



(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)



1-0033324

(51)⁸

C08K 5/16

(13) B

(21) 1-2018-00855

(22) 22/08/2016

(86) PCT/IB2016/054999 22/08/2016

(87) WO2017/033117 02/03/2017

(30) 1514937.0 21/08/2015 GB

(45) 25/09/2022 414

(43) 25/05/2018 362A

(73) COLORMATRIX HOLDINGS, INC. (US)

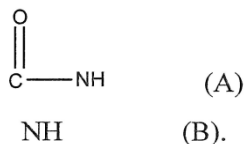
The Corporation Trust Company, Corporation Trust Center, 1209 Orange Street,
Wilmington, Delaware 19801, United States of America

(72) CARMICHAEL Adrian (GB); OVEREND Andrew (GB); JACKSON Matthew
(GB); TATTUM Steven (GB).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) PHƯƠNG PHÁP LÀM GIẢM HÀM LƯỢNG ALĐEHYT TRONG VẬT LIỆU
POLYME, PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO SẢN PHẨM TỪ VẬT LIỆU POLYME VÀ
VẬT LIỆU POLYME

(57)



Sáng chế đề cập đến phương pháp làm giảm hàm lượng aldehyt trong các vật liệu polyme, ví dụ, trong các chai làm từ polyetylen terephtalat, sử dụng hợp chất (A) bao gồm các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba chứa các nhóm có công thức A và nhóm có công thức B. Phương pháp chế tạo sản phẩm từ vật liệu polyme và vật liệu polyme cũng được đề xuất.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến vật liệu polyme và cụ thể là, mặc dù không chỉ giới hạn ở, polyeste, ví dụ, polyetylen terephthalat, và các chất phụ gia của nó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Polyetylen terephthalat (PET: Polyethylene terephthalate) được sử dụng với quy mô lớn cho việc sản xuất các bao gói thực phẩm như các chai. Các chai này được dùng rộng rãi để đựng đồ uống, như nước ngọt có ga, bia, hoặc nước khoáng. Kỹ thuật thường được áp dụng để sản xuất các chai từ PET (tức là để chuyển hoá PET thành một hình dạng định trước từ giai đoạn nguyên liệu thô) nói chung bao gồm quy trình hai công đoạn. Trong công đoạn thứ nhất, các hạt PET được đúc áp lực để tạo ra phôi tạo hình trước (preform). Trong công đoạn thứ hai, phôi tạo hình trước này được đúc thổi thành hình dạng mong muốn.

PET có điểm hoá mềm cao. Do vậy, nhiệt độ thông thường cần thiết cho việc gia công PET nằm trong khoảng từ 260°C đến 285°C. Có một vấn đề tồn tại trong ngành công nghiệp này là, dưới nhiệt độ cao và trong các điều kiện cần thiết cho việc đúc áp lực để tạo ra phôi tạo hình trước và cho việc đúc thổi phôi tạo hình trước này để tạo ra chai, PET có xu hướng thoái biến, dẫn đến việc tạo ra axetaldehyt. Sự có mặt của axetaldehyt trong vật liệu của chai thành phẩm là điều không mong muốn, đặc biệt là khi chai này được sử dụng cho các sản phẩm dùng cho người, bởi vì axetaldehyt có thể di chuyển từ các thành của bao gói hoặc chai vào các sản phẩm đựng bên trong chúng, dẫn đến làm mất hương vị và tính chất mùi thơm của sản phẩm ăn được này. Mặc dù sự di chuyển của axetaldehyt từ chai PET vào đồ uống có ga là điều không mong muốn, song việc axetaldehyt có mặt ở mức vi lượng thường có thể được chấp nhận bởi vì hương vị và mùi thơm của đồ uống thường không bị ảnh hưởng một cách đáng kể. Tuy nhiên, sự có mặt của axetaldehyt dù chỉ là chốc lát trong đồ uống không có ga, như nước khoáng không

có ga, vẫn có xu hướng sinh ra mùi và hương vị khó chịu đáng kể cho đồ uống này.

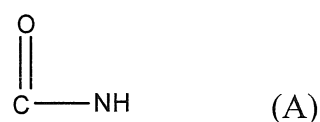
Đã biết việc bổ sung các chất loại bỏ axetaldehyt vào PET trước khi hoặc trong khi gia công nóng chảy để loại bỏ axetaldehyt mà có thể được tạo ra do sự thoái biến của PET. Tuy nhiên, có nhiều yêu cầu đồng thời khác nhau liên quan đến việc lựa chọn và sử dụng các chất loại bỏ axetaldehyt. Ví dụ, lượng chất loại bỏ axetaldehyt được đưa vào PET cần phải đủ lớn để loại bỏ lượng lớn axetaldehyt. Tuy nhiên, việc các chất phụ gia được đưa vào PET với lượng lớn có thể gây bất lợi tới các tính chất quang học của PET. Ví dụ, lượng lớn các chất phụ gia có thể ảnh hưởng bất lợi đến L^* (tức là làm giảm L^*) hoặc độ đục (tức là làm tăng độ đục) là điều không mong muốn, đặc biệt là khi PET được sử dụng cho các chai nước khoáng trong đó tính chất thẩm mỹ là rất quan trọng. Ngoài ra, dấu hiệu quan trọng đối với một chất loại bỏ axetaldehyt là nó không tự dịch chuyển một cách đáng kể ra khỏi PET, do không được mong muốn nếu nó đi vào đồ uống nằm trong chai được làm từ PET.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất phương pháp làm giảm hàm lượng aldehyt trong vật liệu polyme, phương pháp này bao gồm bước tiếp xúc vật liệu polyme với hợp chất (A) bao gồm:

(I) đoạn thứ nhất chứa nhóm có công thức:

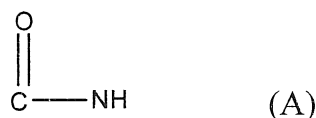


và nhóm có công thức:



trong đó nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử;

(II) đoạn thứ hai chứa nhóm có công thức:

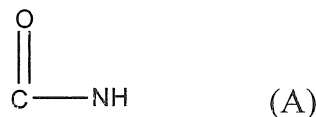


và nhóm có công thức:



trong đó nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử; và

(III) đoạn thứ ba chứa nhóm có công thức:



và nhóm có công thức:



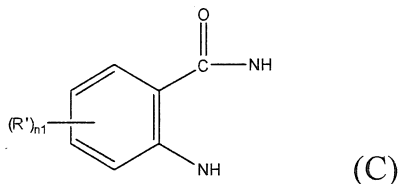
Mô tả chi tiết sáng chế

Đã phát hiện ra rằng các hợp chất được ưu tiên (A) có sự cân đối có lợi về việc tạo ra mức độ loại bỏ axetaldehyt cao với các mức bổ sung có thể chấp nhận được trong PET, trong khi không ảnh hưởng đáng kể đến các tính chất quang học (ví dụ, L^* và độ đục) và có mức độ di chuyển thấp ra khỏi PET.

Trong đoạn thứ nhất, nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử cacbon. Tốt hơn, nếu một hoặc cả hai nguyên tử cacbon phân cách các nhóm có công thức (A) và (B) là không bão hoà. Tốt hơn, nếu nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi hai nguyên tử mà tốt hơn nếu chúng là các nguyên tử cacbon và tốt hơn nếu cả hai nguyên tử cacbon này không

bão hoà. Tốt hơn, nếu nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được liên kết với một nhóm thơm ví dụ, nhóm benzen. Tốt hơn, nếu nhóm có công thức (B) được liên kết với nguyên tử cacbon của nhóm benzen ở vị trí ortho so với nguyên tử cacbon mà nhóm có công thức (A) được liên kết với nó.

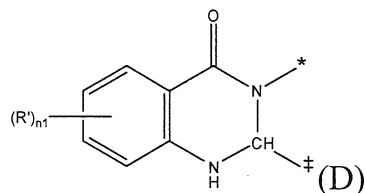
Đoạn thứ nhất này có thể chứa nhóm có công thức:



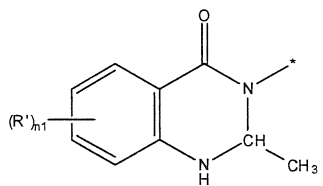
trong đó R' là phần tử thế và n1 nằm trong khoảng từ 0 đến 4, ví dụ, 0 đến 1 và, tốt hơn là, n1 bằng 0. R' có thể là nhóm alkyl tùy ý được thế, ví dụ, nhóm C₁₋₂₀alkyl, ví dụ, C₁₋₁₀alkyl, tùy ý được thế. R' có thể có mặt để cải thiện tính tương hợp của hợp chất (A) trong vật liệu polyme mà nó được tiếp xúc theo phương pháp của sáng chế, ví dụ, nhờ R' chứa các nhóm chức có liên quan để cải thiện tính tương hợp. Theo cách khác và/hoặc ngoài ra, R' có thể có mặt để làm tăng khối lượng của hợp chất (A).

Tốt hơn nếu nhóm có công thức (B) là NH₂ và/hoặc tốt hơn, nếu nhóm NH liên kết với nhóm benzen là NH₂.

Thích hợp, nếu nhóm (C) có khả năng phản ứng với aldehyt trong phản ứng ngưng tụ để tạo ra nhóm:



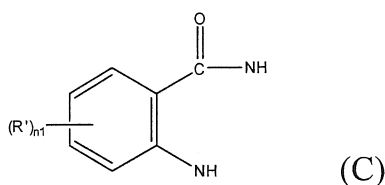
trong đó liên kết với a * thể hiện sự gắn kết của nhóm (D) với một phần khác của hợp chất (A) và liên kết với a # thể hiện phần aldehyt mà nó phản ứng với nhóm (C). Khi hàm lượng axetaldehyt được làm theo phương pháp của sáng chế, thì hợp chất (D) có thể có công thức:



Do vậy, nhờ phản ứng này, aldehyt (ví dụ, axetaldehyt) được loại bỏ và phần tồn dư của nó sẽ liên kết cộng hóa trị với hợp chất (A).

Trong đoạn thứ hai, nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử cacbon. Tốt hơn, nếu một hoặc cả hai nguyên tử cacbon phân cách các nhóm có công thức (A) và (B) là không bão hoà. Tốt hơn, nếu nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi hai nguyên tử mà tốt hơn nếu chúng là các nguyên tử cacbon và tốt hơn nếu cả hai nguyên tử cacbon này không bão hoà. Tốt hơn, nếu nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được liên kết với một nhóm thơm ví dụ, nhóm benzen. Tốt hơn, nếu nhóm có công thức (B) được liên kết với nguyên tử cacbon của nhóm benzen ở vị trí ortho so với nguyên tử cacbon mà nhóm có công thức (A) được liên kết với nó.

Đoạn thứ hai có thể chứa nhóm có công thức:

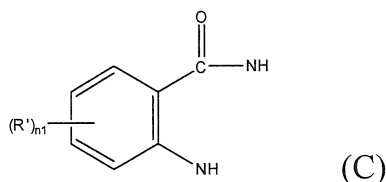


trong đó R' là phần tử thế và n1 nằm trong khoảng từ 0 đến 4, ví dụ, 0 đến 1 và, tốt hơn là, n1 bằng 0. R' có thể là nhóm alkyl tùy ý được thế, ví dụ, nhóm C₁₋₂₀alkyl, ví dụ, C₁₋₁₀alkyl, tùy ý được thế. R' có thể có mặt để cải thiện tính tương hợp của hợp chất (A) trong vật liệu polyme mà nó được tiếp xúc theo phương pháp của sáng chế, ví dụ, nhờ R' chứa các nhóm chức có liên quan để cải thiện tính tương hợp. Theo cách khác và/hoặc ngoài ra, R' có thể có mặt để làm tăng khối lượng của hợp chất (A).

Tốt hơn, nếu nhóm có công thức (B) của đoạn thứ hai là NH_2 và/hoặc tốt hơn, nếu nhóm NH liên kết với nhóm benzen là NH_2 .

Trong đoạn thứ ba, nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử cacbon. Tốt hơn, nếu một hoặc cả hai nguyên tử cacbon phân cách các nhóm có công thức (A) và (B) là không bão hoà. Tốt hơn, nếu nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi hai nguyên tử mà tốt hơn nếu chúng là các nguyên tử cacbon và tốt hơn nếu cả hai nguyên tử cacbon này không bão hoà. Tốt hơn, nếu nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nitơ của nhóm có công thức (B) được liên kết với một nhóm thơm ví dụ, nhóm benzen. Tốt hơn, nếu nhóm có công thức (B) được liên kết với nguyên tử cacbon của nhóm benzen ở vị trí ortho so với nguyên tử cacbon mà nhóm có công thức (A) được liên kết với nó.

Đoạn thứ ba có thể chứa nhóm có công thức:



trong đó R' là phần tử thế và $n1$ nằm trong khoảng từ 0 đến 4, ví dụ, 0 đến 1 và, tốt hơn là, $n1$ bằng 0. R' có thể là nhóm alkyl tùy ý được thế, ví dụ, nhóm $\text{C}_{1-20}\text{alkyl}$, ví dụ, $\text{C}_{1-10}\text{alkyl}$, tùy ý được thế. R' có thể có mặt để cải thiện tính tương hợp của hợp chất (A) trong vật liệu polyme mà nó được tiếp xúc theo phương pháp của sáng chế, ví dụ, nhờ R' chứa các nhóm chức có liên quan để cải thiện tính tương hợp. Theo cách khác và/hoặc ngoài ra, R' có thể có mặt để làm tăng khối lượng của hợp chất (A). Tốt hơn, nếu nhóm có công thức (B) của đoạn thứ ba là NH_2 và/hoặc tốt hơn, nếu nhóm NH liên kết với nhóm benzen là NH_2 .

Khi hợp chất (A) không phải là một polyme thì nó có thể có phân tử lượng ít nhất bằng 400 Dalton, tốt hơn là ít nhất bằng 500 Dalton, tốt hơn nữa là ít nhất bằng 600 Dalton, đặc biệt là ít nhất bằng 700 Dalton; hoặc khi hợp chất (A) là một polyme thì nó có thể có phân tử lượng trung bình số (M_n) được xác định

bởi GPC ít nhất bằng 450 Dalton, tốt hơn là ít nhất bằng 500 Dalton, tốt hơn nữa là ít nhất bằng 600 Dalton.

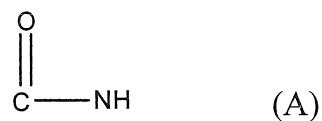
Hợp chất (A) có thể là chất rắn hoặc chất lỏng ở 25°C. Tốt hơn, nếu hợp chất (A) là sao cho nó là một chất lưu không phải dạng khí (ví dụ, chất lỏng) khi ở nhiệt độ mà ở đó vật liệu polyme nóng chảy. Tốt hơn, nếu nó là chất lỏng ở 250°C.

Tốt hơn, nếu đoạn thứ nhất, đoạn thứ hai và đoạn thứ ba được liên kết với đoạn chính của hợp chất (A), thích hợp là qua các nguyên tử nitơ của nhóm CO.NH của các nhóm tương ứng (A) của đoạn thứ nhất, đoạn thứ hai và đoạn thứ ba. Theo một phương án được ưu tiên, hợp chất (A) hầu như chỉ gồm đoạn thứ nhất, đoạn thứ hai, đoạn thứ ba và đoạn chính.

Đoạn chính có thể có phân tử lượng (hoặc phân tử lượng lượng trung bình số (Mn) được xác định bởi GPC khi đoạn chính này là polyme) lớn hơn phân tử lượng của đoạn thứ nhất. Tổng cộng các phân tử lượng của các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba có thể là nhỏ hơn phân tử lượng (hoặc phân tử lượng lượng trung bình số (Mn) được xác định bởi GPC khi đoạn chính này là polyme) của đoạn chính. đoạn chính có thể có phân tử lượng ít nhất bằng 400 Dalton (hoặc phân tử lượng lượng trung bình số (Mn) được xác định bởi GPC khi đoạn chính này là polyme ít nhất bằng 400 Dalton). Đoạn chính có thể có phân tử lượng (hoặc Mn) nhỏ hơn 10000 Dalton, ví dụ, nhỏ hơn 7000 Dalton.

Đoạn chính có thể chỉ gồm các nguyên tử cacbon, hydro và oxy và, tùy ý, các nguyên tử nitơ.

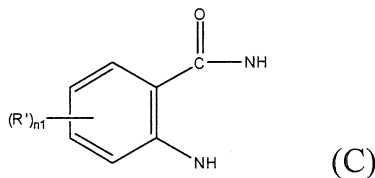
Đoạn chính có thể bao gồm một hoặc nhiều đoạn bổ sung chứa nhóm có công thức:



và nhóm có công thức:

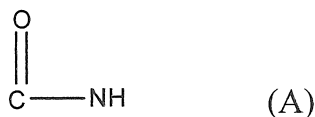


như được mô tả ở trên cho đoạn thứ nhất. Ví dụ, đoạn chính này có thể bao gồm một hoặc nhiều đoạn bổ sung chứa nhóm có công thức:



trong đó R' và n1 là như được mô tả ở trên. Tốt hơn, nếu nhóm có công thức (B) là NH₂ và/hoặc tốt hơn, nếu nhóm NH liên kết với nhóm benzen là NH₂.

Tốt hơn là, đoạn chính hầu như không chứa các nhóm amin bậc một (-NH₂) trừ nhóm amin bậc một mà nó được phân cách với nhóm carbonyl (C=O) bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử. Do vậy, tốt hơn là, các nhóm amin bậc một duy nhất trong đoạn chính (và tốt hơn là trong hợp chất (A)) là các nhóm amin bậc một nằm trong các đoạn (ví dụ của các đoạn thứ nhất, thứ hai, thứ ba hoặc bổ sung) có chứa nhóm có công thức:



và nhóm có công thức:



trong đó các nguyên tử cacbon của nhóm có công thức (A) và nguyên tử nito của nhóm có công thức (B) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử. Bằng cách tạo ra duy nhất các nhóm amin bậc một như được mô tả, sự tạo thành của các bazơ Schiff có màu do phản ứng của axetaldehyt với hợp chất (A) có thể tránh được. Do đó, theo phương pháp của sáng chế, sự tạo màu trong polyeste trong quá trình loại bỏ axetaldehyt có thể được làm giảm đến mức tối thiểu.

Tùy ý, đoạn chính (và/hoặc hợp chất (A)) có thể bao gồm một hoặc nhiều nhóm amin bậc hai hoặc bậc ba; hoặc có thể bao gồm một hoặc nhiều nguyên tử nito vòng thơm.

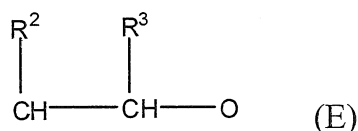
Trừ các nhóm carbonyl và các nguyên tử cacbon vòng thơm bất kỳ, tốt hơn, nếu đoạn chính (và/hoặc hợp chất (A)) không bao gồm các nguyên tử cacbon không bão hoà bất kỳ.

Tốt hơn, nếu đoạn chính (và/hoặc hợp chất (A)) không bao gồm các nhóm alkenyl hoặc alkynyl bất kỳ.

Tốt hơn, nếu đoạn chính (và/hoặc hợp chất (A)) không bao gồm các nguyên tử lưu huỳnh hoặc các nhóm chứa lưu huỳnh bất kỳ.

Tốt hơn, nếu đoạn chính (và/hoặc hợp chất (A)) không bao gồm các nguyên tử halogen hoặc các nhóm chứa halogen bất kỳ.

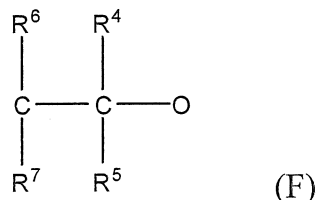
Tốt hơn, nếu đoạn chính (và/hoặc hợp chất (A)) chứa nhóm có công thức:



trong đó R^2 và R^3 độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl tùy ý được thế, tốt hơn là không được thế. Nhóm alkyl có thể là nhóm C_{1-4} alkyl, tốt hơn là nhóm C_{1-2} alkyl. Tốt hơn, nếu R^2 và R^3 độc lập là nguyên tử hydro hoặc C_{1-2} alkyl, tốt hơn là nhóm metyl. Tốt hơn nữa là, R^2 và R^3 độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl. Tốt hơn là một trong các nhóm R^2 và R^3 là nguyên tử hydro và nhóm kia là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl. Hợp chất (A) có thể bao gồm ít nhất là 2 hoặc ít nhất là 4 nhóm (E). Nó có thể bao gồm dưới 20 hoặc dưới 10 nhóm (E).

Theo một phương án được ưu tiên, đoạn chính có thể chứa các nguyên tử cacbon và hydro và một (và chỉ một) loại khác của nguyên tử được chọn từ các nguyên tử oxy và nitơ. Ví dụ, đoạn chính có thể gồm duy nhất ba loại nguyên tử - hoặc là các nguyên tử cacbon, hydro và oxy hoặc là các các nguyên cacbon, hydro và tử nitơ. Theo một phương án được ưu tiên nêu trên, đoạn chính is tốt hơn là bão hoà. Theo một phương án được ưu tiên nêu trên, đoạn chính không bao gồm nhóm thơm bất kỳ. Theo một phương án được ưu tiên nêu trên, đoạn chính gồm nhiều nhóm có công thức $-\text{CH}_2\text{CHR}^{50}-$ trong đó R^{50} là nguyên tử hydro hoặc nhóm C_{1-4} alkyl, tốt hơn là nhóm C_{1-2} alkyl, tốt hơn nếu nhóm alkyl này không được thế.

Theo phương án thứ nhất, đoạn chính có thể chỉ gồm các nguyên tử cacbon, hydro và oxy. Đoạn chính này có thể là đã bão hoà. Các nguyên tử oxy có thể có mặt dưới dạng nhóm ete. Tốt hơn là, trong đoạn chính, các nguyên tử oxy chỉ có mặt dưới dạng nhóm ete. Các nguyên tử cacbon và hydro có thể có mặt dưới dạng nhóm hydrocacbon đã bão hoà. Đoạn chính này có thể chứa nhóm có công thức:

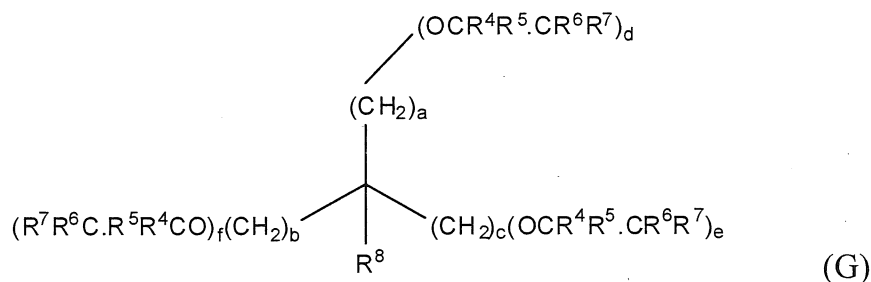


trong đó R^4 , R^5 , R^6 và R^7 độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl tùy ý được thế, tốt hơn là không được thế. Nhóm alkyl có thể là nhóm C_{1-4} alkyl, tốt hơn là nhóm C_{1-2} alkyl. Nhóm (F) này có thể có tổng cộng 2 tới 10, tốt hơn là 2 tới 6, tốt hơn nữa là 2 tới 4 nguyên tử cacbon. Tốt hơn là R^5 và R^7 là các nguyên tử hydro. Tốt hơn là một trong các nhóm R^4 và R^6 là nguyên tử hydro; nhóm còn lại trong số các nhóm R^4 và R^6 có thể là nhóm C_{1-4} alkyl, ví dụ, nhóm C_{1-2} alkyl không được thế, đặc biệt là nhóm methyl.

Nhóm (F) này có thể là đơn vị lặp lại của đoạn chính và/hoặc của hợp chất (A).

Đoạn chính chứa nhóm (F) này có thể bao gồm, tính trung bình, ít nhất là 4 hoặc ít nhất là 5 (và tốt hơn là dưới 20 hoặc dưới 10) nhóm có công thức (F) trong đó, tốt hơn là, ít nhất là 4 hoặc ít nhất là 5 nhóm có công thức (F) là giống hệt nhau.

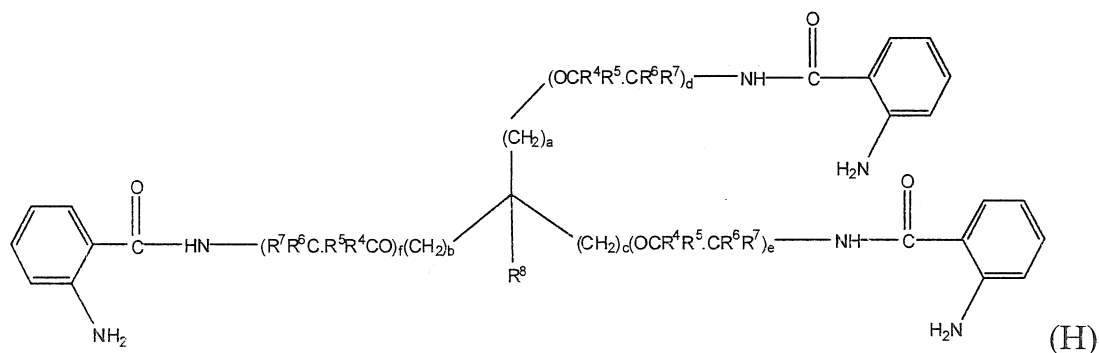
Theo phương án thứ nhất nêu trên, đoạn chính này có thể có công thức:



trong đó R^4 , R^5 , R^6 và R^7 là như được mô tả ở trên; a, b và c độc lập bằng 0 hoặc 1 (nhưng tốt hơn là bằng 1); và R^8 là nhóm alkyl tùy ý được thế (tốt hơn là không được thế), thích hợp là nhóm C_{1-6} alkyl tốt hơn là nhóm C_{1-4} alkyl, đặc biệt là nhóm C_{1-2} alkyl không được thế. Thích hợp là d, e và f là các số nguyên, trong đó, tính trung bình, tổng số d, e và f trong nhóm (G) là nằm trong khoảng từ 3 đến 20, ví dụ, từ 3 đến 10. Trong nhóm (G), các nguyên tử cacbon tương ứng mang các nhóm R^6/R^7 được liên kết một cách thích hợp với các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ

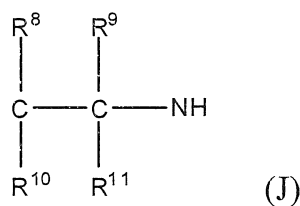
ba tương ứng qua các nguyên tử nitơ của CO.NH của các đoạn này, ví dụ, đoạn (C).

Jeffamine và Eipkure, được mô tả ở dưới, là các ví dụ về các amin có thể được phản ứng để tạo ra hợp chất (A) có đoạn chính (G) là như đã được mô tả. Do vậy, theo phương án thứ nhất, hợp chất (A) có thể có công thức chung:



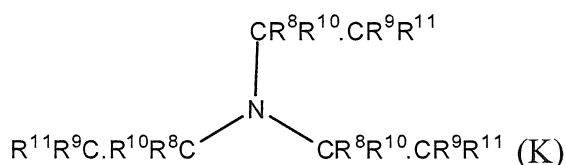
trong đó R^4 , R^5 , R^6 và R^7 , d , e , f , a , b , c là như đã được mô tả.

Theo phương án thứ hai, đoạn chính có thể bao gồm các nguyên tử chỉ được chọn từ các nguyên tử cacbon, hydro, oxy và nitơ. Đoạn chính này có thể chứa nhóm có công thức:



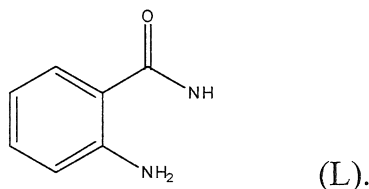
trong đó R^8 , R^9 , R^{10} và R^{11} độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl tùy ý được thế, tốt hơn là không được thế. Nhóm alkyl có thể là nhóm C_{1-4} alkyl, tốt hơn là nhóm C_{1-2} alkyl. Tốt hơn là, R^8 , R^9 , R^{10} và R^{11} độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm C_{1-2} alkyl. Tốt hơn nữa là, mỗi R^8 , R^9 , R^{10} và R^{11} là nguyên tử hydro. Đoạn chính này có thể có ít nhất là ba nhóm có công thức (J) mà tốt hơn là giống hệt nhau.

Đoạn chính theo phương án thứ hai có thể bao gồm nguyên tử nitơ bậc ba. Đoạn chính này có thể chứa nhóm có công thức:



trong đó R^8 , R^9 , R^{10} và R^{11} là như đã được mô tả. Tốt hơn là, mỗi R^8 , R^9 , R^{10} và R^{11} là nhóm methyl hoặc nguyên tử hydro và, tốt hơn nữa là, mỗi nhóm này là nguyên tử hydro.

Tốt hơn là, trong nhóm (K), ít nhất một nguyên tử cacbon của nhóm CR^9R^{11} được liên kết với nhóm NH tương ứng liền kề nhóm carbonyl trong nhóm tương ứng như sau:



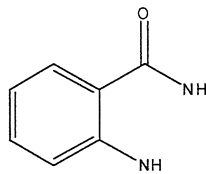
Các nguyên tử cacbon khác của nhóm CR^9R^{11} này có thể được liên kết với nhóm NH mà nó có thể được liên kết với một hoặc nhiều nhóm khác có công thức (K) qua nguyên tử cacbon của nhóm CR^9R^{11} . Theo một phương án, mỗi nguyên tử cacbon của nhóm CR^9R^{11} có thể được liên kết với nhóm NH tương ứng liền kề nhóm carbonyl trong nhóm tương ứng có công thức (L).

PEI-ED và tris(2-aminoetylen) amin là ví dụ về các amin mà có thể được phản ứng để tạo ra hợp chất (A) có đoạn chính chứa nhóm (K) như đã được mô tả.

Theo phương án thứ ba, đoạn chính có thể chỉ gồm các nguyên tử cacbon, hydro và, tùy ý, các nguyên tử nitơ. Đoạn chính này có thể là không bão hoà. Đoạn chính có thể là thơm. Đoạn chính này có thể chứa nhóm Ar' trong đó Ar' là nhóm chứa nhóm thơm. Nhóm Ar' có thể bao gồm một hoặc nhiều vòng thơm mà có thể chỉ gồm các nguyên tử cacbon và hydro hoặc có thể bao gồm một hoặc nhiều nguyên tử khác loại, ví dụ, các nguyên tử nitơ. Theo phương án thứ ba, đoạn thứ nhất, đoạn thứ hai và đoạn thứ ba có thể được liên kết trực tiếp với nhóm Ar' , ví dụ, ở các vị trí ortho, meta và para của Ar' , khi đoạn chính này bao gồm vòng thơm sáu cạnh đơn.

246T và 135TB được mô tả ở dưới là ví dụ về các amin có thể được phản ứng để tạo ra hợp chất (A) có đoạn chính có công thức Ar' như đã được mô tả.

Theo một cách khác đối với đoạn thứ nhất chứa nhóm (C) như đã được mô tả, hợp chất (A) có thể gồm các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba chứa các nhóm:



(AA)

trong đó nhóm liên kết L^2 nằm giữa các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba mà các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba này được liên kết với nó ở các vị trí nằm cách nhau. Tốt hơn, nếu nhóm liên kết này được liên kết với nhóm benzen.

Nhóm L^2 có thể chỉ gồm các nguyên tử được chọn từ cacbon, hydro, các nguyên tử oxy và nitơ.

Tốt hơn, nếu nhóm L^2 không bao gồm các nguyên tử cacbon không bão hoà bất kỳ.

Tốt hơn, nếu nhóm L^2 không bao gồm các nguyên tử lưu huỳnh hoặc các nhóm chứa lưu huỳnh bất kỳ.

Tốt hơn, nếu nhóm L^2 không bao gồm các nguyên tử halogen hoặc các nhóm chứa halogen bất kỳ.

Nhóm L^2 có thể chứa nhóm có công thức (E) hoặc nhóm có công thức (J). Trong nhóm L^2 , nhóm có công thức (E), nếu có mặt, có thể là đơn vị lặp lại.

Vật liệu polyme được tiếp xúc theo phương pháp của sáng chế có thể là vật liệu polyme bất kỳ mà có thể kết hợp aldehyt khi cần loại bỏ hoặc là để khử nó. Nó có thể chứa polyeste (đặc biệt là poly(etylen terephthalat)), polyuretan hoặc polyolefin. Tốt hơn là, nó là polyeste, (đặc biệt là poly(etylen terephthalat)).

Thuật ngữ “ppm” được dùng trong bản mô tả để chỉ hàm lượng “phần triệu” tính theo khối lượng.

Các phương pháp đánh giá axetaldehyt trong các phôi tạo hình trước làm từ polyetylen terephthalat đã được đúc áp lực đã được mô tả bởi FI Villian và các đồng tác giả trong ấn phẩm: Journal of Polymer Science, Vol. 52, 55-60 (1994).

Bước tiếp xúc nêu trên có thể được tiến hành với vật liệu polyme ở trạng thái nóng chảy. Theo cách khác, hợp chất (A) có thể được bổ sung vào vật liệu polyme rắn, thích hợp là ở nhiệt độ thấp hơn điểm nóng chảy của vật liệu polyme để sao cho vật liệu polyme này không ở trạng thái dễ lưu và/hoặc nóng chảy. Theo một phương án, ít được ưu tiên hơn, hợp chất (A) có thể được bổ sung vào các

monome, oligome hoặc chất tiền trùng hợp có mặt trong quá trình tạo ra vật liệu polyme nêu trên.

Trước bước tiếp xúc nêu trên, vật liệu polyme ưu tiên được chọn, thích hợp là khi ở trạng thái rắn như nêu trên. Thích hợp, nếu vật liệu polyme được chọn hầu như không có mặt các monome được sử dụng để tạo ra vật liệu polyme này. Tốt hơn, nếu vật liệu polyme được chọn này ở trạng thái được phân lập ra khỏi hỗn hợp phản ứng mà trong đó nó có thể được tạo ra. Tốt hơn là vật liệu polyme đã được phân lập. Phương pháp này có thể bao gồm bước làm khô vật liệu polyme trước bước tiếp xúc nêu trên. Tốt hơn, nếu vật liệu polyme được chọn ở dạng hạt, ví dụ, dưới dạng viên tròn hoặc hạt.

Trong bước tiếp xúc, vật liệu polyme có thể được tiếp xúc với ít nhất là 50ppm, thích hợp là ít nhất là 250ppm, tốt hơn là ít nhất là 500ppm, tốt hơn nữa là ít nhất là 1000ppm, đặc biệt là ít nhất là 1500ppm của hợp chất (A) trên một phần của vật liệu polyme. Hàm lượng hợp chất (A) được tiếp xúc với vật liệu polyme có thể là nhỏ hơn 5000ppm, thích hợp là nhỏ hơn 2500ppm.

Theo một phương án ưu tiên trong đó mỗi đoạn trong số các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba chứa các nhóm có công thức (C), tổng hàm lượng ppm (tính theo khối lượng của vật liệu polyme) của nhóm có công thức (C) được tiếp xúc với vật liệu polyme thích hợp là ít nhất bằng 100ppm, tốt hơn là bằng 200ppm, tốt hơn nữa là ít nhất bằng 450ppm. Nó có thể là nhỏ hơn 2000ppm hoặc nhỏ hơn 1000ppm.

Hợp chất (A) có thể được kết hợp với, ví dụ được trộn với, chất mang lỏng hữu cơ tương hợp với vật liệu polyme. Các chất mang tiêu biểu bao gồm các hydrocacbon, hỗn hợp hydrocacbon, rượu, este, polyete và hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất này.

Chất mang lỏng hữu cơ tương hợp với vật liệu polyme (đặc biệt trong trường hợp vật liệu polyme là polyeste) có thể là chất mang trên cơ sở dầu. Ví dụ về các chất mang này gồm các vật liệu có bán sẵn dưới các nhãn hiệu ClearslipTM 2 và ClearslipTM 3 của hãng ColorMatrix Europe Ltd, of Units 9-11 Unity Grove, Knowsley Business Park, Merseyside, L34 9GT.

Hàm lượng % khối lượng của hợp chất (A) trong hỗn hợp nêu trên có thể là nhỏ hơn 60% khối lượng, tốt hơn là nhỏ hơn 50% khối lượng. Hàm lượng % khối lượng này có thể là nằm trong khoảng từ 10-50% khối lượng.

Khi vật liệu polyme là polyeste, thì theo một phương án được ưu tiên của sáng chế, polyeste này tốt hơn là polyetylen terephthalat, mà nó cũng bao hàm cả các co-polyetylen terephthalat. Co-polyetylen terephthalat của polyetylen terephthalat có thể chứa đơn vị lặp lại cấu thành từ ít nhất là 85%mol axit terephthalic và ít nhất là 85%mol etylen glycol. Các axit đicarboxylic mà có thể có mặt, cùng với axit terephthalic, được lấy làm ví dụ là axit phthalic, axit isophthalic, axit naphtalen-2,6-đicarboxylic, axit xyclohexanđicarboxylic, axit xyclohexanđiaxetic, axit điphenyl-4,4'-đicarboxylic, axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit azelaic và axit sebacic. Các diol khác có thể được hợp nhất trong các co-polyetylen terephthalat, Ngoài etylen glycol, bao gồm dietylen glycol, trietylen glycol, 1,4-xyclohexanđimetanol, propan-1,3-diol, butan-1,4-diol, pentan-1,5-diol, hexan-1,6-diol, 3-metylpentan-2,4-diol, 2-metyl pentan-1,4-diol, 2,2,4-trimetylpentan-1,3-diol, 2-ethylhexan-1,3-diol, 2,2-dietylpropan-1,3-diol, hexan-1,3-diol, 1,4-di(hydroxyetoxy)-benzen, 2,2-bis-(4-hydroxyxyclohexyl)-propan, 2,4-dihydroxy-1,1,3,3-tetrametyl-xyclobutan, 2,2-bis-(3-hydroxyetoxyphenyl)-propan, và 2,2-bis-(4-hydroxypropoxyphenyl)-propan. Theo phương án được ưu tiên nêu trên, polyetylen terephthalat có dưới 10%mol, tốt hơn nữa là dưới 6%mol. đặc biệt là dưới 2 %mol phần tử thay thế comonome. Tốt hơn là, co-polyetylen terephthalat không bao gồm co-polyetylen terephthalat; thích hợp là nó bao gồm chủ yếu là homopolyme được tạo ra bởi quá trình este hoá hoặc sự chuyển hoá este của axit terephthalic hoặc dimetyl terephthalat và etylen glycol để tạo ra bis(2-hydroxyetyl) terephthalat mà sau đó được đa trùng ngưng ở nhiệt độ cao trong chân không với sự có mặt của chất xúc tác.

Khi được sử dụng trong phần mô tả, thuật ngữ “TV” dùng để chỉ độ nhớt trong của vật liệu polyme. Nó có thể được xác định trong dung dịch gồm 0,5g polyme được hòa tan trong 100mL hỗn hợp gồm phenol (60% thể tích) và tetracloroetan (40% thể tích).

Khi vật liệu polyme là polyeste, thì tốt hơn, nếu độ nhớt thực IV của polyeste này lúc tiếp xúc với hợp chất (A) lớn hơn 0,5dL/g, tốt hơn nữa là lớn hơn 0,65dL/g.

Khi vật liệu polyme là polyeste, thì polyeste có thể được làm thích ứng một cách đặc biệt để dùng trong quá trình đúc thổi ép đùn (EBM). Việc làm thích như vậy là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này và bao gồm việc tăng lượng co-monomer, làm thay đổi độ nhớt IV và cấu trúc.

Sáng chế đề cập đến phương pháp chế tạo sản phẩm, ví dụ, sản phẩm đã được tạo hình, từ vật liệu polyme, phương pháp này bao gồm các bước:

- (a) lựa chọn hợp chất (A) như đã được mô tả;
- (b) tiếp xúc vật liệu polyme với hợp chất (A); và
- (c) tạo hình vật liệu polyme thành sản phẩm, ví dụ, sản phẩm đã được tạo hình.

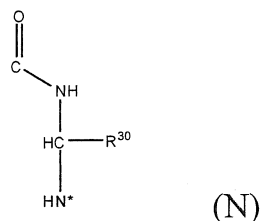
Tốt hơn là, bước (b) được tiến hành với vật liệu polyme không ở trạng thái dễ lưu, ví dụ, trạng thái nóng chảy. Sau đó, ở bước (c), vật liệu polyme này được gia công nóng chảy một cách thích hợp để tạo ra sản phẩm nêu trên.

Sản phẩm này có thể được tạo ra bởi quy trình bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, việc đúc áp lực có thể được áp dụng để tạo ra các phôi tạo hình trước được sử dụng để thổi các chai, vật chứa thực phẩm/đồ uống, khay, hoặc các hình dạng mong muốn khác. Ngoài ra, polyme nóng chảy có thể được sử dụng trong các công đoạn đúc thổi ép đùn để tạo ra các chai, vật chứa thực phẩm và các sản phẩm tương tự. Tương tự, polyme nóng chảy có thể được cấp vào máy ép đùn để tạo ra các màng mỏng, tấm, profin, ống dẫn và các sản phẩm tương tự.

Tốt hơn là, sản phẩm là vật chứa hoặc phôi tạo hình trước cho vật chứa, tốt hơn là làm từ polyeste như đã được mô tả. Tốt hơn nữa là, sản phẩm đã được tạo hình này là phôi tạo hình trước, ví dụ, để tạo chai, như chai đựng đồ uống.

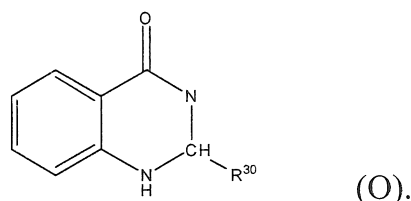
Theo khía cạnh thứ hai của sáng chế là đề xuất vật liệu polyme, ví dụ, polyeste, có hàm lượng thấp của aldehyt, ví dụ, axetaldehyt, vật liệu polyme, ví dụ, polyeste, hợp nhất hợp chất (A) theo khía cạnh thứ nhất hoặc sản phẩm của phản ứng giữa hợp chất (A) và aldehyt, ví dụ, axetaldehyt.

Sản phẩm của phản ứng giữa hợp chất (A) và aldehyt, ví dụ, axetaldehyt, thích hợp là chứa đoạn có nguồn gốc từ đoạn thứ nhất dưới đây:



trong đó nguyên tử cacbon của nhóm carbonyl và nguyên tử nitơ được đánh dấu sao (*) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử như đã được mô tả cho đoạn thứ nhất và R^{30} dùng để chỉ gốc aldehyt và thích hợp là nhóm methyl khi aldehyt là axetaldehyt.

Tốt hơn, nếu sản phẩm của phản ứng nêu trên chứa nhóm có công thức:

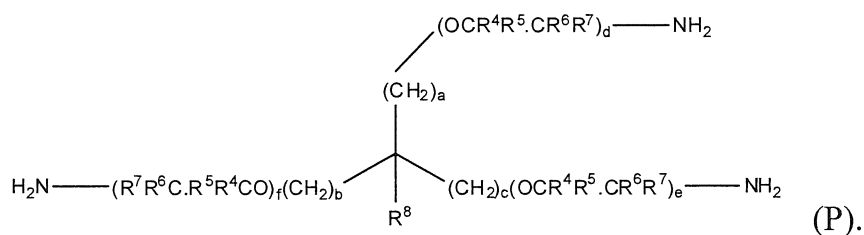


Nguyên tử nitơ liên kề nhóm carbonyl được liên kết một cách thích hợp với đoạn chính như đã được mô tả theo khía cạnh thứ nhất.

Các đoạn thứ hai và thứ ba của hợp chất (A) có thể phản ứng với aldehyt, ví dụ, axetaldehyt, để tạo ra dẫn xuất như đã được mô tả cho đoạn thứ nhất và/hoặc có thể được liên kết với đoạn chính như đã được mô tả.

Ví dụ được ưu tiên về hợp chất (A) có thể được tạo ra bằng cách lựa chọn isatoic anhydrit và cho nó phản ứng với hợp chất (B) có ít nhất ba nhóm amin bậc một. Hợp chất (B) có thể bao gồm ba nhóm amin bậc một được liên kết với ba liên kết tự do của đoạn chính được mô tả theo khía cạnh thứ nhất.

Theo phương án thứ nhất của khía cạnh thứ nhất, hợp chất (B) có thể có công thức:



Theo phương án thứ hai của khía cạnh thứ nhất, hợp chất (B) có thể chứa nhóm (K) và ngoài ra là ít nhất ba nhóm $-NH_2$ mà có thể là các hợp phần của các nhóm aminoalkyl được liên kết với nhóm (K) một cách trực tiếp hoặc nhờ các nhóm hoặc các nguyên tử liên kết.

Theo phương án thứ ba của khía cạnh thứ nhất, hợp chất (B) có thể chứa nhóm Ar' kết hợp với ba nhóm $-NH_2$.

Ví dụ về hợp chất (A) gồm các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba chứa các nhóm (AA) có nhóm liên kết L^2 nằm giữa các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba có thể được tạo ra bằng cách lựa chọn hợp chất chứa nhóm (AA) có nhóm chức (ví dụ, $COOH$) trong nhóm benzen có thể được cho phản ứng với nhóm chức (ví dụ, OH) trong tiền chất của nhóm liên kết L^2 này. Tiền chất này có thể là rượu đa chức. Theo cách khác, isatoic anhydrit có liên quan có thể được chọn và được xử lý để tạo nhóm chức trên nhóm benzen của (ví dụ, nó có thể mang nhóm chức trong nhóm benzen) để kết hợp nhóm liên kết L^2 và để mở vòng để tạo ra các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba.

Do vậy, sáng chế đề xuất phương pháp chế tạo hợp chất (A), phương pháp này bao gồm bước phản ứng của axit isatoic với hợp chất (B) như đã được mô tả. Tốt hơn là, trong phản ứng này, số lượng mol axit isatoic bằng hoặc lớn hơn số lượng mol amin bậc một trong hợp chất (B). Do vậy, theo phương pháp này, tốt hơn là, hầu như toàn bộ các nhóm amin bậc một trong hợp chất (B) được tạo nhóm chức, thích hợp là sao cho chúng được đưa vào các nhóm amin trong hợp chất (A).

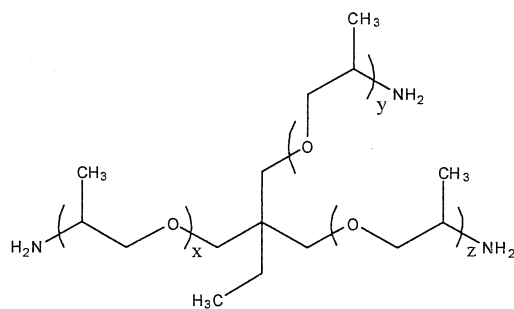
Khía cạnh bất kỳ theo sáng chế bất kỳ được mô tả ở trong phần mô tả có thể được kết hợp với khía cạnh khác bất kỳ của theo sáng chế bất kỳ được mô tả ở trong phần mô tả.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Tiếp theo, các phương án cụ thể của sáng chế sẽ được mô tả bằng cách ví dụ.

Các vật liệu dưới đây đã được sử dụng trong các ví dụ:

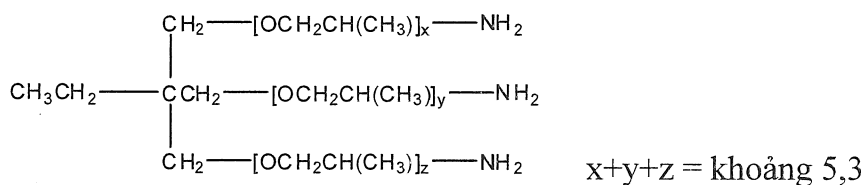
JEFFAMINE (Tên nhãn hiệu hàng hoá) T-403 polyetamine có công thức cấu trúc chung sau đây:



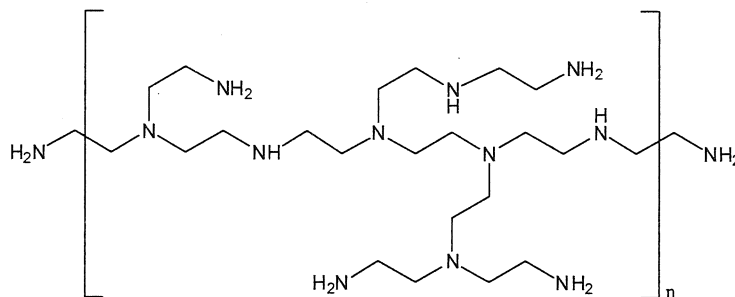
Vật liệu này là amin bậc một ba chức có phân tử lượng khoảng 440Da, khi đo được bằng GPC. Các nhóm amin của nó nằm ở các nguyên tử cacbon bậc hai ở các đầu cuối của mạch polyete béo.

Các JEFFAMINE khác bao gồm các sản phẩm có bán với các số tham chiếu T-3000 và T-5000.

EPIKURE (Tên nhãn hiệu hàng hoá) 3233 là polyoxypropylentriamin không được cải biến có hàm lượng amin bậc một cao. Nó có cấu trúc hoá học chung như sau:



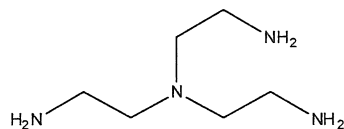
Polyetylenimin, etylen diamin mạch nhánh (trong phần mô tả, còn được gọi là PEI-ED mạch nhánh). Một ví dụ (chỉ số CA 25987-06-8), là sản phẩm của hãng Sigma-Aldrich, là chất lỏng có MW trung bình khoảng 800 khi đo được bằng LS và Mn trung bình khoảng 600 khi đo được bằng GPC. Cấu trúc hoá học như sau:



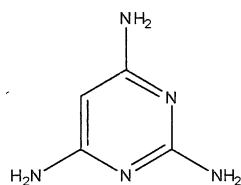
Một ví dụ khác, là sản phẩm của hãng Sigma-Aldrich (Chỉ số CAS 9002-98-6), có Mn trung bình khoảng 1200 khi đo được bằng GPC và MW ước tính bằng 1300 khi đo được bằng LS.

Ví dụ khác về polyetylenimin có thể bao gồm phân tử thay thế một số nguyên tử hydro của nhóm $-CH_2$ bằng nhóm alkyl (ví dụ, metyl).

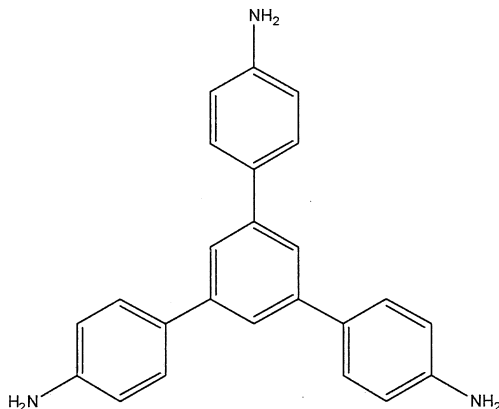
Tris(2-aminoethyl)amin, của hãng Sigma-Aldrich. Nó có điểm sôi bằng 114°C và có cấu trúc:



2,4,6-triaminopyrimidin (trong phần mô tả còn được gọi là 246T), có cấu trúc:



1,3,5-tris(4-aminophenyl) benzen (trong phần mô tả còn được gọi là 135T) có cấu trúc:



C93 PET chỉ loại nhựa PET làm chai được sử dụng phổ biến của hãng Voridian.

Nói chung, chất loại bỏ axetaldehyt được cho tiếp xúc và được trộn với polyeste, đặc biệt là PET, và hỗn hợp này (cùng với các chất phụ gia khác bất kỳ) được đúc áp lực để tạo ra phôi tạo hình trước cho vật chứa. Các phôi tạo hình trước này là đã biết. Thích hợp, nếu chúng có thân dạng hình ống và cổ có ren liền kề đầu hở, có một gờ chụp kết hợp cổ này. Các phôi tạo hình trước này được đúc thổi để tạo ra vật chứa, ví dụ, vật chứa đồ uống có thể đậy kín được bởi nắp vặn tháo được vào cổ có ren.

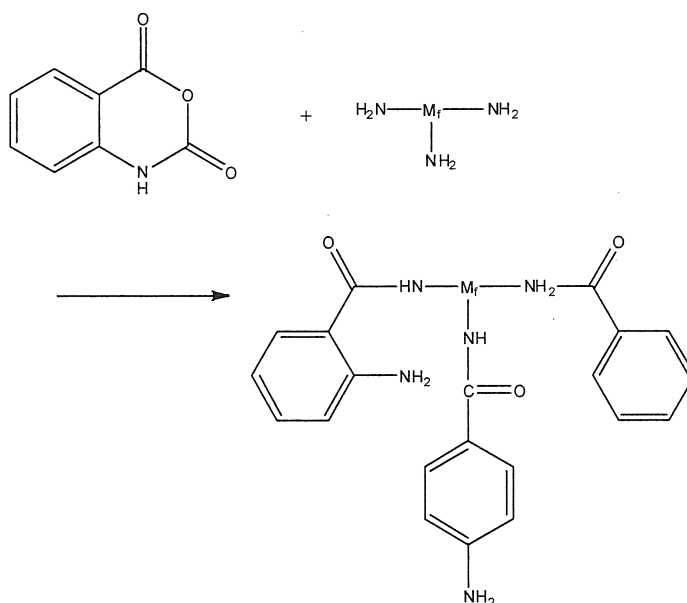
Các chất loại bỏ axetaldehyt được mô tả có thể là các chất rắn hoặc các chất lỏng. Khi chúng là các chất rắn, chúng có thể được tạo ra dưới dạng các thể phân tán trong chất mang, ví dụ, dầu khoáng hoặc chất mang khác tương hợp với polyeste mà chất loại bỏ này sẽ được trộn vào nó. Khi chúng là các chất lỏng, thì chất lỏng này có thể được sử dụng trực tiếp hoặc có thể được pha loãng bởi một chất mang như đã nêu trên. Theo một số phương án, chất mang dùng cho chất loại bỏ axetaldehyt có thể là một chất rắn ở 25°C.

Các chất loại bỏ axetaldehyt có thể được tạo ra theo phương pháp chung của ví dụ 1. Các phối tạo hình trước chai hợp nhất các chất loại bỏ axetaldehyt có thể được sản xuất như được mô tả trong Ví dụ 2. Hàm lượng axetaldehyt của các phối tạo hình trước này có thể được xác định như được mô tả trong ví dụ 3.

Ví dụ 1

Phương pháp chung để tạo ra các chất loại bỏ axetaldehyt

Các hợp chất có ít nhất ba nhóm amin bậc một, ví dụ, các hợp chất cụ thể đã mô tả chi tiết ở trên, có thể được cho phản ứng với isatoic anhydrit theo sơ đồ phản ứng dưới đây (trong đó M_f là “đoạn chính”)



Lượng isatoic anhydrit được chọn để tạo dẫn xuất cho tất cả các nhóm chức amin bậc một của hợp chất chứa amin.

Ví dụ 2

Phương pháp chung để tạo ra các phôi tạo hình trước

Trước khi sử dụng, nhựa PET được làm khô bằng cách sử dụng thiết bị sấy Con-Air (Tên nhãn hiệu hàng hoá) trong ít nhất là bốn giờ ở 160°C.

Trước khi đúc áp lực, chất loại bỏ axetaldehyt dưới dạng thể phân tán, hỗn hợp hoặc chất lỏng được bổ sung vào các viên PET khô nóng và được đảo trộn để đảm bảo mức độ phân tán tốt của chất loại bỏ.

Các phôi tạo hình trước chai có thể được sản xuất nhờ sử dụng máy đúc áp lực được lắp dụng cụ tạo hình trước thích hợp.

Ví dụ 3

Phương pháp chung để xác định hàm lượng axetaldehyt của các mẫu phôi tạo hình trước

Hàm lượng axetaldehyt của các mẫu được xác định trên các mẫu phôi tạo hình trước đã được băm nghiền tới kích thước nhỏ hơn 1mm. Hàm lượng axetaldehyt được xác định nhờ sử dụng máy sắc ký khí Agilent 6890N có bộ đổi mẫu bên trên và bộ dò FID. Mức làm giảm axetaldehyt được tính toán dựa trên cơ sở mức độ làm giảm tính theo phần trăm đã thấy đối với các mức axetaldehyt của phôi tạo hình trước có các chất phụ gia, so với các phôi tạo hình trước không có các chất phụ gia.

Ví dụ 4

Phương pháp để đánh giá các tính chất quang học

Các mẫu vụn được tạo ra theo cách tương tự với cách được mô tả trong ví dụ 2 và các mẫu đối chứng có liên quan được tạo ra và các tính chất quang học (tức là độ đục và L^*) được đánh giá nhờ sử dụng quang phổ kế Minolta CM-3700d ở chế độ truyền qua được lắp nguồn cấp sáng D65/10°.

Ví dụ 5

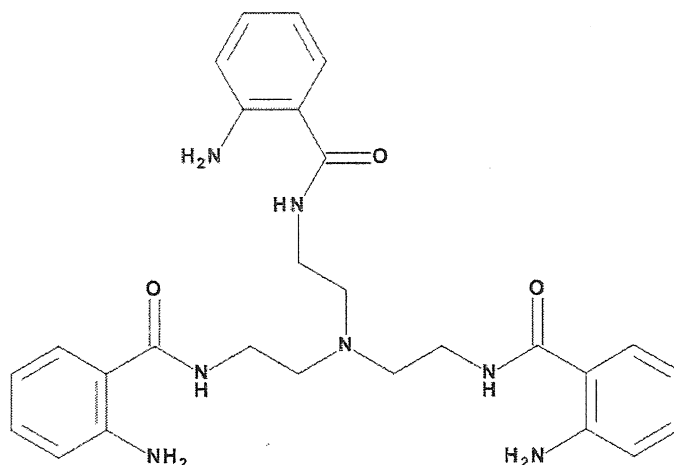
Phương pháp để xác định sự di chuyển của chất loại bỏ axetaldehyt ra khỏi PET

Các chai được thổi từ các phôi tạo hình trước có sử dụng phụ gia là các chất loại bỏ axetaldehyt được chọn cùng với các mẫu đối chứng liên quan được đổ đầy nước và được đặt trong lò ở 60°C trong các khoảng thời gian đã định trước. Ở các thời điểm khác nhau, nước được lấy mẫu nhờ sử dụng HPLC để xác định mức độ (nếu có) di chuyển của các chất loại bỏ axetaldehyt vào nước.

Ví dụ 6

Tạo ra chất loại bỏ axetaldehyt bằng cách sử dụng tris(2-aminoethyl)amin

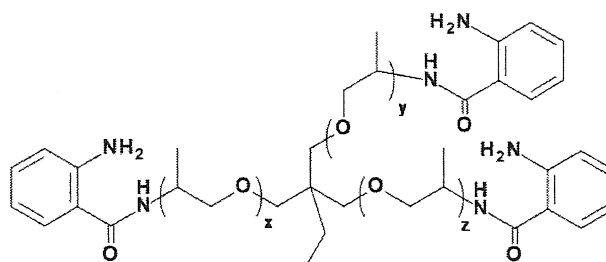
Phương pháp chung được mô tả trong ví dụ 1 được sử dụng cùng với tris(2-aminoethyl)amin để tạo ra hợp chất sau đây:



Ví dụ 7

Tạo ra chất loại bỏ axetaldehyt bằng cách sử dụng JEFFAMINE (Tên nhãn hiệu hàng hoá) T-403.

Phương pháp chung được mô tả trong ví dụ 1 được sử dụng cùng với JEFFAMINE T-403 để tạo ra hợp chất sau đây:

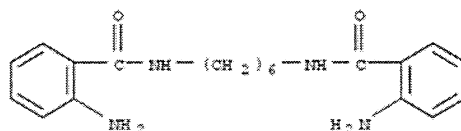


Ví dụ 8 (so sánh), Ví dụ 9 (so sánh) và Ví dụ 10 (so sánh)

Các hợp chất khác được sử dụng là như sau:

Ví dụ 8: antranilamit

Ví dụ 9:



Ví dụ 10: Grivory™ HB là polyamit thương phẩm thường được dùng làm chất phụ gia trong các chai PET.

Ví dụ 11

Đánh giá khả năng loại bỏ axetaldehyt của các vật liệu được chọn

Bằng cách áp dụng phương pháp chung được mô tả trong ví dụ 3, các hợp chất được mô tả trong các ví dụ được chọn được đánh giá và các kết quả được đưa ra ở dưới.

Các kết quả liên quan tới khả năng loại bỏ axetaldehyt của chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 8 là như sau:

Mô tả	Nồng độ chất loại bỏ axetaldehyt (ppm)	Nồng độ trung bình của axetaldehyt (ppm)	Mức độ khử aldehyt (%) so với đối chứng
Đối chứng	0	14,44	Không áp dụng
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 8	250	7,38	49
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 8	500	3,41	76
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 8	1500	0,24	98

Các kết quả liên quan tới khả năng loại bỏ axetalđehyt của chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 9 là như sau:

Mô tả	Nồng độ chất loại bỏ axetalđehyt (ppm)	Nồng độ trung bình của axetalđehyt (ppm)	Mức độ khử alđehyt (%) so với đối chứng
Đối chứng	0	11,74	Không áp dụng
Có chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 9	250	5,52	53
Có chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 9	500	2,98	75
Có chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 9	1500	1,26	89

Các kết quả liên quan tới khả năng loại bỏ axetalđehyt của chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 6 là như sau:

Mô tả	Nồng độ chất loại bỏ axetalđehyt (ppm)	Nồng độ trung bình của axetalđehyt (ppm)	Mức độ khử alđehyt (%) so với đối chứng
Đối chứng	0	8,78	Không áp dụng
Có chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 6	250	3,86	56
Có chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 6	500	2,45	72
Có chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 6	1500	0,88	90

Các kết quả liên quan tới khả năng loại bỏ axetalđehyt của chất loại bỏ axetalđehyt của ví dụ 7 là như sau:

Mô tả	Nồng độ chất loại bỏ axetaldehyt (ppm)	Nồng độ trung bình của axetaldehyt (ppm)	Mức độ khử aldehyt (%) so với đối chứng
Đối chứng	0	9,53	Không áp dụng
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 7	250	6,20	35
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 7	500	4,85	49
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 7	1500	2,76	71

Điều thấy rõ từ các kết quả này là việc khử axetaldehyt đạt được nhờ việc sử dụng các chất loại bỏ của các ví dụ 6 và 7 là tương đương với các chất loại bỏ thương phẩm của các ví dụ 8 và 9. Tuy nhiên, việc sử dụng các chất loại bỏ của các ví dụ 6 và 7 được thấy rằng là có lợi vì những lý do khác đã được nêu trong phần mô tả.

Ví dụ 12

So sánh các tính chất quang học của các mẫu vụn hợp nhất các chất loại bỏ axetaldehyt được chọn

Bằng cách áp dụng phương pháp chung được mô tả trong ví dụ 4, các hợp chất như được mô tả trong các ví dụ được chọn được so sánh.

Đầu tiên, việc so sánh được thực hiện giữa các tính chất quang học của PET nguyên sinh (C93 PET), polyamit của ví dụ 10 và dẫn xuất antranilamit của ví dụ 9 và các kết quả được đưa ra ở dưới.

Ví dụ No. về chất phụ gia được sử dụng	Mức bổ sung chất phụ gia	L* của sản phẩm đúc	Độ đục (%) của sản phẩm đúc
Không có chất phụ gia (PET nguyên sinh)	-	89,46	1,99

Ví dụ 10	0,3% khối lượng	89,02	4,45
Ví dụ 9	0,1% khối lượng	88,51	2,23

Lưu ý rằng 0,3% khối lượng của vật liệu ví dụ 10 được sử dụng do vật liệu này có hoạt tính kém hơn đáng kể (tính theo khối lượng trên cơ sở khối lượng) so sánh với vật liệu ví dụ 9. Hàm lượng chất phụ gia được chọn để tạo ra mức khử axetaldehyt tương đương.

Việc so sánh này minh họa việc vật liệu phân tử lượng cao (ví dụ 10) có xu hướng tạo ra độ sđục đáng kể hơn so vật liệu phân tử lượng thấp. Cần phải hiểu rằng các mức độ đục cao là không mong muốn.

Thứ hai, việc so sánh được thực hiện giữa các tính chất quang học của các phôi tạo hình trước có sử dụng phụ gia là các chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 6, 7 và các ví dụ so sánh 8 và 9 (bằng cách sử dụng phương pháp đã được mô tả chung trong ví dụ 4 để áp dụng cho các phôi tạo hình trước), với một khoảng mức áp dụng. Giữa mỗi chất loại bỏ axetaldehyt khác nhau, một mẫu đối chứng mới được đánh giá cho mục đích định chuẩn. Các kết quả được đưa ra trong bảng ở dưới.

Mô tả	Nồng độ chất loại bỏ axetaldehyt (ppm)	L*(D65)	Độ đục
Đối chứng 1	-	85,812	45,496
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 8	250	85,812	46,142
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 8	500	85,764	45,878
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 8	1500	85,142	45,656
Đối chứng 2	-	85,980	45,422
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 9	250	85,818	46,568

Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 9	500	85,450	46,332
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 9	1500	85,424	45,888
Đối chứng 3	-	86,104	44,99
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 6	250	85,206	45,162
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 6	500	85,200	45,818
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 6	1500	84,734	45,766
Đối chứng 4	-	86,092	46,304
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 7	250	85,584	45,772
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 7	500	85,068	45,76
Có chất loại bỏ axetaldehyt của ví dụ 7	1500	84,344	46,034

Các kết quả cho thấy rằng các chất loại bỏ axetaldehyt của các ví dụ 6 và 7 có hiệu quả đáng ngạc nhiên về các tính chất quang học của các chai, mặc dù phân tử lượng của chúng cao hơn một cách đáng kể so với các chất loại bỏ của các ví dụ 8 và 9. Kết quả này là không ngờ, như, ví dụ, được minh họa bởi sự ảnh hưởng đến các tính chất quang học khi vật liệu ví dụ 10 có phân tử lượng cao được đưa vào PET.

Ví dụ 13

So sánh mức độ di chuyển của các chất loại bỏ axetaldehyt được chọn ra khỏi các phôi tạo hình trước

Bằng cách sử dụng phương pháp chung được mô tả trong Ví dụ 5, các hợp chất như được mô tả trong các ví dụ được chọn được so sánh trong một khoảng thời gian định trước. Đối với mỗi chất loại bỏ, nhiều chai được sản xuất và được đánh giá.

Các bảng dưới đây chi tiết hóa các kết quả:

Nước loại HPLC trong chai 330ml 60°C 1500ppm của chất loại bỏ ví dụ 8		
Chai thử	ppm của chất loại bỏ ví dụ 8 sau 10 ngày	ppm của chất loại bỏ ví dụ 8 sau 30 ngày
1-1	0,48	0,68
1-2	0,47	0,69
2-1	0,42	0,65
2-2	0,40	0,68
3-1	0,40	0,70
3-2	0,41	0,72
4-1	0,40	0,64
4-2	0,41	0,65
5-1	0,41	0,71
5-2	0,39	0,68

Nước loại HPLC trong chai 330ml 60°C 1500ppm của chất loại bỏ ví dụ 9		
Chai thử	ppm của chất loại bỏ ví dụ 9 sau 10 ngày	ppm của chất loại bỏ ví dụ 9 sau 30 ngày
1-1	ND	<0,24
1-2	ND	<0,24
2-1	ND	<0,24
2-2	ND	<0,24
3-1	ND	<0,24

3-2	ND	<0,24
4-1	ND	<0,24
4-2	ND	<0,24
5-1	ND	<0,24
5-2	ND	<0,24

Lưu ý rằng khi hàm lượng ppm của chất loại bỏ được tuyên bố là <0,24ppm, thì điều đó có nghĩa là một pic đã quan được đối với phân tử này. Giới hạn phát hiện dưới là 0,1ppm nhưng để định lượng thì lượng này cần phải lớn hơn 0,24ppm.

Trong trường hợp các chất loại bỏ axetaldehyt của các ví dụ 6 và 7, không thấy có chất loại bỏ bởi HPLC trong nước sau trên 60 ngày, trong khi các chất loại bỏ của các ví dụ 8 và 9 đã bị phát hiện với mức độ di chuyển chất loại bỏ của ví dụ 8 và 9 là lớn hơn mức độ di chuyển chất loại bỏ của ví dụ 6 và 7.

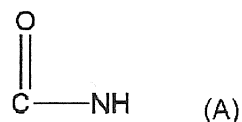
Do vậy, điều có thể được khẳng định là các chất loại bỏ axetaldehyt của các ví dụ 6 và 7 tạo ra mức độ loại bỏ axetaldehyt cao ở mức thêm vào có thể chấp nhận được trong PET, đồng thời không làm ảnh hưởng một cách đáng kể đến các tính chất quang học (ví dụ, L^* và độ đục) và chúng có mức độ di chuyển thấp ra khỏi PET. Hơn thế nữa, các chất loại bỏ của các ví dụ 6 và 7 có mức độ bay hơi tương đối thấp và có mức độ bay hơi tương đối thấp trong khi gia công.

Sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án chi tiết nêu trên. Sáng chế bao gồm phương án mới bất kỳ, hoặc sự kết hợp mới bất kỳ của các dấu hiệu đã bộc lộ trong phần mô tả (bao gồm Yêu cầu bảo hộ kèm theo, bản tóm tắt và các hình vẽ), hoặc phương án mới bất kỳ, hoặc sự kết hợp mới bất kỳ của phương pháp hoặc quy trình bất kỳ đã được mô tả.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp làm giảm hàm lượng aldehyt trong vật liệu polyme, trong đó phương pháp này bao gồm bước tiếp xúc vật liệu polyme với hợp chất (A) chứa:

(I) đoạn thứ nhất chứa nhóm có công thức:

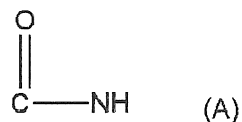


và nhóm có công thức:



trong đó nguyên tử cacbon của nhóm (A) và nguyên tử nitơ của nhóm (B) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử;

(II) đoạn thứ hai chứa nhóm có công thức:

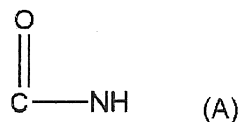


và nhóm có công thức:



trong đó nguyên tử cacbon của nhóm (A) và nguyên tử nitơ của nhóm (B) được phân cách với nhau bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử; và

(III) đoạn thứ ba chứa nhóm có công thức:

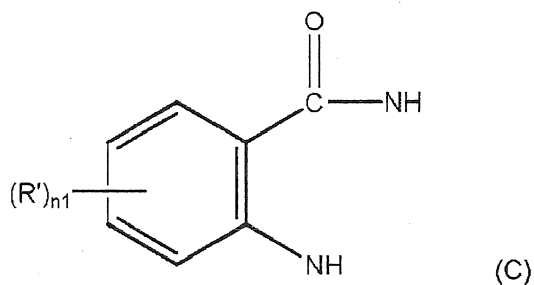


và nhóm có công thức:



2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nguyên tử cacbon của nhóm (A) và nguyên tử nitơ của nhóm (B) được phân cách với nhau bởi hai nguyên tử mà cả hai đều là các nguyên tử cacbon không bão hòa.

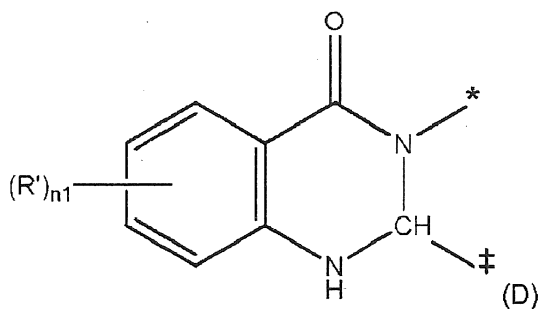
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó đoạn thứ nhất chứa nhóm có công thức:



trong đó R' là phân tử thế và n1 nằm trong khoảng từ 0 đến 4, và, tốt hơn là, n1 bằng 0.

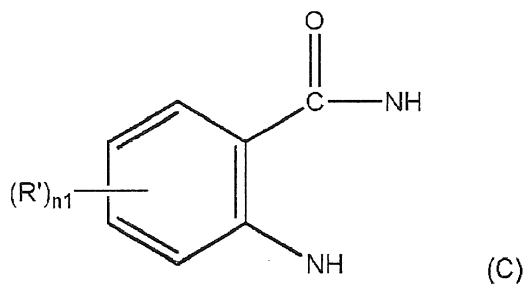
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nhóm có công thức (B) là NH₂ và/hoặc nhóm NH liên kết với nhóm benzen là NH₂.

5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó nhóm có công thức (C) có khả năng phản ứng với aldehyt trong phản ứng ngưng tụ để tạo ra nhóm có công thức:



trong đó liên kết với * thể hiện sự gắn kết của nhóm có công thức (D) với một phần khác của hợp chất có công thức (A) và liên kết với # thể hiện phần aldehyt mà nó phản ứng với nhóm có công thức (C).

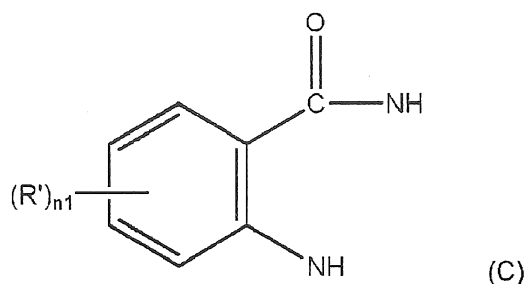
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó đoạn thứ hai chứa nhóm có công thức:



trong đó R' là phân tử thế và n_1 nằm trong khoảng từ 0 đến 4 và, tốt hơn là, n_1 bằng 0; và

trong đó nhóm có công thức (B) của đoạn thứ hai là NH_2 và/hoặc nhóm NH liên kết với nhóm benzen là NH_2 ; và/hoặc

trong đó đoạn thứ ba chứa nhóm có công thức:



trong đó R' là phân tử thế và n_1 nằm trong khoảng từ 0 đến 4 và, tốt hơn là, n_1 bằng 0; và

trong đó nhóm có công thức (B) của đoạn thứ ba là NH_2 và/hoặc nhóm NH liên kết với nhóm benzen là NH_2 .

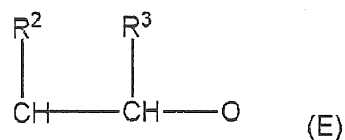
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hợp chất có công thức (A) là một chất lỏng ở 250°C .

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó đoạn thứ nhất, đoạn thứ hai và đoạn thứ ba được liên kết với đoạn chính của hợp chất có công thức (A) qua các nguyên tử nitơ của nhóm CO.NH của các nhóm có công thức (A) tương ứng của đoạn thứ nhất, đoạn thứ hai và đoạn thứ ba.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó đoạn chính có phân tử lượng (hoặc phân tử lượng trung bình số (M_n)) được xác định bởi GPC khi đoạn chính này là polyme)

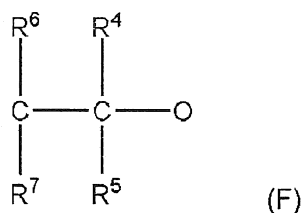
lớn hơn phân tử lượng của đoạn thứ nhất; và/hoặc
 trong đó đoạn chính gồm các nguyên tử cacbon và hydro và duy nhất một nguyên tử khác loại được chọn từ các nguyên tử oxy và nitơ; và/hoặc
 trong đó đoạn chính đã bão hòa; và/hoặc
 trong đó đoạn chính hầu như không chứa các nhóm amin bậc một trừ nhóm amin bậc một mà được phân cách với nhóm carbonyl bởi ít nhất một và không nhiều hơn hai nguyên tử.

10. Phương pháp theo điểm 8 hoặc 9, trong đó đoạn chính chứa nhóm có công thức:



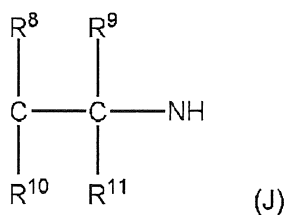
trong đó R^2 và R^3 độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl tùy ý được thế, tốt hơn là không được thế.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 tới 10, trong đó:
 đoạn chính chứa nhóm có công thức:

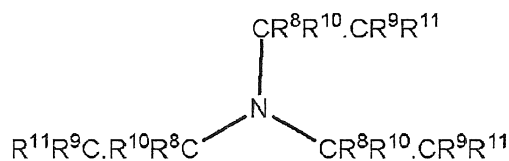


trong đó R^4 , R^5 , R^6 và R^7 độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl tùy ý được thế, tốt hơn là không được thế; và/hoặc

trong đó đoạn chính gồm các nguyên tử chỉ được chọn từ các nguyên tử cacbon, hydro, oxy và nitơ và chứa nhóm có công thức:

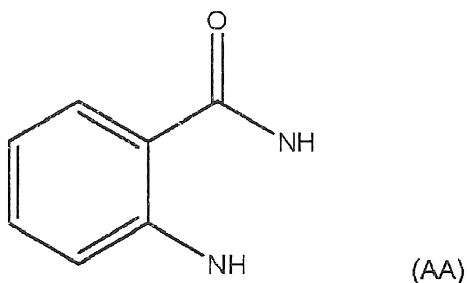


trong đó R^8 , R^9 , R^{10} và R^{11} độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl tùy ý được thế, tốt hơn là không được thế; trong đó, tùy ý, đoạn chính chứa nhóm có công thức:



(K).

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hợp chất có công thức (A) bao gồm các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba chứa nhóm có công thức:



trong đó nhóm liên kết L^2 nằm giữa các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba mà các đoạn thứ nhất, thứ hai và thứ ba này được liên kết với nó ở các vị trí nằm cách nhau, trong đó nhóm liên kết này được liên kết với nhóm benzen của nhóm có công thức (AA).

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó:

vật liệu polyme được tiếp xúc theo phương pháp này được chọn từ polyeste (đặc biệt là poly(etylen terephthalat)), polyuretan và polyolefin; và/hoặc

trong bước tiếp xúc này, tổng hàm lượng ppm của các nhóm có công thức (C) được tiếp xúc với vật liệu polyme ít nhất bằng 200ppm, tính theo khối lượng của vật liệu polyme; và/hoặc

hợp chất (A) đi kèm với chất mang lỏng hữu cơ mà nó tương hợp với vật liệu polyme;

trong đó, tùy ý, % khối lượng của hợp chất (A) trong hỗn hợp là nhỏ hơn 60% khối lượng.

14. Phương pháp chế tạo sản phẩm từ vật liệu polyme, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

- (a) lựa chọn hợp chất có công thức (A) như được xác định trong điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên;
- (b) tiếp xúc vật liệu polyme với hợp chất có công thức (A); và
- (c) tạo hình vật liệu polyme thành sản phẩm, như sản phẩm đã được tạo hình, tốt hơn là vật chứa hoặc phôi tạo hình trước cho vật chứa.

15. Vật liệu polyme, cụ thể là polyeste, có hàm lượng thấp của aldehyt, axetaldehyt, vật liệu polyme, cụ thể là polyeste, kết hợp với sản phẩm phản ứng giữa hợp chất có công thức (A) và aldehyt, cụ thể là axetaldehyt.