



(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)



1-0035660

(51)^{2006.01} G01N 30/88; G01N 33/28; C07D
207/26; G01N 30/02

(13) B

(21) 1-2019-01459

(22) 24/08/2017

(86) PCT/US2017/048320 24/08/2017

(87) WO2018/039405 01/03/2018

(30) 62/379,005 24/08/2016 US

(45) 25/05/2023 422

(43) 25/10/2019 379A

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

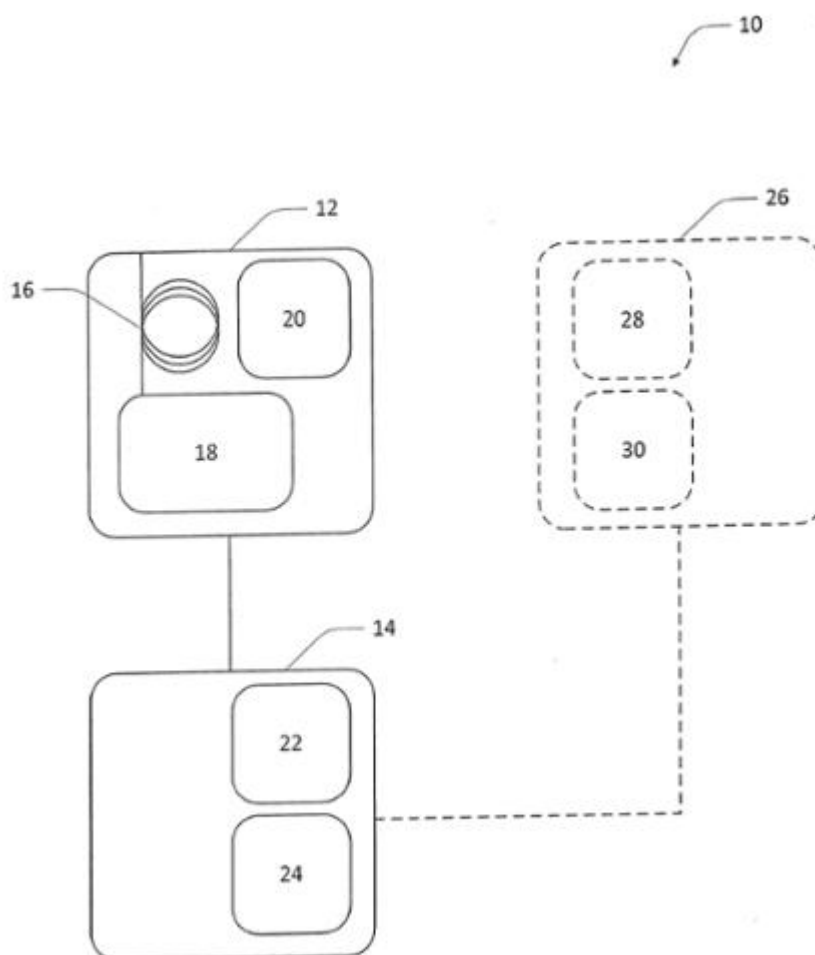
660 Newton-Yardley Road Newton, PA 18940, United States of America

(72) HINTON, Michael P. (US); FREDERICO, Justin J. (US).

(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CHẤT LỎNG HYDROCARBON ĐƯỢC ĐÁNH DẤU

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp xác định chất lỏng hydrocarbon được đánh dấu. Phương pháp này sử dụng dấu sắc ký khí bao gồm pyrrolidinon. Phương pháp có thể xác định sự xuất hiện hoặc không xuất hiện của dấu sắc ký khí và/hoặc pyrrolidinon. Phương pháp có thể tùy chọn sử dụng dấu quang phổ.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế là chế phẩm đánh dấu cho chất lỏng. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm đánh dấu nhiều lớp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất đánh dấu là chất mà có thể được sử dụng để gắn thẻ sản phẩm, thông thường là sản phẩm dầu mỏ, cũng như còn và một số chất lỏng thích hợp khác, để phát hiện sau này. Chất đánh dấu thường được hòa tan trong chất lỏng để xác định, sau đó được phát hiện bằng cách thực hiện thử nghiệm vật lý hoặc hóa học trên chất lỏng được gắn thẻ. Ví dụ, chất đánh dấu đôi khi được sử dụng bởi tổ chức chính phủ để đảm bảo rằng thuế được trả phù hợp dựa trên phân loại cụ thể của nhiên liệu. Công ty sản xuất dầu cũng đánh dấu sản phẩm của họ để giúp xác định những người đã pha loãng hoặc biến đổi sản phẩm của họ. Những công ty này thường bỏ ra chi phí lớn để đảm bảo sản phẩm dầu mỏ được gắn nhãn đáp ứng thông số kỹ thuật nhất định ví dụ liên quan đến tính dễ bay hơi và số octan, cũng như cung cấp sản phẩm dầu mỏ của họ với gói phụ gia hiệu quả chứa chất tẩy rửa và thành phần khác. Người tiêu dùng dựa vào tên sản phẩm và xác định chất lượng để đảm bảo rằng sản phẩm đã mua có chất lượng mong muốn.

Có thể đối với người vô đạo đức để tăng lợi nhuận bằng cách bán sản phẩm kém chất lượng với giá mà người tiêu dùng sẵn sàng trả cho sản phẩm có thương hiệu và được xác định chất lượng cao. Lợi nhuận cao hơn cũng có thể được thực hiện đơn giản bằng cách pha loãng sản phẩm có thương hiệu với sản phẩm chất lượng kém. Lập chính sách cho đại lý/bán lẻ, ví dụ những cá nhân thay thế một sản phẩm bằng sản phẩm khác hoặc sản phẩm có thương hiệu bị pha trộn với sản phẩm kém chất lượng sẽ là việc khó khăn trong trường hợp của xăng dầu bởi vì sản phẩm pha trộn sẽ thể hiện định tính sự xuất hiện của mỗi thành phần trong sản phẩm có thương hiệu. Thành phần chính của sản phẩm có thương hiệu thường được xuất hiện ở mức thấp mà phân tích định lượng để phát hiện sự pha loãng với sản phẩm kém chất lượng là rất khó khăn, tốn nhiều thời gian và chi phí.

Hệ thống đánh dấu cho sản phẩm dầu mỏ, bao gồm, nhưng không giới hạn ở nhiên liệu, dầu nhờn, dầu mỡ, v.v. đã được đề xuất nhưng những nhược điểm khác nhau tồn tại làm cản trở hiệu quả của chúng. Nhiều chất đánh dấu có sẵn hiện nay không thể được sử dụng như cả chất đánh dấu pháp y, được phát hiện bằng, nhưng không giới hạn ở việc phân tích bằng sắc ký khí (GC), và chất đánh dấu thử nghiệm lĩnh vực đơn giản được phát hiện bằng, nhưng không giới hạn ở việc phát triển hoặc chiết xuất chất đánh dấu. Nhiều chất đánh dấu đã biết dễ dàng bị loại bỏ khỏi chất lỏng mà chúng được thêm vào làm phá vỡ tính toàn vẹn của hệ thống đánh dấu. Nhiều chất đánh dấu có sẵn hiện nay không dễ dàng kết hợp với sản phẩm đánh dấu có thành phần không thể rửa sạch khỏi nhiên liệu. Và phương pháp hiện nay phân tích trong phòng thí nghiệm những chất đánh dấu này là rất tốn kém.

US 5,358,873 đề cập đến xăng được tái tạo công thức và xăng dùng cho động cơ ô tô khác có thể được phân tích bằng xăng chứa thuốc nhuộm chất đánh dấu bazo Rhodamine B bằng cách trộn mẫu nhiên liệu bị nghi ngờ trong lọ chứa lượng nhỏ silica flash không liên kết. Sự xuất hiện của chất nhuộm này trong mẫu nghi ngờ sẽ tạo màu đỏ silica.

WO 2001/00561 hướng đến hợp chất không màu để đánh dấu hoặc gắn thẻ các sản phẩm khác nhau chẳng hạn như nhiên liệu dầu mỏ hoặc dung môi.

US 2008/0139646 đề cập đến hỗn hợp của ít nhất hai hợp chất este phenolphthalein được alkyl hóa khác nhau và chế phẩm đánh dấu chứa hỗn hợp này được hòa tan trong dung môi. Hỗn hợp của ít nhất hai hợp chất este phenolphthalein được alkyl hóa khác nhau có thể được sử dụng để đánh dấu hoặc gắn thẻ các sản phẩm khác nhau chẳng hạn như nhiên liệu dầu mỏ.

WO 2012/125120 mô tả kit để đánh dấu, giám sát và/hoặc phát hiện sự thay thế của nhiên liệu có chứa một chất đánh dấu và một chất có khả năng tương tác với tác nhân rửa sạch. Cụ thể là, chất này có khả năng tương tác với tác nhân rửa sạch để bảo vệ và ngăn chất đánh dấu không bị hấp thụ, hấp phụ hoặc loại bỏ hoàn toàn bởi tác nhân rửa sạch. Chất đánh dấu và chất có thể được sử dụng để đánh dấu nhiên liệu.

WO 2014/083156 đề cập đến chất đánh dấu naphtalen dùng cho chất lỏng hydrocacbon chẳng hạn như dầu khoáng và dầu hỏa. Chất đánh dấu naphtalen bao gồm các dẫn xuất 2-metoxi, 2-etoxi và 2-isobutoxi naphtalen và các chất tương tự được

đotêri của chúng. Sự kết hợp của các đồng phân được đotêri có thể được bổ sung vào dịch lỏng để cung cấp cho chất đánh dấu thành phần đồng vị độc đáo mà có thể mã hóa dịch lỏng này để xác định hoặc cho mục đích theo dõi và truy tìm. Đặc tính mùi hương riêng biệt của chất đánh dấu alkoxynaphtalen có thể được sử dụng như là phương pháp sàng lọc để phát hiện nhiên liệu được đánh dấu trong thực tế sử dụng khứu giác của con người hoặc động vật huấn luyện.

Theo quan điểm nêu trên, mong muốn là cung cấp chế phẩm có tác dụng là chất đánh dấu và có thể được phát hiện không chỉ thực tế mà còn trong phòng thí nghiệm. Mong muốn kết hợp kỹ thuật thử nghiệm thực tế với kỹ thuật sắc ký hiện có để cung cấp không chỉ kết quả thử nghiệm thực tế mà còn là xác nhận ở phòng thí nghiệm về sự xuất hiện chất đánh dấu, sử dụng kỹ thuật phòng thí nghiệm thông thường, như là, nhưng không giới hạn ở việc phân tích bằng GC. Thêm vào đó, chất đánh dấu sẽ có thể đạt mục đích trên và vẫn giữ khả năng chống sự chiết ra hoặc loại bỏ (rửa sạch) không mong muốn bởi những người vô đạo đức. Thêm vào đó điều này mong muốn cung cấp chế phẩm đánh dấu mà có thể được sử dụng rộng rãi trên nhiều loại chất lỏng, bao gồm, nhưng không giới hạn ở nhiên liệu, dầu nhờn, dầu mỡ, v.v.. Điều này cũng mong muốn cung cấp phương pháp phát hiện tiết kiệm mà không yêu cầu đào tạo trước người sử dụng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất phương pháp xác định chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu mà đã bị rửa sạch, trong đó chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu mà không bị rửa sạch chứa dấu sắc ký khí và dấu quang phổ. Dấu sắc ký khí bao gồm pyrolidinon. Phương pháp này bao gồm các bước sau: a) đưa phần thứ nhất của mẫu chất lỏng hydrocacbon mà bị nghi ngờ là đã bị rửa sạch vào hệ thống sắc ký khí, từ đó đưa ra kết quả báo cáo sắc ký khí của mẫu chất lỏng hydrocacbon; b) phân tích quang phổ phần thứ hai của mẫu chất lỏng hydrocacbon, từ đó đưa ra báo cáo kết quả quang phổ của mẫu chất lỏng hydrocacbon; c) xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của dấu sắc ký khí bằng cách sử dụng báo cáo sắc ký khí và xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của dấu hiệu quang phổ bằng cách sử dụng báo cáo quang phổ; và d) dựa trên quá trình xác định ở bước c): nếu dấu sắc ký khí và dấu quang phổ được xác định là xuất hiện, thì biểu thị rằng mẫu chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu và không bị rửa sạch; nếu dấu sắc ký khí được xác định là xuất hiện và dấu quang phổ được xác

định là không xuất hiện, thì biểu thị rằng mẫu chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu và bị rửa sạch; và nếu dấu sắc ký khí và dấu quang phổ được xác định là không xuất hiện, thì biểu thị rằng chất lỏng hydrocacbon không được đánh dấu.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon được lưu thông trên thị trường và phát hiện sự xuất hiện của việc đánh dấu. Phương pháp này bao gồm các bước sau: a) thêm dấu sắc ký khí bao gồm pyrolidinon vào tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon đang lưu hành trên thị trường; b) chọn mẫu của một trong những chất lỏng hydrocacbon đang lưu hành trên thị trường; c) đưa ít nhất một phần mẫu của một trong những chất lỏng hydrocacbon đang lưu hành trên thị trường vào hệ thống sắc ký khí, từ đó đưa ra báo cáo kết quả sắc ký khí của mẫu; và d) xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của pyrolidinon trong mẫu bằng cách sử dụng báo cáo kết quả sắc ký khí, từ đó xác định xem mẫu là từ bên trong hay không phải bên trong tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất phương pháp xác định chất lỏng hydrocacbon có chứa dấu sắc ký khí bao gồm pyrolidinon. Phương pháp này bao gồm các bước sau: a) đưa mẫu chất lỏng hydrocacbon vào hệ thống sắc ký khí, từ đó đưa ra báo cáo kết quả sắc ký khí của mẫu; và b) xác định sự xuất hiện của pyrolidinon trong chất lỏng hydrocacbon bằng cách sử dụng báo cáo kết quả sắc ký khí.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề cập đến chế phẩm đánh dấu. Chế phẩm đánh dấu bao gồm: dấu sắc ký khí bao gồm pyrolidinon; và dung môi. Pyrolidinon là 1-alkyl-2-pyrolidinon hoặc 1-alkenyl-2-pyrolidinon, 1-alkyl-2-pyrolidinon bao gồm nhóm alkyl không chứa vòng có từ 3 đến 7 nguyên tử cacbon hoặc từ 13 đến 24 nguyên tử cacbon hoặc nhóm xycloalkyl có từ 4 đến 24 nguyên tử cacbon, 1-alkenyl-2-pyrolidinon bao gồm nhóm alkenyl có từ 2 đến 24 nguyên tử cacbon.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề cập đến chế phẩm đánh dấu. Chế phẩm đánh dấu bao gồm: dấu sắc ký khí bao gồm pyrolidinon; và dấu quang phổ. Pyrolidinon là 1-alkyl-2-pyrolidinon hoặc 1-alkenyl-2-pyrolidinon, 1-alkyl-2-pyrolidinon bao gồm nhóm alkyl không chứa vòng có từ 3 đến 7 nguyên tử cacbon hoặc từ 13 đến 24 nguyên tử cacbon hoặc nhóm xycloalkyl có từ 4 đến 24 nguyên tử cacbon, 1-alkenyl-2-pyrolidinon bao gồm nhóm alkenyl có từ 2 đến 24 nguyên tử cacbon.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu.

Chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu bao gồm chất lỏng hydrocacbon và các chế phẩm đánh dấu như được mô tả trong tài liệu này. Chế phẩm đánh dấu xuất hiện ở lượng vừa đủ để cung cấp nồng độ pyrolidinon trong chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu trong khoảng từ 0,1 ppm đến 500 ppm, để cung cấp nồng độ của dầu quang phổ trong chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu nằm trong khoảng từ 0,1 ppm đến 500 ppm, hoặc sự kết hợp của chúng.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề cập đến kit. Kit chứa chế phẩm đánh dấu như được mô tả trong tài liệu này và báo cáo sắc ký khí tham chiếu đối với pyrolidinon của chế phẩm đánh dấu.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề cập đến hệ thống để xác định chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu bằng dầu sắc ký khí bao gồm pyrolidinon. Hệ thống chứa sắc ký khí với đầu dò nitơ phospho (GC-NPD); và máy tính. Máy tính có bộ xử lý và bộ nhớ. Bộ nhớ đã lưu trữ báo cáo sắc ký khí tham chiếu đối với pyrolidinon và tài liệu hướng dẫn là, khi được chạy bằng bộ xử lý, khiến cho bộ xử lý nhận báo cáo sắc ký khí từ hệ thống GC-NPD và xác định sự xuất hiện hoặc không xuất hiện của dầu sắc ký khí dựa trên so sánh với báo cáo sắc ký khí tham chiếu.

Khía cạnh đã nêu trên và khía cạnh khác cùng với lợi ích của sáng chế sẽ xuất hiện từ sự mô tả sau đây. Trong bản mô tả, tham chiếu được thực hiện đến các hình vẽ đi kèm mà tạo thành một phần ở bản mô tả này, và trong đó được thể hiện bằng cách minh họa phương án ưu tiên của sáng chế. Phương án này không nhất thiết thể hiện phạm vi đầy đủ của sáng chế, tuy nhiên, tham chiếu được thực hiện đến yêu cầu bảo hộ và để làm sáng tỏ phạm vi của sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Để hỗ trợ hiểu rõ hơn về sáng chế, tham chiếu sẽ được thực hiện đến các hình vẽ, trong đó ký tự tham chiếu giống nhau để chỉ chi tiết giống nhau. Hình vẽ chỉ mang tính minh họa, và không được hiểu là giới hạn của sáng chế.

FIG.1 là hệ thống theo khía cạnh khác nhau của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trước khi vật liệu và phương pháp được mô tả, nên hiểu rằng sáng chế không bị giới hạn ở phương pháp, quy trình, vật liệu, và chất phản ứng cụ thể được mô tả vì chúng

có thể biến đổi. Cũng cần hiểu rằng, các thuật ngữ được sử dụng trong sáng chế chỉ được dùng với mục đích mô tả các phương án cụ thể, và không nhằm mục đích giới hạn phạm vi sáng chế mà chỉ giới hạn bởi yêu cầu bảo hộ.

Như được sử dụng ở đây và các yêu cầu bảo hộ kèm theo, dạng số ít gồm cả dạng số nhiều trừ khi được chỉ rõ trong ngữ cảnh khác. Như vậy các cụm từ “một hoặc nhiều”, hoặc “ít nhất một” có thể được sử dụng thay thế cho nhau. Cũng ghi chú rằng các từ “bao gồm”, “chứa”, và “có” có thể được sử dụng thay thế cho nhau.

Điều này sẽ được hiểu rõ bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này rằng những sửa đổi bổ sung so với các phương án đã được mô tả là khả thi mà không xuất phát từ tính sáng tạo. Theo quá trình làm sáng tỏ sáng chế, tất cả thuật ngữ nên được hiểu theo cách rộng nhất có thể mà phù hợp với ngữ cảnh. Các biến thể của các từ “bao gồm”, “chứa”, và “có” nên hiểu như là sự viện dẫn đến các chi tiết, thành phần hoặc các bước theo cách chung, vì thế các chi tiết, thành phần hoặc các bước có thể được kết hợp với các chi tiết, thành phần hoặc các bước khác mà không được tham chiếu rõ ràng. Phương án được tham chiếu như là “bao gồm”, “chứa”, và “có” các chi tiết nhất định cũng được hiểu là “bao gồm chủ yếu” và “chỉ bao gồm” những chi tiết đó, trừ khi ngữ cảnh chỉ định rõ theo hướng khác. Nên hiểu rằng các khía cạnh của sáng chế được mô tả đối với hệ thống được áp dụng cho các phương pháp và ngược lại, trừ khi ngữ cảnh chỉ định rõ ràng theo hướng khác.

Khoảng số được bộc lộ ở đây bao gồm điểm đầu và cuối của nó. Ví dụ, khoảng số nằm trong khoảng từ 1 đến 10 bao gồm giá trị 1 và 10. Khi một loạt khoảng số được bộc lộ cho một giá trị nhất định, sáng chế dự tính rõ ràng các khoảng này bao gồm tất cả những tổ hợp của giới hạn trên và giới hạn dưới của các khoảng đó. Ví dụ, khoảng số nằm trong khoảng từ 1 đến 10 hoặc nằm trong khoảng từ 2 đến 9 có mục đích bao gồm khoảng số nằm trong khoảng từ 1 và 9 và từ 2 đến 10.

Trừ khi có chỉ dẫn khác, tất cả các thuật ngữ khoa học và kỹ thuật và viết tắt được sử dụng ở đây có cùng nghĩa như được hiểu thông thường bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Mặc dù bất kỳ phương pháp và vật liệu nào giống hoặc tương đương với phương pháp và vật liệu mô tả ở đây có thể được sử dụng để thực hiện hoặc kiểm tra sáng chế, nhưng các phương pháp và vật liệu đang được mô tả ở đây sẽ được ưu tiên hơn cả. Tất cả công bố và sáng chế đề cập cụ thể ở đây, bao gồm nhưng không

giới hạn ở Bằng sáng chế Mỹ số 5,498,808, 5,676,708, 5,672,182, 5,858,930, 6,002,056, 6,482,651, 7,157,563, 7,163,827 và 7,825,159 mô tả các hóa chất, dụng cụ, phân tích thống kê và phương pháp có thể được sử dụng kết hợp với sáng chế.. Tất cả những tài liệu tham khảo được trích dẫn trong bản mô tả được thực hiện trình bày mức độ hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật. Ở đây không được hiểu rằng sáng chế không được quyền bảo lưu sự bộc lộ này do sáng chế trước đó.

Như được sử dụng ở đây, “nhóm alkyl” đề cập đến alkan thiếu một hydro và bao gồm các nhóm alkyl mạch thẳng, phân nhánh và mạch vòng. Để làm rõ ràng, như được sử dụng ở đây, nhóm alkyl với ba nguyên tử cacbon bao gồm nhóm isopropyl, trừ khi ngữ cảnh chỉ thị rõ ràng theo hướng khác, và điều này cũng đúng với nhóm alkyl khác. Tương tự như vậy, nhóm alkyl với sáu nguyên tử cacbon bao gồm nhóm xyclohexyl, trừ khi ngữ cảnh chỉ thị rõ ràng theo hướng khác. Khi xác định số lượng nguyên tử cacbon trong nhóm alkyl, tất cả nhánh đều được xét đến. Vì vậy, nhóm isopropyl là nhóm alkyl có ba nguyên tử cacbon.

Như được sử dụng ở đây, “nhóm alkenyl” đề cập đến alken thiếu một hydro và bao gồm nhóm alkenyl mạch thẳng, phân nhánh và mạch vòng.

Như được sử dụng ở đây, “bao gồm” là cụm từ mang tính toàn bộ và bao gồm thành phần hoặc các bước phương pháp được trích dẫn lại và thành phần hoặc các bước phương pháp không được trích dẫn lại.

Như được sử dụng ở đây, “bao gồm chủ yếu” sẽ có sự xác định được sử dụng trong quá trình theo đuổi sáng chế trước Cơ quan sáng chế và nhãn hiệu Hoa Kỳ kể từ ngày nộp đơn. Bản mô tả và yêu cầu bảo hộ được mô tả bao gồm chủ yếu một số thành phần hoặc các bước phương pháp nhất định sẽ được giới hạn trong phạm vi của các thành phần hoặc các bước phương pháp được trích dẫn lại và chúng không ảnh hưởng cụ thể đến đặc tính cơ bản và tính mới của sự mô tả hoặc yêu cầu bảo hộ của sáng chế.

Như được sử dụng ở đây, “chỉ bao gồm” là cụm từ mang tính loại trừ và chỉ bao gồm thành phần hoặc các bước phương pháp được trích dẫn lại, loại trừ thành phần hoặc các bước phương pháp không được trích dẫn lại.

Như được sử dụng ở đây, “nhóm xycloalkyl” dùng để chỉ xycloalkan thiếu một hydro và bao gồm nhóm xycloalkyl không được thế và nhóm xycloalkyl có một hoặc nhiều nhóm thế alkyl. Vòng đa có thể xuất hiện trong nhóm xycloalkyl đơn, bao gồm

vòng hợp nhất.

Như được sử dụng ở đây, “dấu sắc ký khí” dùng để chỉ chất hóa học có thể được phát hiện bằng phương tiện sắc ký khí, bao gồm nhưng không giới hạn ở sắc ký khí với đầu dò nitơ phospho, sắc ký khí ghép khối phổ, và các phương pháp sắc ký khí tương tự khác được biết đến bởi những người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Như được sử dụng ở đây, “dấu sắc ký khí với đầu dò nitơ phospho” dùng để chỉ chất hóa học mà được phát hiện bằng sắc ký khí với đầu dò nitơ phospho.

Như được sử dụng ở đây, “nhóm xycloalkyl không chứa vòng” dùng để chỉ nhóm alkyl không chứa vòng xyclo.

Như được sử dụng ở đây, “không có pyrrolidinon” dùng để chỉ đến hợp chất không chứa nhóm pyrrolidinon (đôi khi được dùng để chỉ nhóm pyrrolidon).

Như được sử dụng ở đây, "phtalein" dùng để chỉ hợp chất được hình thành bởi phản ứng của phtalic anhydrit với phenol.

Như được sử dụng ở đây, "pyrrolidinon" dùng để chỉ hợp chất bao gồm nhóm pyrrolidinon (cũng đôi khi được dùng để chỉ nhóm pyrrolidon).

Như được sử dụng ở đây, chế phẩm "không phải dạng nước" dùng để chỉ chế phẩm trong đó nước xuất hiện với lượng dưới 1% tính theo khối lượng.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "thuốc nhuộm màu đỏ" dùng để chỉ loại thuốc nhuộm có giá trị lớn nhất của điện cực hấp thụ bức xạ có thể nhìn thấy từ 500 nm đến 580 nm.

Như được sử dụng ở đây, "dấu quang phổ" dùng để chỉ chất hóa học có thể được phát hiện bằng các phương tiện quang phổ, bao gồm nhưng không giới hạn ở quang phổ huỳnh quang, quang phổ hấp thụ, quang phổ Raman, quang phổ cận hồng ngoại và các phương pháp quang phổ khác được biết đến bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật quang phổ. Cần hiểu rằng khi dấu quang phổ dùng để chỉ chất hóa học có thể được phát hiện bằng các phương tiện quang phổ, nhưng thực tế sáng chế không bị giới hạn trong việc phát hiện dấu quang phổ bằng các phương tiện đó. Ví dụ, dấu quang phổ có thể được phát hiện bằng phương pháp sắc ký theo cách hiểu đối với những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật hóa học phân tích.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "thuốc nhuộm màu vàng" dùng để chỉ loại

thuốc nhuộm có giá trị lớn nhất của điện cực hấp thụ bức xạ có thể nhìn thấy từ 400 nm đến 475 nm.

Danh mục chữ viết tắt:

AFID - đầu dò ion hóa ngọn lửa sử dụng kiềm

ECD - đầu dò cộng kết điện tử

FID - đầu dò ion hóa ngọn lửa

GC - sắc ký khí

GC-MS - sắc ký khí ghép khối phổ

GC-NPD - sắc ký khí với đầu dò nitơ phospho

GLP - thẩm thấu chất lỏng gel

HECD - đầu dò dẫn điện điện phân Hall

LC - sắc ký lỏng

LC-MS - sắc ký lỏng ghép khối phổ

MS - khối phổ

NIR - cận hồng ngoại

PID - đầu dò quang ion hóa

UV-Vis - tia cực tím nhìn thấy được

Sáng chế hướng đến chế phẩm đánh dấu nhiều lớp, giải quyết đáng kể vấn đề về khả năng rửa sạch, hoặc loại bỏ chất đánh dấu quang phổ khỏi dung môi hữu cơ, bao gồm nhưng không giới hạn ở sản phẩm dầu mỏ, chất bôi trơn hoặc bất kỳ chất lỏng hydrocacbon nào khác, bằng cách đưa chế phẩm đánh dấu nhiều lớp làm giảm khả năng của một chất để về cơ bản loại bỏ, hoặc rửa sạch, chế phẩm từ chất lỏng được đánh dấu một cách dễ dàng hoặc theo cách kinh tế. Chế phẩm đánh dấu nhiều lớp có tính mới và không hiển nhiên được bộc lộ ở đây kết hợp khả năng không chỉ tiến hành các kiểm tra thực tế đơn giản để xác định sự xuất hiện của chế phẩm trong chất lỏng được đánh dấu, mà còn phép phân tích phức tạp hơn trong phòng thí nghiệm để xác định chế phẩm trong chất lỏng được đánh dấu.

Sáng chế đề xuất chế phẩm đánh dấu để đánh dấu chất lỏng hydrocacbon. Chế

phẩm đánh dấu có thể mang nhiều dạng, mà có thể được kết hợp như được hiểu bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Trong một số trường hợp, chế phẩm có thể bao gồm dầu sắc ký khí (GC). Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể chứa chủ yếu dầu GC. Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể chỉ chứa dầu GC.

Trong một số trường hợp, chế phẩm có thể bao gồm dầu GC và dung môi. Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể chứa chủ yếu dầu GC và dung môi. Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể chỉ chứa dầu GC và dung môi. Trong mỗi chế phẩm này, dầu GC có thể xuất hiện với lượng theo khối lượng từ 1% đến 99%, từ 25% đến 75%, hoặc từ 40% đến 60%. Trong mỗi chế phẩm này, dung môi có thể xuất hiện ở lượng theo khối lượng từ 1% đến 99%, từ 25% đến 75% hoặc từ 40% đến 60%.

Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể bao gồm dầu GC và dầu quang phổ. Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể chứa chủ yếu dầu GC và dầu quang phổ. Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể chỉ chứa dầu GC và dầu quang phổ. Trong mỗi chế phẩm này, dầu GC có thể xuất hiện với lượng theo khối lượng từ 1% đến 99%, từ 25% đến 75%, hoặc từ 40% đến 60%. Trong mỗi chế phẩm này, dầu quang phổ có thể xuất hiện với lượng theo khối lượng từ 1% đến 99%, từ 25% đến 75%, hoặc từ 40% đến 60%.

Trong một số trường hợp, chế phẩm có thể bao gồm dầu GC, dầu quang phổ và dung môi. Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể chứa chủ yếu dầu GC, dầu quang phổ và dung môi. Trong một số trường hợp, chế phẩm đánh dấu có thể chỉ chứa dầu GC, dầu quang phổ và dung môi. Trong mỗi chế phẩm này, dầu GC có thể xuất hiện với lượng theo khối lượng từ 10% đến 85%, từ 20% đến 70%, hoặc từ 25% đến 60%. Trong mỗi chế phẩm này, dầu quang phổ có thể xuất hiện với lượng theo khối lượng từ 5% đến 80%, từ 10% đến 50%, hoặc từ 15% đến 25%. Trong mỗi chế phẩm này, dung môi có thể xuất hiện ở lượng theo khối lượng từ 10% đến 85%, từ 20% đến 70% hoặc từ 25% đến 60%.

Bất kỳ chế phẩm đánh dấu đã đề cập trên có thể không phải dạng nước.

Dầu GC trong bất kỳ chế phẩm đánh dấu được đề cập ở trên có thể là dầu sắc ký khí với đầu dò nitơ phospho (GC-NPD).

Dầu sắc ký khí trong bất kỳ chế phẩm đánh dấu đã đề cập ở trên có thể bao gồm pyrrolidinon. Dầu sắc ký khí trong bất kỳ chế phẩm đánh dấu được đề cập ở trên có thể chủ yếu chứa pyrrolidinon. Dầu sắc ký khí trong bất kỳ chế phẩm đánh dấu được đề cập ở trên có thể chỉ chứa pyrrolidinon.

Trong một số trường hợp, pyrrolidinon có thể là bất kỳ pyrrolidinon nào có thể hòa tan trong chất lỏng hydrocacbon ở mức từ 0,01 ppm đến 500 ppm.

Trong một số ứng dụng nhất định, 1-alkyl-2-pyrrolidinon, trong đó nhóm alkyl có độ dài bất kỳ, có thể được sử dụng như dầu sắc ký khí, bao gồm các dầu GC-NPD.

Trong một số ứng dụng nhất định, có thể có lợi khi sử dụng pyrrolidinon có trọng lượng phân tử lớn hơn và/hoặc có sự thể alkyl rộng hơn. Trong các ứng dụng này, pyrrolidinon có thể là 1-alkyl-2-pyrrolidinon, trong đó nhóm alkyl là nhóm alkyl có từ 3 nguyên tử cacbon trở lên, bao gồm nhưng không giới hạn ở nhóm alkyl có từ 3 đến 40 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl có từ 4 đến 30 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl có từ 5 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl có từ 6 đến 18 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl có từ 8 đến 16 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl có từ 6 đến 16 và 12 nguyên tử cacbon.

Trong một số ứng dụng nhất định, có thể có lợi khi pyrrolidinon là 1-alkyl-2-pyrrolidinon, trong đó nhóm alkyl là nhóm alkyl có 3 nguyên tử cacbon, 4 nguyên tử cacbon, 5 nguyên tử cacbon, 6 nguyên tử cacbon hoặc 7 nguyên tử cacbon.

Trong một số ứng dụng nhất định, có thể có lợi khi pyrrolidinon là 1-alkyl-2-pyrrolidinon, trong đó nhóm alkyl là nhóm alkyl có 9 nguyên tử cacbon, 10 nguyên tử cacbon, 11 nguyên tử cacbon, 12 nguyên tử cacbon, 13 nguyên tử cacbon, 14 nguyên tử cacbon, 15 nguyên tử cacbon, 16 nguyên tử cacbon, 17 nguyên tử cacbon, 18 nguyên tử cacbon, 19 nguyên tử cacbon, 20 nguyên tử cacbon, 21 nguyên tử cacbon, 22 nguyên tử cacbon, 23 nguyên tử cacbon hoặc 24 nguyên tử cacbon.

Trong một số ứng dụng nhất định, 1-xycloalkyl-2-pyrrolidinon, trong đó nhóm xycloalkyl có độ dài bất kỳ, có thể được sử dụng như là dầu sắc ký khí, bao gồm dầu GC-NPD.

Trong một số ứng dụng nhất định, 1-alkenyl-2-pyrrolidinon, trong đó nhóm alkenyl có độ dài bất kỳ, có thể được sử dụng như là dầu GC, bao gồm các dầu GC-NPD.

Trong một số ứng dụng, có thể có lợi khi sử dụng pyrrolidinon được chọn từ nhóm bao gồm 1-metyl-2-pyrrolidinon, 1-etyl-2-pyrrolidinon, 1-xyclohexyl-2-pyrrolidinon, 1-xyclohexyl 1-dodecyl-2-pyrrolidinon, 1-octadecyl-2-pyrrolidinon và 1-vinyl-2-pyrrolidinon.

Trong một số ứng dụng nhất định, có thể có lợi khi sử dụng pyrrolidinon được chọn từ nhóm bao gồm 1-xyclohexyl-2-pyrrolidinon, 1-octadecyl-2-pyrrolidinon và 1-vinyl-2-pyrrolidinon.

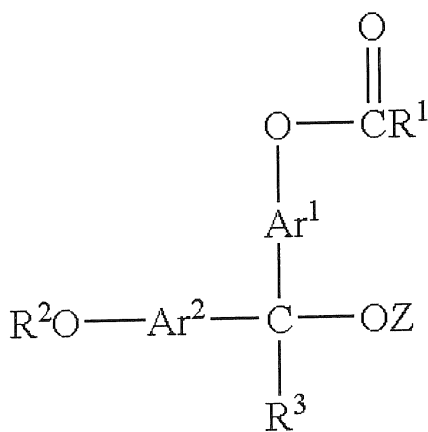
Trong một số trường hợp, dầu sắc ký khí hoặc dầu GC-NPD có thể là hợp chất không phải là pyrrolidinon, như là pyrolin, piperidon, pipirizin, pyrazin, pyridazon, imidazolidon, oxazol, oxazolin, oxazoldin.

Dầu quang phổ trong bất kỳ chế phẩm nào đã đề cập ở trên, bao gồm bất kỳ dầu quang phổ nào được biết là có tín hiệu quang phổ lặp lại có thể phân biệt với tín hiệu quang phổ vốn có gắn liền với chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu. Ví dụ, dầu quang phổ có thể là thuốc nhuộm có phổ hấp thụ mà có thể phân biệt với chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu. Theo ví dụ khác, dầu quang phổ có thể là thuốc nhuộm huỳnh quang có phổ huỳnh quang mà có thể phân biệt với chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu.

Trong một số trường hợp, dầu quang phổ có thể là bất kỳ dầu quang phổ nào có thể hòa tan trong chất lỏng hydrocacbon ở mức từ 0,01 ppm đến 500 ppm.

Trong một số ứng dụng nhất định, dầu quang phổ có thể là thuốc nhuộm màu đỏ và thuốc nhuộm màu vàng. Dầu quang phổ có thể là Solvent Red 164 hoặc Solvent Yellow 124.

Trong một số ứng dụng nhất định, dầu quang phổ là:



(I)

Trong đó mỗi Ar^1 và Ar^2 độc lập biểu diễn nhóm phenylen được thế hoặc không được thế hoặc nhóm naphtylen được thế hoặc không được thế; R^1 biểu diễn nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon; R^2 biểu diễn nguyên tử hydro hoặc nhóm có công thức $C(O)R^4$ trong đó R^4 là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon; R^3 biểu diễn nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, nhóm hydroxyl, nhóm phenyl được thế hoặc không được thế hoặc nhóm naphtyl được thế hoặc không được thế; và Z biểu diễn nguyên tử hydro hoặc nhóm các nguyên tử kết hợp với Ar^2 hoặc R^3 để tạo thành vòng lacton.

Trong các ứng dụng nhất định, dầu quang phổ có thể là phtalein. Dầu quang phổ có thể là phtalein dibutyrat. Dầu quang phổ có thể là este phtalein. Dầu quang phổ có thể được chọn từ nhóm bao gồm fluoroscein dibutyrat, cresolphtalein, o-cresolphtalein dibutyrat và thymolphtalein. Dầu quang phổ có thể được chọn từ nhóm bao gồm este cresolphtalein dibutyrat, este cresolphtalein monobutyrat, este cresolphtalein diisopropylat, este cresolphtalein di-n-propylat, este cresolphtalein dihexanoat, este cresolphtalein dipentanoat, và este cresolphtalein dilaurat. Dầu quang phổ có thể được chọn từ nhóm bao gồm este naphtolphtalein dibutyrat, este thymolphtalein dibutyrat, và este thymolphtalein dipropanoat. Dầu quang phổ có thể được chọn từ nhóm bao gồm este sec-butylphenolphtalein dibutyrat và este di-sec-butylphenolphtalein dibutyrat.

Trong một số trường hợp, dung môi có thể là dung môi phân cực. Trong một số trường hợp, dung môi có thể là dung môi aprotic. Trong một số trường hợp, dung môi có thể được chọn từ nhóm bao gồm naphta dầu mỏ (điểm sôi từ 100 ° F đến 250 ° F); rượu, bao gồm metanol, etanol, propanol, butanol, và các chất tương tự; ete glycol, bao gồm etylen glycol phenyletyl ete, etylen glycol dimetyl ete, etylen glycol dietyl ete, etylen glycol diphenyl ete, và các chất tương tự; dimetyl formamit; dimetyl sulfoxit; xylen; toluen; axeton; etyl axetat; sản phẩm dầu mỏ, bao gồm xăng, dầu hỏa, nhiên liệu diesel, nhiên liệu máy bay và các loại tương tự; và sự kết hợp của chúng.

Sáng chế cũng đề xuất chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu. Trong một số trường hợp, chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu bao gồm chất lỏng hydrocacbon và một hoặc nhiều chế phẩm đánh dấu được mô tả ở vị trí khác trong tài liệu này. Trong một số trường hợp, chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu bao gồm chủ yếu chất lỏng

hydrocacbon và một hoặc nhiều chế phẩm đánh dấu được mô tả ở vị trí khác trong tài liệu này. Trong một số trường hợp, chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu bao gồm chất lỏng hydrocacbon và một hoặc nhiều chế phẩm đánh dấu được mô tả ở vị trí khác trong tài liệu này.

Trong mỗi chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu, thành phần đánh dấu có thể có mặt với một lượng đủ để cung cấp nồng độ pyrolidinon trong chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu trong khoảng từ 0,1 ppm đến 500 ppm, bao gồm nhưng không giới hạn ở nồng độ từ 0,5 ppm đến 100 ppm, từ 1 ppm đến 50 ppm, hoặc từ 5 ppm đến 25 ppm. Trong một số trường hợp, khi có dấu quang phổ xuất hiện, thành phần chất đánh dấu có thể có mặt với một lượng đủ để cung cấp nồng độ dấu quang phổ trong chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu trong khoảng từ 0,1 ppm đến 500 ppm, bao gồm nhưng không giới hạn ở nồng độ trong khoảng từ 0,5 ppm đến 100 ppm, từ 1 ppm đến 50 ppm, hoặc từ 5 ppm đến 25 ppm.

Sáng chế cũng đề cập đến kit. Kit có thể bao gồm bất kỳ chế phẩm đánh dấu nào được mô tả ở đây và thông tin liên quan đến các tính chất GC và/hoặc tính chất quang phổ của chế phẩm đánh dấu. Thông tin có thể bao gồm báo cáo GC tham chiếu đối với pyrolidinon Trong trường hợp dấu quang phổ xuất hiện, thông tin có thể bao gồm báo cáo quang phổ tham chiếu đối với dấu quang phổ.

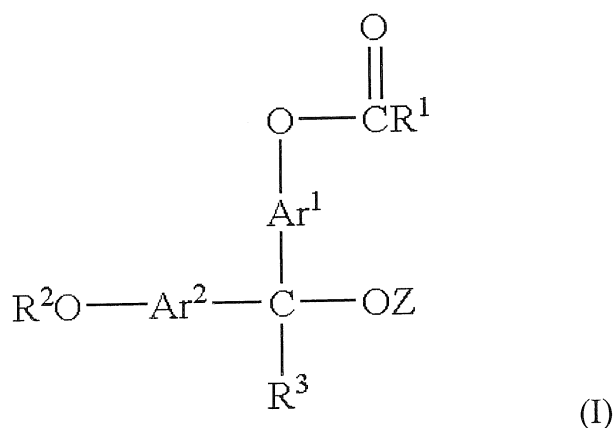
Dầu được sử dụng trong các sản phẩm dầu mỏ như hydrocacbon lỏng, xăng, nhiên liệu diesel, dung môi, dầu nhờn, dầu phanh, dầu thủy lực, xăng, dầu hỏa, nhiên liệu phản lực, dầu nóng, nhiên liệu hầm, và các chất lỏng khác như là phương tiện để đảm bảo tính toàn vẹn của sản phẩm & thương hiệu bằng cách cung cấp phương tiện để phát hiện sản phẩm bị pha trộn. Kịch bản làm giả điển hình bao gồm việc thay thế sản phẩm cao cấp bằng một trong những sản phẩm chất lượng kém hơn hoặc sự trộn lẫn của sản phẩm cao cấp với loại kém hơn. Kịch bản khác bao gồm lạm dụng nguyên liệu trợ cấp hoặc thuế thấp hơn.

Phtalein được mô tả chức năng cũng như chất đánh dấu đối với nhiên liệu và dầu nhờn. Chất đánh dấu này được thêm ở mức từ 0,5 đến 50 ppm và cho phép thử nghiệm định lượng vừa đủ. Sản phẩm có chứa phtalein rất khó điều chế dưới dạng dung dịch đậm đặc vì độ hòa tan hạn chế và chúng khó hòa tan vào sản phẩm dầu mỏ. Những vấn đề này được giải quyết bằng cách sử dụng dung môi mạnh. Chỉ bằng các ví dụ, dung

môi aprotic phân cực như 1-octylpyrrolidinon, cũng như n-octylpyrrolidinon, (được biết như là NOP) rất phù hợp cho điều này vì các chất phtalein rất dễ hòa tan trong NOP. Các sản phẩm thương mại cuối cùng được bán cho người dùng được pha chế dưới dạng hỗn hợp của phtalein, NOP và dung môi hiện tại. Pyrrolidinon không chỉ cải thiện khả năng hòa tan với phtalein dẫn đến công thức ổn định của cả hai thành phần mà còn cải thiện khả năng phân tán của phtalein vào nhiên liệu hoặc chất lỏng khác.

Ví dụ, chế phẩm phtalein này do đó được điều chế dưới dạng hỗn hợp của NOP, phtalein và dung môi. Đã thấy rằng chế phẩm thu được theo các phương án của sáng chế cho thấy kết quả đáng ngạc nhiên và bất ngờ, so với các dấu quang phổ riêng biệt. Chế phẩm có tính mới và không hiển nhiên được bộc lộ trong tài liệu này dẫn đến kết quả là chế phẩm mà không chỉ khó bị rửa sạch, mà còn có thể được kiểm tra ngoài thực tế và trong phòng thí nghiệm để xác định nhiên liệu/chất lỏng có bị pha trộn hay không.

Ngoài việc sử dụng dấu quang phổ dựa trên phtalein, nhiều loại chất đánh dấu khác có thể được sử dụng trong các phương án của chế phẩm được bộc lộ. Dựa trên phtalein (bao gồm các chất đánh dấu dựa trên hóa chất khác) bao gồm, nhưng không giới hạn ở fluoroscein dibutyrat, cresolphtalein, o-Cresol phtalein dibutyrat, thymolphtalein và chất đánh dấu phù hợp nào khác. Các dấu quang phổ có thể bao gồm, nhưng không giới hạn ở este naphtholphtalein dibutyrat, este thymolphtalein dibutyrat, este thymolphtalein dipropanoat, este cresolphtalein dibutyrat, este cresolphtalein monobutyrat, este cresolphtalein diisopropylat, este cresolphtalein di-n-propylat, este cresolphtalein dihexanoat, este cresolphtalein dipentanoat, este cresolphtalein dilaurat, este sec-butylphenolphtalein dibutyrat và este di-sec-butylphenolphtalein dibutyrat. Ví dụ dấu quang phổ có thể bao gồm hợp chất theo công thức:



Trong đó mỗi Ar^1 và Ar^2 độc lập biểu diễn nhóm phenylen được thế hoặc không được thế hoặc nhóm naphtylen được thế hoặc không được thế; R^1 biểu diễn nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon; R^2 biểu diễn nguyên tử hydro hoặc nhóm có công thức $C(O)R^4$ trong đó R^4 là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon; R^3 biểu diễn nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, nhóm hydroxyl, nhóm phenyl được thế hoặc không được thế hoặc nhóm naphtyl được thế hoặc không được thế; và Z biểu diễn nguyên tử hydro hoặc nhóm các nguyên tử kết hợp với Ar^2 hoặc R^3 để tạo thành vòng lacton.

Được hình dung rằng nhiều dầu quang phổ không có phtalein có thể được sử dụng trong phương án về chế phẩm được bộc lộ. Ngoài ra, dầu quang phổ được mô tả trong Bảng sáng chế Hoa Kỳ 5,498,808, 5,676,708, 5,672,182, 5,858,930, 6,002,056, 6,482,651, 7,157,563, 7,163,827 và 7,825,159 được kết hợp ở đây với mục đích tham khảo.

Để nhiên liệu bị pha trộn và chất lỏng khác chứa dầu quang phổ, thường thì bước đầu tiên là thử loại bỏ dầu này. Quá trình này thường được gọi là rửa sạch. Việc rửa sạch sử dụng một loạt kỹ thuật bao gồm: xử lý nhiên liệu được đánh dấu với axit hoặc bazơ; chất khử màu, và/hoặc lọc qua vật liệu như là đất sét hoặc than. Việc lọc đặc biệt phổ biến vì nó không sử dụng chất hóa học có hại sẽ phá đặc tính của nhiên liệu hoặc chất lỏng khác và/hoặc thay đổi tính chất của nhiên liệu hoặc chất lỏng khác. Chất đánh dấu mà dễ dàng bị rửa sạch sẽ thất bại trong việc bảo vệ nhiên liệu/chất lỏng do đó cho phép nó được sử dụng không được định hướng trước.

Người ta đã chứng minh rằng pyrolidinon không thể bị loại bỏ hoàn toàn, thậm chí bởi những kỹ thuật phức tạp nhất. Do đó, nếu cả dầu quang phổ và pyrolidinon đều được tạo công thức định lượng để cung cấp nồng độ đã biết trong nhiên liệu, phụ gia nhiên liệu hoặc chất lỏng khác theo phương án của sáng chế, và do đó, chất lỏng được thêm vào, ngay cả trong trường hợp có người đã loại bỏ thành phần phtalein của chất đánh dấu, lượng đủ, nếu không phải tất cả của pyrolidinon còn lại và có thể được phát hiện bằng phương pháp thử nghiệm GC. Phương pháp GC này có thể sử dụng máy phát hiện nitơ để cung cấp độ nhạy và độ phân giải cần thiết để xem nồng độ NOP ppm thấp. Quá trình phát hiện FID và MS thông thường không đủ để đạt được kết quả cần thiết để

phát hiện NOP từ các thành phần nhiên liệu/chất lỏng trong quy trình thử nghiệm có hiệu quả về chi phí.

Do đó, chế phẩm theo sáng chế có thể được điều chế để trải qua cả thử nghiệm hóa học định lượng với thuốc thử kiểm tiêu chuẩn cung cấp kết quả thử nghiệm phản ứng nổi và hiện hình đối với dấu phtalein này, và ngoài ra, việc xác định định lượng pyrolidinon bằng GC có thể được biểu hiện như là cả ở dạng pháp ý của chất đánh dấu trong chất lỏng và bằng chứng cho thấy việc rửa sạch xảy ra.

Sáng chế đề xuất phương pháp xác định chất lỏng hydrocacbon chứa dấu sắc ký khí. Phương pháp này bao gồm các bước sau: a) đưa mẫu chất lỏng hydrocacbon vào hệ thống sắc ký khí, từ đó đưa ra kết quả báo cáo sắc ký khí của mẫu; và b) xác định sự xuất hiện của pyrolidinon trong chất lỏng hydrocacbon bằng cách sử dụng báo cáo sắc ký khí. Trong một số trường hợp, chất lỏng hydrocacbon có thể còn bao gồm dấu quang phổ. Trong những trường hợp này, phương pháp có thể còn bao gồm các bước sau: c) phân tích quang phổ mẫu thứ hai của chất lỏng hydrocacbon, từ đó đưa ra kết quả báo cáo phổ của mẫu thứ hai; và d) xác định sự xuất hiện của dấu quang phổ trong chất lỏng hydrocacbon bằng cách sử dụng báo cáo quang phổ.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp tạo ra tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon được lưu thông trên thị trường và phát hiện sự xuất hiện của dấu. Phương pháp này bao gồm các bước sau: a) thêm dấu sắc ký khí bao gồm pyrolidinon vào tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon đang lưu hành trên thị trường; b) chọn mẫu của một trong những chất lỏng hydrocacbon đang lưu hành trên thị trường; c) đưa mẫu của một trong những chất lỏng hydrocacbon đang lưu hành trên thị trường vào hệ thống sắc ký khí, từ đó đưa ra kết quả báo cáo sắc ký khí của mẫu; và d) xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của pyrolidinon trong mẫu bằng cách sử dụng báo cáo sắc ký khí, từ đó xác định xem mẫu là từ bên trong hay không phải bên trong tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon. Việc thêm ở bước a) có thể bao gồm thêm dấu GC vào với lượng cần thiết để cung cấp pyrolidinon ở tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon trong khoảng từ 0,1 ppm đến 500 ppm, bao gồm nhưng không giới hạn ở bất kỳ dấu GC khác hoặc khoảng nồng độ pyrolidinon được bộc lộ trong tài liệu này. Phương pháp này có thể bao gồm bất kỳ dấu hiệu kỹ thuật nào được mô tả ở trên liên quan đến phương pháp xác định chất lỏng hydrocacbon có chứa dấu sắc ký khí. Trong một số trường hợp, phương pháp có thể còn bao gồm các bước sau: e) thêm dấu quang phổ vào tập hợp con của chất lỏng

hydrocacbon đang lưu hành trên thị trường; f) phân tích bằng quang phổ ít nhất một phần thứ hai của mẫu của một trong những chất lỏng hydrocacbon đang lưu hành trên thị trường, từ đó đưa ra kết quả báo cáo quang phổ của mẫu; và g) xác định sự hiện diện hay vắng mặt của dấu quang phổ trong mẫu bằng cách sử dụng báo cáo quang phổ, từ đó xác định xem mẫu đó có hay không trong tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon. Việc thêm ở bước e) có thể bao gồm việc thêm dấu quang phổ với lượng cần thiết để cung cấp dấu quang phổ trong tập hợp con của chất lỏng hydrocacbon trong khoảng từ 0,1 ppm đến 500 ppm, bao gồm nhưng không giới hạn ở bất kỳ dấu quang phổ nào khác trong phạm vi nồng độ được bộc lộ trong tài liệu này.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp xác định chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu mà đã bị rửa sạch, trong đó chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu mà không bị rửa sạch chứa dấu sắc ký khí và dấu quang phổ. Phương pháp này bao gồm các bước sau: a) đưa phần thứ nhất của mẫu chất lỏng hydrocacbon nghi ngờ đã bị rửa sạch vào hệ thống sắc ký khí, từ đó đưa ra kết quả báo cáo sắc ký khí của mẫu chất lỏng hydrocacbon; b) phân tích bằng quang phổ phần thứ hai của mẫu chất lỏng hydrocacbon, từ đó đưa ra kết quả báo cáo quang phổ của mẫu chất lỏng hydrocacbon; c) xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của dấu sắc ký khí bằng cách sử dụng báo cáo sắc ký khí và xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của dấu hiệu quang phổ bằng cách sử dụng báo cáo quang phổ; và d) dựa trên việc xác định ở bước c): nếu dấu sắc ký khí và dấu quang phổ được xác định là xuất hiện, thì chỉ ra rằng mẫu chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu và không bị rửa sạch; nếu dấu sắc ký khí được xác định là xuất hiện và dấu quang phổ được xác định là không xuất hiện, thì chỉ ra rằng mẫu chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu và bị rửa sạch; và nếu dấu sắc ký khí và dấu quang phổ được xác định là không xuất hiện, thì chỉ ra rằng chất lỏng hydrocacbon không được đánh dấu.

Trong mỗi phương pháp này, bước đưa mẫu hoặc một phần chất lỏng vào hệ thống GC có thể bao gồm việc đưa mẫu hoặc một phần chất lỏng vào hệ thống GC-NPD, từ đó đưa ra kết quả báo cáo GC-NPD. Hệ thống GC-NPD có thể bao gồm đầu dò nhiệt điện tử ngọn lửa hoặc đầu dò ion hóa ngọn lửa sử dụng kiểm. Trong trường hợp này, báo cáo GC dẫn đến kết quả từ bước đưa vào có thể bao gồm giá trị cường độ mà tỷ lệ thuận với lượng nitơ hay phospho trong mẫu hoặc chất lỏng. Cường độ này có thể thay đổi theo thời gian như là hàm của thời gian rửa giải của thành phần khác nhau của mẫu hoặc chất lỏng.

Trong mỗi phương pháp này, trong một số trường hợp, việc đưa mẫu hoặc một phần chất lỏng vào bước hệ thống GC có thể bao gồm việc đưa mẫu hoặc một phần chất lỏng vào hệ thống GC-MS, hệ thống GC-NPD, bao gồm cả hệ thống GC-NPD với đầu dò nhiệt điện tử ngọn lửa (FTD) hoặc đầu dò ion hóa ngọn lửa sử dụng kiềm (AFID), hệ thống GC-đầu dò dẫn điện điện phân Hall (HECD), hệ thống GC-đầu dò ion hóa ngọn lửa (FID), hệ thống GC-đầu dò cộng kết điện tử (ECD), hệ thống GC- đầu dò quang ion hóa (PID) hoặc sự kết hợp của chúng.

Bước đưa mẫu hoặc một phần chất lỏng vào hệ thống GC cũng có thể bao gồm việc sử dụng cột silica nung chảy, cột polyetylen glycol, cột xyano propyl, cột triflorpropyl, cột polysiloxan được thể hoặc các cột tương tự. Bước đưa mẫu hoặc một phần chất lỏng vào hệ thống GC có thể bao gồm việc sử dụng khí mang được chọn từ nhóm bao gồm nitơ, heli và sự kết hợp của chúng. Các thông số vận hành khác của hệ thống sắc ký khí có thể được tối ưu hóa theo cách được hiểu bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này nhằm mục đích cải thiện sự phân tách giữa chất đánh dấu GC và các thành phần khác nhau của chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu.

Trong mỗi phương pháp này, bước xác định liên quan đến báo cáo GC có thể bao gồm việc theo dõi giá trị cường độ tại một hoặc nhiều lần rửa giải được xác định trước.

Trong mỗi một trong các phương pháp, bước phân tích quang phổ có thể bao gồm việc tiến hành các kỹ thuật huỳnh quang phổ, quang phổ UV-Vis, quang phổ Raman, quang phổ cận hồng ngoại, sắc ký, chẳng hạn như sắc ký lỏng ghép khối phổ (LC/MS), GLP (thẩm thấu gel lỏng) hoặc sự kết hợp của chúng.

Trong mỗi phương pháp này, bước xác định liên quan đến báo cáo quang phổ có thể bao gồm việc so sánh báo cáo quang phổ với phổ tham chiếu đối với dấu quang phổ.

Mặc dù có thể loại bỏ phtalein bởi những người vô đạo đức, ngay cả trong những điều kiện khắt khe nhất, pyrrolidinon chỉ bị loại bỏ một phần cung cấp bằng chứng tuyệt đối về sự xuất hiện của chất đánh dấu trong mẫu nhiên liệu/chất lỏng.

Về cơ bản, tất cả 1-alkyl pyrrolidinon sẽ hoạt động tốt trong các phương pháp này cung cấp nhiều kết hợp của phtalein và pyrrolidinon cho phép các chế phẩm linh hoạt hơn được chọn cho người dùng cuối. Ví dụ, pyrrolidinon có thể bao gồm, nhưng không giới hạn ở 1-metyl-2-pyrrolidinon, 1-etyl-2-pyrrolidinon, 1-xyclohexyl-2-pyrrolidinon, 1-

octyl-2-pyrrolidinon 2-pyrrolidinon, ocylddecyl-2-pyrrolidinon và 1-vinyl-2-pyrrolidinon, hoặc bất kỳ pyrrolidinon thích hợp nào khác, bao gồm, ví dụ, tất cả các alkyl pyrrolidin từ C1 đến C16.

Chế phẩm theo các phương án của sáng chế có thể bao gồm từ khoảng 1 đến khoảng 99% dầu quang phổ, tốt hơn là khoảng 10 đến khoảng 60%, và tốt hơn nữa là trong khoảng từ 15 đến khoảng 50%; khoảng 1 đến khoảng 99% pyrrolidinon, tốt hơn là trong khoảng từ 10 đến khoảng 80%, và tốt hơn nữa là trong khoảng từ 20 đến khoảng 70%; từ khoảng 1 đến khoảng 99% dung môi, tốt hơn là khoảng 10 đến khoảng 60%, và tốt hơn nữa là trong khoảng từ 20 đến khoảng 50%. Có thể hình dung rằng trong tất cả các phương án của sáng chế, chế phẩm sẽ bao gồm ít nhất một dầu quang phổ và pyrrolidinon. Dung môi có thể là bất kỳ loại nào phù hợp, và không giới hạn ở việc sử dụng dung môi naphta.

Theo FIG.1, sáng chế đề cập đến hệ thống 10. Hệ thống có thể bao gồm hệ thống GC 12 và máy tính 14. Hệ thống GC-NPD 12 có thể bao gồm cột GC 16 và đầu dò GC 18. Hệ thống GC 12 có thể bao gồm nguồn khí mang 20.

Trong một số trường hợp, hệ thống GC 12 có thể là hệ thống GC-NPD. Trong một số trường hợp, hệ thống GC 12 có thể là hệ thống GC-MS.

Cột GC 16 có thể là cột silica nung chảy, cột polyetylen glycol, cột xyano propyl, cột triflorpropyl, cột polysiloxan được thể hoặc cột khác được biết tới bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sắc ký phù hợp để tách dầu GC được mô tả trong tài liệu này ra khỏi chất lỏng hydrocacbon. Trong một số trường hợp, đầu dò GC 18 có thể là NPD. Trong một số trường hợp, đầu dò GC 18 có thể là MS. Trong một số trường hợp, đầu dò GC 18 có thể là NPD, bao gồm FTD hoặc AFID, MS, HECD, FID, ECD, PID, hoặc sự kết hợp của chúng. Đầu dò nitơ phospho có thể là đầu dò nhiệt điện tử ngọn lửa, đầu dò ion hóa ngọn lửa sử dụng kiểm tra hoặc đầu dò nitơ phospho khác được biết bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sắc ký. Nguồn khí mang 20 có thể là nguồn heli, nguồn nitơ, hoặc sự kết hợp của chúng.

Máy tính 14 có thể bao gồm bộ xử lý 22 và bộ nhớ 24. Máy tính cũng có thể bao gồm nhiều màn hình, đầu vào và những bộ phận tương tự, được hiểu bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật máy tính. Bộ nhớ có thể đã lưu trữ các hướng dẫn trên đó, khi được chạy bằng bộ xử lý, khiến bộ xử lý nhận báo cáo GC

và/hoặc báo cáo quang phổ và thực hiện bước xác định hoặc bước ở bất kỳ phương pháp nào được mô tả trong tài liệu này.

Bộ nhớ 24 có thể được lưu trữ một hoặc nhiều báo cáo GC tham chiếu trên đó, tương ứng với dấu GC hoặc pyrolidinon sẽ được phân tích bởi hệ thống 10.

Hệ thống 10 có thể bao gồm thêm hệ thống quang phổ 26. Hệ thống quang phổ 26 có thể bao gồm nguồn ánh sáng 28 và đầu dò ánh sáng 30.

Bộ nhớ 24 có thể được lưu trữ một hoặc nhiều báo cáo quang phổ tham chiếu trên đó, tương ứng với dấu quang phổ sẽ được phân tích bởi hệ thống.

Hệ thống GC 12 và hệ thống quang phổ 26 tùy chọn có thể có bộ xử lý và bộ nhớ di động, được hiểu bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Kết nối giữa máy tính và hệ thống GC 12 và hệ thống quang phổ 26 tùy chọn có thể là kết nối không dây hoặc có dây, sử dụng bất kỳ phương thức kết nối nào được biết đến bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật kết nối.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1. Thử nghiệm 1 đến 24

Trong các thử nghiệm từ 1 đến 24, công thức được điều chế với ba phtalein khác nhau, 4 1-alkylpyrolidinon khác nhau, và 2 nồng độ khác nhau. Bảng 1 thể hiện công thức được điều chế. Tất cả công thức được thể hiện là dung dịch ổn định, được xác định bởi sự không phân tách hoặc không kết tủa, trong khoảng thời gian 1 tháng, 3 tháng và 6 tháng.

Bảng 1

Thử nghiệm (công thức) số	Phtalein	Alkyl-Pyrolidinon	Pyrolidinon %	Độ ổn định		
				1 tháng	3 tháng	6 tháng
1	Cresolphtalein	Metyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
2	Cresolphtalein dibutyrat	Metyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
3	Thymolphtalein	Metyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
4	Cresolphtalein	Octyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
5	Cresolphtalein dibutyrat	Octyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
6	Thymolphtalein	Octyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
7	Cresolphtalein	dodecyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định

8	Cresolphtalein dibutyrat	dodecyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
9	Thymolphtalein	dodecyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
10	Cresolphtalein	xyclohexyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
11	Cresolphtalein dibutyrat	xyclohexyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
12	Thymolphtalein	xyclohexyl	30%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
13	Cresolphtalein	Metyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
14	Cresolphtalein dibutyrat	Metyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
15	Thymolphtalein	Metyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
16	Cresolphtalein	Octyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
17	Cresolphtalein dibutyrat	Octyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
18	Thymolphtalein	Octyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
19	Cresolphtalein	dodecyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
20	Cresolphtalein dibutyrat	dodecyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
21	Thymolphtalein	dodecyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
22	Cresolphtalein	xyclohexyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
23	Cresolphtalein dibutyrat	xyclohexyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định
24	Thymolphtalein	xyclohexyl	60%	Ổn định	Ổn định	Ổn định

Ví dụ 2. Thử nghiệm 25 đến 27

Đường cong hiệu chuẩn đã được tạo ra cho ba loại pyrrolidinon. Các thử nghiệm 25, 26 và 27 đã được thực hiện trong đó nồng độ pyrrolidinon tiêu chuẩn ở mức 1ppm, 5 ppm và 10 ppm. Dung dịch điểm 0,5 ppm cũng đã được điều chế cho 1-octyl-2-pyrrolidinon. Thu được đường hiệu chuẩn thẳng. Bảng 2 đưa ra tổng số diện tích được xác định cho ba thử nghiệm ở mỗi nồng độ đo được và “R²” hoặc “giá trị bình phương của R” đối với mỗi đường cong hiệu chuẩn. Thời gian duy trì lặp lại đối với ba alkylpyrrolidinon được thấy là 9,1 phút, 10,0 phút và 15,1 phút tương ứng cho 1-xyclohexyl, 1-octyl và 1 dodecyl pyrrolidinon.

Bảng 2

Thử nghiệm số	Xác định	PPM				Giá trị R bình phương đối với đường thẳng phù hợp nhất
		0,5	1	5	10	

25	Hiệu chuẩn đối với 1-octylpyrolidinon	38000	81000	432000	934000	0,9988
26	Hiệu chuẩn đối với 1-xyclohexylpyrolidinon		126571	459429	843727	0,9995
27	Hiệu chuẩn đối với 1-dodecylpyrolidinon		109000	223000	393000	0,9976

Điều kiện GC được mô tả như sau (HP 6890 Series GC System)

Cột: Cột mao dẫn, Restek Rxi-1ms, 30m x 0,5 μ m x 250 μ l

Đầu dò: Agilent 6890 Nitơ Phospho Detector

Chế độ đối với cột: Chảy liên tục, không phân tách

Nhiệt độ ban đầu: 120°C

Nhiệt độ giữ ban đầu: 0 phút

Nhiệt độ cuối cùng: 250°C

Tỷ lệ tạo độ dốc: 10 °C/phút

Thời gian giữ: 12 phút

Thể tích tiêm: 1 μ l

Ví dụ 3. Thử nghiệm 28 đến 37

Trong các thử nghiệm từ 28 đến 37, một số công thức như đã nêu trong bảng 1, được điều chế tại nồng độ 20 ppm trong nhiên liệu Diesel. Các kết quả được minh họa trong bảng 3. Thời gian duy trì tương đồng cơ bản được thấy đối với alkylpyrolidinon. Thu được nồng độ tốt nhất đối với các mẫu. Mẫu 20 ppm khi được điều chế nên chứa 6 ppm pyrolidinon đối với công thức đó với 30% pyrolidinon trong các công thức và 12 ppm cho các công thức có 60% pyrolidinon.

Bảng 3

Thử nghiệm số	Công thức từ bảng 1	Thời gian duy trì của đỉnh chính	Nồng độ pyrolidinon
28	4	10,0	6
29	5	10,0	6
30	6	10,0	6
31	7	15,9	6
32	8	15,9	6
33	10	9,2	6
34	12	9,1	6
35	18	10,1	12
36	23	9,1	12
37	24	9,1	12

Ví dụ 4. Thử nghiệm 38 đến 53

Nghiên cứu rửa sạch được thực hiện trên mẫu được điều chế trong nhiên liệu diesel và xăng. Đối với các thí nghiệm từ 38 đến 47, các công thức như mô tả trong bảng 1 đã được điều chế ở mức 10 và 20 ppm trong xăng và/hoặc nhiên liệu diesel và được phân tích bằng sắc ký cột có chứa than hoạt tính. Kỹ thuật được sử dụng tương tự như kỹ thuật được sử dụng tại thị trường châu Á nơi việc loại bỏ dầu trong nhiên liệu được biết đến là một vấn đề. Trong các thử nghiệm này, 300 ml nhiên liệu được đánh dấu đưa qua cột (được nén, đường kính trong là 11 mm) chứa 7,5 gam than hoạt tính (Darco®, lưới 20-40, mua từ Aldrich, Cat # 242268). Nhiên liệu được truyền qua cột với tốc độ khoảng 1,5 ml mỗi phút cho đến khi thu hồi được khoảng 300 ml nhiên liệu từ cột. Dung dịch thu được đã được đưa vào cùng điều kiện GC được mô tả trước đó. Bảng 4 cho thấy kết quả của các thử nghiệm từ 38 đến 45, kết quả của thử nghiệm GC. Nó chứa tỷ lệ phần trăm pyrolidinon còn lại trong nhiên liệu sau khi xử lý với than đã đề cập trên. Điều đáng chú ý là trong cả hai trường hợp, xăng thể hiện khả năng duy trì tốt hơn so với nhiên liệu diesel và trong cả hai trường hợp, dung dịch 20 ppm thể hiện khả năng duy trì tốt hơn là dung dịch 10 ppm.

Các thử nghiệm từ 48 đến 55 đã được thực hiện bằng cách thực hiện xút tiêu biểu (4 phần dung dịch nhiên liệu diesel cộng với 1 phần NaOH 5%, lắc mạnh) và axit (5 phần nhiên liệu diesel cộng với 1 phần axit clohydric 10%, lắc mạnh) rửa trong dung dịch 20 ppm của nhiều công thức khác nhau. Bảng 5 (xút) và 6 (axit) thể hiện lượng pyrolidinon còn lại sau khi tiến hành rửa sạch. Trong cột cuối cùng, lượng phtalein phát

hiện trong mẫu đã rửa cũng được thể hiện. Trong tất cả các trường hợp, than và chất rửa xút loại bỏ nhiều hoặc tất cả phtalein. Đối với chất rửa HCl, về cơ bản tất cả phtalein vẫn còn như mong đợi. HCl được biết đến là phương pháp kém để loại bỏ phtalein từ nhiên liệu.

Bảng 4 - rửa sạch bằng than

Thử nghiệm #	Loại nhiên liệu	Nồng độ ở ppm	Công thức #	Pyrolidinon	% dầu GC còn lại	Phtalein còn lại
38	Xăng	10	5	NOP	52	0
39	Xăng	20	5	NOP	41	0
40	Dầu diesel	10	5	NOP	33	0
41	Dầu diesel	20	5	NOP	67	0
42	Dầu diesel	20	23	NCP	66	0
43	Dầu diesel	20	20	NDP	79	0
44	Dầu diesel	20	12	NCP	61%)	0
45	Dầu diesel	20	6	NOP	57%)	0

Bảng 5 - rửa sạch bằng xút

Thử nghiệm #	Loại Nhiên liệu	Nồng độ ở ppm	Công thức #	Pyrolidinone	% dầu GC còn lại	Phtalein còn lại
46	Dầu diesel	20	20	NDP	85%)	52
47	Dầu diesel	20	12	NCP	Không hoạt động	0
48	Dầu diesel	20	6	NOP	Không hoạt động	0
49	Dầu diesel	20	8	NDP	Không hoạt động	53

Bảng 6 - rửa sạch bằng axit

Thử nghiệm #	Loại Nhiên liệu	Nồng độ ở ppm	Công thức #	Pyrolidinone	% dầu GC còn lại	Phtalein còn lại
50	Dầu diesel	20	8	NDP	100%)	100

51	Dầu diesel	20	20	NDP	100%)	99,5
52	Dầu diesel	20	6	NOP	Không hoạt động	87
53	Dầu diesel	20	12	NCP	Không hoạt động	86

Ví dụ 5. Thử nghiệm 54

Để xác minh sự phân phối thời gian duy trì đối với ba pyrrolidinon được sử dụng trong các công thức từ 1 đến 24, Quadropole GC/MS được sử dụng. Sử dụng cùng điều kiện cột và nhiệt độ đã được mô tả cho các thử nghiệm từ 25 đến 27, chất tiêu chuẩn để hiệu chuẩn đã được đưa qua đầu dò MS/GC [HP 5973 Mass Selective Detector]. Đối với 1-xyclohexylpyrrolidinon ion M^+ được tìm thấy tại 167 mu (đơn vị khối lượng). Đối với 1-octylpyrrolidinon ion M^+ được tìm thấy tại 197 mu. Đối với 1-dodecylpyrrolidinon ion M^+ được tìm thấy tại 253 mu. Những ion M^+ này là khối lượng phân tử đưa ra dự kiến của các pyrrolidinon.

Sáng chế được mô tả theo một hoặc nhiều phương án ưu tiên, và nên được hiểu rằng nhiều đương lượng, thay thế, biến thể và biến đổi, ngoài những phương án đã được nêu rõ ràng, thì đều có thể thực hiện được và nằm trong phạm vi của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xác định chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu đã bị rửa sạch, trong đó chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu không bị rửa sạch chứa dấu sắc ký khí và dấu quang phổ, dấu sắc ký khí bao gồm pyrolidinon, phương pháp này bao gồm các bước sau:

a) đưa phần thứ nhất của mẫu chất lỏng hydrocacbon nghi ngờ đã bị rửa sạch vào hệ thống sắc ký khí, từ đó đưa ra kết quả báo cáo sắc ký khí của mẫu chất lỏng hydrocacbon;

b) phân tích quang phổ phần thứ hai của mẫu chất lỏng hydrocacbon, từ đó đưa ra kết quả báo cáo quang phổ của mẫu chất lỏng hydrocacbon;

c) xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của dấu sắc ký khí sử dụng báo cáo sắc ký khí và xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của dấu quang phổ sử dụng báo cáo quang phổ; và

d) dựa trên quá trình xác định ở bước c):

nếu dấu sắc ký khí và dấu quang phổ được xác định là xuất hiện, thì chỉ ra rằng mẫu chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu và không bị rửa sạch;

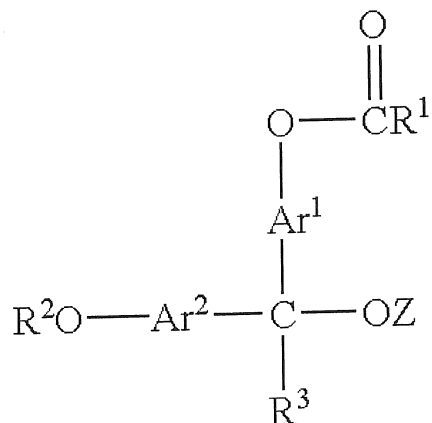
nếu dấu sắc ký khí được xác định là xuất hiện và dấu quang phổ được xác định là không xuất hiện, thì chỉ ra rằng mẫu chất lỏng hydrocacbon được đánh dấu và bị rửa sạch; và

nếu dấu sắc ký khí và dấu quang phổ được xác định là không xuất hiện, thì chỉ ra rằng chất lỏng hydrocacbon không được đánh dấu.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hệ thống sắc ký khí là sắc ký khí với hệ thống đầu dò nitơ phospho (GC-NPD) và bước a) là đưa phần thứ nhất này vào hệ thống GC-NPD.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó quá trình xác định sự xuất hiện hay không xuất hiện của phần dấu quang phổ ở bước c) bao gồm so sánh báo cáo quang phổ với phổ tham khảo.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dấu quang phổ là:



trong đó mỗi Ar^1 và Ar^2 độc lập biểu diễn nhóm phenylen được thế hoặc không được thế hoặc nhóm naphtylen được thế hoặc không được thế; R^1 biểu diễn nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon; R^2 biểu diễn nguyên tử hydro hoặc nhóm có công thức $\text{C}(\text{O})\text{R}^4$ trong đó R^4 là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 22 nguyên tử cacbon; R^3 biểu diễn nguyên tử hydro, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy mạch thẳng hoặc phân nhánh có từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, nhóm hydroxyl, nhóm phenyl được thế hoặc không được thế hoặc nhóm naphtyl thế hoặc không được thế; và Z biểu diễn nguyên tử hydro hoặc nhóm các nguyên tử kết hợp với Ar^2 hoặc R^3 để tạo thành vòng lacton.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dấu quang phổ là thuốc nhuộm màu đỏ hoặc thuốc nhuộm màu vàng.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó dấu quang phổ là Solvent Red 164 hoặc Solvent Yellow 124.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dấu quang phổ là phtalein.

8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó pyrrolidinon là 1-alkyl-2-pyrrolidinon hoặc 1-alkenyl-2-pyrrolidinon.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó pyrrolidinon là 1-alkyl-2-pyrrolidinon.

10. Phương pháp theo điểm 9, 1-alkyl-2-pyrrolidinon bao gồm nhóm alkyl không có vòng có từ 1 đến 40 nguyên tử cacbon hoặc nhóm xycloalkyl có từ 4 đến 40 nguyên tử.

11. Phương pháp theo điểm 10, nhóm alkyl không có vòng có từ 3 đến 24 nguyên tử cacbon, nhóm xycloalkyl có từ 4 đến 24 nguyên tử cacbon.
12. Phương pháp theo điểm 9, trong đó pyrrolidinon được chọn từ nhóm bao gồm 1-metyl-2-pyrrolidinon, 1-etyl-2-pyrrolidinon, 1-xyclohexyl-2-pyrrolidinon, 1-octyl-2-pyrrolidinon, 1-dodecyl-2-pyrrolidinon và sự kết hợp của chúng.
13. Phương pháp theo điểm 8, trong đó pyrrolidinon là 1-alkenyl-2-pyrrolidinon.
14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó 1-alkenyl-2-pyrrolidinon bao gồm nhóm alkenyl có từ 2 nguyên tử cacbon đến 40 nguyên tử cacbon.
15. Phương pháp theo điểm 13, trong đó pyrrolidinon là 1-vinyl-2-pyrrolidinon.

1/1

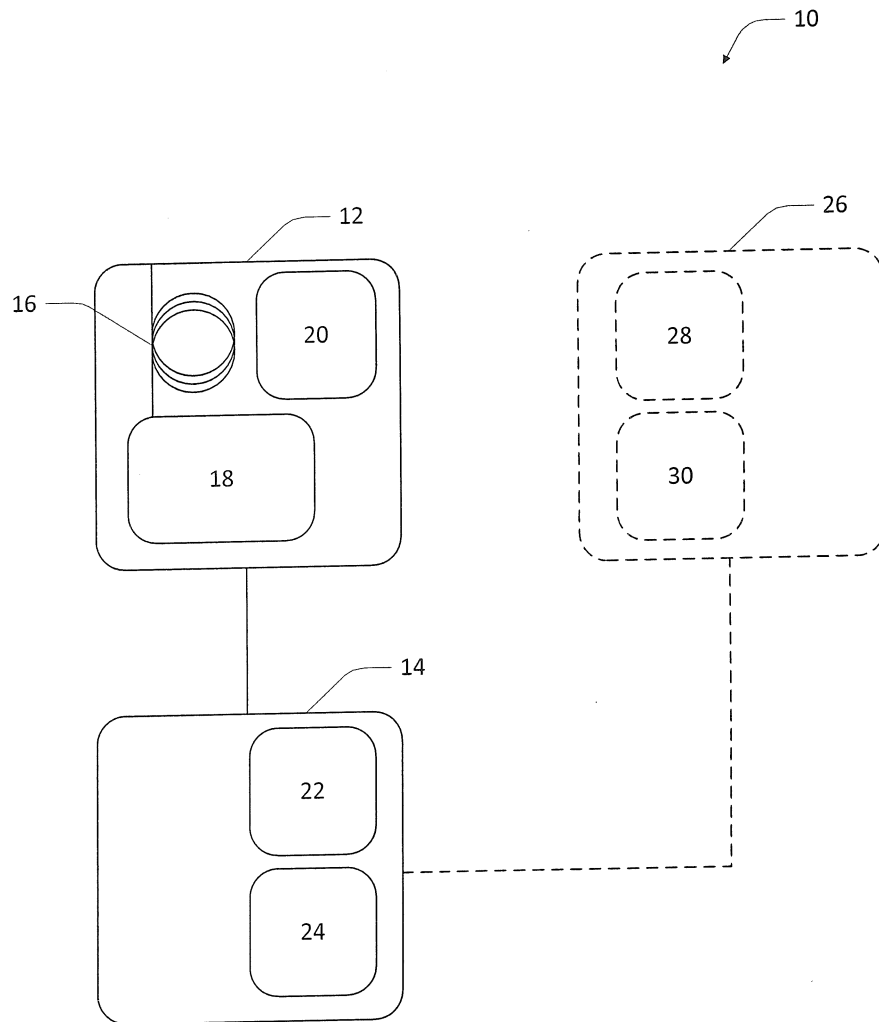


Fig. 1