



(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)



1-0035111

(51)⁷ B01J 13/00; F22B 37/52; C23F 11/14

(13) B

(21) 1-2019-00066

(22) 07/06/2017

(86) PCT/JP2017/021095 07/06/2017

(87) WO 2017/221700 28/12/2017

(30) 16175712.5 22/06/2016 EP

(45) 27/03/2023 420

(43) 27/05/2019 374A

(73) KURITA WATER INDUSTRIES LTD. (JP)

10-1, Nakano 4-chome, Nakano-ku, Tokyo 1640001, Japan

(72) JASPER, Julia (DE); ZIMMER, Kirstin (DE); DE BACHE, Andre (DE); HATER, Wolfgang (DE).

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) NHỮ TƯƠNG CÓ CHỨA NƯỚC DẠNG DẦU TRONG NƯỚC CỦA CÁC AMIN HỮU CƠ, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ NHỮ TƯƠNG NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP CHỐNG ẪN MÒN TRONG HỆ THỐNG DẪN NƯỚC

(57) Sáng chế đề cập đến nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước chứa:

a) pha dầu chứa ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I)



trong đó

n là một số nguyên từ 0 đến 7, cụ thể là 0, 1 hoặc 2,

R¹ là hydrocacbon không vòng, mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 12 đến 22 nguyên tử cacbon;

R² là C₂-C₄-alkandiyl;

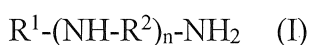
b) và nước,

trong đó lượng amin có công thức (I) với n là 1 hoặc 2 chiếm ít nhất là 90% theo khối lượng, trên tổng lượng amin có công thức (I) chứa trong pha dầu. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến quy trình điều chế nhũ tương này và phương pháp chống ăn mòn trong hệ thống dẫn nước.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước chứa:

- a) pha dầu bao gồm ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I)



trong đó

n là một số nguyên từ 0 đến 7, cụ thể là 0, 1 hoặc 2,

R^1 là hydrocacbon không vòng, mạch thẳng hoặc mạch có nhánh có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon;

R^2 là C_2 - C_4 -alkandiyl;

- b) và nước;

trong đó lượng amin có công thức (I) với n là 1 hoặc 2 bằng ít nhất 90% theo khối lượng, trên tổng lượng amin có công thức (I) chứa trong pha dầu.

Sáng chế cũng đề cập đến quy trình điều chế nhũ tương này và việc sử dụng các nhũ tương này để bảo vệ hệ thống dẫn nước, cụ thể đường ống dẫn nước và đường ống dẫn hơi của thiết bị tạo hơi, khỏi ăn mòn và đóng cặn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hệ thống dẫn nước, cụ thể là đường ống dẫn nước và đường ống dẫn hơi của thiết bị tạo hơi, ví dụ như thiết bị tạo hơi nước trong nhà máy điện, cần có phương pháp xử lý nước để ngăn ngừa hư hại phần chứa nước của hệ thống do ăn mòn và đóng cặn. Quy trình truyền thống gồm 3 thành phần, cụ thể là chất khử oxy, amin kiềm hóa và phosphat.

Phương thức tiếp cận gần đây để bảo vệ hệ thống dẫn nước, cụ thể là đường ống dẫn nước và đường ống dẫn hơi của thiết bị tạo hơi, là dựa trên các amin tạo màng. Các amin tạo màng đặc trưng ở chỗ chúng bao gồm ít nhất một nhóm alkyl hoặc

alkenyl chuỗi dài. Các amin tạo màng có thể được mô tả bởi công thức (I) như mô tả ở trên. Trong số các amin tạo màng có công thức (I), ưu tiên các amin chứa tỷ lệ cao hợp các chất, trong đó n là 1 hoặc 2.

Các amin tạo màng hình thành một lớp màng mỏng gọn trên kim loại hoặc bề mặt oxit kim loại, ngăn ngừa oxy và CO_2 tiếp xúc với bề mặt, từ đó ngăn ngừa sự ăn mòn. Ngoài ra, các amin tạo màng có thể cản trở quá trình kết tinh liên quan đến sự hình thành cặn. Do đó, các amin tạo màng cho phép thay thế chất khử oxy và giảm lượng cần thiết các chất chống đóng cặn, chẳng hạn như phosphat. Do các amin tạo màng là chất bay hơi ít nhất một phần, chúng có khả năng bảo vệ toàn bộ hệ thống hơi của thiết bị tạo hơi, tức là cả đường ống dẫn nước và đường ống dẫn hơi.

Để có tổng quan về công nghệ tạo màng, xem các tài liệu, ví dụ, I. Betova et al. Film-Forming Amines in Steam/Water Cycles, VTT Research Report: VTT-R-03234-14 (2014) và các tài liệu tham khảo được trích dẫn ở đây, ngoài ra tham khảo thêm Hater et al. Film Forming Technology in Hydrocarbon Engineering, 2015 (9).

Các amin tạo màng có công thức (I) ở dạng tinh sạch là các chất bột nhão không thể phân liều chính xác. Do đó, người ta mong muốn tạo ra các chế phẩm mà có thể phân liều chính xác và không chứa các chất có thể làm hỏng các đặc tính tạo màng của amin hoặc tác động đến sự ổn định của amin hoặc nhũ tương. Lý tưởng là, chế phẩm không nên chứa hoặc chứa nhiều nhất 2% các thành phần khác ngoài các amin tạo màng, do các chất phụ gia có thể làm hỏng đặc tính tạo màng của các amin và có thể làm tăng nguy cơ ăn mòn hoặc phá hủy các amin tạo màng.

Không may là, về mặt kỹ thuật, rất khó để điều chế nhũ tương chứa nước ổn định của các amin tạo màng có công thức (I). Nhằm ổn định nhũ tương, chất nhũ hóa được sử dụng để ổn định nhũ tương này. Các axit cacboxylic mạnh ngắn, chẳng hạn như axit axetic, thường được sử dụng để hỗ trợ hòa tan amin tạo màng trong nước. Do các axit làm hạ độ pH của nhũ tương và của nước nồi hơi, đặc biệt là do sự phân hủy nhiệt của chúng trong đường ống dẫn hơi, các axit này có xu hướng làm tăng nguy cơ ăn mòn. Amoniac hoặc amin alkyl chuỗi ngắn có thể được bổ sung vào sản phẩm để làm tăng độ pH và làm giảm nguy cơ ăn mòn, nhưng lại có xu hướng làm mất ổn định nhũ tương.

Công bố đơn sáng chế số GB 859074 đề cập đến nhũ tương có chứa nước của alkyl amin tạo màng (a), chẳng hạn như octadexyl amin, mà được ổn định bằng sản phẩm ngưng tụ etylen oxit của alkyl amin (b). Tỷ lệ khối lượng (a) : (b) nằm trong khoảng từ 1 : 1 đến 20 : 1. Các nhũ tương này dạng nhão và cần chảy ra và pha loãng với nước để thu được sự dễ dàng khi đo thành phần.

Công bố đơn sáng chế số GB 1042166 đề cập đến nhũ tương có chứa nước của alkyl amin tạo màng (a), chẳng hạn như octadexyl amin, mà được ổn định bằng các hợp chất phenol polyhydroxyl, chẳng hạn như lignin sulfonat, là chất phân tán. Các nhũ tương này có độ nhớt giảm và do đó dễ pha loãng với nước hơn. Tỷ lệ khối lượng của amin tạo màng so với hợp chất phenol nằm trong khoảng từ 1 : 1 đến 20 : 1.

Việc sử dụng các amin tạo màng có công thức (I), trong đó n là 1 hoặc 2, khi xử lý hệ thống dẫn nước của thiết bị tạo hơi nước đã được mô tả trong công bố đơn sáng chế số GB 1095865. Các amin được trộn với trên 2% theo khối lượng các amin đã etoxyl hóa và được nhũ hóa trong nước bằng cách khuấy để thu được nhũ tương gel hóa nhẹ của amin. Tuy nhiên, các nhũ tương này không ổn định khi bảo quản và có xu hướng phân tách rất nhanh.

Công bố đơn sáng chế số US 4276089 đề cập đến chế phẩm chống ăn mòn chứa amin tạo màng có công thức (I) với $n = 1 - 7$, và ít nhất một dẫn xuất axit aminoalkylen phosphoric để cải thiện đặc tính chống ăn mòn. Chế phẩm là bột nhão và rất khó để phân li.

Công bố đơn sáng chế số EP 698580 đề cập đến chế phẩm làm giảm đóng cặn và ăn mòn, chế phẩm này chứa muối của axit polyme polycarboxylic, polyamin béo có công thức (I), trong đó R^1 là nhóm hydrocacbon béo có 12 - 18 nguyên tử cacbon, n là số nguyên từ 1 - 6 và R^2 là 1,3-propandiyl, hợp chất thủy phân, chẳng hạn như camphen sulfonat để hòa tan các thành phần và hydroxylamin làm chất khử oxy.

Danh sách tài liệu tham khảo

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: GB 859074

Tài liệu sáng chế 2: GB 1042166

Tài liệu sáng chế 3: US 4,276,089

Tài liệu sáng chế 4: EP 698580

Tài liệu không phải sáng chế

Tài liệu: I. Betova et al. Film-Forming Amines in Steam/Water Cycles, VTT Research Report: VTT-R-03234-14 (2014)

Tài liệu: Hater et al. Film Forming Technology in Hydrocarbon Engineering, 2015 (9)

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục tiêu của sáng chế là đề xuất các chế phẩm chứa nước ổn định bảo quản của các amin tạo màng có công thức (I), trong đó lượng amin có công thức (I) với n bằng 1 hoặc 2 chiếm ít nhất 90% theo khối lượng, trên tổng lượng các amin tạo màng có công thức (I) chứa trong chế phẩm này, và các chế phẩm này không chứa lượng đáng kể các thành phần hữu cơ không phải là các amin có công thức (I). Chế phẩm chứa nước nên có độ nhớt thấp để cho phép phân liều chính xác và nên ổn định chống lại sự chia tách trong ít nhất 4 tháng ở nhiệt độ trong khoảng từ 5 - 40°C.

Các tác giả sáng chế đã thấy rằng, nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước như được định nghĩa ở trên, mà chứa 1 - 5% theo khối lượng, trên tổng khối lượng nhũ tương, pha dầu bao gồm ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I), trong đó lượng amin có công thức (I) với n là 1 hoặc 2 bằng ít nhất 90% theo khối lượng, trên tổng lượng amin có công thức (I) chứa trong nhũ tương, và không chứa lượng đáng kể các thành phần hữu cơ khác không phải các amin có công thức (I), là khá ổn định, nếu chúng có một hoặc cụ thể là cả hai đặc tính P.1 và P.2 sau đây:

- P.1: Đường kính trung bình của các giọt pha dầu, như được xác định bằng kính hiển vi quang học của ít nhất 50 giọt nằm trong khoảng từ 1 - 11µm;
- P.2: Chỉ số không ổn định được xác định bởi tỷ số giữa độ lắng quan sát được so với độ lắng lớn nhất, như được xác định bằng cách ly tâm quang trong 390 giây ở gia tốc trọng trường của 2,23g và nhiệt độ 25°C lớn nhất là 0,025.

Do đó, sáng chế đề cập đến nhũ tương dạng dầu trong nước, chứa 1- 5% theo khối lượng, trên khối lượng tổng của nhũ tương, pha dầu bao gồm ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) như được xác định ở trên, trong đó lượng amin có công thức (I) với n là 1 hoặc 2 chiếm ít nhất 90% theo khối lượng, trên tổng lượng amin có công thức (I) chứa trong nhũ tương, và trong đó lượng các thành phần hữu cơ khác với các

amin có công thức (I) không vượt quá 2% theo khối lượng, cụ thể là 1% theo khối lượng, trên tổng lượng các hợp phần hữu cơ chứa trong nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước, mà có một hoặc cả hai đặc tính P.1 và P.2.

Sáng chế còn đề cập đến quy trình sản xuất nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế như được mô tả ở đây, quy trình này bao gồm các bước sau:

- i) tạo ra hỗn hợp gồm amin hữu cơ có công thức (I) và nước, trong đó amin hữu cơ có công thức (I) bao gồm ít nhất 90% theo khối lượng, trên tổng lượng amin hữu cơ có công thức (I), amin hữu cơ có công thức (I) với n là 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa amin hữu cơ có công thức (I) và nước nằm trong khoảng từ 1 : 99 đến 5 : 95, và
- ii) đồng nhất hỗn hợp bằng cách sử dụng thiết bị đồng nhất rôto-stato hoặc sử dụng thiết bị đồng nhất áp suất cao.

Sáng chế cũng đề cập đến nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế như được mô tả ở đây, nhũ tương này có thể thu được bằng quy trình được mô tả ở đây.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến phương pháp chống ăn mòn trong hệ thống dẫn nước, trong đó phương pháp này bao gồm bổ sung lượng có tác dụng chống ăn mòn của nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước như nêu trên vào hệ thống dẫn nước.

Mô tả chi tiết sáng chế

Nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế là khá ổn định chống lại sự chia tách trong ít nhất 4 tháng ở nhiệt độ trong khoảng từ 5 - 40°C. Cụ thể là, nhũ tương không cho thấy sự phân tách có thể nhìn thấy được chẳng hạn như sự tạo thành các đám đục hoặc đốm đục sau khoảng thời gian bảo quản 4 tháng ở nhiệt độ trong khoảng từ 5 - 40°C. Ngoài ra, nhũ tương có độ nhớt động học thấp, ví dụ, nhỏ hơn 300mPas ở 20°C, cụ thể là nhỏ hơn 200mPas ở 20°C, như được xác định theo phương pháp Brookfield tương tự với DIN EN ISO 2555:2000-01 (trục quay 2 và 100 vòng/phút) và do đó cho phép xác định liều lượng chính xác amin tạo màng. Do chứa lượng lớn các amin có công thức (I) với n là 1 hoặc 2 và do chứa lượng nhỏ các vật liệu hữu cơ khác với amin có công thức (I), nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế tạo ra sự ức chế ăn mòn tốt. Hơn nữa, khi sử dụng nhũ tương có chứa

nước dạng dầu trong nước theo sáng chế trong hệ thống dẫn nước, cụ thể là trong đường ống dẫn nước của thiết bị tạo hơi nước hoặc trong đường ống dẫn hơi của thiết bị tạo hơi, nguy cơ tạo thành các sản phẩm phân hủy axit là thấp.

Do đó, sáng chế cũng đề cập đến việc sử dụng nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế làm chất chống ăn mòn trong hệ thống dẫn nước cụ thể là trong đường ống dẫn nước của thiết bị tạo hơi nước hoặc trong đường ống dẫn hơi của thiết bị tạo hơi.

Nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế đặc trưng bởi cấu thành hóa học của nó, tức là

- nhũ tương này chứa lượng nhất định amin có công thức (I) và nước,
- lượng amin có công thức (I) với n là 1 hoặc 2 chiếm ít nhất là 90% theo khối lượng, cụ thể là ít nhất 95% theo khối lượng, trên tổng lượng amin có công thức (I) chứa trong nhũ tương,
- Nhũ tương không chứa lượng đáng kể vật chất hữu cơ khác với các amin có công thức (I), tức là, lượng vật chất hữu cơ khác với các amin có công thức (I) không vượt quá 2% theo khối lượng, cụ thể là 1% theo khối lượng, đặc biệt là 0,5% theo khối lượng, trên tổng lượng vật chất hữu cơ chứa trong nhũ tương.

Nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế đặc trưng bởi đặc tính hóa lý của chúng, đó là

- thực tế là các amin có công thức (I) tạo thành pha dầu, được nhũ tương hóa thành giọt trong nước, sau đó tạo thành pha cố kết của dầu trong nhũ tương nước,
- và có một hoặc cả hai đặc tính P.1 và P.2.

Đặc tính P.1 là đường kính trung bình của các giọt pha dầu, mà được xác định bằng kính hiển vi quang học của ít nhất 50 giọt ngẫu nhiên của đầu dò chứa nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước. Có thể xác định đường kính từng hạt của ít nhất 50 giọt ngẫu nhiên của đầu dò và kích thước trung bình có thể được tính từ các giá trị riêng lẻ này.

Cũng có thể ước lượng đặc tính P.1 theo cách đơn giản hơn bằng cách đưa một giọt 10 microlit lên phiến kính hiển vi ở 20°C, trải dài giọt này ra màng bằng cách đẩy lớp màng này bằng một phiến kính phủ hiển vi có kích thước 18 * 18mm và quan sát từ phía trên ở độ phóng đại là 100, sao cho diện tích hình ảnh hoàn chỉnh là 0,19mm², và đếm số giọt có kích thước trong khoảng từ 1 - 11µm. Nếu diện tích hình ảnh hoàn chỉnh có ít nhất là 50, cụ thể là ít nhất là 70 hoặc ít nhất 100 giọt có kích thước từ 1 và 11µm, đường kính hạt trung bình sẽ nằm trong cùng khoảng này.

Đặc tính P.2 được gọi là chỉ số không ổn định. Chỉ số này là tỷ lệ giữa sự thay đổi độ lắng ΔT_i ở thời gian phân tách cho trước t và gia tốc trọng trường đã định chia cho độ lắng lớn nhất có thể $\Delta T_{\max}$ ở gia tốc trọng trường xác định. Độ lắng định lượng sự tăng hệ số truyền ánh sáng (và do sự giảm nồng độ hạt) do sự phân tách pha khi lắng cận cường bức hoặc sự tạo kem/tuyển nổi gây ra bởi gia tốc ly tâm/trọng trường đã định.

Chỉ số không ổn định là số không thứ nguyên nằm giữa 0 và 1. “0” nghĩa là không có sự thay đổi nào về nồng độ hạt (rất ổn định), và “1” nghĩa là sự phân tán đã phân tách pha hoàn toàn (rất không ổn định). Chỉ số không ổn định có thể được xác định theo phương pháp ly tâm quang mô tả bởi T. Detloff, T. Sobisch, D. Lerche trong “Dispersion Letters Technical”, T4 (2013), trang 1 - 4 (Cập nhật năm 2014).

Chỉ số không ổn định như được mô tả ở đây đề cập đến các phép đo bằng phương pháp theo T. Detloff et al. (loc. cit.) ở gia tốc trọng trường của 2,23g và nhiệt độ 25°C sau thời gian phân tách t là 390 giây. Chiều dài bước sóng để xác định truyền dẫn quang là 470nm. Nội dung chi tiết được trình bày trong phần thực nghiệm. Theo sáng chế, chỉ số không ổn định của nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước nhiều nhất là 0,025.

Nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước chứa từ 1 đến 5% theo khối lượng, cụ thể là từ 1,5 - 3% theo khối lượng của pha dầu, bao gồm ít nhất một amin có công thức (I). Nếu nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế không chứa lượng đáng kể các hợp chất hữu cơ khác với amin có công thức (I), pha dầu chủ yếu bao gồm amin hữu cơ có công thức (I). Nói cách khác, lượng amin hữu cơ có công thức (I) chiếm ít nhất 98% theo khối lượng, cụ thể là ít nhất 99% theo khối lượng, đặc

biệt là ít nhất 99,5% theo khối lượng, trên tổng khối lượng vật chất hữu cơ chứa trong nhũ tương.

Cụ thể, nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế không chứa nhiều hơn 0,02% theo khối lượng, cụ thể là không nhiều hơn 0,01% theo khối lượng, trên tổng khối lượng nhũ tương, axit cacboxylic, chẳng hạn như axit formic, axit axetic hoặc axit propionic. Cụ thể là, nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế không chứa nhiều hơn 0,02% theo khối lượng, cụ thể là không nhiều hơn 0,01% theo khối lượng, trên khối lượng tổng của nhũ tương, các chất hoạt động bề mặt thông thường, chẳng hạn như cồn béo alkoxyl hóa, amin béo alkoxyl hóa hoặc este của axit alkoxyl hóa. Cụ thể là, nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế không chứa nhiều hơn 0,05% amoniac theo khối lượng, cụ thể là không nhiều hơn 0,03% theo khối lượng, trên tổng khối lượng nhũ tương.

Cụ thể là, nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế không chứa nhiều hơn 0,1% theo khối lượng, cụ thể là không nhiều hơn 0,05% theo khối lượng, đặc biệt là không nhiều hơn 0,02% theo khối lượng hoặc 0,01% theo khối lượng, trên khối lượng tổng của nhũ tương, các tạp chất vô cơ, chẳng hạn như muối.

Theo sáng chế, lượng tương đối amin có công thức (I), trong đó n là 1 hoặc 2, so với tổng lượng amin có công thức (I) chứa trong nhũ tương theo sáng chế, chiếm ít nhất 90% theo khối lượng, cụ thể là ít nhất 95% theo khối lượng, có nghĩa là, lượng tương đối amin có công thức (I), trong đó n bằng 0 chiếm lớn nhất 10% theo khối lượng, cụ thể lớn nhất 5% theo khối lượng, trên tổng lượng amin có công thức (I) chứa trong nhũ tương theo sáng chế. Kết quả là, nồng độ amin có công thức (I), trong đó n bằng 0 nhỏ hơn 0,5% theo khối lượng, cụ thể là nhỏ hơn 0,3% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn 0,2% theo khối lượng, trên tổng khối lượng nhũ tương chứa nước theo sáng chế.

Trong nhũ tương theo sáng chế, amin có công thức (I), trong đó n bằng 1 hoặc 2, tốt hơn là đóng góp ít nhất 90% theo khối lượng, cụ thể là ít nhất 95% theo khối lượng, trên tổng lượng cacbon hữu cơ chứa trong nhũ tương.

Trong công thức (I), R^1 tốt hơn là nhóm hydrocarbon tuyến tính, tức là, nhóm hydrocarbon mạch thẳng có 12 - 22 nguyên tử cacbon, cụ thể là nhóm hydrocarbon no mạch thẳng có 12 - 22 nguyên tử cacbon hoặc nhóm hydrocarbon không no mạch

thẳng có 12 - 22 nguyên tử cacbon và 1, 2, 3 hoặc 4 liên kết đôi $C=C$, cụ thể là 1 hoặc 2 liên kết đôi $C=C$. Tốt hơn là, R^1 có 16 - 20 nguyên tử cacbon. Cụ thể là, R^1 là nhóm hydrocacbon mạch thẳng có 16 - 20 nguyên tử cacbon, đặc biệt là nhóm hydrocacbon no mạch thẳng có 16 - 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm hydrocacbon không no mạch thẳng có 16 to 20 nguyên tử cacbon và 1 hoặc 2 liên kết đôi $C=C$. Đặc biệt là, R^1 là nhóm hydrocacbon mạch thẳng có 18 nguyên tử cacbon, đặc biệt là nhóm hydrocacbon no mạch thẳng có 18 nguyên tử cacbon hoặc nhóm hydrocacbon không no mạch thẳng có 18 nguyên tử cacbon và 1 liên kết đôi $C=C$.

Ví dụ về nhóm R^1 bao gồm, nhưng không hạn chế ở lauryl (n-dodexyl), myristyl (n-tetradexyl), cetyl (n-hexadexyl), margaryl (n-heptadexyl), stearyl (n-octadexyl), arachidyl (n-eicosanyl), behenyl (n-docosenyl), palmitoleyl (9-hexadecen-1-yl), oleyl (9-hexadecen-1-yl), 11-octadecen-1-yl, 9,12-octadecadien-1-yl và 9,12,15-octadecatrien-1-yl và hỗn hợp của chúng, chẳng hạn như tallowalkyl (hỗn hợp alkyl mạch thẳng mà bao gồm chủ yếu là C16/C18 alkyl mạch thẳng), và cocoalkyl (hỗn hợp alkyl mạch thẳng, mà bao gồm chủ yếu là C12-C18-alkyl).

Trong công thức (I), C_2 - C_4 -alkandiyl được hiểu là bao gồm nhóm hydrocacbon no hóa trị hai có 2, 3 hoặc 4 nguyên tử cacbon, có mạch thẳng hoặc mạch có nhánh, mà tốt hơn là mạch thẳng. Do vậy, R^2 là etandiyl, propandiyl hoặc butandiyl. R^2 cụ thể là 1,2-etandiyl hoặc 1,3-propandiyl, và đặc biệt là 1,3-propandiyl.

Trong công thức (I), tốt hơn là, n bằng 1.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực luôn biết rằng pha dầu có thể chứa amin đơn có công thức (I) hoặc hỗn hợp các amin khác nhau có công thức (I), khác biệt tại ít nhất một trong các dấu hiệu sau:

- loại nhóm R^1
- loại nhóm R^2
- số n.

Cụ thể là, hỗn hợp này có thể chứa lượng nhỏ các amin có công thức (I), trong đó n bằng 0. Tuy nhiên, các hỗn hợp này có thể chứa hai hoặc nhiều amin khác nhau có công thức (I), mà chỉ khác nhau ở nhóm R^1 của chúng, tức là về số nguyên tử cacbon và/hoặc về mức độ không no.

Tốt hơn là, ít nhất 70% theo khối lượng, cụ thể là ít nhất 80% theo khối lượng và đặc biệt là ít nhất 90% theo khối lượng của amin có công thức (I) chứa nhóm hydrocacbon mạch thẳng R^1 có 16 - 20 nguyên tử cacbon, nhóm này là nhóm hydrocacbon no mạch thẳng hoặc nhóm hydrocacbon không no mạch thẳng có 1 hoặc 2 liên kết đôi $C=C$.

Đặc biệt, ít nhất 70% theo khối lượng, cụ thể là ít nhất 80% theo khối lượng và đặc biệt là ít nhất 90% theo khối lượng của amin có công thức (I) chứa nhóm hydrocacbon mạch thẳng R^1 có 18 nguyên tử cacbon, nhóm này là nhóm hydrocacbon no mạch thẳng hoặc nhóm hydrocacbon không no mạch thẳng có 1 liên kết đôi $C=C$.

Cụ thể, amin hữu cơ có công thức (I) bao gồm ít nhất 90% theo khối lượng, đặc biệt là ít nhất 95% theo khối lượng, trên tổng lượng amin hữu cơ có công thức (I) chứa trong nhũ tương, ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I), trong đó n bằng 1.

Theo một nhóm đặc biệt trong các phương án của sáng chế, amin hữu cơ có công thức (I) bao gồm ít nhất 90% theo khối lượng, đặc biệt ít nhất 95% theo khối lượng, trên tổng lượng amin hữu cơ có công thức (I) chứa trong nhũ tương, ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I), trong đó n bằng 1, R^2 là 1,3-propandiyl và trong đó R^1 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon, nhóm này là nhóm hydrocacbon no hoặc nhóm hydrocacbon không no có 1 liên kết đôi $C=C$.

Các ví dụ cụ thể về các amin có công thức (I), mà có ít nhất 90% theo khối lượng các amin có công thức (I) với n bằng 1 hoặc 2 là N-oleyl-1,3-diaminoetan, N-tallow-1,3-diaminopropan, 1-cocoalkyl-1,3-diaminopropan, stearyl-1,3-diamino-propan, tallowalkyl-1,3-diaminopropan, N-[3-(cocoalkylamino)propyl]propan-1,3-diamin (= cocoalkyldipropylentriamin), N-[3-(tallowalkylamino)propyl]propan-1,3-diamin (= tallowalkyldipropylentriamin), N-[3-[3-(cocoalkylamino)propylamino]propyl]-propan-1,3-diamin (= cocoalkyltripropylentetramin) và N-[3-[3-(tallowalkylamino)-propylamino]propyl]propan-1,3-diamin (= tallowalkyltripropylentetramin). Các amin thích hợp có công thức (I), mà bao gồm ít nhất 90% theo khối lượng của amin có công thức (I) với n bằng 1 hoặc 2 đều có sẵn trên thị trường, ví dụ, dòng sản phẩm Duomeen (nhãn hiệu đã đăng ký) của AkzoNobel, chẳng hạn như Duomeen T, Duomeen O và Duomeen C, dòng sản phẩm Triameen (nhãn hiệu đã đăng ký) của AkzoNobel, chẳng hạn như Triameen T và Triameen C, dòng sản phẩm Tetrameen (nhãn hiệu đã đăng

ký) của AkzoNobel, chẳng hạn như Tetrameen T, dòng sản phẩm Dinoram (nhãn hiệu đã đăng ký) của Archem, chẳng hạn như Dinoram O, và Inipol DS (nhãn hiệu đã đăng ký).

Nhũ tương theo sáng chế được điều chế bằng cách đồng nhất hỗn hợp các thành phần cấu thành của pha dầu, tức là, các amin thiết yếu có công thức (I) và nước bằng cách sử dụng thiết bị đồng nhất rôto-stato hoặc bằng cách sử dụng thiết bị đồng nhất áp suất cao.

Việc trộn và đồng nhất hỗn hợp có thể được thực hiện lần lượt hoặc kết hợp với nhau. Nói cách khác, hỗn hợp pha dầu và nước có thể được điều chế trong bước thứ nhất, sau đó là bước đồng nhất trong bước thứ hai tiếp theo. Cũng có thể thực hiện trộn các thành phần cấu thành của pha dầu với nước và đồng nhất kết hợp trong một bước duy nhất, tức là, thực hiện trộn và đồng nhất cùng lúc.

Ví dụ, một hỗn hợp pha dầu và nước có thể được điều chế bằng cách bổ sung các thành phần cấu thành của pha dầu vào nước trong khi khuấy để thu được tiền nhũ tương, sau đó đồng nhất. Trong trường hợp này, việc trộn thường được thực hiện trong khay trộn có khuấy, có ống xả, ống này nối với thiết bị đồng nhất, ở đó tiền nhũ tương được đồng nhất để thu được nhũ tương theo sáng chế. Theo phương án đặc biệt, nhũ tương lấy khỏi thiết bị đồng nhất được nạp trở lại khay trộn để cho phép tiến hành việc đưa tiền nhũ tương qua thiết bị đồng nhất cho đến khi nhũ tương có đặc tính P.1 và P.2 mong muốn. Sau đó, nhũ tương được lấy khỏi khay trộn và được đóng gói. Có thể thực hiện việc đưa tiền nhũ tương qua thiết bị đồng nhất một lần. Trong trường hợp này, nhũ tương lấy ra được đưa trực tiếp vào túi chứa.

Thông thường, việc trộn pha dầu và nước được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 5 đến 80°C, đặc biệt là trong khoảng từ 10 - 50°C. Thông thường, việc đồng nhất được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 5 - 80°C, đặc biệt là trong khoảng từ 10 - 50°C.

Lượng tương ứng của pha dầu và nước được chọn sao cho thu được nồng độ mong muốn của pha dầu trong nhũ tương. Nói cách khác, lượng tương ứng của pha dầu và nước theo khối lượng nằm trong khoảng từ 1 : 99 đến 5 : 95, cụ thể là nằm trong khoảng từ 1,5 : 98,5 đến 3 : 97.

Tốt hơn là, nước được sử dụng để điều chế nhũ tương không chứa lượng đáng kể các hợp phần hữu cơ. Cụ thể là nước không chứa nhiều hơn 0,1% theo khối lượng, cụ thể là thấp hơn 0,05% theo khối lượng vật liệu hữu cơ.

Cụ thể, nước khử ion được sử dụng để điều chế nhũ tương. Đặc biệt là, sử dụng nước có độ dẫn điện lớn nhất là $30\mu\text{S}/\text{cm}$ ở 20°C như đã xác định, ví dụ, bởi ASTM D1193 - 06(2011) hoặc ASTM D1125 - 14.

Theo phương án thứ nhất của quy trình theo sáng chế, sự đồng nhất được thực hiện bằng thiết bị đồng nhất rôto-stato. Các thiết bị đồng nhất loại rôto-stato đã được biết đến trong lĩnh vực và về nguyên tắc bao gồm tất cả các loại thiết bị trộn động học trong đó trong đó rôto đối xứng xoay tương tác với stato để tạo ra một hoặc nhiều vùng vận hành mà về cơ bản có khoảng trống hình khuyên. Trong các vùng vận hành, vật liệu cần đồng nhất phải chịu áp lực cắt mạnh, và mức độ nhiễu loạn cao thường chiếm ưu thế trong những khoảng trống hình khuyên này, và từ đó thúc đẩy quá trình đồng nhất. Các ví dụ về thiết bị đồng nhất có phần tử rôto-stato bao gồm, thiết bị phân tán vòng có răng, thiết bị trộn khoảng trống hình khuyên, thiết bị trộn keo. Ưu tiên là các thiết bị phân tán vòng có răng.

Thiết bị đồng nhất rôto-stato thường được vận hành ở tốc độ quay tương đối cao, thường từ 2000 – 20.000 vòng/phút để đạt được vận tốc ngoại vi cao và tốc độ cắt cao, do đó đưa hỗn hợp pha dầu và nước vào ứng suất cắt cao, từ đó tán nhỏ hiệu quả pha dầu và do đó nhũ tương hóa hiệu quả pha dầu trong pha nhũ tương có chứa nước. Thông thường, phần tử rôto-stato được vận hành ở vận tốc ngoại vi nằm trong khoảng 5 - 40m/s, cụ thể là trong khoảng 10 - 30m/s.

Các thiết bị đồng nhất rôto-stato được ưu tiên, trong đó các phần tử rôto-stato có bộ phận tạo ra lực xâm thực. Các bộ phận này có thể là các phần nhô được bố trí trên cạnh của rôto và/hoặc trên cạnh của stato, trong đó các phần này nhô vào vùng vận hành của phần tử và những bộ phận này có ít nhất một khoảng trong đó bộ phận bình thường có một phân đoạn tiếp tuyến, ví dụ là châu, bánh răng, hoặc dao hoặc vòng đồng trục với các khe được bố trí tỏa tròn. Tốt hơn là, trên một cạnh của rôto, phần tử rôto-stato có ít nhất một vòng răng được bố trí đối xứng xoay, và/hoặc ít nhất một vòng có các khe tỏa tròn (khe răng) được bố trí đối xứng xoay. Các máy móc thuộc loại này có thể được gọi là thiết bị phân tán vòng răng hoặc máy phân tán vòng răng.

Cụ thể là, trên mặt của rôto và cũng trên mặt của stato, thiết bị đồng nhất rôto-stato có ít nhất một vòng răng được bố trí đối xứng quay, và/hoặc ít nhất một vòng có khe tỏa tròn (khe răng), trong đó các vòng (có răng) trên mặt của rôto và trên mặt của stato được bố trí đồng trục và xen kẽ lẫn nhau để tạo thành khoảng cách hình khuyên.

Cụ thể là, thiết bị trộn rôto-stato là máy phân tán vòng răng có stato hình nón với một hốc hình nón cắt đồng tâm, và có một rôto hình nón đồng tâm tương tự, trong đó rôto nhô vào buồng vận hành hình nón cắt của stato sao cho tạo thành buồng vận hành hình khuyên, bánh răng nhô vào trong buồng vận hành này, trong đó răng nhô vào mặt của rôto và mặt của stato, và các răng lần lượt được bố trí dưới dạng một hoặc nhiều, ví dụ, 2, 3, hoặc 4 vòng răng đồng trục trên mặt của rôto và một hoặc nhiều, ví dụ, 1, 2, 3, hoặc 4 vòng răng đồng trục trên mặt của stato, sao cho các vòng răng xen kẽ lẫn nhau.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này đều biết đến các máy móc loại này, ví dụ trong công bố đơn sáng chế DE 10024813 A1 và US 2002/076639, và được cung cấp bởi, ví dụ Cavitron vom Hagen & Funke GmbH Verfahrenstechnik, Sprockhovel, Germany, bởi Wilhelm Siefer GmbH & Co. KG, Velbert, Germany; hoặc bởi Ytron Process Technology GmbH & Co. KG, Bad Endorf Germany.

Xung quanh rôto và stato thường là vỏ máy, có các cửa hút dùng cho hỗn hợp nước gồm pha dầu và nước, và cửa ra dùng cho nhũ tương. Có thể cấp pha dầu và nước qua các cửa vào riêng biệt và thực hiện trộn và đồng nhất kết hợp với nhau. Ví dụ, hỗn hợp pha dầu và nước, chứa lượng pha dầu mong muốn, được đưa vào thiết bị đồng nhất rôto-stato. Tuy nhiên, có thể sử dụng lượng nước lớn hơn và sau đó cô đặc nhũ tương thu được. Tương tự, cũng có thể bắt đầu bằng việc sản xuất nhũ tương cô đặc hơn và sau đó pha loãng nhũ tương này với nước.

Đặc tính P.1 và P.2 có thể được kiểm soát bằng cách thay đổi các điều kiện đồng nhất, trong trường hợp thiết bị đồng nhất rôto-stato thì thay đổi tốc độ vòng quay, hình dạng sắp xếp rôto-stato, nồng độ pha dầu trong nước và nhiệt độ nhũ tương hóa. Các thông số đồng nhất rôto-stato, cần để thu được đặc tính P.1 và P.2 mong muốn của nhũ tương có thể được xác định theo cách quen thuộc.

Theo phương án thứ hai của quy trình theo sáng chế, sự đồng nhất được tiến hành bởi thiết bị đồng nhất áp suất cao. Trong trường hợp này, trước tiên, có thể trộn nước

và pha dầu và sau đó đồng nhất với nhau. Có thể tiến hành trộn nước và pha dầu và đồng nhất đồng thời, bằng cách, ví dụ, cấp nước và pha dầu đồng thời vào thiết bị đồng nhất áp suất cao.

Thiết bị đồng nhất áp suất cao này thường bao gồm ít nhất một vòi phun đồng nhất, qua đó hỗn hợp cần đồng nhất bị ép dưới áp suất (áp suất nhũ hóa). Tốt hơn là, thiết bị đồng nhất áp suất cao có ít nhất một vòi đồng nhất/ thiết bị đồng nhất được chọn từ nhóm vòi phun phẳng, tấm đục lỗ, tấm có rãnh, vòi lệch và bộ phân tán phân lực, đặc biệt là từ nhóm tấm đục lỗ, tấm có rãnh và vòi lệch. Theo phương án cụ thể, ít nhất một vòi phun hai tia được sử dụng trong bước đồng nhất. Đặc biệt, vòi phun hai tia bao gồm một đĩa có hai lỗ khoan gắn theo góc cụ thể α so với bề mặt. Dịch lỏng chảy qua vòi phun và được chia thành tia chất lỏng, hợp lại với nhau ở phía sau đầu ra của lỗ khoan. Cụ thể hơn, sử dụng vòi phun hai tia có đường kính (đường kính lỗ) d nằm trong khoảng từ 50 - 700 μ m, tốt hơn là từ 50 - 100 μ m, và góc α nằm trong khoảng từ 10° - 60°, tốt hơn là từ 20° - 30°. Nếu thực hiện đồng nhất bằng thiết bị đồng nhất áp suất cao, áp suất nhũ hóa thường là từ 10 - 4000 bar, cụ thể là 40 - 2000 bar, đặc biệt là trong khoảng từ 60 - 1000 bar. Áp suất nhũ hóa đề cập độ chênh lệch áp suất trong vòi phun.

Đặc tính mong muốn P.1 và P.2 có thể được kiểm soát bằng cách thay đổi các điều kiện đồng nhất, trong trường hợp thiết bị đồng nhất áp suất cao thì thay đổi áp suất nhũ hóa, hình dạng của vòi phun hoặc các vòi phun, nồng độ của pha dầu trong nước và nhiệt độ nhũ hóa. Các thông số của đồng nhất áp suất cao cần để thu được đặc tính P.1 và P.2 mong muốn của nhũ tương có thể được xác định theo các cách quen thuộc.

Vì các lý do trên, nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế đặc biệt hữu ích để giảm hoặc hạn chế ăn mòn trong hệ thống dẫn nước, cụ thể là trong đường ống dẫn nước và đường ống dẫn hơi của thiết bị tạo hơi.

Khi đó, lượng nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước theo sáng chế có tác dụng chống ăn mòn được thêm vào hệ thống dẫn nước, tức là, vào nước chứa trong đường ống của hệ thống dẫn nước. Để đạt được khả năng chống ăn mòn, nhũ tương theo sáng chế thường được phân liều theo lượng sao cho nồng độ amin có công thức (I) trong nước chứa trong hệ thống dẫn nước nằm trong khoảng từ 0,05 – 10 ppm, theo

khối lượng. Nếu sử dụng nhũ tương theo sáng chế trong thiết bị tạo hơi nước, sẽ đạt được lượng có tác dụng chống ăn mòn nếu nồng độ amin có công thức (I) trong nước ngưng nằm trong khoảng từ 0,05 - 10ppm, theo khối lượng. Thông thường, nồng độ amin có công thức (I) có thể được theo dõi và liều lượng được điều chỉnh để duy trì nồng độ amin có công thức (I) mong muốn trong khoảng nêu trên. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này biết được rằng có thể thực hiện nạp và đo nồng độ tự động.

Để đạt được khả năng chống ăn mòn trong hệ thống dẫn nước, có thể sử dụng nhũ tương theo cách đã được mô tả trong các tài liệu tham khảo trích dẫn trong phần giới thiệu. Tổng quan, tham khảo Betova et al. Film-Forming Amines in Steam/Water Cycles, VTT Research Report: VTT-R-03234-14 (2014) và các tài liệu tham khảo trích dẫn ở đó, ngoài ra, tham khảo Hater et al. Film Forming Technology in Hydrocarbon Engineering, 2015 (9).

Ví dụ, nếu sử dụng nhũ tương theo sáng chế trong thiết bị tạo hơi, nhũ tương có thể được cấp trực tiếp vào nồi hơi, vào nước ngưng và/hoặc vào nước cấp cho nồi hơi, phương pháp sau cùng được đặc biệt ưu tiên.

Sáng chế được mô tả chi tiết thông qua các ví dụ sau.

Ví dụ thực hiện sáng chế

A: Phân tích:

1) Các phép đo hiển vi để xác định kích thước hạt:

Các phép đo được thực hiện bằng cách sử dụng kính hiển vi ánh sáng thông thường quan sát từ phía trên với độ phóng đại là 100.

Các mẫu nhũ tương tạo giọt treo ở 20°C trên một phiến kính hiển vi. Giọt treo có thể tích 10 μ l. Giọt treo này được phủ bằng kính phủ hiển vi có kích thước 18 * 18mm. Điều này có nghĩa là tổng diện tích mẫu là 324mm². Từ phần diện tích này, phân tích phần 0,19mm². Ước lượng bằng mắt đường kính trung bình của giọt nhìn thấy được trong nhũ tương, và đếm số hạt có kích thước nằm trong khoảng (1 - 11 μ m) đã chọn.

2) Chỉ số ổn định trong các thí nghiệm ly tâm ảnh:

Thiết bị sau đã được sử dụng:

Thiết bị ly tâm ảnh LUMiSizer^R có trên thị trường (Nhà cung cấp: LUM Gesellschaft für Labor-, Umweltdiagnostik & Medizintechnik m. b. H., Justus-von-Liebig-Strasse 3, 12489 Berlin, Germany).

Chỉ số không ổn định được tính toán bằng chương trình SEPView^R.

Chuyển 1,6ml mỗi mẫu bằng ống pipet chuyển (thể tích 1-5ml) vào cuvet làm bằng poly cacbonat với 1 diện tích cơ sở là 10*8mm. Độ dài đường quang là 10mm. Thiết bị LUMiSizer^R được thiết lập đến nhiệt độ mong muốn. Các kết quả ở 25°C được trình bày dưới đây. (Kết quả cho mẫu vật ở 5°C và ở 40°C cho thấy cùng xu hướng). Sau đó, mỗi cuvet được điều chỉnh trong thiết bị ly tâm. Tất cả các mẫu được đo ở 4000 vòng/phút tương ứng với gia tốc trọng trường là 2,23g cùng với sự truyền ánh sáng ở bước sóng 470nm. Chỉ số ánh sáng là 1. Trong 50 giây đầu tiên, thực hiện 10 phép đo. Trong 50 phút tiếp theo, thực hiện 300 phép đo (tất cả đều 10b giây).

Từ kết quả thu được, chỉ số không ổn định được tính toán sử dụng chương trình SEPView^R. Khoảng đo được điều chỉnh (ví dụ: các mẫu ở 25°C: khoảng đo 119,9 - 129,5mm dọc theo cuvet; đo từ vị trí mặt khum của chất lỏng trong cuvet). Chỉ số không ổn định được tính toán trong thời gian ly tâm là 390 giây.

3) Độ nhớt

Độ nhớt được xác định theo phương pháp Brookfield (DIN EN ISO 2555:2000-01) ở 20°C bằng thiết bị đo độ nhớt Brookfield Model RV, Seriennummer 99422 sử dụng trục quay 2 ở 100 vòng/phút.

B: Quy trình điều chế

Trong các thí nghiệm sau, sử dụng Duomeen^R O (Akzo Nobel) chứa 100% N-oleyl-1,3-propylen diamin (công thức (I) với $n = 1$, $R^1 = 1\text{-oleyl}$ và $R^2 = 1,3\text{-propandiy}$ l).

Sử dụng nước khử ion có độ dẫn điện $<20\mu\text{S/cm}$.

Khi điều chế các nhũ tương theo sáng chế, sử dụng thiết bị Ultraturrax T 25 (nhãn hiệu đã đăng ký) với thanh khuấy S25 18G (đường kính stato là 18mm; khoảng cách cắt là 0,25mm; đường kính rôto là 12,7mm) làm thiết bị đồng nhất rôto-stato.

1) Quy trình chung để điều chế nhũ tương theo sáng chế:

Nạp nước khử ion vào cốc thủy tinh 900ml. Thanh khuấy của thiết bị rôto-stato được nhúng trong nước và khởi động. Thiết bị đồng nhất được vận hành ở tốc độ 24000 vòng/phút, mà tương ứng với tốc độ ngoại vi của rôto là 15,9 m/giây. Sau đó bổ sung lượng amin đã định có công thức chung (I) trong một lần bằng pipet. Sau 30 giây, tắt thiết bị đồng nhất. Chuyển nhũ tương thu được vào chai borosilicat 100 ml. Bọt không được chuyển hoàn toàn.

Nhũ tương được điều chế theo quy trình này ổn định trong thời gian dài, có nghĩa là chúng vẫn ổn định và không cho thấy sự phân tách pha hoặc sự hình thành vết có thể nhận biết được sau thời gian bảo quản bốn tuần ở 20°C. Nhũ tương cũng cho thấy sự ổn định lâu dài ở 5°C và ở 40°C. Do đó, độ nhớt của nhũ tương thu được ở 20°C là thấp hơn 150mPas.

2) Quy trình chung để điều chế nhũ tương theo các quy trình đã biết trong lĩnh vực:

Lượng alkyl hoặc alkylen diamin hoặc triamin mong muốn có công thức chung (I) được trộn với nước khử ion trong cốc thủy tinh 100ml bằng thanh khuấy từ tính (6 x 20mm) trên thiết bị khuấy từ tính ở nhiệt độ phòng. Thời gian trộn có thể biến thiên từ 1 phút đến 1 giờ và tốc độ khuấy là 1200 vòng/phút.

Nhũ tương được điều chế theo quy trình này không ổn định và bị chia tách trong vòng 48h.

C: Kết quả:

Ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1: Nồng độ N-oleyl-1,3-propylen diamin = 1% theo khối lượng.

Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế cho thấy 177 hạt có kích thước trung bình nằm giữa 1 và 11µm. Nhũ tương thu được theo quy trình so sánh cho thấy chỉ có 2 hạt như trên.

Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế có chỉ số ổn định là 0,021, trong khi nhũ tương thu được theo quy trình so sánh có chỉ số ổn định là 0,036.

Ví dụ 2 và ví dụ so sánh 2: Nồng độ N-oleyl-1,3-propylen diamin = 2% theo khối lượng.

Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế cho thấy 192 hạt có kích thước trung bình nằm giữa 1 - 11 μ m, trong khi nhũ tương thu được theo quy trình so sánh cho thấy 10 hạt này.

Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế có chỉ số ổn định là 0,017, trong khi nhũ tương thu được theo quy trình so sánh có chỉ số ổn định là 0,066.

Ví dụ 3 và ví dụ so sánh 3: Nồng độ của N-oleyl-1,3-propylen diamin = 3% theo khối lượng.

Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế cho thấy 162 hạt có đường kính trung bình nằm giữa 1 - 11 μ m, trong khi nhũ tương thu được theo quy trình so sánh cho thấy chỉ có 18 hạt này.

Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế có chỉ số ổn định là 0,018, trong khi nhũ tương thu được theo quy trình so sánh có chỉ số ổn định là 0,365.

Ví dụ 4 và ví dụ so sánh 4: Nồng độ N-oleyl-1,3-propylen diamin = 4% theo khối lượng.

Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế cho thấy 78 hạt có đường kính nằm giữa 1 và 11 μ m, trong khi nhũ tương thu được theo quy trình so sánh cho thấy 3 hạt như trên.

Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế có chỉ số ổn định là 0,002, trong khi nhũ tương thu được theo quy trình so sánh có chỉ số ổn định là 0,171.

Ví dụ 5 và ví dụ so sánh 5: Nồng độ N-oleyl-1,3-propylen diamin = 5% theo khối lượng.

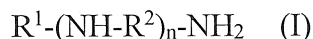
Nhũ tương thu được theo quy trình của sáng chế có chỉ số không ổn định dưới 0,001, trong khi nhũ tương thu được theo quy trình so sánh có chỉ số không ổn định là 0,268.

Sáng chế này dựa trên đơn đăng ký sáng chế châu Âu số 16175712.5 nộp ngày 22/06/2016, mà được kết hợp vào đây bằng cách tham khảo nguyên vẹn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước chứa:

a) 1 đến 5% theo khối lượng, trên tổng khối lượng nhũ tương, pha dầu bao gồm ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I)



trong đó

n là 0, 1 hoặc 2

R^1 là nhóm hydrocacbon không vòng, mạch thẳng hoặc mạch có nhánh có 12 đến 22 nguyên tử cacbon;

R^2 là C_2 - C_4 -alkandiyl;

b) và nước,

trong đó nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước không chứa nhiều hơn 2% theo khối lượng các thành phần hữu cơ khác với các amin có công thức (I), trên tổng lượng các hợp phần hữu cơ chứa trong nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước, và trong đó amin hữu cơ có công thức (I) bao gồm ít nhất là 90% theo khối lượng, trên tổng lượng amin hữu cơ có công thức (I) chứa trong nhũ tương chứa nước dạng dầu trong nước, amin hữu cơ có công thức (I) với n là 1 hoặc 2,

trong đó nhũ tương có chứa nước có ít nhất một trong các đặc tính sau:

P.1: đường kính hạt trung bình của các giọt pha dầu, như được xác định bằng kính hiển vi quang học của ít nhất 50 giọt nằm trong khoảng từ 1 đến 11 μm ,

P.2: chỉ số không ổn định được xác định bởi tỷ số giữa độ lắng quan sát được so với độ lắng lớn nhất, như được xác định bằng cách ly tâm trong 390 giây ở gia tốc trọng trường của 2,23g và nhiệt độ 25°C nhiều nhất là 0,025.

2. Nhũ tương theo điểm 1, trong đó R^1 trong công thức (I) có 16 đến 20 nguyên tử cacbon.

3. Nhũ tương theo điểm bất kỳ trong số các điểm đã nêu, trong đó R^1 trong công thức (I) là nhóm hydrocacbon no mạch thẳng hoặc nhóm hydrocacbon không no mạch thẳng có 1, 2 hoặc 3 liên kết đôi $C=C$.

4. Nhũ tương theo điểm bất kỳ trong số các điểm đã nêu, trong đó ít nhất 70% theo khối lượng của amin có công thức (I) bao gồm nhóm hydrocacbon R^1 có 18 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocacbon này là nhóm hydrocacbon no mạch thẳng hoặc nhóm hydrocacbon không no mạch thẳng có 1 liên kết đôi $C=C$.

5. Nhũ tương theo điểm bất kỳ trong số các điểm đã nêu, trong đó amin hữu cơ có công thức (I) bao gồm ít nhất là 90% amin hữu cơ có công thức (I), trong đó n bằng 1.

6. Nhũ tương theo điểm bất kỳ trong số các điểm đã nêu, trong đó R^2 trong công thức (I) là propan-1,3-diyl.

7. Nhũ tương theo điểm bất kỳ trong số các điểm đã nêu, trong đó amin có công thức (I), trong đó n bằng 1 hoặc 2, đóng góp ít nhất là 90% theo khối lượng vào tổng lượng cacbon hữu cơ chứa trong nhũ tương.

8. Nhũ tương theo điểm bất kỳ trong số các điểm đã nêu có độ pH xác định ở 20°C nằm trong khoảng từ 10,0 đến 12,0.

9. Quy trình điều chế nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm đã nêu, trong đó quy trình này bao gồm các bước sau:

i) tạo ra hỗn hợp gồm amin hữu cơ có công thức (I) và nước, trong đó amin hữu cơ có công thức (I) bao gồm ít nhất 90% theo khối lượng, trên tổng lượng amin hữu cơ có công thức (I), amin hữu cơ có công thức (I) với n bằng 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa amin hữu cơ có công thức (I) và nước nằm trong khoảng từ 1 : 99 đến 5 : 95;

ii) đồng nhất hỗn hợp bằng cách sử dụng thiết bị đồng nhất rôto-stato hoặc bằng cách sử dụng thiết bị đồng nhất áp suất cao,

trong đó bước i) và ii) có thể được thực hiện lần lượt hoặc cùng nhau.

10. Quy trình theo điểm 9, trong đó nước được sử dụng để tạo ra hỗn hợp pha dầu và nước có độ dẫn điện lớn nhất là $30\mu\text{S}/\text{cm}$.
11. Quy trình theo điểm 10, trong đó thiết bị đồng nhất là rôto của thiết bị đồng nhất rôto-stato, được vận hành với tốc độ ngoại vi 5 đến 40m/s .
12. Nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước, trong đó nhũ tương này có thể thu được bằng quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 9 đến 11.
13. Phương pháp chống ăn mòn trong hệ thống dẫn nước, trong đó phương pháp này bao gồm bổ sung lượng có tác dụng chống ăn mòn của nhũ tương có chứa nước dạng dầu trong nước như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8 hoặc 12 vào hệ thống dẫn nước.
14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó hệ thống dẫn nước được chọn từ đường ống dẫn nước và đường ống dẫn hơi của thiết bị tạo hơi.