



(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)



1-0035323

(51)⁷ C09B 67/40

(13) B

(21) 1-2014-02658

(22) 01/06/2005

(62) 1-2006-01974

(86) PCT/US2005/019198 01/06/2005

(87) WO 2005/117555 A2 15/12/2005

(30) 60/575,393 01/06/2004 US

(45) 25/04/2023 421

(43) 27/10/2014 319A

(73) UNITED COLOR MANUFACTURING, INC. (US)

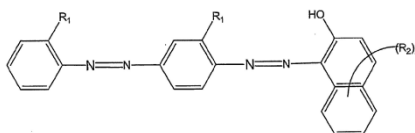
660 Newton-Yardley Road, Suite 205 Newton, PA 18940, United States of America

(72) SMITH, Michael, J. (US).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) CHẾ PHẨM LÔNG ĐẶC CHỨA THUỐC NHUỘM

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm lông đặc chứa thành phần thuốc nhuộm bao gồm chất màu có công thức:



trong đó, thành phần thuốc nhuộm này được hoà tan trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo.

Lĩnh vực kỹ thuật của được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm lỏng đặc chứa thành phần thuốc nhuộm được hoà tan trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết rằng, các thuốc nhuộm màu đỏ hoà tan trong hydrocacbon đã được sử dụng nhằm nhiều mục đích, cụ thể là để làm các nhiên liệu dầu mỏ có màu. Ví dụ, sau khi Thomas Midgeley làm việc ở Công ty General Motors Corporation phát hiện ra tác nhân chống nổ cho xăng là tetraetyl chì vào năm 1921, thì tác nhân này nhanh chóng được đưa vào làm chất phụ gia cho các động cơ dùng xăng làm nhiên liệu. Một trong số các hậu quả của việc này là sự xuất hiện rất nhiều vụ ngộ độc chì, trong số đó có một số vụ đã gây tử vong. Sự việc này khiến Bộ Y tế Hoa Kỳ phải ra chỉ thị cần phải nhuộm đỏ tất cả các loại xăng có chì, là dấu hiệu về sự nguy hiểm, để cảnh báo công chúng rộng rãi về độc tính cao của xăng, mà trước đó xăng này đã được sử dụng nhằm nhiều mục đích khác nhau, gây ra sự phơi nhiễm cho người, như sử dụng làm phương tiện làm sạch và pha sơn, làm chế phẩm lỏng lau chùi khô, để thắp sáng hoặc sưởi ấm trong nhà, mà trường hợp này thì xăng được đốt cháy trong các đèn được thiết kế một cách đặc biệt, nhưng thường là không có lỗ thông hơi.

Trong khi việc kinh doanh xăng pha chì đã giảm, hoặc thậm chí đã loại bỏ hoàn toàn ở Hoa Kỳ, nhưng gần đây lại phát sinh nhu cầu thuốc nhuộm màu đỏ dùng cho nhiên liệu. Dầu nhiên liệu số 2 được bán dưới nhiều nhãn hiệu, có thể chia làm hai nhóm chính. Nhóm thứ nhất là nhiên liệu dùng cho các phương tiện giao thông đường bộ có động cơ diesel, việc sử dụng nhiên liệu nhóm này bị đánh thuế nhiên liệu ở các nước công nghiệp phát triển nhất. Ứng dụng chính khác của dầu nhiên liệu số 2 là dùng làm đèn sưởi ấm trong nhà, mà thường không bị đánh thuế. Các ứng dụng khác được miễn thuế là sử dụng trong nông nghiệp, trong các động cơ tĩnh và làm nhiên liệu cho đầu máy xe lửa. Nhờ tính phổ biến của các phương tiện giao thông chạy diesel gia tăng, nên tất nhiên có nhiều người vì lợi nhuận đã sử dụng nhiên liệu không bị đánh thuế thay cho nhiên liệu diesel bị đánh thuế để chạy xe cộ của họ, đặc biệt là để chạy cả đoàn xe, là trường hợp mà có thể tiết kiệm được lượng tiền lớn bằng cách

tránh bị đánh thuế. Vào năm 1993, đã có quyết định đối với việc nhuộm màu nhiên liệu không dùng cho phương tiện giao thông tương ứng không bị đánh thuế để nhiên liệu này có màu đỏ dễ nhận biết.

Đối với hầu hết những năm thực hiện việc nhuộm màu xăng pha chì, thì thuốc nhuộm màu đỏ chủ yếu đã được sử dụng là hợp chất mà ngày nay được xác định bằng số theo Chỉ số màu ký hiệu theo C.I là GI. Solvent Red 24. Đây là một thuốc nhuộm màu dạng bột khô, đã được phát hiện vào thế kỷ 19, có khả năng hòa tan trực tiếp hạn chế trong các xăng chứa hydrocacbon thơm và hầu như không có khả năng hòa tan trực tiếp trong các nhiên liệu chủ yếu chứa hydrocacbon béo, như diesel hoặc dầu đun sưởi ấm trong nhà.

Vấn đề về độ hòa tan này được giải quyết theo hai cách; thứ nhất là bằng cách pha chế các dung dịch chứa 10 đến 15% thuốc nhuộm, như dung môi đỏ 24, trong một hỗn hợp gồm các alkylphenol, các alkyl phenol làm tăng đáng kể độ hòa tan của các thuốc nhuộm này. Các thành phần pha chế này thường được phối trộn vào một hydrocacbon thơm để làm giảm độ nhớt của các thành phần đó. Các ví dụ về công nghệ này được nêu trong patent Hoa Kỳ số US 3494714 của Litke và các đồng tác giả và trong patent Canada 772062 của Elston, mà các tài liệu đó được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn. Công nghệ này bị giới hạn về quy mô do nồng độ của thuốc nhuộm tương đối thấp và do sức chống chịu hạn chế của các thành phần pha chế đối với sự kết tinh trong thời tiết mùa đông khắc nghiệt và trong quá trình cất giữ lâu dài.

Vào năm 1972, công nghệ này đã được cải tiến nhờ các phát hiện của Richard B. Orelup, nêu trong các patent Hoa Kỳ số 3690809 và 3704106, mà các tài liệu đó được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn. Bằng cách liên kết cộng hoá trị các nhóm alkyl được chọn lọc vào phần thân phân tử của dung môi đỏ 24 theo GI., tác giả sáng chế đã có thể tạo được các dung dịch chứa thuốc nhuộm này trong hydrocacbon thơm, ổn định lâu dài trong tiết trời đông giá và trong quá trình cất giữ; các dung dịch này, ít nhất, chứa lượng thuốc nhuộm tương đương với dung dịch 13549 chứa 40% dung môi đỏ theo C.I. Solvent Red 24. Thành công chính về mặt thương mại của Orelup là thuốc nhuộm này được biết đến với tên là dung môi đỏ 164 theo GI.

Bởi vì công nghệ của chính các thuốc nhuộm đã có tiên bộ, nên công nghệ đưa thuốc nhuộm vào nhiên liệu cũng đã có sự tiên bộ. Trước đây, việc đưa thuốc nhuộm

vào nhiên liệu được thực hiện về cơ bản là thủ công cho tới khi màu của nhiên liệu "trông vừa mắt", thì ngày nay việc đưa thuốc nhuộm vào nhiên liệu được thực hiện bằng cách bơm nhiên liệu được chế tạo bằng kỹ thuật chính xác, đắt tiền; các bơm này bơm một cách đều đặn thuốc nhuộm vào dòng nhiên liệu thường chảy ra rất nhanh. Các thông số kỹ thuật khác nhau về nồng độ của thuốc nhuộm được pha vào nhiên liệu và dung sai của các thông số đó do nhà nước quy định đòi hỏi phải có độ chính xác như vậy. Các bơm này cũng được sử dụng để bơm các chất phụ gia khác vào nhiên liệu, các chất phụ gia này thường được cung ứng trong một số dung môi béo hoặc vòng béo, ví dụ, nhưng không chỉ giới hạn ở, dầu hoả.

Một trở ngại đáng kể đã xuất hiện đối với xylen hoặc các dạng dung môi hydrocacbon thơm đã biết khác để pha dung môi đồ 164 theo C.I là, tốc độ ăn mòn của các bộ phận chuyển động trong bơm tiếp xúc với dung dịch thuốc nhuộm này cao hơn nhiều so với sự ăn mòn do các chất phụ gia được pha trong dầu hoả hoặc do các chất phụ gia pha trong hydrocacbon béo hoặc trong hydrocacbon vòng béo gây ra. Điều đó thực sự làm giảm tuổi thọ làm việc của các bơm này và đòi hỏi phải có các biện pháp bảo dưỡng đắt tiền và thường xuyên hơn.

Giải pháp cho vấn đề này là thay thế xylen dùng trong thành phần dung môi đồ 164 theo C.I bằng hydrocacbon béo, ví dụ, bằng, nhưng không chỉ giới hạn ở, dầu hoả. Điều đáng tiếc là hỗn hợp này rất không ổn định và sẽ nhanh chóng kết tinh ngay cả ở nhiệt độ môi trường. Giải pháp không đầy đủ cho vấn đề này là pha loãng thuốc nhuộm được pha trong xylen có nồng độ đúng theo tiêu chuẩn xuống còn bằng một nửa nồng độ đó bằng cách phối trộn với một lượng bằng lượng dầu hoả. Mặc dù quả thực cách phối trộn đó làm giảm được sự ăn mòn của bơm, song nếu vượt ra ngoài vùng có khí hậu ôn hoà hơn thì độ ổn định của hỗn hợp này chống lại sự kết tinh là không chắc chắn.

Vì dung môi đồ 164 theo C.I chỉ hoà tan trong các hydrocacbon thơm nên tin rằng tất cả các thành phần tương tự cũng đều không dễ hoà tan trong hydrocacbon béo và hydrocacbon vòng béo. Ví dụ, các hợp chất nêu trong patent Hoa Kỳ số 5676708 là các thuốc nhuộm không gây đột biến, có các cấu trúc tương tự như dung môi đồ 164 theo GI. Các thuốc nhuộm nêu trong các patent nêu trên có khả năng hoà tan trong rất nhiều dung môi, bao gồm rất nhiều hydrocacbon thơm được liệt kê một cách cụ thể.

Rất nhiều thuốc nhuộm nêu trong patent nêu trên, bao gồm thuốc nhuộm là dẫn xuất của *x-tert-butyl-2-naphtol* nêu trong ví dụ 5 của patent số 5676708, không hoà tan trong các hydrocacbon béo và không tạo ra được các chế phẩm lỏng đặc ổn định. Đã có thời kỳ không có đề xuất và động lực nào thúc đẩy việc thử nghiệm về khả năng hoà tan trong các hydrocacbon béo của tất cả các hợp chất được yêu cầu bảo hộ trong patent Hoa Kỳ số 5676708 vì đã vấp phải vấn đề về khả năng hoà tan đối với các thuốc nhuộm tương tự như dung môi đỏ 164 theo GI. Do rất nhiều hợp chất nêu trong patent đó không hoà tan trong hydrocacbon béo và hydrocacbon vòng béo, nên cần phải tiến hành quá nhiều thử nghiệm để xác định xem hỗn hợp nào trong số các hỗn hợp đó sẽ hoà tan trong hydrocacbon béo và hydrocacbon vòng béo. Vì vậy, có lợi nếu theo một phương án của sáng chế đề xuất chế phẩm màu hoà tan trong hydrocacbon béo và hydrocacbon vòng béo.

Một ứng dụng khác của các thuốc nhuộm màu đỏ hoà tan trong hydrocacbon béo và hydrocacbon vòng béo là trong lĩnh vực in phun công nghiệp bằng thuốc nhuộm hoà tan trong dung môi, hiện đại hơn. Cũng như đối với các nhiên liệu dầu mỏ, yêu cầu đối với các thuốc nhuộm là khả năng chịu kết tinh cao đáng kể dung môi mang, để ngăn ngừa sự tắc các đầu phun mực, mà có thể là cần thiết để in ra được 1.000 trang in trở lên trong mỗi phút mà không xảy ra hỏng hóc. Các thuốc nhuộm này cũng phải hoàn toàn chịu nước, vì chúng có thể được sử dụng để in nhãn mác lên các bao bì đựng hàng hoá, mà có thể hút nước trong điều kiện thời tiết bất lợi hoặc trong trường hợp khác có thể bị tiếp xúc với nước.

Vì vậy, điều cần thiết là có thuốc nhuộm màu đỏ hoà tan trong các hydrocacbon béo. Cụ thể là, cần phải có thuốc nhuộm màu đỏ hoà tan trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo để thay thế cho các thuốc nhuộm màu đỏ hoà tan trong dung môi hydrocacbon pha trong xylen và hydrocacbon thơm.

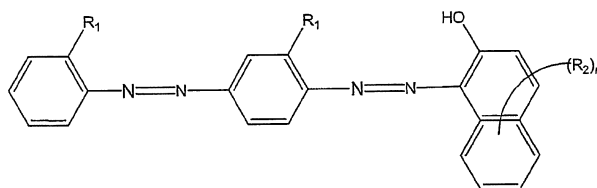
Vì vậy, có lợi nếu theo một số, nhưng tất cả các phương án, sáng chế đề xuất thuốc nhuộm hoàn toàn mới, hoà tan trong các hydrocacbon béo, mà thuốc nhuộm này được nêu một cách khái quát kể trong phần Bản chất kỹ thuật của sáng chế dưới đây, cũng như được nêu một cách đầy đủ hơn trong phần Mô tả chi tiết sáng chế.

Các ưu điểm khác của sáng chế theo các phương án khác nhau được nêu thêm, một phần trong phần mô tả sáng chế dưới đây, và một phần người có hiểu biết trung

bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ thấy được từ phần mô tả sáng chế và/hoặc từ việc thực hiện sáng chế.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm lỏng đặc ổn định bao gồm chất màu chứa thành phần thuốc nhuộm có công thức sau đây hoà tan trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo:



trong đó R_1 là nhóm ethyl hoặc isopropyl, và R_2 là nhóm alkyl chứa từ 6 đến 12 nguyên tử cacbon và n là số nguyên = 1, 2 hoặc 3.

Mô tả chi tiết sáng chế

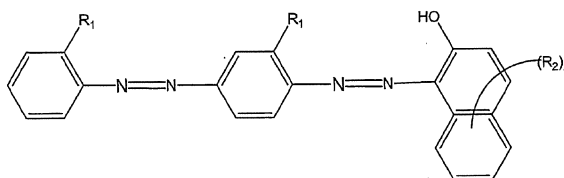
Đáp ứng với các yêu cầu nêu trên, tác giả sáng chế đề xuất chế phẩm lỏng đặc ổn định chứa thuốc nhuộm hoà tan trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo mang tính chất sáng tạo. Cần phải hiểu rằng, cả phần mô tả khái quát nêu trên và phần mô tả chi tiết dưới đây đều chỉ là mang tính minh họa và giải thích, và như thấy trong yêu cầu bảo hộ, các phần nêu trên không làm giới hạn sáng chế.

Bây giờ các phương án của sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết.

Một số thuốc nhuộm được Smith đề cập đến trong patent Hoa Kỳ số 5676708 mà được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn, là các thuốc nhuộm không gây đột biến thay thế cho dung môi đỏ 164 theo C.I và khác với dung môi đỏ 164 này do sự có mặt thêm từ 2 đến 6 nhóm metylen nữa; các thuốc nhuộm này có tính chất không ngờ và không được đoán trước là, chúng tạo ra các dung dịch ổn định, không bị kết tinh, trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo, ví dụ, nhưng không chỉ giới hạn ở, dầu hỏa, dầu diesel, xăng trắng, hexan v.v., nhờ vậy chúng có khả năng đáp ứng đầy đủ nhu cầu mong muốn nêu trên của nhà sản xuất tinh chế nhiên liệu, và của các nhà quản lý công đoạn cuối chế biến nhiên liệu đối với chế phẩm đặc chứa thuốc nhuộm hoàn toàn không chứa các dung môi hydrocacbon thơm. Chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm hoà tan trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo, ví dụ,

nhưng không chỉ giới hạn ở, dầu hoả, cũng còn có các ưu điểm khác nữa so với chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm chứa xylen, đó là do nó có áp suất hơi thấp hơn nhiều. Các ưu điểm này cũng bao gồm điểm bốc cháy cao của chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm hoà tan trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo, 150°F (65°C), so với điểm bốc cháy của chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm pha trong xylen, 83°F (28°C), khiến cho chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm pha trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo khó bị bốc cháy hơn; ngoài ra, áp suất hơi thấp hơn của dung môi vốn kém độc hơn trong chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm pha trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo còn làm giảm sự phơi nhiễm nguy hiểm đối với con người. Ưu điểm thương mại của thuốc nhuộm pha trong hydrocacbon béo, ví dụ, nhưng không chỉ giới hạn ở, dầu hoả, là: do mức độ nguy hiểm của hydrocacbon béo thấp hơn nên giá thành chuyên chở bằng tàu thủy các chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm này thấp hơn đáng kể so với chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm tương ứng pha trong xylen.

Chế phẩm lỏng đặc ổn định theo sáng chế chứa thành phần thuốc nhuộm có công thức I:



trong đó R_1 là nhóm etyl hoặc isopropyl, và R_2 là nhóm alkyl chứa 6 đến 12 nguyên tử cacbon và n là số nguyên = 1, 2 hoặc 3.

Thuốc nhuộm này hoà tan cả trong hydrocacbon béo lẫn trong hydrocacbon vòng béo, ví dụ, nhưng không chỉ giới hạn ở, dầu hoả hoặc parafin, dầu diesel, xăng trắng, hexan, pentan, cũng như các hydrocacbon có mạch cacbon phân nhánh và không phân nhánh chứa 25 đến 40 nguyên tử cacbon.

Sáng chế đề xuất chế phẩm lỏng đặc ổn định chứa thuốc nhuộm với lượng đủ để tạo ra lượng chất màu tương đương với ít nhất dung dịch chứa dung môi đỏ 24, 25 hoặc 26 với lượng 40% theo tính toán của GI. Chế phẩm lỏng đặc ổn định này sẽ chứa đủ lượng thuốc nhuộm có công thức (I) để cho dung dịch chứa dung môi đỏ 24, 25 hoặc 26 ít nhất với lượng 40% theo tính toán của GI, lượng còn lại của dung dịch chứa

hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo, hoặc chứa hỗn hợp của các hydrocacbon này.

Trái với các ứng dụng nhuộm màu nhiên liệu, một thực tế là các thuốc nhuộm này tạo ra các chế phẩm lỏng đặc ổn định trong các hydrocacbon béo có nhiệt độ sôi thấp, như n-hexan, mở ra cơ hội có một không hai cho các thuốc nhuộm này để được sử dụng trong mực in phun công nghiệp pha trong dung môi. Các máy in phun sử dụng trong các văn phòng nhỏ và các ứng dụng soạn thảo văn bản tại nhà luôn luôn sử dụng các mực pha trong nước, mực này khô tương đối chậm và thường không chịu nước nếu bị tiếp xúc với nước sau đó. Trái lại, các máy in phun công nghiệp, là các máy có thể in hàng nghìn bản in mỗi phút, lại thường sử dụng các mực khô nhanh và chịu nước, pha trong các dung môi dễ bay hơi như metanol, etanol, axeton và butanon, mà tất cả các dung môi này đều có vấn đề về độc tính. Các hydrocacbon béo có độc tính thấp là một lựa chọn hấp dẫn, trừ một nhược điểm là cho tới nay, chưa có thuốc nhuộm nào có độ hòa tan đạt yêu cầu trong các dung môi này mà lại tránh được sự kết tinh sau đó. Nếu sự kết tinh sau đó của thuốc nhuộm xảy ra, thì các đầu phun rất nhỏ, mà qua đó mực được phun lên nền in, có thể sẽ bị tắc, dẫn tới việc máy in phải ngừng làm việc một thời gian, gây tốn kém. Ưu thế khác nữa của các thuốc nhuộm này trong việc in phun bằng mực pha trong dung môi là, chúng hoàn toàn không thấm nước nên không bị mất đi bởi nước. Thế nhưng, nếu các thuốc nhuộm này được sử dụng cho các bề mặt in rất dễ trở nên dẻo bởi nhiệt, thì chúng sẽ khuếch tán chút ít vào các bề mặt đó, tạo ra các nét in ổn định lâu dài mà không thể xóa được.

Một ứng dụng khác nữa của các thuốc nhuộm hòa tan trong các hydrocacbon béo dễ bay hơi là trong lĩnh vực bút đánh dấu bền lâu. Cho tới cách đây khoảng 20 năm về trước, hầu hết các bút này đều chứa thuốc nhuộm hoà tan trong dung môi hydrocacbon thơm, thông thường là xylen và/hoặc toluen. Màng mực của các mực này khô nhanh, ngay cả trên nền viết không xốp. Do các vấn đề về độc tính tập trung vào các hydrocacbon thơm, đặc biệt là khi các bút này được sử dụng trong một không gian hạn hẹp, nên kiểu bút này đã dần dần bị lãng quên và nói chung là được thay thế bằng bút sử dụng n-propanol. Một trong các nhược điểm của bút này là, khi màng mực đang khô, thì nó có khuynh hướng hút một lượng nước nhất định từ không khí, làm cho mực khô hoàn toàn để đạt đến trạng thái không dính xảy ra rất chậm. Dung môi lý tưởng

thay thế cho các hydrocacbon thơm chắc chắn là hydrocacbon béo có độ dễ bay tương đương. Tuy nhiên, vào thời gian đó vẫn không có thuốc nhuộm nào hòa tan được hoàn toàn trong loại dung môi này. Thực tế là, các thuốc nhuộm theo sáng chế hoà tan hoàn toàn và ổn định trong hydrocacbon béo hoặc hydrocacbon vòng béo, cho thấy rằng, ngày nay công nghệ này đã được mở ra cơ hội phát triển. Cũng như với trường hợp mực in phun nêu trên, các thuốc nhuộm màu đỏ này thâm nhập ở một mức độ nhất định vào các nền in không xốp như các túi polyetylen, là ưu điểm khác nữa của mực do tác giả sáng chế đề xuất, là ưu điểm không có đối với các mực pha trong propanol.

Một ứng dụng khác nữa của hệ thuốc nhuộm do tác giả sáng chế đề xuất là trong việc nhuộm màu gỗ. Dung dịch trong hydrocacbon của các thuốc nhuộm sẽ nhanh chóng xâm nhập vào gỗ mà không làm cho các thớ gỗ bị phồng lên. Gỗ đã được nhuộm màu này sau đó có thể được gia công tinh, tạo các lớp bảo vệ bằng nhựa acrylic hoặc polyuretan hoà tan trong nước mà không xảy ra sự thôi màu không mong muốn của thuốc nhuộm vào lớp phủ đó; sự thôi màu này có thể thường xảy ra đối với các hệ thuốc nhuộm khác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau dùng để minh hoạ sáng chế, mà không nhằm giới hạn phạm vi bảo hộ của nó:

Ví dụ 1

500 gam hỗn hợp chứa dung môi đỏ 164 theo GI (ví dụ, nhưng không chỉ giới hạn ở, sản phẩm mang nhãn hiệu Unisol® Liquid Red B) được cân và được nạp vào bình thủy tinh dung tích 1 lít đang được khuấy và làm nóng, thích hợp để chưng cất trong chân không. Lượng chất có mặt trong bình này được đặt vào trạng thái chân không thích hợp và được làm nóng đến nhiệt độ 100°C cho tới khi không còn chất được chưng cất ra khỏi bình này; thực tế là, hầu hết xylen bị chưng cất ra ở nhiệt độ khoảng 60°C. Khi việc loại bỏ dung môi đã hoàn tất, thì việc tạo chân không được kết thúc, và dừng việc cấp nhiệt; lượng chất có mặt bình được đưa trở về khối lượng 500g bằng cách thêm dầu hỏa cho đủ 500g. Sau khi làm nguội xuống nhiệt độ môi trường, sáu phần thuốc nhuộm, mỗi phần 80 gam, được cân và nạp vào các bình thủy tinh trong suốt. Cứ hai bình một trong số các bình này được bảo quản ở nhiệt độ môi

trường ($20-22^{\circ}\text{C}$), ở nhiệt độ -10°C , mô phỏng điều kiện mùa đông không lạnh lắm, và ở nhiệt độ -40°C , mô phỏng việc bảo quản trong điều kiện mùa đông khắc nghiệt. Sau 24 giờ, các mẫu thuốc nhuộm này được thu gom và xem xét. Ngay cả các mẫu được bảo quản ở nhiệt độ môi trường cũng bị kết tinh nhiều, còn các mẫu lấy ra từ hai tủ lạnh thì là chất rắn đông cứng và không cải thiện đáng kể sau khi đã được làm ấm lên đến nhiệt độ trong phòng; từ quan sát này, tác giả sáng chế rút ra kết luận là dung môi đỏ 164 theo C.I không ổn định dưới dạng chế phẩm lỏng đặc trong dầu hoả. Kết quả thu được là tương tự, hoặc thậm chí còn tồi tệ hơn, khi thực hiện lặp lại thử nghiệm này với các mẫu thuốc nhuộm tương đương với dung môi đỏ 164 theo C.I.

Ví dụ 2

22,5 gam 2,2'-đimetylamino-azobenzen được tạo thành huyền phù đặc với 200ml nước ở nhiệt độ 45°C . Sau đó, 30 gam dung dịch axit clohydric 32% được nhỏ giọt vào huyền phù đặc được khuấy kỹ của bazơ amin đó; sau một thời gian ngắn, bazơ này chuyển thành hệ phân tán có màu đỏ của muối hydroclorua của nó. Nước đã được bổ sung vào hệ phân tán này để làm lạnh xuống nhiệt độ 0°C . Lúc này, dung dịch chứa 7,5 gam natri nitrit hoà tan trong 15ml nước được bổ sung vào nhanh và nhiệt độ được tăng lên đến $10-15^{\circ}\text{C}$. Sau khi khuấy trong một thời gian ngắn, thì thu được dung dịch có màu đỏ sẫm của muối diazoni clorua tương ứng. Sau đó, loại bỏ lượng nitrit dư bằng cách bổ sung axit sulfamic vào dung dịch này.

Trong quá trình tiến hành phản ứng diazo hoá như nêu trên thì hoà tan khoảng 0,105mol X-heptyl-2-naphtol trong 100ml toluen và bổ sung vào đó 15 gam natri cacbonat. Hỗn hợp này được khuấy kỹ, đồng thời bổ sung dung dịch nước của muối diazoni nêu trên vào. Sự cộng hợp azo xảy ra ngay tức thì, tạo ra dung dịch thuốc nhuộm có màu đỏ sẫm và có khí cacbon đioxit thoát ra. Hỗn hợp cộng hợp azo sau đó được làm nóng tới nhiệt độ 60°C và được để cho phân lớp. Pha nước nằm dưới được gạn ra. Sau đó, dung dịch thuốc nhuộm trong toluen được làm nóng tới nhiệt độ 140°C trong chân không cao để loại bỏ tất cả các chất dễ bay hơi trong điều kiện đó. Thuốc nhuộm dạng lỏng thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ 70°C và bổ sung 100ml metanol vào đó một cách thận trọng. Tiếp theo, hỗn hợp này được làm nóng đến nhiệt độ hồi lưu rồi được để cho nguội; lớp metanol nằm bên trên được gạn ra và thuốc nhuộm thu được được rửa trắng bằng metanol sạch. Thao tác này được thực hiện hai

lần, sau đó chưng cất trong chân không để loại bỏ lượng nhỏ cuối cùng của metanol. Bằng cách chiết như nêu trên, các chất trung gian bất kỳ còn sót lại không phản ứng và các hợp chất hữu cơ phụ trợ bị loại bỏ khỏi thuốc nhuộm; chúng tạo ra một dạng chất lỏng quá lạnh không ổn định ở nhiệt độ môi trường. 500 gam thuốc nhuộm hoà tan trong xylen được loại bỏ xylen theo quy trình như nêu trong Ví dụ 1. Sau khi đã được hoà tan trong dầu hoả để trả về trạng thái tiêu chuẩn, thuốc nhuộm này được đóng vào bao bì và được bảo quản ở cùng điều kiện như điều kiện nêu chi tiết trong Ví dụ 1 nêu trên. Sau thời gian 24 giờ, tất cả các mẫu thử nghiệm được quan sát và thấy hoàn toàn không có thuốc nhuộm bị kết tinh, mặc dù độ nhớt của thuốc nhuộm mà đã được bảo quản ở nhiệt độ -40°C này là khá cao, và kể cả lúc trở về độ nhớt thấp bình thường của nó khi làm ấm lên đến nhiệt độ môi trường. Quy trình thử nghiệm này được thực hiện tiếp thêm 6 tháng nữa, quan sát theo định kỳ và thực hiện làm tan giá dung dịch thuốc nhuộm; trong quá trình theo dõi không thấy có sự thay đổi về bên ngoài của các chế phẩm lỏng đặc chứa thuốc nhuộm và đặc biệt là không nhận thấy sự tạo thành chất rắn kết tinh.

Ví dụ 3

250 gam thuốc nhuộm trong dầu hoả được pha chế theo quy trình như nêu trong Ví dụ 2, được trộn lẫn với với khối lượng như vậy của dầu hoả, nhờ vậy độ đậm của màu được làm giảm đi chỉ còn bằng một nửa. Sau đó, chất lỏng chứa thuốc nhuộm này được bảo quản và được thử nghiệm theo cùng điều kiện thử nghiệm như nêu trong Ví dụ 2, trừ việc các mẫu thử nghiệm đã được bảo quản ở nhiệt độ -40°C , ngay cả khi được quan sát trực tiếp trong tủ lạnh, vẫn có độ nhớt với mức có thể dễ hút bằng bơm nhiên liệu.

Ví dụ 4

Các quy trình như nêu trong Ví dụ 1 được thực hiện lặp lại, ngoại trừ việc thay thế 22,5 gam 2,2'-dimethylaminoazobenzen bằng 25,3 gam 2,2'-diethylaminoazobenzen. 500 gam thuốc nhuộm vừa thu được được xử lý theo cùng điều kiện như thuốc nhuộm nêu trong Ví dụ 2. Đã nhận thấy kết quả đồng nhất với kết quả nêu ở Ví dụ 2 về độ ổn định ở điều kiện môi trường và điều kiện bảo quản đông cứng, mặc dù do trọng lượng phân tử của nó cao hơn nên độ nhớt của thuốc nhuộm này có cao hơn chút ít.

Ví dụ 5

250 gam thuốc nhuộm được điều chế theo quy trình như nêu trong Ví dụ 4 được pha loãng để có trọng lượng 500 gam bằng nhiên liệu diesel thương phẩm chưa được nhuộm màu. Sau khi đóng vào bao bì, bảo quản và thực hiện cùng lộ trình làm đông cứng/làm tan giá, đều thấy các chất lỏng chứa thuốc nhuộm hoàn toàn không chứa tinh thể.

Ví dụ 6

Dung dịch có nồng độ 25mg/l chứa thuốc nhuộm được điều chế theo quy trình như nêu trong Ví dụ 2 được pha chế trong nhiên liệu diesel chưa được nhuộm màu. Sau khi thực hiện cùng điều kiện làm đông cứng và làm tan giá trong thời gian 6 tháng như nêu trên, nhận thấy độ đậm màu sắc của thuốc nhuộm vẫn không bị giảm.

Ví dụ 7

Lặp lại quy trình như nêu trong Ví dụ 6, nhưng sử dụng thuốc nhuộm được điều chế theo quy trình như nêu ở Ví dụ 3, thì cũng nhận thấy không xảy ra sự giảm độ đậm màu sắc, mà sự giảm độ đậm màu sắc này xảy ra thể hiện sự kết tinh không mong muốn.

Ví dụ 8

500 gam thuốc nhuộm, đã được loại bỏ hết dung môi theo quy trình như nêu ở Ví dụ 2, được làm lạnh và pha loãng bằng cùng trọng lượng n-hexan. Các mẫu thử nghiệm được bảo quản ở nhiệt độ -10°C trong khoảng thời gian dài, trong quá trình này không thấy có sự kết tinh xảy ra.

Ví dụ 9

Dung dịch 5% chứa thuốc nhuộm màu đỏ, được điều chế theo quy trình như nêu trong Ví dụ 8, pha trong n-hexan. Khi dung dịch này được sử dụng để in lên giấy trắng văn phòng loại cao cấp, thì tạo ra hình ảnh màu đỏ tươi có sắc xanh lam với độ dài sóng chiếm ưu thế là 523nm. Ngâm một phần hình in này vào nước uống trong thời gian hai tuần thì thấy thuốc nhuộm không bị thôi vào nước hoặc không bị giảm độ đậm của màu trên giấy. Mực được pha theo công thức trên cũng được bảo quản lạnh trong thời gian dài mà không nhận thấy ảnh hưởng xấu bất kỳ.

Ví dụ 10

Một mẫu thử nghiệm của mực in phun được điều chế theo quy trình như nêu ở Ví dụ 9 được in lên bề mặt của túi polyetylen và để cho khô. Sau thời gian khoảng 10 phút, hình trên mặt túi được lau bằng một tập giấy thấm đã được nhúng vào toluen và lại được làm khô. Mặc dù hầu hết mực bị toluen loại bỏ khỏi bề mặt polyme, song vẫn nhận thấy là, polyme vẫn bị nhuộm màu ổn định đáng kể bởi một lượng nhất định thuốc nhuộm đã khuếch tán vào nó.

Ví dụ 11

10 gam chất lỏng chứa thuốc nhuộm được tạo ra theo quy trình như nêu trong Ví dụ 4 được bổ sung vào 90 gam isooctan chứa sẵn 5 gam nhựa hòa tan được trong hydrocacbon béo. Các lượng thích hợp của mực có công thức pha chế đơn giản này được đưa vào ngăn chứa mực của các bút đánh dấu bền lâu, mà sau đó được để yên trong thời gian ngắn để đạt tới trạng thái cân bằng. Sau đó, bút này được sử dụng để đánh dấu trên một túi polyetylen dùng đựng bánh. Lớp mực khô rất nhanh, trở thành bề mặt không dính. Sau khi để yên trong thời gian ngắn, các dấu trên bề mặt túi được xóa thật sạch bằng cách lau nhanh bằng một miếng vải thấm hút đã được nhúng vào toluen. Sau khi để khô, vẫn còn thấy được các vết ban đầu bởi vì một lượng nhất định thuốc nhuộm đã khuếch tán trực tiếp vào chất dẻo.

Ví dụ 12

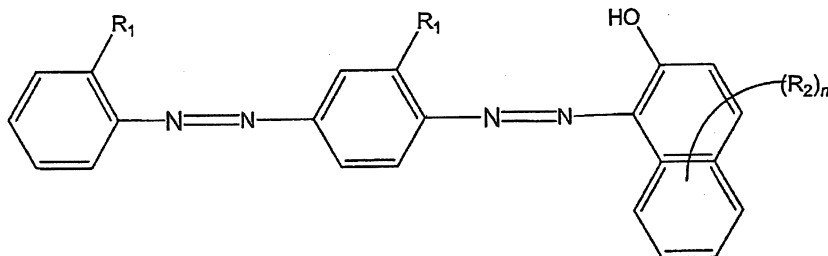
40 gam thuốc nhuộm, là dẫn xuất của x-tert-butyl-2-naphtol được điều chế bằng phương pháp như nêu trong ví dụ 5 của patent Hoa Kỳ số 5676708, được trộn lẫn với 60 gam dầu hỏa (do Aldrich Chemical Co. sản xuất với danh mục hàng hoá # 329460) để tạo ra huyền phù đặc. Sau đó, hỗn hợp này được làm nóng tới nhiệt độ 100°C và được khuấy trong thời gian 15 phút để hòa tan hoặc làm nóng chảy hầu 13549 như toàn bộ lượng thuốc nhuộm. Sau đó, hỗn hợp này được để yên qua đêm cho nguội xuống đến nhiệt độ trong phòng. Sau khi xem xét kỹ, thì nhận thấy rằng phần lớn lượng hỗn hợp đã hòa tan trước đó đã kết tinh từ dung dịch, mà khi được khuấy thì trở lại dạng vật lý ban đầu của nó là huyền phù đặc tinh thể, mặc dù lớp dầu hỏa vẫn sẫm màu. Trái lại, các thuốc nhuộm được ưa chuộng là dẫn xuất của 2-naphtol được heptyl hoá hoặc nonyl hoá thì tạo ra được các dung dịch linh động, mà từ các dung dịch này

khi lọc không thu hồi được chất rắn. Các chế phẩm lỏng đặc này của thuốc nhuộm vẫn không chứa các chất rắn kết tủa xuống ngay cả sau khi được bảo quản trong thời gian 6 tháng ở nhiệt độ -25°C .

Cùng với các chi tiết về cấu trúc và tính năng, có rất nhiều đặc tính và ưu điểm đã được nêu ra trong phần mô tả nêu trên. Các đặc điểm hoàn toàn mới của thuốc nhuộm theo sáng chế được nêu trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo. Tuy nhiên, những điều trình bày đó chỉ mang tính minh họa, và có thể thực hiện các thay đổi một cách chi tiết, cụ thể là về vấn đề về pha loãng, về dung môi và thành phần, nhưng vẫn tuân thủ nguyên tắc của sáng chế, đến mức độ cao nhất được chỉ ra bởi ý nghĩa chung và rộng của các thuật ngữ của các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

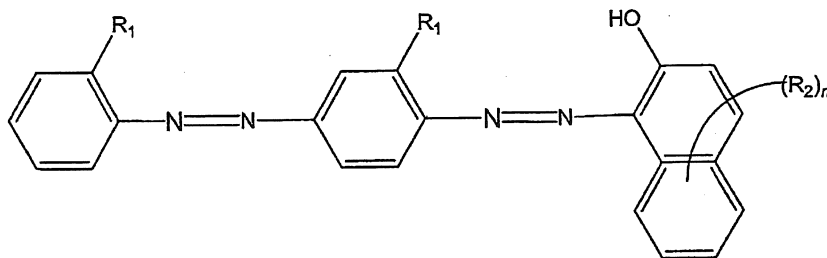
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm lỏng đặc chứa thành phần thuốc nhuộm bao gồm chất màu có công thức:



trong đó R1 là nhóm etyl hoặc nhóm isopropyl và R2 là nhóm heptyl hoặc nonyl và n là 1; trong đó thành phần thuốc nhuộm này được hòa tan trong dầu hỏa.

2. Chế phẩm lỏng đặc chứa thành phần thuốc nhuộm bao gồm chất màu có công thức:



trong đó R1 là nhóm etyl hoặc nhóm isopropyl và R2 là nhóm heptyl hoặc nonyl và n là 1;

trong đó chế phẩm lỏng đặc chứa thành phần thuốc nhuộm đủ để tạo ra lượng chất màu tương đương với ít nhất là dung dịch chứa các dung môi đỏ (Solvent Reds) 24, 25 hoặc 26 với lượng 40% theo tính toán của CI; và

trong đó thành phần thuốc nhuộm này được hòa tan trong dầu hỏa.

3. Chế phẩm lỏng đặc theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm này được sử dụng làm chất tạo màu cho các loại mực in phun.