



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

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

(11)



1-0031092

(51)⁷ C01F 7/00; C01F 7/06

(13) B

(21) 1-2016-02528

(22) 31/12/2014

(86) PCT/US2014/073050 31/12/2014

(87) WO 2015/105723 16/07/2015

(30) 14/151,368 09/01/2014 US

(45) 25/02/2022 407

(43) 26/12/2016 345A

(73) Nalco Company (US)

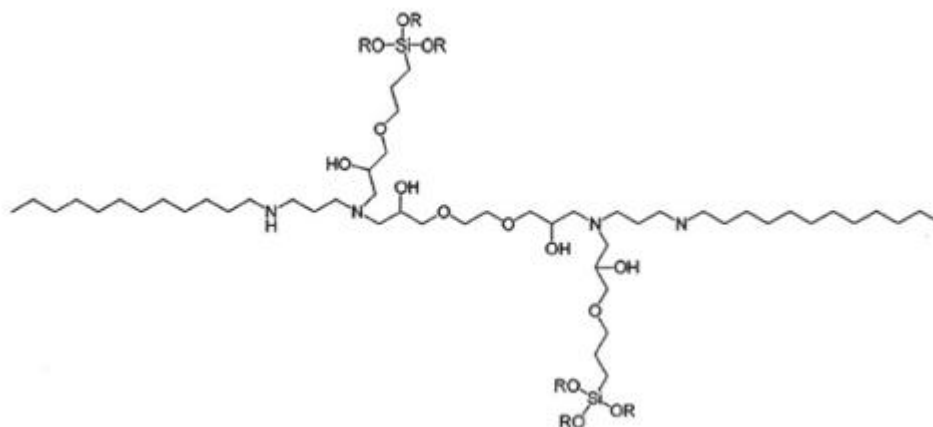
1601 W. Diehl Road, Naperville, Illinois 60563, United States of America

(72) URBANI, Carl Nicolas (AU); LA, Timothy (US); KILDEA, John David (AU).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP LÀM GIẢM CẶN CHỨA NHÔM SILICAT TRONG QUY TRÌNH BAYER

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp và chế phẩm để hạn chế sự tích tụ cặn DSP trong hệ thống tuần hoàn dịch của thiết bị trong quy trình Bayer. Phương pháp này bao gồm bước bổ sung một hoặc nhiều phân tử nhỏ dựa trên chất hoạt động bề mặt GPS vào hệ thống tuần hoàn dịch. Các chất ức chế cặn này làm giảm sự hình thành cặn DSP và nhờ đó làm tăng sản lượng dịch tạo thành từ thiết bị trong quy trình Bayer, làm tăng thời gian vận hành thiết bị trong quy trình Bayer và làm giảm nhu cầu đối với các chất tẩy rửa axit nguy hiểm và đắt đỏ cho thiết bị trong quy trình Bayer. Kết quả là, sáng chế đề xuất việc làm giảm đáng kể tổng chi phí vận hành quy trình Bayer.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm, phương pháp, và thiết bị để cải thiện việc xử lý và hạn chế cặn trong các dòng xử lý công nghiệp khác nhau, cụ thể là một số phân tử nhỏ dựa trên chất hoạt động bề mặt nhất định được phát hiện là có hiệu quả đặc biệt trong xử lý cặn nhôm silicat trong dòng xử lý trong quy trình Bayer.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Như được mô tả trong patent Mỹ số 6,814,873, nội dung của tài liệu này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn, quy trình Bayer được dùng để sản xuất nhôm từ quặng Bauxit. Quy trình này sử dụng dung dịch xút ăn da để chiết lượng nhôm tan từ bauxit. Sau khi hòa tan lượng nhôm từ bauxit và loại bỏ vật liệu thải không hòa tan từ dòng xử lý, nhôm hòa tan được kết tủa dưới dạng nhôm trihydrat rắn. Dung dịch xút ăn da còn lại được biết dưới dạng “dịch” và/hoặc “dịch thải” tiếp đó được tái tuần hoàn trở lại công đoạn trước trong quy trình và được sử dụng để xử lý bauxit mới. Theo đó, tạo ra hệ thống tuần hoàn chất lưu. Với các mục đích của sáng chế, phần mô tả này định nghĩa thuật ngữ “dịch”. Tuy nhiên, bản thân việc tái tuần hoàn dịch trong hệ thống tuần hoàn chất lỏng có những phức tạp riêng.

Bauxit thường chứa silic oxit ở nhiều dạng và hàm lượng khác nhau. Một số loại silic oxit không có tính phản ứng nên nó không hòa tan và vẫn là vật liệu rắn trong hệ thống tuần hoàn Bayer. Các dạng khác của silic oxit (ví dụ, đất sét) có tính phản ứng và hòa tan trong dung dịch xút ăn da khi được bổ sung vào dịch xử lý trong quy trình Bayer, do đó làm tăng nồng độ silic oxit trong dịch này. Do dịch chảy lặp lại trong hệ thống tuần hoàn của quy trình Bayer, nồng độ của silic oxit trong dịch tăng dần, cuối cùng đến thời điểm nó phản ứng với nhôm và natri cacbonat để tạo ra các hạt nhôm silicat không hòa tan. Chất rắn nhôm silicat được quan sát ở ít nhất hai dạng, sodalit và cancrinit. Các dạng này và các dạng nhôm silicat khác thường được đề cập đến, và theo mục đích của sáng chế, thuật ngữ “sản phẩm loại silic” hoặc “DSP”.

DSP có thể có công thức $3(\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 0-2 \text{H}_2\text{O}) \cdot 2\text{NaX}$ trong đó X là OH^- , Cl^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} . Do DSP có độ tan giảm dần (kết tủa tăng ở nhiệt độ cao hơn) và nó có thể tạo kết tủa ở dạng cặn mịn bao gồm các chất rắn kết tinh không tan cứng, việc tích tụ các cặn này trong thiết bị của quy trình Bayer rất khó xử lý. Do DSP tích tụ trong các ống, thùng, thiết bị truyền nhiệt của quy trình Bayer, và các thiết bị xử lý khác, nên nó tạo các dòng thắt cổ chai và dòng nghẽn và có thể ảnh hưởng bất lợi đến lưu lượng dịch. Ngoài ra, do đặc tính dẫn nhiệt của nó, nên cặn DSP trên bề mặt của thiết bị trao đổi nhiệt sẽ làm giảm hiệu suất của thiết bị trao đổi nhiệt.

Các ảnh hưởng bất lợi này thường được kiểm soát bằng hệ thống làm sạch cặn bao gồm thiết bị xử lý được bố trí riêng và cặn được xử lý và loại bỏ bằng phương pháp vật lý hoặc hóa học. Nhược điểm của hệ thống này là rất lớn và tạo ra tính đều đặn về khoảng thời gian chết cho thiết bị chính. Ngoài ra, hệ thống làm sạch cặn này có một số công đoạn thường sử dụng axit đậm đặc có tính nguy hiểm như axit sulfuric, và việc này tạo ra mối nguy hại không mong muốn liên quan đến vấn đề an toàn.

Theo cách khác, người vận hành quy trình Bayer sẽ kiểm soát việc tăng nồng độ silic oxit trong dịch, từ đó làm kết tủa DSP có chủ đích dưới dạng tinh thể tự do hơn là dưới dạng cặn. Thông thường, bước “loại silic” trong quy trình Bayer được sử dụng để làm giảm nồng độ của silic oxit trong dung dịch bằng sự kết tủa silic oxit ở dạng DSP, hoặc ở dạng kết tủa tự do. Trong khi bước loại silic này làm giảm tổng nồng độ của silic oxit trong dịch, thì việc loại bỏ toàn bộ silic oxit ra khỏi dung dịch là không khả thi và việc thay đổi các điều kiện xử lý trong các bộ phận khác nhau của hệ thống tuần hoàn (ví dụ, trong thiết bị trao đổi nhiệt) có thể làm thay đổi độ tan của DSP, dẫn đến việc kết tủa ở dạng cặn sau đó.

Các nỗ lực đã biết dùng để kiểm soát và/hoặc làm giảm cặn DSP trong quy trình Bayer bao gồm bước bổ sung vật liệu polyme chứa ba nhóm alkyloxy liên kết với một nguyên tử silic như được mô tả trong patent Mỹ số 6,814,873 B2, công bố đơn xin cấp patent Mỹ số 2004/0162406 A1, 2004/0011744 A1, 2005/0010008 A2, đơn công bố quốc tế số WO 2008/045677 A1, và bài báo được công bố *Max HTTM Sodalite Scale Inhibitor: Plant Experience and Impact on the Process*, bởi Donald Spitzer et. al., Pages 57-62, Light Metals 2008, (2008), tất cả các nội dung của các tài liệu này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn.

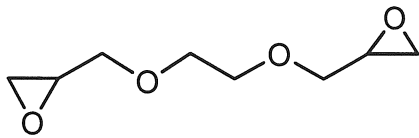
Tuy nhiên, việc sản xuất và sử dụng các polyme ghép trialkoxysilan nêu trên có thể liên quan đến độ nhớt không mong muốn, làm cho việc xử lý và phân tán polyme trong dịch xử lý của quy trình Bayer trở nên khó khăn. Các nỗ lực khác trước đây để giải quyết sự tích tụ chất gây tắc được mô tả trong patent Mỹ số 5,650,072 và 5,314,626, cả hai tài liệu này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn.

Do đó, trong khi đã có rất nhiều phương pháp cho phép người vận hành quy trình Bayer có thể quản lý và kiểm soát sự hình thành cặn DSP thì có một nhu cầu rõ ràng, và hữu ích về phương pháp cải tiến giúp ngăn chặn hoặc làm giảm sự hình thành cặn DSP trên thiết bị xử lý trong quy trình Bayer. Lĩnh vực kỹ thuật được mô tả trong đoạn này không được dự định để thừa nhận rằng patent, công bố đơn hoặc thông tin khác bất kỳ được đề cập đến trong đoạn này là “tình trạng kỹ thuật” của sáng chế, trừ khi được chỉ rõ cụ thể theo cách này. Ngoài ra, đoạn này không được hiểu theo nghĩa là việc tra cứu đã được tiến hành hoặc không có thông tin thích hợp khác như được xác định trong 37 C.F.R. § 1.56(a).

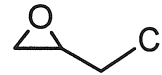
Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để đáp ứng các nhu cầu trong thời gian dài chưa được thỏa mãn như nêu trên, ít nhất một phương án theo sáng chế đề xuất phương pháp làm giảm cặn silixic trong quy trình Bayer bao gồm bước bổ sung vào dịch Bayer một lượng làm giảm cặn nhôm silicat là sản phẩm phản ứng không phải polyme tạo thành từ phản ứng của: a) chất hoạt động bề mặt và b) GPS.

Sản phẩm phản ứng không phải polyme nêu trên có thể là sản phẩm tạo thành từ phản ứng của các thành phần còn bao gồm một thành phần được chọn từ nhóm gồm ít nhất một trong số: chất kỵ nước, chất kết dính amin, chất kết dính epoxit, và hỗn hợp bất kỳ của chúng. GPS có thể là 3-glycidoxypropyltrimetoxysilan. Chất hoạt động bề mặt có thể là một chất được chọn từ nhóm bao gồm: rượu béo được etoxy hóa, amin béo được etoxy hóa, amin béo, G12A7, G12A4, G17A3, G9A6, G9A8, 18M20, 18M2, 16M2, DPD, OPD, OLA, và hỗn hợp bất kỳ của chúng. Chất kết dính epoxit có thể là phân tử có các công thức (I), (II), và hỗn hợp bất kỳ của chúng:



(I)



(II)

Chất kỵ nước có thể là glycidyl béo C8-C10 ete. Sản phẩm phản ứng có thể có khối lượng phân tử nhỏ hơn 500 dalton. Sản phẩm phản ứng có thể có công thức được minh họa trên FIG. 1, FIG. 2, và/hoặc có thể là sản phẩm P, sản phẩm U, và/hoặc sản phẩm HS.

Sản phẩm phản ứng có thể được tạo thành ít nhất một phần theo một phương pháp trong số các phương pháp được chọn từ nhóm bao gồm các phương pháp: I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, và XIII, và hỗn hợp bất kỳ của chúng. Chất kết dính amin có thể là chất được chọn từ nhóm bao gồm: tetraetylenpentamin và etylendiamin.

Các dấu hiệu và ưu điểm khác được mô tả trong bản mô tả, và sẽ trở nên rõ ràng từ phần mô tả chi tiết sau đây.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Phần mô tả chi tiết về sáng chế sau đây được mô tả với sự tham chiếu cụ thể đến các hình vẽ trong đó:

FIG. 1 là phần minh họa về công thức của sản phẩm phản ứng X.

FIG. 2 là phần minh họa về công thức của sản phẩm phản ứng BB.

FIG. 3 là bảng thứ nhất có dạng công thức được sử dụng trong sáng chế.

FIG. 4 là bảng thứ hai có dạng công thức được sử dụng trong sáng chế.

FIG. 5 là bảng thứ ba có dạng công thức được sử dụng trong sáng chế.

FIG. 6 là bảng thứ tư có dạng công thức được sử dụng trong sáng chế.

FIG. 7 là phần minh họa về phép phân tích SEM (Kính hiển vi điện tử quét) chứng minh hiệu quả của sáng chế.

Đối với các mục đích của sáng chế, các số chỉ dẫn tương tự trên các hình vẽ sẽ dùng để chỉ các dấu hiệu tương tự trừ khi được chỉ ra theo cách khác. Các hình vẽ chỉ được minh họa bằng cách ví dụ theo các nguyên tắc của sáng chế và không được dùng để giới hạn sáng chế ở các phương án cụ thể được minh họa.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các định nghĩa sau đây được đề cập đến để xác định xem các thuật ngữ được sử dụng trong sáng chế, và cụ thể là các điểm yêu cầu bảo hộ được giải thích như thế nào. Cách sắp xếp các định nghĩa chỉ nhằm mục đích thuận tiện và không nhằm giới hạn bất kỳ định nghĩa nào ở bất kỳ dạng cụ thể nào.

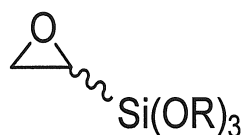
“Polyme” dùng để chỉ hợp chất hóa học về cơ bản bao gồm các đơn vị cấu trúc lặp lại, mỗi đơn vị chứa hai hoặc nhiều nguyên tử. Trong khi nhiều polyme có khối lượng phân tử lớn hơn 500, thì một số polyme như polyetylen có thể có khối lượng phân tử nhỏ hơn 500. Polyme bao gồm copolyme và homo polyme.

“Phân tử nhỏ” dùng để chỉ hợp chất hóa học về cơ bản bao gồm các đơn vị cấu trúc không lặp lại. Do oligome (có nhiều hơn 10 đơn vị lặp) và polyme về cơ bản bao gồm các đơn vị cấu trúc lặp lại, chúng không phải là các phân tử nhỏ. Các phân tử nhỏ này có thể có khối lượng phân tử cao hơn và thấp hơn 500. Các thuật ngữ “phân tử nhỏ” và “polyme” loại trừ lẫn nhau.

“Chất gây tắc” dùng để chỉ trầm tích của vật liệu mà tích tụ trên thiết bị trong khi vận hành quy trình sản xuất và/hoặc hóa học, có thể không mong muốn và có thể làm giảm chi phí và/hoặc hiệu suất của quy trình. DSP là một loại chất gây tắc.

“Amin” dùng để chỉ phân tử chứa một hoặc nhiều nguyên tử nitơ và có ít nhất một nhóm amin thứ cấp hoặc nhóm amin sơ cấp. Bằng định nghĩa này, monoamin như dodexylamin, diamin như hexandiamin, và triamin như diethylentriamin, đều là các amin.

“GPS” là glyxidoxyalkyltrimetoxysilan mà bao gồm 3-glyxidoxypropyltrimetoxysilan, một công thức có thể có cho GPS có thể được thể hiện bằng công thức cấu tạo:

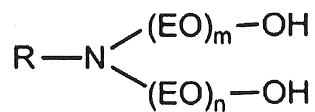


“Rượu được etoxy hóa” dùng để chỉ rượu có công thức:



trong đó EO là nhóm etoxy ($-\text{OCH}_2\text{CH}_2-$) và n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 50.

“Amin được etoxy hóa” dùng để chỉ amin có công thức:



trong đó EO là nhóm etoxy (-OCH₂CH₂-), m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 50, và n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 50.

“G12A7” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt etoxylat của rượu không ion C12-C14, một ví dụ điển hình về chất này là Teric G12A7 được bán bởi Huntsman.

“G12A4” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt etoxylat của rượu không ion C12-C14, một ví dụ điển hình về chất này là Teric G12A4 được bán bởi Huntsman.

“G17A3” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt etoxylat của rượu không ion mạch thẳng C16-C18, một ví dụ điển hình về chất này là Teric G17A3 được bán bởi Huntsman.

“G9A6” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt etoxylat của rượu không ion mạch thẳng C9-C11, một ví dụ điển hình về chất này là Teric G9A6 được bán bởi Huntsman.

“G9A8” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt etoxylat của rượu không ion mạch thẳng C9-C11, một ví dụ điển hình về chất này là Teric G9A8 được bán bởi Huntsman.

“18M20” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt alkyl amin etoxylat C18-C22, một ví dụ điển hình về chất này là Teric 18M20 được bán bởi Huntsman.

“18M2” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt alkyl amin etoxylat C18-C22, một ví dụ điển hình về chất này là Teric 18M2 được bán bởi Huntsman.

“16M2” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt alkyl amin etoxylat C16-C18, một ví dụ điển hình về chất này là Teric 16M2 được bán bởi Huntsman.

“TAM5” dùng để chỉ chất hoạt động bề mặt alkyl amin etoxylat mỡ động vật, một ví dụ điển hình về chất này là Agnique TAM5 được bán bởi Cognis.

“DPD” dùng để chỉ dodexyl-1,3-propandiamin

“EGDGE” dùng để chỉ etylen glycol diglycidylete

“OPD” dùng để chỉ oleyl-1,3-propandiamin

“EPI” dùng để chỉ epiclohydrin

“OA” dùng để chỉ octylamin

“ED” dùng để chỉ etylendiamin

“OLA” dùng để chỉ oleylamin

“TEPA” dùng để chỉ tetraetylenpentamin

“AGE” dùng để chỉ glyxidyl ete béo C8-C10

“Alkyloxy” có cấu trúc OX, trong đó X là hydrocacbon và O là oxy. Cũng có thể được sử dụng thay thế cho thuật ngữ “alkoxy”. Thông thường trong sáng chế, oxy được liên kết với cả nhóm X cũng như nguyên tử silic của phân tử nhỏ. Khi X là C₁, nhóm alkyloxy bao gồm nhóm metyl được liên kết với nguyên tử oxy. Khi X là C₂, nhóm alkyloxy bao gồm nhóm etyl được liên kết với nguyên tử oxy. Khi X là C₃, nhóm alkyloxy bao gồm nhóm propyl được liên kết với nguyên tử oxy. Khi X là C₄, nhóm alkyloxy bao gồm nhóm butyl được liên kết với nguyên tử oxy. Khi X là C₅, nhóm alkyloxy bao gồm nhóm pentyl được liên kết với nguyên tử oxy. Khi X là C₆, nhóm alkyloxy bao gồm nhóm hexyl được liên kết với nguyên tử oxy.

“Monoalkyloxy” dùng để chỉ nhóm được gắn vào nguyên tử silic là một nhóm alkyloxy.

“Dialkyloxy” dùng để chỉ nhóm được gắn vào nguyên tử silic là hai nhóm alkyloxy.

“Trialkyloxy” dùng để chỉ nhóm được gắn vào nguyên tử silic là ba nhóm alkyloxy.

“Dịch tổng hợp” hoặc “dịch thải tổng hợp” là chất lỏng được tạo ra trong phòng thí nghiệm được sử dụng để thử nghiệm chế phẩm của nó với alumin, natri cacbonat, và dung dịch xút ăn da tương ứng với dịch được tạo ra bằng cách tuần hoàn thông qua quy trình Bayer.

“Dịch Bayer” là dịch thực tế được chảy qua quy trình Bayer trong các thiết bị công nghiệp.

“Quy trình tách” là quy trình truyền khối mà biến đổi hỗn hợp của các chất thành hai hoặc nhiều hỗn hợp sản phẩm riêng biệt, ít nhất một hỗn hợp được làm giàu bằng một hoặc nhiều thành phần cấu thành của hỗn hợp, quy trình này gồm nhưng không giới hạn ở các quy trình như: quy trình hấp phụ, quy trình ly tâm, quy trình tách xyclon, quy trình tách dựa trên tỷ trọng, quy trình sắc ký, quy trình kết tinh, quy trình gạn, quy trình chưng cất, quy trình sấy khô, quy trình điện di, quy trình rửa lắng, quy

trình bay hơi, quy trình chiết, quy trình chiết bằng ngâm chiết, quy trình chiết lỏng-lỏng, quy trình chiết pha rắn, quy trình tuyển nổi, quy trình tuyển nổi khí được hòa tan, quy trình tuyển nổi bọt, quy trình kết bông, quy trình lọc, quy trình lọc bằng mắt lưới, quy trình lọc màng, quy trình vi lọc, quy trình siêu lọc, quy trình lọc nano, quy trình thẩm thấu ngược, quy trình chưng cất phân đoạn, quy trình kết đông phân đoạn, quy trình tách từ tính, quy trình kết tủa, quy trình kết tinh lại, quy trình đóng cặn, quy trình tách trọng lực, quy trình sàng, quy trình cất phần nhẹ, quy trình thăng hoa, quy trình tách hơi-lỏng, quy trình sàng lọc, quy trình tinh luyện vùng, và sự kết hợp bất kỳ của các quy trình này.

“Chất gây lắng” hoặc “chất sa lắng” dùng để chỉ bình được sử dụng để tác dụng lên sự tách rắn-lỏng của huyền phù đặc, thường là có bổ sung chất keo tụ, lọ này được thiết kế và lắp ráp để nhận huyền phù đặc, giữ huyền phù đặc lại trong khoảng thời gian đủ để cho phép các phần rắn của huyền phù sa lắng xuống (dòng đáy) tách khỏi phần chất lỏng nhiều hơn của huyền phù đặc (dòng phía trên), gạt dòng phía trên, và loại bỏ dòng đáy. Dòng đáy của chất gây lắng và dòng phía trên của chất gây lắng thường được chuyển lên trên các bộ lọc để tách thêm các chất rắn ra khỏi chất lỏng.

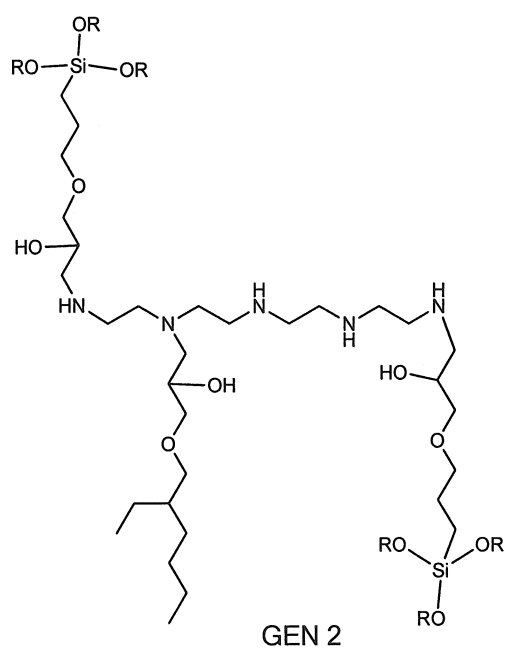
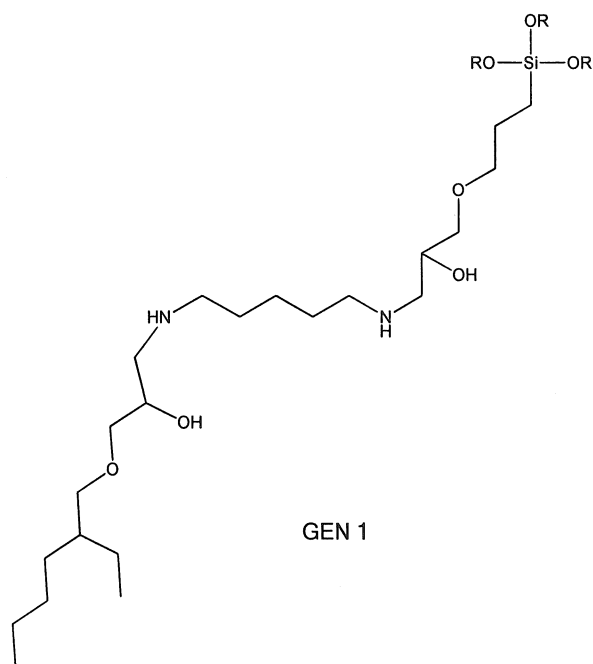
Trong trường hợp mà các định nghĩa hoặc phần mô tả nêu trên được chỉ rõ ở các phần khác trong bản mô tả không phù hợp với nghĩa (rõ ràng hoặc hàm ý) mà thường được sử dụng, trong từ điển, hoặc được chỉ ra trong nguồn được đưa vào trong bản mô tả bằng cách viện dẫn, thì các thuật ngữ trong sáng chế và các điểm yêu cầu bảo hộ cụ thể được hiểu là được phân tích theo định nghĩa hoặc phần mô tả của sáng chế, và không theo định nghĩa chung, định nghĩa trong từ điển, hoặc định nghĩa được kết hợp bằng cách viện dẫn. Bởi vì lý do đó, trong trường hợp mà thuật ngữ chỉ có thể được hiểu nếu nó được giải thích bởi từ điển, nếu thuật ngữ này được định nghĩa bởi *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 5th Edition, (2005), (Published by Wiley, John & Sons, Inc.), định nghĩa này sẽ kiểm soát xem làm thế nào mà thuật ngữ này được xác định trong các điểm yêu cầu bảo hộ.

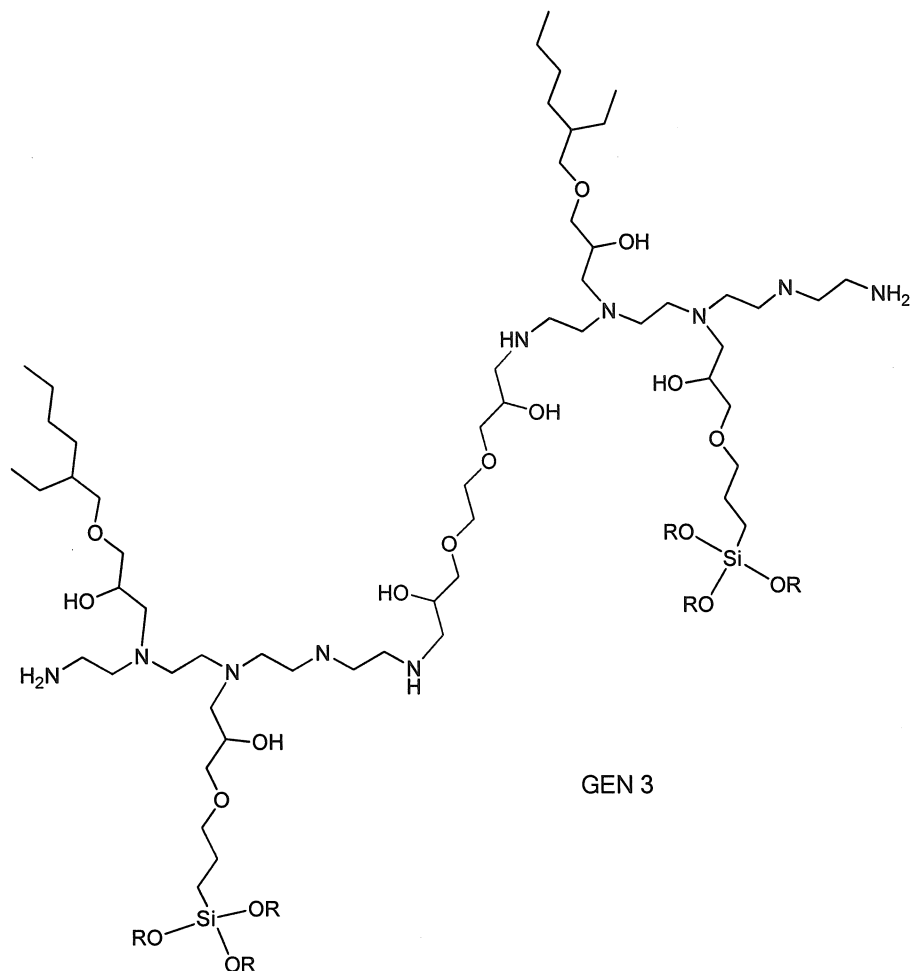
Trong quy trình Bayer để sản xuất alumin, quặng bauxit chuyển qua giai đoạn nghiền và alumin, cùng với một số tạp chất bao gồm silic oxit, được hòa tan trong dịch được bổ sung. Hỗn hợp tiếp đó thường chuyển qua giai đoạn loại silic trong đó silic oxit được kết tủa một cách thận trọng dưới dạng DSP để làm giảm lượng silic oxit

trong dung dịch. Huyền phù đặc được chuyển đến giai đoạn hòa tách khi silic oxit phản ứng còn lại tan ra, do đó làm tăng lại nồng độ của silic oxit trong dung dịch mà sau đó tạo thành nhiều DSP hơn do nhiệt độ xử lý tăng lên. Dịch sau đó được tách từ chất rắn không tan, và alumin được thu hồi bằng cách kết tủa dưới dạng gibbsit. Dịch thải hoàn thành chu trình tuần hoàn của nó khi nó đi qua bộ trao đổi nhiệt và quay trở lại giai đoạn nghiền. Cặn DSP tích tụ trong toàn bộ quy trình Bayer nhưng cụ thể là ở giai đoạn hòa tách và cụ thể nhất là ở tại hoặc gần bộ trao đổi nhiệt, trong đó dịch đã tuần hoàn chảy qua.

Theo sáng chế, phát hiện ra rằng việc sử dụng theo liều các loại phân tử nhỏ khác nhau dựa trên các sản phẩm có thể làm giảm cặn DSP được tạo thành. Các phân tử nhỏ là các sản phẩm phản ứng của chất hoạt động bề mặt với GPS và tùy ý với một hoặc nhiều: chất kỵ nước, chất kết dính amin, chất kết dính epoxit, và hỗn hợp bất kỳ của chúng. FIG. 1 và FIG. 2 thể hiện cấu trúc đại diện cho các phân tử nhỏ được cấu thành bằng hỗn hợp của chất hoạt động bề mặt, GPS và chất kết dính epoxit (FIG. 1) và chất hoạt động bề mặt, GPS, chất kết dính epoxit và chất kết dính amin (FIG.2) và là các ví dụ về hỗn hợp sản phẩm phản ứng có thể có được bao gồm trong phương án này. Theo ít nhất một phương án của sáng chế, nồng độ hiệu quả của sản phẩm phân tử nhỏ được bổ sung vào giai đoạn hoặc thời điểm nào đó trong hệ thống tuần hoàn dịch của quy trình Bayer, mà giảm thiểu hoặc ngăn chặn sự tích tụ của DSP trên các bình hoặc thiết bị dọc theo hệ thống tuần hoàn dịch.

Như được mô tả trong patent Mỹ số 8,545,776, phân tử nhỏ DG12 là một ví dụ về phân tử nhỏ là sản phẩm của phản ứng giữa chất hoạt động bề mặt và GPS. Phân tử nhỏ TG14 tương tự cũng được mô tả trong patent Mỹ số 8,545,776, và phân tử nhỏ khác nhau như GEN1, GEN2, và GEN3 được mô tả trong đơn xin cấp patent Mỹ đã được công bố số 2011/0212006 và 2012/0148462 là sản phẩm phản ứng giữa một số thành phần này. Theo ít nhất một phương án của sáng chế loại trừ TG14, DG12, GEN1, GEN2, và GEN3.



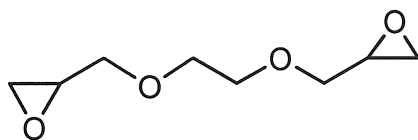


Theo ít nhất một phương án, sản phẩm phản ứng được tạo hành ít nhất trong một phần bằng cách cho phép hai hoặc nhiều chất phản ứng tiếp xúc với nhau trong khoảng thời gian trong khoảng từ 1 phút đến 55 ngày, và/hoặc bằng cách cho phép chất phản ứng tiếp xúc với nhau ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 500°C . Sáng chế bao gồm bước bổ sung chất phản ứng bất kỳ trong số một số hoặc tất cả các chất phản ứng để phản ứng đồng thời và/hoặc theo thứ tự tuần tự bất kỳ. Phần bất kỳ của phản ứng có thể xuất hiện trong một hoặc nhiều: môi trường lỏng, môi trường nước, với sự có mặt của axit và/hoặc bazơ, và trong điều kiện axit, bazơ, hoặc trung tính. Phần bất kỳ của phản ứng có thể xuất hiện ít nhất trong một phần với sự có mặt của một hoặc nhiều chất xúc tác.

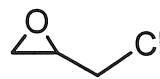
Theo ít nhất một phương án, chất hoạt động bề mặt gồm nhưng không giới hạn ở một chất được chọn từ nhóm bao gồm: rượu béo được etoxy hóa, amin béo được etoxy hóa, amin béo, G12A7, G12A4, G17A3, G9A6, G9A8, 18M20, 18M2, 16M2, DPD, OPD, OLA, và hỗn hợp bất kỳ của chúng. FIG. 3, FIG. 4, FIG 5 và FIG. 6 là các

bảng minh họa một số hỗn hợp sản phẩm phản ứng có thể có bao gồm trong phương án này.

Theo ít nhất một phương án, chất kết dính epoxit có một hoặc nhiều công thức (I) và (II) sau đây:



(I)



(II)

Theo ít nhất một phương án, chất kỵ nước là glycidyl béo C8-C10 ete. Chất kỵ nước có thể được mô tả là mạch hydrocacbon thơm hoặc béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh mà có thể tùy ý chứa mỗi liên kết ete hoặc nhóm cuối có chức năng bổ sung như epoxit mà cho phép chất kỵ nước được phản ứng với và được gắn vào các phân tử khác. Mạch hydrocacbon có thể chứa khoảng từ 3 đến 50 nguyên tử cacbon.

Theo ít nhất một phương án, chất kỵ nước có công thức (III), trong đó R' là mạch hydrocacbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa ít nhất 3 nguyên tử cacbon:



(III)

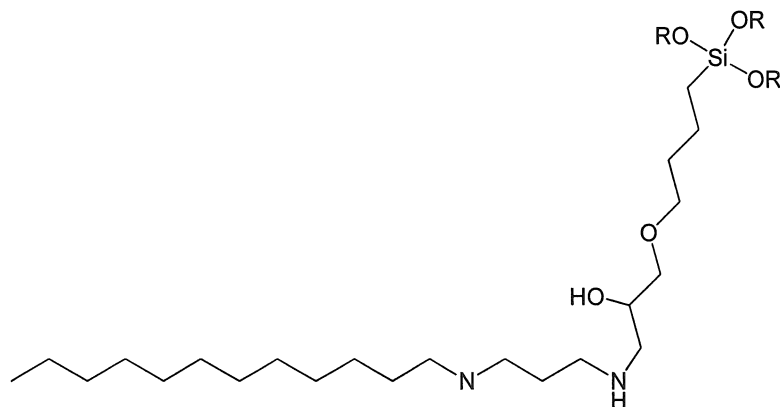
Theo ít nhất một phương án, chất kết dính amin được chọn từ monoamin, diamin, triamin, butamin, và pentamin béo hoặc xycloaliphatic, mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Tổng số các nguyên tử cacbon trong amin được ưu tiên nhỏ hơn 30 và được ưu tiên hơn là nhỏ hơn 20. Theo ít nhất một phương án, amin được chọn từ nhóm bao gồm: tetraetylen pentamin, etylen diamen, và hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Theo ít nhất một phương án, phân tử nhỏ amin được phản ứng với cả 3-glycidoxypropyltrialkoxysilan (GPS) và phân tử kỵ nước để tạo ra chế phẩm ức chế DSP. Phân tử kỵ nước là hợp chất phản ứng amin có nhóm chức phản ứng amin như các nhóm glycidyl, clo, brom, hoặc isoxyanato. Ngoài nhóm phản ứng amin, phân tử kỵ nước có ít nhất một mạch cacbon C₃-C₂₂ kỵ nước, thơm hoặc béo, mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

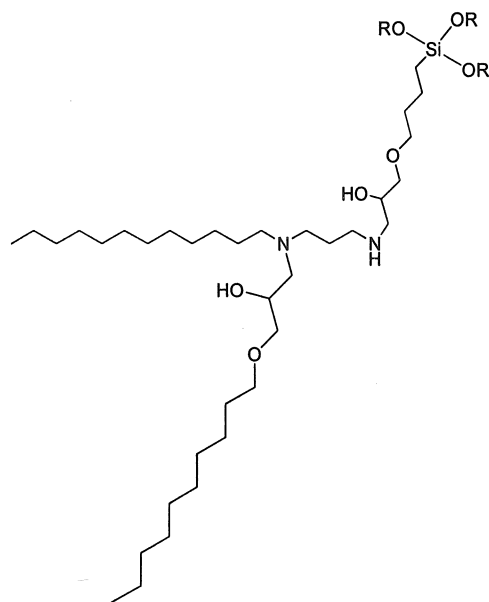
Theo ít nhất một phương án, phân tử amin được chọn từ monoamin hoặc diamin béo hoặc xycloaliphatic, mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Tổng số các nguyên tử cacbon trong amin được ưu tiên là nhỏ hơn 30 và được ưu tiên hơn là nhỏ hơn 20.

Theo ít nhất một phương án, amin được chọn từ nhóm bao gồm: isophorondiamin, xylendiamin, bis(aminometyl)xyclohexan, hexandiamin, C,C,C-trimetylhexandiamin, metylen bis(aminoxyclohexan), amin béo bão hòa, amin béo không bão hòa như oleylamin và soyamin, N-béo-1,3-propandiamin như cocoalkylpropandiamin, oleylpropandiamin, dodecylpropandiamin, alkylpropandiamin mỡ bò được hydro hóa, và alkylpropandiamin mỡ bò và hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Theo ít nhất một phương án, sản phẩm phản ứng là sản phẩm P, là sản phẩm phản ứng của GPS với chất hoạt động bề mặt có công thức:



Theo ít nhất một phương án, sản phẩm phản ứng là sản phẩm U, là một sản phẩm phản ứng của GPS với chất hoạt động bề mặt và chất kỵ nước có công thức:



Theo ít nhất một phương án, sản phẩm phản ứng là sản phẩm X, là sản phẩm phản ứng của GPS với chất hoạt động bề mặt, chất kỵ nước và chất kết dính epoxit có công thức được minh họa trên FIG 1.

Theo ít nhất một phương án, sản phẩm phản ứng là sản phẩm BB, là sản phẩm phản ứng của GPS với chất hoạt động bề mặt, chất kỵ nước, chất kết dính epoxit và chất kết dính amin có công thức được minh họa trên FIG 2.

Theo ít nhất một phương án, điều kiện phản ứng dẫn đến sự hình thành hai hoặc nhiều sản phẩm phản ứng được kết hợp và được đề cập ở trên. Theo ít nhất một phương án, chế phẩm được đưa vào để tạo ra DSP chứa một, hai, hoặc nhiều sản phẩm phản ứng được kết hợp và được đề cập ở trên.

Theo ít nhất một phương án, các phân tử nhỏ dựa trên chất hoạt động bề mặt tạo thành được bổ sung vào dung dịch xút ăn da loãng trước khi bổ sung vào dòng xử lý.

Các phân tử nhỏ này làm giảm cặn DSP được tạo ra và nhờ đó ngăn chặn sự tích tụ của nó trên thiết bị xử lý của Bayer.

Tính hiệu quả của các phân tử nhỏ này là rất bất ngờ do các tài liệu trong tình trạng kỹ thuật cho thấy rằng chỉ có các polyme có khối lượng phân tử cao mới có hiệu quả. Tính hiệu quả của polyme được cho là phụ thuộc vào bản chất kỵ nước và cỡ của chúng. Điều này được xác nhận bởi thực tế rằng polyme liên kết ngang thậm trí hiệu quả hơn so với polyme mạch đơn. Kết quả là giả thuyết rằng các phân tử nhỏ chỉ thích hợp làm các khối xây dựng đối với các polyme này và không hiệu quả với chính bản thân chúng. (WO 2008/045677 [0030]). Hơn nữa, tài liệu khoa học chỉ ra rằng “small molecules containing” ... “[an] Si-O₃ grouping are not effective in preventing sodalite scaling”.... because ... “[t]he bulky group” ... “is essential [in] keeping the molecule from being incorporated into the growing sodalite.” Trang 57 ¶ 9 Light Metals 2008, (2008). Tuy nhiên, mới đây phát hiện ra rằng trong thực tế, như được giải thích thêm trong các ví dụ được đề xuất, các phân tử nhỏ như các phân tử được mô tả trong bản mô tả là thực sự hiệu quả khi làm giảm cặn DSP.

Được cho rằng có ít nhất ba ưu điểm để sử dụng chất ức chế dựa trên phân tử nhỏ trái ngược với chất ức chế polyme với nhiều đơn vị lặp của silan và chất kỵ nước. Một ưu điểm đầu tiên là khối lượng phân tử nhỏ hơn của các sản phẩm có nghĩa là có một số lượng lớn hơn các gốc ức chế, có hoạt tính có sẵn quanh các vị trí kết tinh của

hạt DSP ở giai đoạn tạo thành DSP. Ưu điểm thứ hai là khối lượng phân tử thấp hơn cho phép tốc độ khuếch tán chất ức chế tăng lên, lần lượt ưu tiên sự gắn nhanh các phân tử chất ức chế lên trên các tinh thể hạt DSP. Ưu điểm thứ ba là khối lượng phân tử thấp hơn có thể tránh được độ nhớt cao của sản phẩm và làm cho việc xử lý và phun vào dòng trong quy trình Bayer thuận tiện và hiệu quả hơn.

Theo ít nhất một phương án, cặn DSP được xử lý bằng cách sử dụng một hoặc nhiều chế phẩm và/hoặc phương pháp theo sáng chế được mô tả trong đơn xin cấp patent Mỹ số 13/035,124, 13/403,282, 13/791,577, 14/011,051, patent Mỹ số 5,314,626, 6,814,873, 7,390,415, 7,442,755, 7,763,698, đơn sáng chế quốc tế số WO 02/070411, WO 2008/045677, WO 2012/115769, và đơn xin cấp patent Mỹ đã được công bố số 2004/0162406, 2004/0011744, 2010/0256317, 2011/0076209, 2011/0212006, và 2012/0148462.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phần mô tả trên đây được hiểu rõ hơn bằng cách viện dẫn đến các ví dụ sau đây, được thể hiện nhằm mục đích minh họa và không dùng để giới hạn phạm vi của sáng chế. Cụ thể, các ví dụ này chứng minh các ví dụ điển hình về các nguyên tắc khởi đầu cho sáng chế và các nguyên tắc này không bị giới hạn hoàn toàn ở điều kiện cụ thể được trích dẫn trong các ví dụ này. Kết quả là nên hiểu rằng sáng chế bao gồm các thay đổi và cải biến khác nhau đối với các ví dụ được mô tả trong bản mô tả và các thay đổi và cải biến này có thể được tạo thành mà không tách rời khỏi phạm vi của sáng chế và không làm giảm bớt các ưu điểm được dự định. Do đó, dự tính rằng các thay đổi và cải biến như vậy được bao hàm trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Số lượng các sản phẩm phản ứng được sản xuất bằng cách sử dụng chất phản ứng được liệt kê trên FIG. 3, FIG. 4, và FIG. 5 theo các phương án khác nhau được mô tả dưới đây. Khối lượng của chất hoạt động bề mặt được bổ sung vào tất cả các phản ứng là 5g. Khối lượng của chất phản ứng khác được tính từ các tỷ lệ mol được mô tả trên các hình vẽ Fig. 3, Fig. 4 và Fig. 5.

Chất hoạt động bề mặt được kết thúc bằng nhóm hydroxy

Phương pháp I: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt (được kết thúc bằng nhóm di-hydroxy) và chất kỵ nước được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Dung dịch chứa

NaOH (50% trong nước) được bổ sung vào và hỗn hợp được giữ lại trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung vào và hỗn hợp được giữ lại trong thời gian 2 giờ ở nhiệt độ 65°C. Hỗn hợp phản ứng được làm mát, tiếp đó được pha loãng đến 5% khối lượng/khối lượng trong 20 g/L dung dịch NaOH.

- NaOH được bổ sung ở 2 đương lượng mol vào dung dịch chứa epoxit đã được bổ sung.
- Đối với các sản phẩm A - O, phương pháp I được sử dụng loại trừ sự kết hợp của chất kỵ nước.

Chất hoạt động bề mặt được kết thúc bằng nhóm amino

Phương pháp II: Chất hoạt động bề mặt được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kỵ nước được bổ sung vào và hỗn hợp được giữ lại trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung vào và hỗn hợp được giữ lại trong thời gian 2 giờ ở nhiệt độ 65°C. Hỗn hợp phản ứng được làm mát tiếp đó được pha loãng đến 5% khối lượng/khối lượng trong 20 g/L dung dịch NaOH.

- Đối với các sản phẩm P và Q, phương pháp II được sử dụng ngoại trừ sự kết hợp chất kỵ nước.

Phương pháp III: Chất hoạt động bề mặt được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung vào và hỗn hợp được giữ lại trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung vào và hỗn hợp phản ứng được giữ lại trong thời gian 2 giờ ở nhiệt độ 65°C. Hỗn hợp phản ứng được làm mát tiếp đó được pha loãng đến 5% khối lượng/khối lượng trong 20 g/L dung dịch NaOH.

Phương pháp IV: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt và chất kết dính amin được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung vào và hỗn hợp được giữ lại trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung vào và hỗn hợp được giữ lại trong thời gian 2 giờ ở nhiệt độ 65°C. Hỗn hợp phản ứng được làm mát tiếp đó được pha loãng đến 5% khối lượng/khối lượng trong 20 g/L dung dịch NaOH.

- Các sản phẩm EE và FF được cho phép phản ứng trong thời gian 60 phút ở nhiệt độ 65°C trước khi bổ sung glyxidoxypropyltrimetoxysilan.

Phương pháp V: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt và chất kết dính amin được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung từ từ vào hỗn hợp tiếp đó được giữ lại trong tổng thời gian 2 giờ ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung từ từ vào và hỗn hợp được giữ lại trong tổng thời gian 1 giờ ở nhiệt độ 65°C. Hỗn hợp phản ứng được làm mát tiếp đó được pha loãng đến 5% khối lượng/khối lượng trong 20 g/L dung dịch NaOH.

Phương pháp VI: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt, chất kết dính amin và DMSO được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung từ từ vào hỗn hợp tiếp đó được giữ trong tổng thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung từ từ vào hỗn hợp. Sau thời gian 30 phút mẫu được lấy ra khỏi hỗn hợp phản ứng và được bổ sung từ từ vào 20 g/L dung dịch NaOH được khuấy, pha loãng mẫu đến nồng độ 13,3% khối lượng/khối lượng.

Phương pháp VII: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt và chất kết dính amin được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung từ từ vào hỗn hợp tiếp đó được giữ lại trong tổng thời gian 30 phút ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung từ từ vào hỗn hợp. Sau thời gian 19 phút, mẫu được lấy ra khỏi hỗn hợp phản ứng và được bổ sung từ từ vào 20 g/L dung dịch NaOH được khuấy, pha loãng mẫu đến nồng độ bằng 10% khối lượng/khối lượng.

Phương pháp VIII: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt và chất kết dính amin được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung từ từ vào hỗn hợp tiếp đó được giữ lại trong tổng thời gian 1 giờ ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung từ từ vào hỗn hợp. Sau thời gian 15 phút, mẫu được lấy ra khỏi hỗn hợp phản ứng và được bổ sung từ từ vào 20 g/L dung dịch NaOH được khuấy, pha loãng mẫu đến nồng độ bằng 10% khối lượng/khối lượng.

Phương pháp IX: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt, chất kết dính amin và DMSO được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung từ từ vào hỗn hợp tiếp đó được giữ lại trong tổng thời gian 1 giờ ở nhiệt độ 65°C. Glyxidoxypropyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung từ từ vào hỗn hợp và hỗn hợp

được giữ lại trong thời gian 1 giờ. Hỗn hợp phản ứng được làm mát tiếp đó được pha loãng đến 10% khối lượng/khối lượng trong 20 g/L dung dịch NaOH.

Phương pháp X: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt, chất kết dính amin và DMSO được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung từ từ vào hỗn hợp tiếp đó được giữ trong tổng thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 65°C. Glycidoxypopyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung từ từ vào hỗn hợp. Sau thời gian 16 phút mẫu được lấy ra khỏi hỗn hợp phản ứng và được bổ sung từ từ vào 20 g/L dung dịch NaOH được khuấy, pha loãng mẫu đến nồng độ bằng 11,8%.

Phương pháp XI: Hỗn hợp phản ứng từ phương pháp X được giữ lại ở nhiệt độ 65°C trong thời gian 44 phút nữa sau khi lấy mẫu, tiếp đó được làm mát đến 11,8% khối lượng/khối lượng trong 20 g/L dung dịch NaOH.

Phương pháp XII: Hỗn hợp chứa chất hoạt động bề mặt, chất kết dính amin và DMSO được khuấy và gia nhiệt ở nhiệt độ 65°C. Chất kết dính epoxit được bổ sung từ từ vào hỗn hợp tiếp đó được giữ lại trong tổng thời gian 2 giờ và 2 phút ở nhiệt độ 65°C. Glycidoxypopyltrimetoxysilan tiếp đó được bổ sung từ từ vào hỗn hợp. Sau thời gian 20 phút, mẫu được lấy ra khỏi hỗn hợp phản ứng và được bổ sung từ từ vào 20 g/L dung dịch NaOH được khuấy, pha loãng mẫu đến nồng độ bằng 11,8%.

Phương pháp XIII: Hỗn hợp phản ứng từ phương pháp XII được giữ lại ở nhiệt độ 65°C trong thời gian 40 phút nữa sau khi lấy mẫu, được làm mát tiếp đó được pha loãng đến 11,8% khối lượng/khối lượng trong 20 g/L dung dịch NaOH.

KẾT QUẢ: Thử nghiệm 1: Phương pháp thử nghiệm trong bình

Đánh giá việc ức chế sự tạo thành DSP sử dụng các điều kiện thử nghiệm tương tự với các điều kiện đã được sử dụng và được công bố trước đây. Một thể tích nhỏ của dung dịch natri metasilicat pentahydrat đặc được bổ sung từ từ vào mẫu được khuấy chứa dịch thải của nhà máy, để làm tăng lượng silic oxit trong dịch (thông thường nồng độ tăng lên khoảng 1 g/L do SiO₂). Dịch “được pha” tiếp đó được chia thành các mẻ chứa 500 mL để xử lý bằng cách bổ sung chất ức chế thích hợp ở liều lượng mong muốn. Một mẻ chứa dịch đã pha được giữ lại dưới dạng dịch không được xử lý.

Mỗi mẻ đã xử lý tiếp đó được lấy mẫu sau để phân phối các mẫu lập được đặt riêng vào các bình Nalgen polypropylen 250 mL và được đặt vào bồn nước đang quay ở nhiệt độ 95°C. Các mẫu đối chứng không được xử lý lặp lại cũng được bao gồm. Sau

khi gia nhiệt trong thời gian 3 giờ, các bình được loại bỏ khỏi bồn và chất rắn được thu lại bằng cách lọc, rửa bằng nước ấm và được làm khô trong lò ở nhiệt độ 110°C. Sau khi sấy, khối chất rắn DSP tạo thành đã kết tủa được cân. Hiệu quả của việc xử lý được xác định bằng cách so sánh khối DSP đã kết tủa từ các mẫu được xử lý riêng lẻ với các mẫu đối chứng không được xử lý trong cùng thử nghiệm.

Các kết quả được thể hiện dưới dạng phần trăm được tính là: (Khối lượng trung bình được xử lý/khối lượng trung bình không được xử lý) x 100. Trị số bằng 100% có nghĩa là sự ức chế không hiệu quả (khối tương tự không được xử lý) trong khi trị số nhỏ hơn 100% có nghĩa là có một ít hoạt tính ức chế. Số thấp hơn thể hiện sự ức chế hiệu quả hơn.

Loại 1.1 Chất hoạt động bề mặt rượu được etoxy hóa/ Siloxan

Bảng 1: % sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)		
	80	120	160
A	88	75	
A*	78	73	
A*	66		57
B	72		61
C	72		61
D	69	45	
E	70	61	61

*thử nghiệm lặp lại trong cùng điều kiện thử nghiệm như các thử nghiệm trước đó

Loại 1.2 Chất hoạt động bề mặt amin được etoxy hóa/ Siloxan

Bảng 2: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)				
	80	120	160	200	220
F	77	91			
G	6		0,6		
H	16		2		

H*	8		2		1
H*	11		2		0,8
J	91		58		
K	36		11		
L	17		4		
M	23	6			
M*	28		5	4	
M*	25		6		
N	27		7		
O	30		4		

*thử nghiệm được lặp lại trong cùng điều kiện thử nghiệm như các thử nghiệm trước đó

Loại 1.3 Chất hoạt động bề mặt amin béo/ Siloxan

Bảng 3: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)		
	40	80	120
P	59	16	7
Q	43	58	48

Loại 2.1 Chất hoạt động bề mặt amin được etoxy hóa/ Siloxan / chất kỵ nước

Bảng 4: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)	
	80	120
R	95	101
S	71	81
T	33	9
T*	32	6

*thử nghiệm được lặp lại trong cùng điều kiện như các thử nghiệm trước đó

Loại 2.2 Chất hoạt động bề mặt amin béo/ Siloxan/Chất kỵ nước

Bảng 5: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)		
	40	80	120
U		13	9
U*	56	28	7
V		86	72

*thử nghiệm được lặp lại trong cùng điều kiện như các thử nghiệm trước đó

Loại 3.1 Chất hoạt động bề mặt amin béo/ Siloxan / Chất kết dính epoxit

Bảng 6: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)					
	20	40	80	100	120	140
X		37	3		1	
Y		22	4		0,2	
Y*	58	28	13	8	4	3
Y*		15	1,5			0,4
Z		27	13		5	
ZA		52	3		3	

*thử nghiệm được lặp lại trong cùng điều kiện như các thử nghiệm trước đó

Loại 4.1 Chất hoạt động bề mặt amin béo/ Siloxan / Chất kết dính amin / Chất kết dính epoxit

Bảng 7: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)					
	10	20	40	60	80	140
AA			57		11	4
BB			25		4	0,1
CC			78		45	0,7

DD			12		0	0
DD*	90	73	18	0	0	
EE			84		59	9
FF			49		0	0
FF*	93	85	46	9	0	

*thử nghiệm được lập lại trong cùng điều kiện như các thử nghiệm trước đó

KẾT QUẢ: Thử nghiệm 2: Phương pháp thử nghiệm trong bình

Các điều kiện của thử nghiệm 2 tương tự với các điều kiện của thử nghiệm 1 nhưng được thiết kế để đánh giá hiệu quả đối với sự hình thành ban đầu của chất rắn DSP từ dung dịch. Kết quả là, thời gian giữ ngắn hơn đối với bước kết tủa và nồng độ ban đầu tăng lên (“độ pha” cao hơn) của silic oxit trong dịch được sử dụng trong phương pháp này. Dữ liệu này được thể hiện lại dưới dạng phần trăm của khối đã kết tủa so với mẫu đối chứng không được sử dụng theo liều lượng.

Loại 4.2 Chất hoạt động bề mặt amin béo/ Siloxan / chất kết dính pentamin / Chất kết dính epoxit

Bảng 8: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)		
	25	45	50
JJ		36	
DS	40		0
ES	18		0
FS	55		24
GS	50		12

Bảng 9: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)										
	20	25	30	40	45	50	60	80	100	200	400
SA									71	62	
SB									41	1,8	1
SC										36	2,5

SD										59	7
SE										23	3,4
SF										12,8	2,3
SG										45	0
SH									78	57	
SI										0	0
SJ										26	0,3
SK										70	27
SL										7	2
SM									77	0	0
SN										156	37
SO									24	14	
SP				97			77		3,6	0	
SQ				82			62		1,5	0	
SR									69	28	
ST				78			33		2	0	
SU				74			77		0	0	
SV							30	4			
SW			56		27		0,5				
SX							41	2			
AS		70				12					
BS		40				3,3					
CS		32				0					
DS		40				0					
ES		18				0					
FS		55				24					
GS		50				12					
HS	31			0							

Loại 4.3 Chất hoạt động bề mặt monoamin béo/ Siloxan / chất kết dính pentamin /
Chất kết dính epoxit

Bảng 10: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)	
	20	40
LL	44	42
MM	47	41

Thử nghiệm 2 - Phân tử dựa trên chất hoạt động bề mặt đối với Gen2 và Gen 3

Bảng 11: % Sodalit được kết tủa

Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)										
	20	25	30	50	100	200	400	500	800	1100	1200
Gen2				106	114	76		39	40	37	
Gen3				88	92	81	55		32		32
DD				103	79	41	1				
HS	58	16	0								

Các kết quả trong bảng 11 ở trên chứng minh sự sai khác đáng ngạc nhiên giữa các tác dụng ức chế của các chất ức chế phân tử nhỏ được nhận biết trước đây (sản phẩm Gen 2 và Gen 3) và các sản phẩm dựa trên chất hoạt động bề mặt (DD và HS). Các sản phẩm dựa trên chất hoạt động bề mặt có hiệu quả để loại bỏ sự tạo thành DSP ở các liều lượng thấp bằng 30 phần triệu. Tuy nhiên, đối với sản phẩm Gen2 và Gen 3, một số chế phẩm DSP vẫn xuất hiện trong các điều kiện thử nghiệm này ngay cả ở các liều lượng lớn hơn 1000 phần triệu. Hiệu quả được đưa ra đối với các sản phẩm Gen 2 và Gen 3 trong các điều kiện của thử nghiệm 1, kết quả này là bất ngờ và mới.

KẾT QUẢ: Thử nghiệm 3 - Thử nghiệm phiên kim loại

Điều kiện thử nghiệm 3 là tương tự với thử nghiệm 2, tuy nhiên, các phiên kim loại được chứa trong các bình và một lượng nhỏ của DSP được kết tủa trên bề mặt của kim loại. Như được thể hiện trên FIG. 6, phép phân tích SEM của thử nghiệm phiên

bằng cách sử dụng sáng chế thể hiện các lượng đáng kể của DSP được kết tủa trên phiến không được xử lý, cũng như các thử nghiệm được xử lý bằng các liều vô cùng lớn (1000 phần triệu) của các sản phẩm GEN2 và GEN3. Tuy nhiên, trên phiến phụ thuộc vào dịch được xử lý bằng chất ức chế dựa trên chất hoạt động bề mặt (KK) ở liều tương đối thấp (100 phần triệu) của DSP thấp hơn đáng kể được lắng đọng. Điều này thể hiện hiệu quả cơ bản và đáng ngạc nhiên của phân tử nhỏ dựa trên chất hoạt động bề mặt khi ức chế sự hình thành cặn DSP.

Bảng 2.15: Xử lý dịch được tiếp xúc với các phiến kim loại trong phương pháp thử nghiệm 3

Phiến	Loại sản phẩm	Sản phẩm	Liều lượng (phần triệu)
I	Không xử lý	N/A	N/A
II	Sản phẩm loại D	GEN2	1.000
III	Sản phẩm loại E	GEN3	1.000
IV	Sản phẩm loại 4.2	KK	100

Trong khi sáng chế có thể bao gồm nhiều phương án khác nhau, thì các phương án được mô tả chi tiết trong bản mô tả là các phương án được ưu tiên cụ thể theo sáng chế. Phần mô tả là phần minh họa về các nguyên lý của sáng chế và không dùng để giới hạn sáng chế ở các phương án cụ thể được minh họa. Tất cả các patent, đơn xin cấp patent, tài liệu khoa học, và các tài liệu tham khảo bất kỳ khác được đề cập trong bản mô tả đều được đưa vào đây bằng cách viện dẫn. Hơn nữa, sáng chế cũng bao gồm sự kết hợp có thể có bất kỳ của một số hoặc tất cả các phương án khác nhau được đề cập trong bản mô tả, được mô tả và/hoặc được kết hợp trong bản mô tả. Ngoài việc sáng chế bao gồm sự kết hợp có thể có bất kỳ, thì sáng chế cũng loại trừ cụ thể một hoặc nhiều phương án khác nhau được đề cập, được mô tả và/hoặc được kết hợp trong bản mô tả.

Phần mô tả nêu trên được dùng để minh họa và không phải là toàn bộ. Phần mô tả này sẽ gợi ý nhiều biến đổi và phương án thay thế cho một người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực liên quan. Tất cả các phương án thay thế và biến đổi này đều nằm trong phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ, trong đó thuật ngữ "bao gồm" có nghĩa là

"gồm, nhưng không giới hạn ở". Những người quen thuộc với lĩnh vực kỹ thuật này có thể nhận biết các phương án tương đương khác với các phương án cụ thể được mô tả trong bản mô tả, các phương án tương đương này cũng được bao gồm trong các điểm yêu cầu bảo hộ.

Tất cả các khoảng và thông số được bộc lộ trong bản mô tả được hiểu là bao gồm bất kỳ và tất cả các khoảng phụ được gộp vào trong đó, và mọi giá trị số giữa các điểm cuối. Ví dụ, khoảng được nêu là "từ 1 đến 10" nên được xem là bao gồm bất kỳ và tất cả các khoảng phụ trong số (và bao gồm) trị số tối thiểu bằng 1 và trị số tối đa bằng 10; tức là, tất cả các khoảng phụ bắt đầu bằng trị số nhỏ nhất bằng 1 hoặc lớn hơn, (ví dụ từ 1 đến 6,1), và kết thúc bằng trị số lớn nhất bằng 10 hoặc nhỏ hơn, (ví dụ từ 2,3 đến 9,4, từ 3 đến 8, từ 4 đến 7), và cuối cùng mỗi số 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, và 10 đều nằm trong khoảng đó. Tất cả tỷ lệ phần trăm, tỷ số và tỷ lệ trong bản mô tả đều tính theo khối lượng trừ khi được chỉ ra theo cách khác.

Nội dung này hoàn thiện phần mô tả về các phương án được ưu tiên và phương án thay thế theo sáng chế. Một người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật liên quan có thể nhận ra rằng các phương án tương đương khác tương tự với phương án cụ thể được mô tả trong bản mô tả cũng được bao gồm trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp làm giảm cặn chứa nhôm silicat trong quy trình Bayer bao gồm các bước:

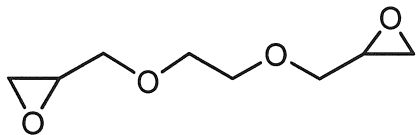
bổ sung lượng chất làm giảm cặn chứa nhôm silicat là sản phẩm phản ứng không phải polyme vào dịch Bayer, sản phẩm này thu được từ phản ứng của:

chất hoạt động bề mặt, chất kết dính amin, chất kết dính epoxit, và glyxidoxyalkyltrimetoxysilan,

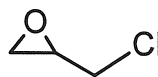
trong đó chất hoạt động bề mặt là dodecyl-1,3-propandiamin.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó glyxidoxyalkyltrimetoxysilan là 3-glyxidoxyalkyltrimetoxysilan.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất kết dính epoxit là phân tử có công thức (I), (II), và hỗn hợp bất kỳ của chúng:



(I)

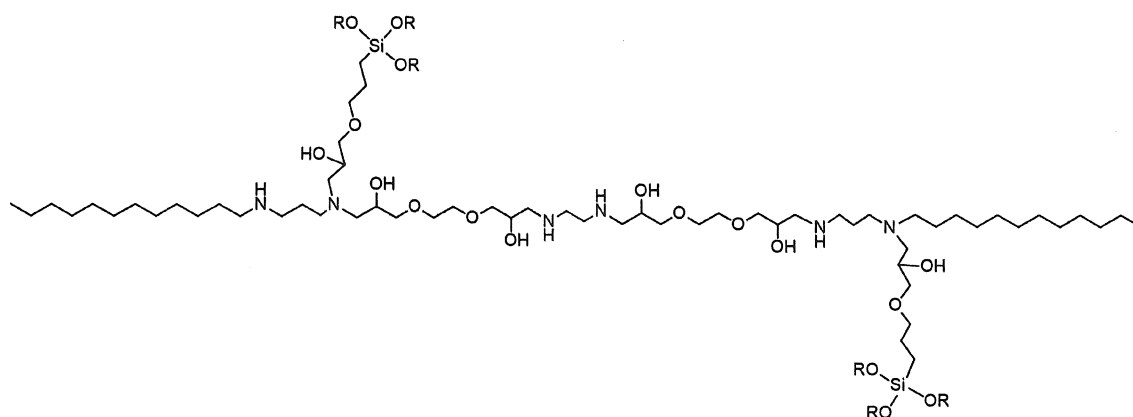


(II).

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sản phẩm phản ứng không phải polyme thu được từ phản ứng của chất hoạt động bề mặt là dodecyl-1,3-propandiamin, chất kết dính amin, chất kết dính epoxit, glyxidoxyalkyltrimetoxysilan và chất kỵ nước là ete glyxidyl béo có từ 8 đến 10 nguyên tử cacbon.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sản phẩm phản ứng có trọng lượng phân tử nhỏ hơn 500 g/mol (dalton).

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sản phẩm phản ứng là:



7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất kết dính amin là một chất được chọn từ nhóm bao gồm: tetraetylenpentin và etylenđiamin.

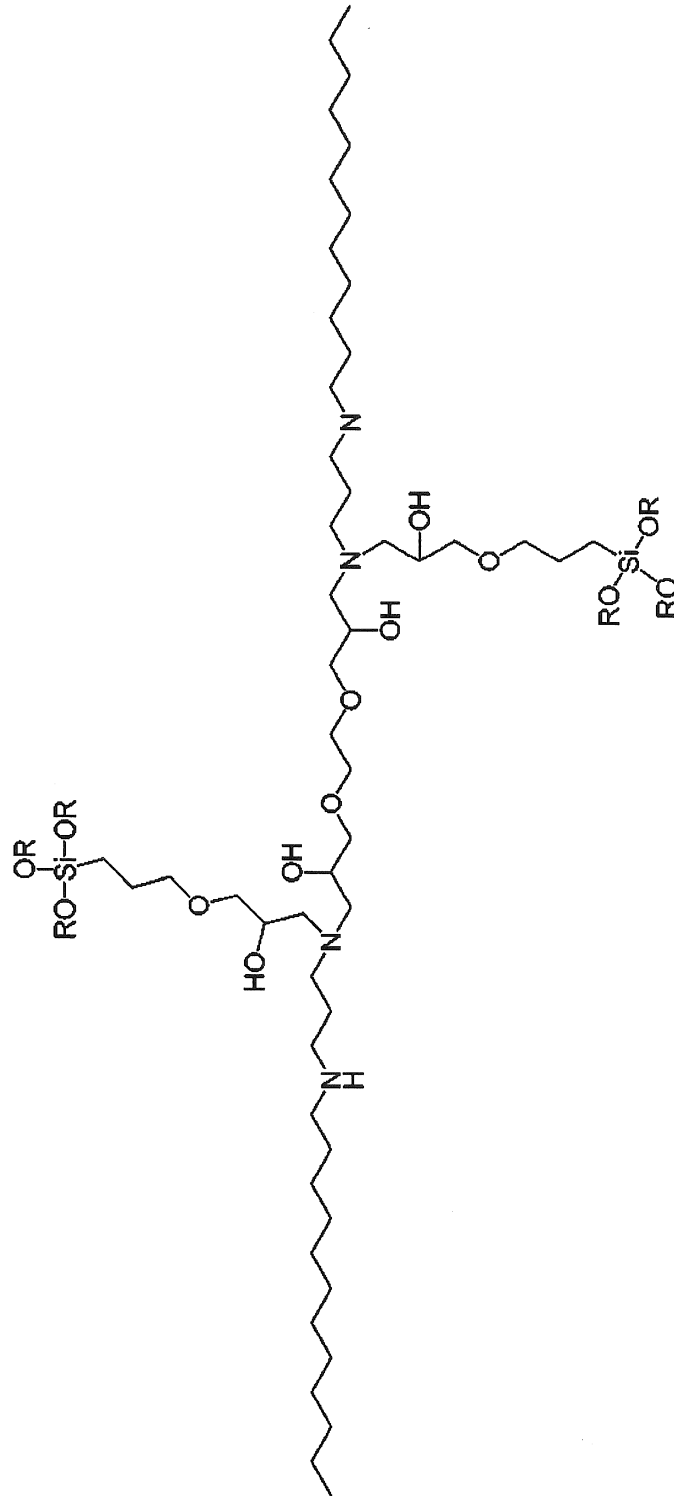


FIG. 1

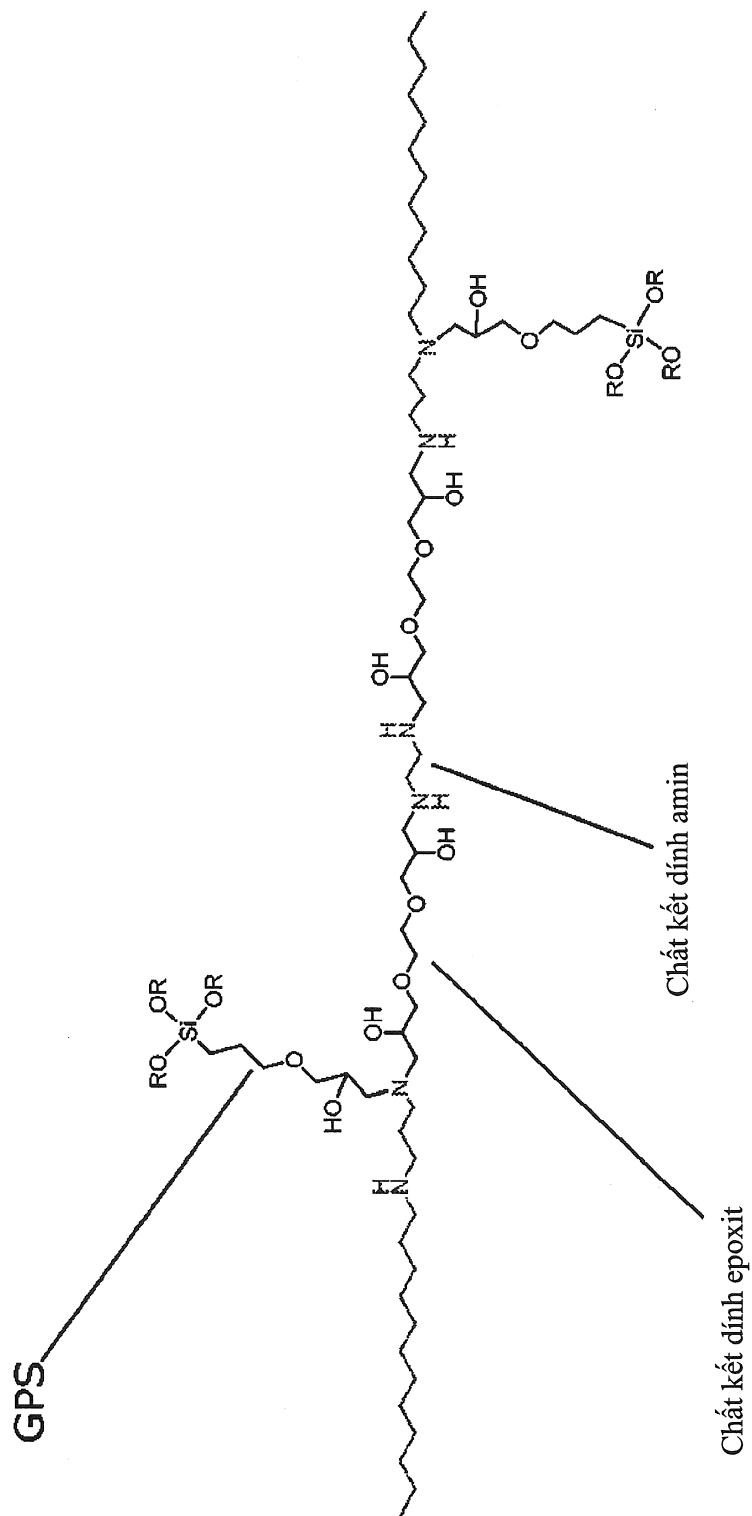


FIG. 2

Loại	Số hiệu sản phẩm	Chất hoạt động bề mặt	Chất kỵ nước	Chất kết dính amin	Chất kết dính epoxit	Chất hoạt động bề mặt mol	GPS mol	Chất kỵ nước mol	Chất kết dính amin mol	Chất kết dính epoxit mol	Phương pháp
1.1	A	G12A7				I	I				I
	B	G12A4				I	I				I
	C	G17A3				I	I				I
	D	G9A6				I	I				I
	E	G9A8				I	I				I
1.2	F	18M20				I	I				I
	G	18M2				I	I				I
	H	16M2				I	I				I
	J	16M2				I	0.1				I
	K	16M2				I	0.25				I
	L	16M2				I	0.5				I
	M	TAM5				I	I				I
	N	TAM5				I	0.5				I
	O	TAM5				I	2				I
1.3	P	DPD				I	I				II
	Q	OPD				I	I				II
2.1	R	18M20	C8-C10			I	I	I			I
	S	TAM5	C8-C10			I	I	I			I
	T	TAM5	C8-C10			I	I	0.3			I
2.2	U	DPD	C8-C10			I	I	I			II
	V	DPD	C8-C10			I	I	2			II
3.1	X	DPD			EGDGE	2	2			I	III
	Y	DPD			EGDGE	2	I			I	III
	Z	OPD			EGDGE	2	2			I	III
	ZA	OPD			EGDGE	2	I			I	III

FIG. 3

Loại	Số hiệu sản phẩm	Chất hoạt động bề mặt	Chất kỵ nước	Chất kết dính amin	Chất kết dính epoxit	Chất hoạt động bề mặt mol	GPS mol	Chất kỵ nước mol	Chất kết dính amin mol	Chất kết dính epoxit mol	DMSO %	Phương pháp
4.1	AA	DPD		ED	EGDGE	2	1		1	2		IV
	BB	DPD		ED	EGDGE	2	2		1	2		IV
	CC	DPD		ED	EGDGE	2	1		2	3		IV
	DD	DPD		ED	EGDGE	2	2		2	3		IV
	EE	DPD		ED	EGDGE	2	1		3	4		IV
	FF	DPD		ED	EGDGE	2	2		3	4		IV
	GG	DPD		ED	EGDGE	2	3		2	3		V
	HH	DPD		ED	EGDGE	2	3		3	4		V
4.2	II	DPD		TEPA	FPI	2	2		2	3		V
	KK	DPD		TEPA	EPI	2	1		1	2	15	X
4.3	LL	OA		TEPA	EPI	2	2		2	3	25	VI
	MM	OLA		TEPA	EPI	2	2		2	3	25	VI

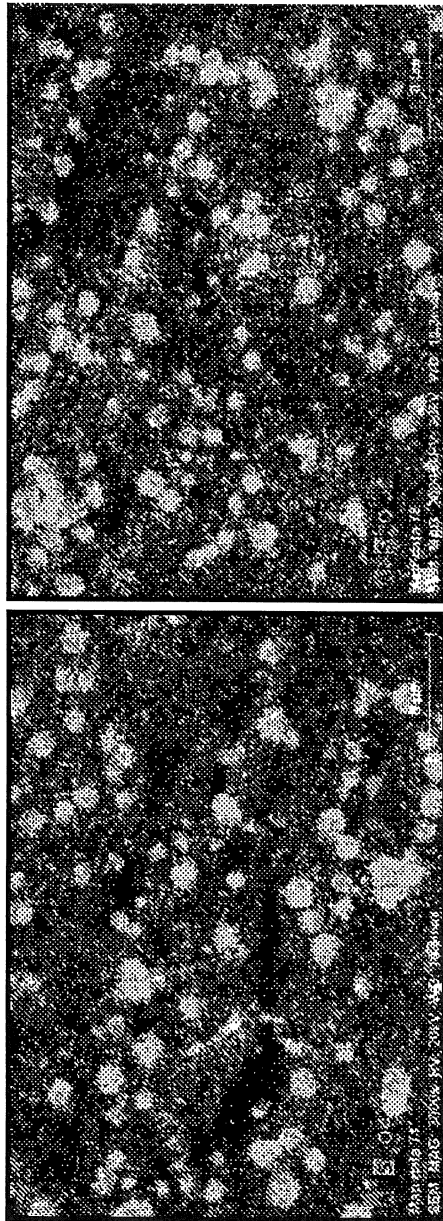
FIG. 4

Loại	Số hiệu sản phẩm	Chất hoạt động bề mặt	Chất kết dính amin	Chất kết dính epoxit	Chất kết dính #2	Chất hoạt động bề mặt mol	GPS mol	Chất kết dính amin mol #1	Chất kết dính epoxit mol	Chất kết dính amin mol #2	Dung môi DMSO %	Phương pháp
4.2	JJ	DPD	TEPA	EPI		2	2	2	3			V
	KK	DPD	TEPA	EPI		2	1	1	2		15	X
4.1	SA	DPD	ED	EGDGE		2	0.5	1	2			V
	SB	DPD	ED	EGDGE		2	0.5	2	3			V
	SC	DPD	ED	EGDGE		2	1	1	2			V
	SD	DPD	ED	EGDGE		2	2	1	2			V
	SE	DPD	ED	EGDGE		2	3	1	2			V
4.4	SF	DPD	TEPA	EGDGE		2	1	1	2			V
	SG	DPD	TEPA	EGDGE		2	2	1	2			V
	SH	DPD	TEPA	EGDGE		2	3	1	2			V
4.1	SI	DPD	ED	EGDGE		2	1	2	3			V
	SJ	DPD	ED	EGDGE		2	2	2	3			V
	SK	DPD	ED	EGDGE		2	3	2	3			V
	SL	DPD	ED	EGDGE		2	1	3	4			V
	SM	DPD	ED	EGDGE		2	2	3	4			V
	SN	DPD	ED	EGDGE		2	3	3	4			V
4.5	SO	DPD	TEPA	EGDGE	ED	2	1	1	3	1		V
	SP	DPD	TEPA	EGDGE	ED	2	2	1	3	1		V
	SQ	DPD	TEPA	EGDGE	ED	2	3	1	3	1		V
4.4	SR	DPD	TEPA	EGDGE		2	1	2	3			V
	ST	DPD	TEPA	EGDGE		2	2	2	3			V
	SU	DPD	TEPA	EGDGE		2	3	2	3			V

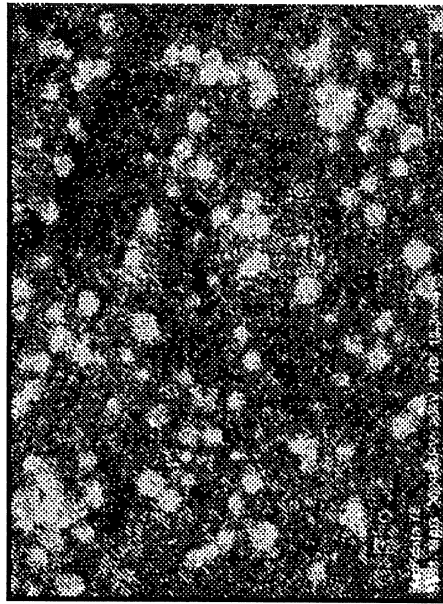
FIG. 5

Loại	Số hiệu sản phẩm	Chất hoạt động bề mặt	Chất kết dính amin	Chất kết dính epoxit	Chất kết dính amin	Chất hoạt động bề mặt	Chất hoạt động bề mặt	Chất hoạt động bề mặt	Chất kết dính amin	Chất kết dính epoxit	Chất kết dính amin	Dung môi DMSO %	Phương pháp
	SV	DPD	TEPA	EPI		2	2	1	2	3			V
	SW	DPD	TEPA	EPI		2	2	2	2	3			V
	SX	DPD	TEPA	EPI		2	2	3	2	3			V
	AS	DPD	TEPA	EPI		2	2	2	2	3			VII
	BS	DPD	TEPA	EPI		2	2	2	2	2.5			VIII
	CS	DPD	TEPA	EPI		2	2	2	2	3		15	IX
	DS	DPD	TEPA	EPI		2	2	2	2	3		15	X
	ES	DPD	TEPA	EPI		2	2	2	2	3		15	XI
	FS	DPD	TEPA	EPI		2	2	1	1	2		16.6	XII
	GS	DPD	TEPA	EPI		2	2	1	1	2		16.6	XIII
	HS	DPD	TEPA	EPI		2	2	2	2	3		25	VI

FIG. 6



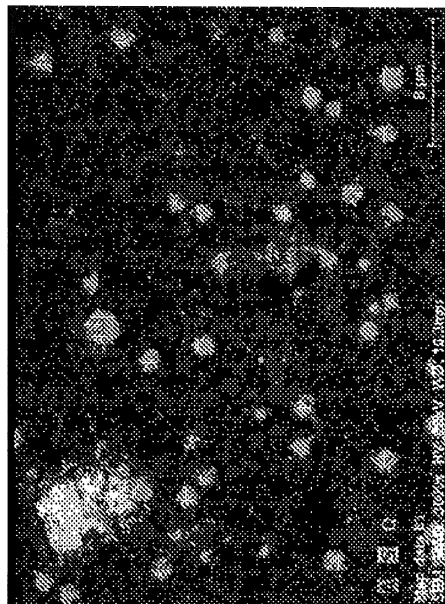
(a) Phiên I - không được xử lý



(b) Phiên II - Loại D không được xử lý



(c) Phiên III - Loại E không được xử lý



(d) Phiên IV - Loại 4.2 không được xử lý

FIG. 7