしたクレット光電光度計 (ベルアート社 (米国) 製 K L E T T - S U M M E R S O N 光電測色計) を用いて、前記試験液の着色度 (K l e t t 値) を測定した。

5' . 得られた測定値 (K l e t t 値) から、次式により、着色度 (2) を求めた。結果を表 1 に示す。

[0041] [数4]

$$\text{着色度 (2)} = \text{Klett値} \times \frac{\text{調製した試験液の量 (g)}}{\text{採取した硫酸呈色物の量 (g)}} \times \frac{1}{\text{採取したMEの量 (g)}}$$

[0042] <α-スルホ脂肪酸アルキルエステルの製造およびエステル化酸カラーの測定>

原料 (脂肪酸メチルエステル) として上記ME-1~9をそれぞれ用い、ジャケット付き攪拌機付き 3 0 0 m L ガラス製反応機にて、以下の手順で、スルホン化およびエステル化処理を行った。

原料に硫酸ナトリウム（着色抑制剤）５質量％（対原料）を混合し、８０℃に保った。

ここに、原料に対して１．２倍モルの SO_3 ガスを、窒素ガスで８容量％に希釈して、６０分間かけて等速で導入し、スルホン化反応を行った。

その後、８０℃に保ちながら４０分間攪拌して熟成工程を行い、粗製 α -スルホ脂肪酸メチルエステルを得た。

前記粗製 α -スルホ脂肪酸メチルエステル１００質量部当たりメタノールを３質量部の割合で添加し、８０℃、３０分間攪拌することでエステル化反応を行った。

得られた反応生成物（ α -スルホ脂肪酸メチルエステル）の着色度（エステル化酸カラー）を以下の手順で測定した。

エステル化反応後の反応生成物の５質量％水溶液を、４０mm光路長のセルに採取し、フィルター（フィルターNo. KS-42、フィルターの色：ブルー、適用波長範囲：４００～４５０nm、米国ベルアート社製）を光源とセルとの間に配置したクレット光電光度計（ベルアート社（米国）製KLETT-SUMMERSON光電測色計）により着色度（５％Klett値）を測定した。

[0043]

[表1]

	ME-1	ME-2	ME-3	ME-4	ME-5	ME-6	ME-7	ME-8	ME-9
過酸化物質 [mg/kg]	0.1	0.06	0.15	0.2	0.09	0.5	0.22	1.98	0.1
ヨウ素価 [I-g/100g-ME]	0.02	0.04	0.01	0.04	0.05	0.06	0.1	0.04	0.09
酸価 [mg-KOH/g-ME]	0.3	0.11	0.3	0.2	0.18	0.33	0.43	0.45	0.4
着色度(1)	40	50	80	90	100	110	120	160	275
着色度(2)	65	90	120	160	165	180	190	270	450
エステル化酸カラー	470	600	680	870	950	1210	1250	1460	1500

[0044] <各物性値とエステル化酸カラーとの相関性>

上記で求めたME-1～ME-9の物性値（POV、ヨウ素価、酸価、着色度（1）～（2））をそれぞれ横軸にとり、各MEのエステル化酸カラーを縦軸にとってグラフを作成し、前記グラフの傾きを、各物性値とエステル化酸カラーとの相関係数との相関係数として求めた。前記値が1に近いほど、相関性が高い。結果を表2に示す。

[0045] [表2]

	相関係数
過酸化物価vsエステル化酸カラー	0.27
ヨウ素価vsエステル化酸カラー	0.52
酸価vsエステル化酸カラー	0.51
着色度(1)vsエステル化酸カラー	0.74
着色度(2)vsエステル化酸カラー	0.74

[0046] 上記結果に示すとおり、着色度（1）、（2）の値は、過酸化物価、ヨウ素価、酸価に比べて、エステル化酸カラーと高い相関を示していた。

[0047] 上記ME-1～ME-9それぞれについて、前記< α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの製造およびエステル化酸カラーの測定>で測定されたエステル化酸カラー（5%Klett値）を、以下の判定基準で評価した。結果を表3に示す。

（判定基準）：A、Bが合格範囲。

A：エステル化酸カラーの値が500未満。

B：エステル化酸カラーの値が500以上1300未満。

C：エステル化酸カラーの値が1300以上1500未満。

D：エステル化酸カラーの値が1500以上。

[0048]

[0049] ME-3、ME-8における、硫酸添加量、硫酸濃度、硫酸呈色処理反応温度の影響の変化を調べた。尚、加温時間は1時間とした。結果を表4に示す。

[0050] [表4]

	実施例2		実施例3		実施例4		実施例5	
	ME-3	ME-8	ME-3	ME-8	ME-3	ME-8	ME-3	ME-8
試料量 [g]	5.0							
硫酸添加量 [g]	1.9		1.0		5.5		1.9	
硫酸濃度 [%]	75		98		98		98	
温度 [°C]	80		80		80		60	
着色度(1)	35	70	40	85	80	165	30	90
着色度(2)	50	100	55	140	125	275	55	140
エステル化酸カラー	680	1460	680	1460	680	1460	680	1460
判定性の可否	可能		可能		可能		可能	

[0051] 上記で得られた α -スルホ脂肪酸メチルエステルのうち、原料としてME-3を用いた α -スルホ脂肪酸メチルエステルを、2質量%水酸化ナトリウム水溶液を用いて、中和液がpH7~8となるように中和し、AI70%の α -スルホ脂肪酸メチルエステル塩の水性スラリーを得た。

ついで、得られた水性スラリー中の α -スルホ脂肪酸メチルエステル塩を、35%過酸化水素水を用いて漂白した。未漂白の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩に対する過酸化水素の配合量は純分として2質量%とした。漂白温度は80℃~85℃で行った。

漂白8時間後の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の5質量%水溶液を40mm光路長、No. 42ブルーフィルターを用いクレット光電光度計により測定したカラーは、55（5%Klett値）であった。

[0052] 上記結果から、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の原料である脂肪酸アルキルエステルに対して予め硫酸呈色処理を行い、その着色度によって原料を選定することによって、淡色の α -スルホ脂肪酸メチルエステルを製造することが出来る。例えば着色度（1）が120以下または着色度（2）が190以下の脂肪酸アルキルエステルを選定することにより、エステル化酸カラーの値が1300未満の α -スルホ脂肪酸メチルエステルが得られることが確認できた。

具体的な効果としては、本方法によれば短時間で簡便にスルホン化反応とエステル化反応後における着色度を予測することができるので、目標品質に適した原料を選定することができる。また、原料の品質が一定で保つことが出来るため、着色漂白工程における漂白薬剤を必要以上に使用することがなくなるなど、品質を安定化させるために工程を管理する労力を軽減できる。

産業上の利用可能性

[0053] 本発明によれば、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造において原料として用いられる脂肪酸アルキルエステルの品質を正確かつ簡便に選定できる選定方法、前記選定方法を利用した、スルホン化工程および／またはエステル化処理工程で得られる反応生成物の着色度の予測方法および α -

スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）とその製造方法を提供できる。

請求の範囲

- [請求項1] α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の選定方法であって、予め原料である脂肪酸アルキルエステルと硫酸とを混合し、所定温度で硫酸呈色処理を行い、その着色度により満足する品質のものだけを選定する工程を実施することを特徴とする α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の選定方法。
- [請求項2] 脂肪酸アルキルエステルをスルホン化するスルホン化工程と、前記スルホン化工程で得られる生成物をアルコールにてエステル化処理するエステル化処理工程と、前記エステル化処理工程で得られる生成物とアルカリ水溶液とを接触させる中和工程とを含む α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造方法における前記スルホン化工程および／またはエステル化処理工程で得られる反応生成物の着色度の予測方法であって、
- 請求項1に記載の選定方法により脂肪酸アルキルエステルの着色性を評価し、前記着色性を指標として、前記脂肪酸アルキルエステルから得られる前記反応生成物の着色度を予測することを特徴とする予測方法。
- [請求項3] 脂肪酸アルキルエステルをスルホン化するスルホン化工程と、前記スルホン化工程で得られる生成物をアルコールにてエステル化処理するエステル化処理工程と、前記エステル化処理工程で得られる生成物とアルカリ水溶液とを接触させる中和工程とを含む α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造方法であって、
- 前記脂肪酸アルキルエステルとして、請求項1に記載の選定方法により選定された品質の脂肪酸アルキルエステルを用いることを特徴とする α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）の製造方法。
- [請求項4] 請求項3に記載の製造方法を用いて製造されたことを特徴とする α -スルホ脂肪酸アルキルエステル（塩）。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/006570

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C07C303/06(2006.01)i, C07C309/17(2006.01)i, C11D1/28(2006.01)i, C11D11/04(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07C303/00, C07C309/00, C11D1/00, C11D11/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2010

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2010 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2010

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CA/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2006-76906 A (Lion Corp.), 23 March 2006 (23.03.2006), pages 3 to 7 (Family: none)	4 1-3
X A	JP 10-175940 A (Lion Corp.), 30 June 1998 (30.06.1998), pages 3 to 6 (Family: none)	4 1-3
X A	JP 9-278740 A (Lion Corp.), 28 October 1997 (28.10.1997), pages 4 to 6 (Family: none)	4 1-3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
20 January, 2010 (20.01.10)Date of mailing of the international search report
02 February, 2010 (02.02.10)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/006570

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 6-211774 A (Lion Corp.), 02 August 1994 (02.08.1994), pages 2 to 6 (Family: none)	4 1-3

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C07C303/06(2006.01)i, C07C309/17(2006.01)i, C11D1/28(2006.01)i, C11D11/04(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C07C303/00, C07C309/00, C11D1/00, C11D11/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2010年
日本国実用新案登録公報	1996-2010年
日本国登録実用新案公報	1994-2010年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CA/REGISTRY(STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X A	JP 2006-76906 A (ライオン株式会社) 2006.03.23, 第3-7頁 (ファミリーなし)	4 1-3
X A	JP 10-175940 A (ライオン株式会社) 1998.06.30, 第3-6頁 (ファミリーなし)	4 1-3
X A	JP 9-278740 A (ライオン株式会社) 1997.10.28, 第4-6頁 (ファミリーなし)	4 1-3

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

20.01.2010

国際調査報告の発送日

02.02.2010

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

前田 憲彦

4H

8318

電話番号 03-3581-1101 内線 3443

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X A	JP 6-211774 A (ライオン株式会社) 1994.08.02, 第2 - 6 頁 (ファミリーなし)	4 1-3