



(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)



1-0036193

(51)^{2019.01} C07C 263/10; C07C 265/04; C07C
263/18

(13) B

(21) 1-2020-01219

(22) 03/09/2018

(86) PCT/KR2018/010227 03/09/2018

(87) WO 2019/050236 14/03/2019

(30) 10-2017-0116138 11/09/2017 KR

(45) 25/07/2023 424

(43) 25/06/2020 387ASC

(73) HANWHA SOLUTIONS CORPORATION (KR)

86, Cheonggyecheon-ro, Jung-gu, Seoul 04541, Republic of Korea

(72) LEE, Byeong Hyeon (KR); PARK, Ju Young (KR); AHN, Cho Hee (KR); CHO, Sang Hyun (KR).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ ISOXYANAT BÉO

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế isoxyanat béo có khả năng ngăn chặn sự xuất hiện của các phản ứng phụ và việc sản xuất sản phẩm phụ. Phương pháp điều chế isoxyanat béo bao gồm bước cho phản ứng muối của amin béo với phosgen, trong đó bước phản ứng bao gồm bước phản ứng thứ nhất mà phosgen được bổ sung đầu tiên và được cho phản ứng với muối của muối amin béo ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 100°C, và bước phản ứng thứ hai trong đó phosgen được bổ sung thứ hai và được cho phản ứng với sản phẩm thu được của bước phản ứng thứ nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120 đến 160°C, và trong đó lượng phosgen được bổ sung đầu tiên là tỷ lệ nhất định của tổng lượng phosgen.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế isoxyanat béo có độ tinh khiết cao, cụ thể hơn là, đề cập đến phương pháp điều chế isoxyanat béo có độ tinh khiết cao bao gồm polyisoxyanat béo có khả năng ngăn chặn sự xuất hiện của các phản ứng phụ và việc sản xuất sản phẩm phụ.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Xylylen diisoxyanat (sau đây gọi là XDI) bao gồm vòng thơm, nhưng được phân loại thành thành phần của isoxyanat béo, và là hợp chất rất hữu ích làm nguyên liệu thô như nguyên liệu gốc polyuretan, nguyên liệu gốc polyure, nguyên liệu gốc polyisoxyanurat và nguyên liệu tương tự trong lĩnh vực của ngành công nghiệp hóa chất, công nghiệp nhựa và công nghiệp sơn.

Thông thường, isoxyanat béo được sản xuất bằng phương pháp trong đó nhiều phản ứng phụ xảy ra trong quá trình tổng hợp và muối được tạo thành thông qua phản ứng với axit clohydric khan hoặc axit carbonic, và phản ứng với phosgen. Như ví dụ, trong trường hợp của XDI, nó được sản xuất bằng cách cho phản ứng xylylen diamin (sau đây gọi là XDA) với axit clohydric khan để tạo thành muối amin-hydroclorua, và sau đó cho phản ứng muối này với phosgen. Cụ thể hơn, thông thường, phương pháp điều chế isoxyanat béo như XDI thông qua các bước phản ứng amin nguyên liệu thô lỏng, ví dụ, dung dịch chứa XDA, với axit clohydric khan để tạo thành XDA-HCl hydroclorua, gia nhiệt hydroclorua đến nhiệt độ cao ít nhất 100°C và sau đó bổ sung phosgen dạng khí ngoài ra để thực hiện phản ứng khí-lỏng đã được sử dụng.

Lý do tại sao phản ứng tiến hành dưới việc gia nhiệt ở nhiệt độ cao theo cách thức này đặc biệt là, phản ứng hình thành của isoxyanat béo là phản ứng thu nhiệt thông thường, và gia nhiệt liên tục và bảo quản ở nhiệt độ cao trong phản ứng được yêu cầu để làm tăng hiệu suất của nó.

Tuy nhiên, isoxyanat béo như XDI thường có khả năng phản ứng của nhóm amin lớn, và rất nhiều phản ứng phụ xảy ra trong phản ứng phosgen hóa. Tạp chất được tạo thành qua phản ứng phụ ảnh hưởng đến phản ứng hình thành nhựa polyuretan, điều này gây ra vấn đề là chất lượng của nhựa bị suy giảm.

Do sự cần thiết phải duy trì nhiệt độ cao trong quá trình sản xuất isoxyanat béo như được mô tả bên trên, và khả năng phản ứng lớn của isoxyanat béo được sản xuất như XDI, có những nhược điểm mà khả năng tạo thành sản phẩm phụ và sự xuất hiện của các phản ứng phụ do biến tính nhiệt hoặc tương tự của sản phẩm cũng được tăng, do đó, lượng tải lớn thường xảy ra ngay cả trong quá trình lọc.

Vì những vấn đề này, trước đây, một số nỗ lực đã được thực hiện để ngăn chặn phản ứng phụ trong quá trình điều chế isoxyanat béo và việc tạo thành sản phẩm phụ, nhưng chưa có công nghệ hiệu quả nào được phát triển. Ngoài ra, có một nhược điểm là sự bốc hơi của phosgen xảy ra trong quy trình sản xuất được mô tả bên trên và do đó rủi ro cao hơn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế isoxyanat béo có độ tinh khiết cao, có thể chặn sự xuất hiện của các phản ứng phụ hoặc việc tạo thành sản phẩm phụ làm bước phản ứng được tiến hành liên tục trong quá trình điều chế isoxyanat béo sử dụng phosgen.

Giải pháp kỹ thuật để giải quyết vấn đề

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế isoxyanat béo bao gồm bước cho phản ứng muối của amin béo với phosgen, trong đó bước phản ứng bao gồm bước phản ứng thứ nhất mà phosgen được bổ sung đầu tiên và được cho phản ứng với muối của amin béo ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 100°C, và bước phản ứng thứ hai trong đó phosgen được bổ sung lần hai và được cho phản ứng với sản phẩm thu được của bước phản ứng thứ nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120 đến 160°C, và trong đó lượng phosgen được bổ sung đầu tiên nằm trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng của toàn bộ lượng phosgen được bổ sung đầu tiên và thứ hai.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Theo phương pháp điều chế của sáng chế, có thể giảm thiểu sự xuất hiện của các phản ứng phụ và việc tạo thành sản phẩm phụ, và nhờ đó để tạo ra isoxyanat béo có độ tinh khiết cao trong năng suất cao thông qua quy trình điều chế đơn giản. Ngoài ra, thời gian phản ứng ở nhiệt độ cao của phosgen tương đối ngắn, và rủi ro của việc bốc hơi

phosgen cũng có thể được giảm đáng kể.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các thuật ngữ được sử dụng ở đây chỉ để mô tả các phương án cụ thể và không có ý định giới hạn sáng chế. Việc diễn đạt số ít được dự định bao gồm diễn đạt số nhiều, trừ khi bối cảnh chỉ ra rõ ràng khác. Nên được hiểu rằng thuật ngữ “gồm”, “bao gồm”, “có”, v.v. được sử dụng ở đây để xác định sự có mặt của các đặc điểm, số, bước, thành phần hoặc tổ hợp đã nêu của nó, nhưng không loại trừ sự có mặt hoặc bổ sung một hoặc nhiều đặc điểm, số, bước, thành phần hoặc tổ hợp khác của nó.

Vì các phương án theo sáng chế dễ bị ảnh hưởng bởi các sửa đổi và các dạng thay thế, các phương án cụ thể của nó sẽ được minh họa và mô tả chi tiết bên dưới. Tuy nhiên, nên được hiểu rằng, sáng chế không bị giới hạn bởi các phương án cụ thể được bộc lộ, nhưng trái lại, sáng chế là để bao gồm tất cả các sửa đổi, đương lượng và phương án thay thế trong phạm vi của sáng chế.

Theo một phương án theo sáng chế, sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế isoxyanat béo bao gồm bước cho phản ứng muối amin béo với phosgen,

trong đó bước phản ứng bao gồm bước phản ứng thứ nhất trong đó phosgen được bổ sung đầu tiên và cho phản ứng với muối amin béo ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 100°C, và bước phản ứng thứ hai trong đó phosgen được bổ sung thứ hai và được cho phản ứng với sản phẩm thu được của bước phản ứng thứ nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120 đến 160°C, và

trong đó lượng phosgen được bổ sung đầu tiên nằm trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng của toàn bộ lượng phosgen được bổ sung đầu tiên và thứ hai.

Nói chung là, việc điều chế isoxyanat béo được thực hiện bởi phản ứng của amin béo và phosgen. Tại thời điểm này, phản ứng phụ xảy ra, và làm sản phẩm của phản ứng phụ, ví dụ, monoisoxyanat như clorometylbenzyl isoxyanat (CMBI) được sản xuất. Sự xuất hiện của phản ứng phụ này và việc tạo thành sản phẩm phụ được biết là do cần thiết phải duy trì nhiệt độ cao trong quá trình điều chế isoxyanat béo và khả năng phản ứng lớn của isoxyanat béo được sản xuất như XDI. Cụ thể là, khi isoxyanat béo làm sản phẩm cuối cùng được tiếp xúc với nhiệt độ cao trong khoảng thời gian nhất định, nó gây ra phản ứng phụ và có thể tạo thành sản phẩm phụ polyme, như oligome hoặc polyme chứa dime, trime hoặc multime cao hơn.

Trong phương pháp điều chế theo một phương án, để ngăn chặn việc tạo ra phản

ứng phụ và/hoặc sản phẩm phụ này, phosgen được bổ sung đầu tiên ở một lượng tương đối nhỏ ở nhiệt độ tương đối thấp để tạo ra hợp chất trung gian, và sau đó trong khi thêm lượng dư của phosgen, phosgen và hợp chất trung gian có thể phản ứng để tạo thành isoxyanat béo.

Đối với ví dụ, trong trường hợp xylylen diisoxyanat (XDI) thuộc về isoxyanat béo, nó được tạo thành bằng việc phản ứng xylylen diamin và phosgen. Trong bước phản ứng thứ nhất, trong khi bổ sung lượng nhỏ phosgen, phosgen được cho phản ứng với muối của xylylendiamin ở nhiệt độ tương đối thấp, nhờ đó sản xuất hợp chất trung gian ở dạng của muối carbamoyl. Cụ thể là, tại thời điểm này, để tạo thành hợp chất trung gian một cách thích hợp bằng cách cho phản ứng ở tỷ lệ tương đối thấp, được điều chế trước dưới dạng muối của amin béo như xylylendiamin và được phản ứng.

Sau đó, trong khi lượng còn lại của phosgen được bổ sung thứ hai ở nhiệt độ cao, phosgen này có thể được cho phản ứng với hợp chất trung gian ở dạng của muối carbamoyl để tạo thành isoxyanat béo như xylylen diisoxyanat.

Theo phương pháp của phương án này, thời gian trong quá trình mà isoxyanat béo làm sản phẩm cuối được tiếp xúc với nhiệt độ cao có thể được giảm thiểu, và ngoài ra, làm hợp chất trung gian được tạo thành trong bước phản ứng thứ nhất tại nhiệt độ tương đối thấp, có thể giảm thời gian cần thiết để duy trì nhiệt độ cao trong toàn bộ quy trình phản ứng. Kết quả là, sự xuất hiện của các phản ứng phụ hoặc việc sản xuất sản phẩm phụ có thể được giảm đáng kể trong quá trình điều chế isoxyanat béo.

Ngoài ra, khi giảm lượng nhiệt được thêm vào toàn bộ quy trình, chi phí quá trình tổng thể cũng có thể được giảm.

Vì thế, theo phương pháp điều chế của một phương án, isoxyanat béo có độ tinh khiết cao có thể được sản xuất với năng suất cao thông qua quá trình điều chế đơn giản. Ngoài ra, thời gian phản ứng ở nhiệt độ cao của phosgen tương đối ngắn, và do đó nguy cơ bốc hơi của phosgen cũng có thể được giảm đáng kể.

Sau đây, phương pháp điều chế theo một phương án sẽ được mô tả cho từng bước.

Theo phương pháp của một phương án, đầu tiên, bước phản ứng thứ nhất của việc cho phản ứng phosgen với muối của amin béo trong khi được bổ sung phosgen đầu tiên ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 100°C, hoặc 85 đến 95°C được thực hiện.

Amin béo có thể được sử dụng không giới hạn cụ thể miễn nó là amin có nhóm béo. Cụ thể là, amin béo có thể là amin béo dạng mạch hoặc vòng, và cụ thể hơn, nó có thể là amin béo hai chức hoặc nhiều mạch hoặc vòng chứa hai hoặc nhiều nhóm amino trong phân tử. Ví dụ cụ thể của nó bao gồm hexametylendiamin, 2,2-dimetylpentandiamin, 2,2,4-trimetylhexandiamin, butendiamin, 1,3-butadien-1,4-diamin, 2,4,4-trimetylhexametylendiamin, 1,6,11-undecatriamin, 1,3,6-hexametyltriamin, 1,8-diisoxyanato-4-isoxyanatometyloctan, bis(aminoetyl)cacbonat, bis(aminoetyl)ete, xylylendiamin, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametyl xylylendiamin, bis(aminoetyl)phtalat, bis(aminometyl)xyclohexan, dixyclohexylmetan diamin, xyclohexandiamin, metylxyclohexandiamin, dixyclohexyldimetylmetylandiamin, 2,2-dimetyldixyclohexylmetylandiamin, 2,5-bis (aminometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 2,6-bis(aminometyl)bixyclo-[2,2,1]-heptan, 3,8-bis(aminometyl)trixyclodecan, 3,9-bis(aminometyl)trixyclodecan, 4,8-bis(aminometyl)trixyclodecan, 4,9-bis(aminometyl)trixyclodecan, bis(aminometyl) norbornen, hoặc tương tự. Bất kỳ một hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được sử dụng. Mặt khác, trong một phương án theo sáng chế, xylylendiamin được phân loại là thành phần của diamin béo.

Ngoài ra, amin béo chứa lưu huỳnh như bis(aminometyl)sulfua, bis(aminoetyl)sulfua, bis(aminopropyl)sulfua, bis(aminohexyl)sulfua, bis(aminometyl)sulfon, bis(aminometyl)disulfua, bis(aminoetyl)disulfua, bis(aminopropyl)disulfua, bis(aminometylthio)metan, bis(aminoetylthio)metan, bis(aminoetylthio) etan, bis(aminometylthio)etan, 1,5-diamino-2-aminometyl-3-thiapentan, hoặc tương tự có thể được sử dụng làm amin béo.

Trong số các amin béo, xylylendiamin hoặc muối của chúng có thể thể hiện tác dụng vượt trội khi áp dụng cho phương pháp điều chế isoxyanat béo theo một phương án của sáng chế. Cụ thể là, nó có thể là xylylen diamin (XDA) như m-xylylen diamin, p-xylylen diamin hoặc o-xylylen diamin, muối XDA-HCl, XDA cacbonat, hoặc tương tự, và một hoặc nhiều hợp chất trong số các hợp chất này có thể được sử dụng.

Trong khi đó, trong phương pháp theo một phương án bao gồm bước phản ứng thứ nhất, để ngăn chặn phản ứng nhanh với phosgen, thay vì amin béo được tự sử dụng, ví dụ, muối của amin béo như hydroclorua hoặc cacbonat của amin béo ở trạng thái rắn

được sử dụng. Muối của amin béo có thể được điều chế trước bằng phản ứng trung hòa bằng cách phản ứng amin béo với axit clohydric khan hoặc axit carbonic trước bước phản ứng thứ nhất. Phản ứng trung hòa để tạo thành muối có thể được tiến hành ở nhiệt độ đương lượng bằng hoặc thấp hơn bước phản ứng thứ nhất. Ví dụ, phản ứng trung hòa có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C.

Kết quả là, bước phản ứng toàn phần bao gồm bước phản ứng thứ nhất được tiến hành bằng phản ứng ba pha là khí-lỏng-rắn trong đó muối amin béo trạng thái rắn phản ứng với phosgen thể khí ở môi trường lỏng của dung môi hữu cơ được mô tả ở dưới đây. Do đó, phản ứng nhanh cũng có thể được ngăn chặn, và nhờ đó sự xuất hiện của sản phẩm phụ/phản ứng phụ có thể cũng được ngăn chặn.

Ngoài ra, bước phản ứng toàn phần bao gồm bước phản ứng thứ nhất có thể được tiến hành trong dung môi hữu cơ có điểm sôi là 120°C hoặc cao hơn, cụ thể hơn 120 đến 200°C. Khi tiến hành trong dung môi có điểm sôi cao, isoxyanat béo có độ tinh khiết có thể được sản xuất với năng suất cao.

Ngoài ra, dung môi hữu cơ có thể bao gồm ít nhất một dung môi hữu cơ gốc hydrocacbon thơm và dung môi hữu cơ gốc este.

Dung môi hữu cơ gốc hydrocacbon thơm có thể là dung môi hữu cơ gốc hydrocacbon thơm được halogen hóa cụ thể như monoclobenzen, 1,2-diclobenzen, hoặc 1,2,4-triclobenzen.

Ngoài ra, các ví dụ cụ thể về dung môi hữu cơ gốc este bao gồm este của axit béo như amyl format, n-butyl axetat, isobutyl axetat, n-amyl axetat, isoamyl axetat, metyl isoamyl axetat, metoxybutyl axetat, sec-hexyl axetat, 2-etylbutyl axetat, 2-ethylhexyl axetat, xyclohexyl axetat, metylxyclohexyl axetat, benzyl axetat, etyl propionat, n-butyl propionat, isoamyl propionat, etyl axetat, butyl stearat, butyl lactat hoặc amyl lactat; và este của axit carboxylic thơm như salixylat kim loại, dimetyl phtalat hoặc metyl benzoat.

Cụ thể hơn, dung môi hữu cơ có thể, trong số dung môi hữu cơ gốc hydrocacbon thơm và dung môi hữu cơ gốc este được đề cập bên trên, bao gồm ít nhất một dung môi hữu cơ gốc hydrocacbon thơm và dung môi hữu cơ gốc este có điểm sôi là 120°C hoặc cao hơn, hoặc 120°C đến 200°C.

Khi phản ứng phosgen hóa được thực hiện trong dung môi hữu cơ theo cách này, muối của amin béo có thể được sử dụng ở nồng độ 20% thể tích hoặc nhỏ hơn. Khi nồng độ amin béo hoặc muối của nó vượt quá 20% thể tích, lượng lớn amin hydroclorua có thể được tạo kết tủa.

Mặt khác, bước phản ứng thứ nhất sử dụng mỗi chất phản ứng được mô tả ở trên có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 100°C, cụ thể là nằm trong khoảng từ 85 đến 95°C, và lượng phosgen được bổ sung trong bước phản ứng thứ nhất có thể là 10 đến 30% khối lượng, hoặc 12 đến 30% khối lượng, hoặc 15 đến 28% khối lượng, dựa trên tổng lượng phosgen được bổ sung trong bước phản ứng thứ nhất và thứ hai. Phụ thuộc vào các điều kiện phản ứng, phản ứng nhanh bị chặn trong bước phản ứng thứ nhất, và hợp chất trung gian của dạng muối carbamoyl có thể được hình thành một cách chọn lọc và hiệu quả.

Trong lúc đó, sau bước phản ứng thứ nhất được đề cập bên trên, trong khi bổ sung lần hai 70 đến 90% khối lượng, hoặc 70 đến 85% khối lượng, hoặc 72 đến 80% khối lượng phosgen dựa trên lượng bổ sung và còn lại trong bước phản ứng thứ nhất, ví dụ, tổng lượng phosgen được bổ sung trong bước phản ứng thứ nhất và thứ hai, bước phản ứng thứ hai của việc cho phản ứng phosgen với sản phẩm thu được của bước phản ứng thứ nhất, nghĩa là, hợp chất trung gian ở dạng muối carbamoyl ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120 đến 160°C, cụ thể hơn là 125 đến 145°C có thể được tiến hành.

Bước phản ứng thứ hai này có thể được tiến hành theo phương pháp và điều kiện tương tự như của bước phản ứng thứ nhất ngoại trừ nhiệt độ phản ứng và lượng phosgen được bổ sung, và vì thế, việc giải thích bổ sung của nó sẽ được bỏ qua.

Ngoài ra, toàn bộ bước phản ứng bao gồm bước phản ứng thứ nhất và thứ hai được mô tả bên trên có thể được tiến hành liên tục trong dụng cụ phản ứng bao gồm: bình phản ứng có trục quay; đơn vị cấp chất phản ứng kết nối với bên trong của bình phản ứng; nguồn nhiệt để cấp nhiệt cho bình phản ứng; và đơn vị thu gom sản phẩm để thu gom chất phản ứng được sản xuất trong bình phản ứng.

Trong đó, sau khi hoàn thành mỗi bước phản ứng, bước loại bỏ như nitơ tạo bọt đối với phosgen không được phản ứng hoặc tương tự, và bước loại bỏ dung môi thông qua việc chưng cất hoặc tương tự có thể được thực hiện một cách chọn lọc. Các bước này có thể được tiến hành theo phương pháp thông thường.

Phương pháp điều chế của một phương án được mô tả thích hợp để điều chế isoxyanat bao gồm isoxyanat béo hoặc polyisoxyanat béo thông thường. Cụ thể là hữu ích để điều chế n-pentyl isoxyanat, 6-metyl-2-heptan isoxyanat, xyclopentyl isoxyanat, hexametylen diisoxyanat (HDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), diisoxyanatometylxyclohexan (H6TDI), xylylen diisoxyanat (XDI), diisoxyanatoxyclohexan (t-CHDI) hoặc di(isoxyanatoxyclohexyl)metan (H12MDI), và tương tự. Cụ thể là, có thể hữu ích hơn để điều chế xylylen diisoxyanat (XDI).

Trong phương pháp theo một phương án như được mô tả ở trên, thời gian trong quá trình mà isoxyanat béo làm sản phẩm cuối được tiếp xúc với nhiệt độ cao có thể được giảm thiểu theo tiến triển dần dần của bước phản ứng thứ nhất và thứ hai được đề cập ở trên. Ngoài ra, khi hợp chất trung gian được tạo thành trong bước phản ứng thứ nhất tại nhiệt độ tương đối thấp, có thể giảm thời gian cần thiết để duy trì nhiệt độ cao trong toàn bộ bước phản ứng. Kết quả là, sự xuất hiện của các phản ứng phụ hoặc việc tạo thành sản phẩm phụ có thể được giảm đáng kể trong quá trình sản xuất isoxyanat béo.

Ngoài ra, đối với mỗi bước trong số các bước phản ứng nêu trên, bước phản ứng thứ nhất cụ thể, được thực hiện trong phản ứng ba pha là khí-lỏng-rắn của việc cho phản ứng trạng thái rắn muối amin béo với phosgen dạng khí ở môi trường lỏng của dung môi hữu cơ, phản ứng nhanh có thể cũng được ngăn chặn, và nhờ đó xuất hiện sản phẩm phụ/phản ứng phụ có thể cũng được ngăn chặn.

Ngoài ra, thời gian phản ứng ở nhiệt độ cao của phosgen tương đối ngắn, và nhờ đó nguy cơ bốc hơi của phosgen có thể được giảm đáng kể.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ở dưới đây, chức năng và hiệu quả của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua các ví dụ cụ thể theo sáng chế. Được hiểu là, tuy nhiên, các ví dụ này chỉ đơn thuần là minh họa theo sáng chế và không được dự định giới hạn phạm vi của sáng chế.

Phân tích

Sản phẩm phản ứng phosgen được phân tích sử dụng GC. GC được sử dụng để phân tích là HP-6890, được phát hiện bởi FID. Cột được sử dụng là DB-17 (30 m * 0,25 mm * 0,5 μ m), khí mang là nitơ (1,0 mL/phút), và nhiệt độ lò là 80°C -> 5°C/phút ->

160°C (8 phút) -> 20°C/phút -> 280°C (18 phút).

Ví dụ 1

Đầu tiên, 17,5 g axit clohydric và 32,5 g xylylendiamin (XDA) được phản ứng trong 471,5 g dung môi 1,2-diclorobenzen dưới điều kiện nhiệt độ và áp suất thông thường để tạo thành 50,0 g xylylendiamin hydroclorua.

Ở trạng thái trong đó nhiệt độ của bình chứa 50,0 g xylendiamin hydroclorua được tăng lên 60°C và duy trì, 9,0 g phosgen được bổ sung vào bình phản ứng và khuấy. Nó được thiết lập để ngăn chặn phosgen từ việc rò rỉ ra bên ngoài sử dụng bình ngưng tụ đá-axeton khô từ điểm bổ sung của phosgen đến điểm cuối của phản ứng. Phản ứng được phép tiến hành ở nhiệt độ 90°C trong 1,5 giờ.

Sau đó, nhiệt độ bên trong của bình được gia nhiệt đến 125°C, và 51,0 g phosgen cũng được bổ sung sử dụng phễu giọt. Nhiệt độ của bình được giữ ở nhiệt độ 125°C, và dung dịch phản ứng cũng được khuấy trong 4,5 giờ cho tới khi nó trở nên trong suốt. Khi dung dịch phản ứng trở nên trong suốt, bước gia nhiệt được dừng lại, và làm lạnh xuống 80°C, và sau đó tiến hành tạo bột nitor. Dung dịch phản ứng thu được được phục hồi và 1,2-diclobenzen bị loại bỏ thông qua chưng cất chân không, và thực hiện phân tích bằng GC. Các kết quả phân tích được thể hiện trong bảng 1 bên dưới.

Ví dụ 2

Đầu tiên, 17,5 g axit clohydric và 32,5 g xylylendiamin (XDA) được phản ứng trong 471,5 g dung môi 1,2-diclobenzen dưới điều kiện nhiệt độ và áp suất thông thường để tạo thành 50,0 g xylylendiamin hydroclorua.

Ở trạng thái trong đó nhiệt độ của bình chứa 50,0 g xylendiamin hydroclorua được tăng lên 60°C và duy trì, 15,0 g phosgen được bổ sung vào bình phản ứng và khuấy. Nó được thiết lập để phosgen từ việc rò rỉ ra bên ngoài sử dụng bình ngưng tụ đá-axeton khô từ điểm bổ sung của phosgen đến điểm cuối của phản ứng. Phản ứng được phép tiến hành ở nhiệt độ 90°C trong 1,5 giờ.

Sau đó, nhiệt độ bên trong của bình được gia nhiệt đến 125°C, và 45,0 g phosgen cũng được bổ sung bằng cách sử dụng phễu giọt. Nhiệt độ của bình được giữ ở nhiệt độ 125°C, và dung dịch phản ứng cũng được khuấy trong 4 giờ cho tới khi nó trở nên trong suốt. Khi dung dịch phản ứng trở nên trong suốt, bước gia nhiệt được dừng lại, và được

làm lạnh xuống 80°C, và sau đó tiến hành tạo bột nito. Dung dịch phản ứng thu được được phục hồi và 1,2-diclobenzen bị loại bỏ thông qua chưng cất chân không, và thực hiện phân tích bằng GC. Các kết quả phân tích được thể hiện trong bảng 1 bên dưới.

Ví dụ so sánh 1

Đầu tiên, 17,5 g axit clohydric và 32,5 g xylylendiamin (XDA) được phản ứng trong 471,5 g dung môi 1,2-diclobenzen dưới điều kiện nhiệt độ và áp suất thông thường để tạo thành 50,0 g xylylendiamin hydroclorua.

Ở trạng thái trong đó nhiệt độ của bình chứa 50,0 g xylylendiamin hydroclorua được tăng lên 120°C và duy trì, 60 g phosgen được bổ sung vào bình phản ứng và khuấy. Nó được thiết lập để phosgen từ việc rò rỉ ra bên ngoài sử dụng bình ngưng tụ đá-axeton khô từ điểm bổ sung của phosgen đến điểm cuối của phản ứng. Nhiệt độ của bình được giữ ở nhiệt độ 125°C, và phản ứng được tiến hành trong khi khuấy dung dịch phản ứng trong 8 giờ cho tới khi nó trở nên trong suốt. Khi dung dịch phản ứng trở nên trong suốt, bước gia nhiệt được dừng lại, và được làm lạnh xuống 80°C, và sau đó tiến hành tạo bột nito. Dung dịch phản ứng thu được được phục hồi và 1,2-diclobenzen bị loại bỏ thông qua chưng cất chân không, và thực hiện phân tích bằng GC. Các kết quả phân tích được thể hiện trong bảng 1 bên dưới.

Ví dụ so sánh 2

Đầu tiên, 17,5 g axit clohydric và 32,5 g xylylendiamin (XDA) được phản ứng trong 471,5 g dung môi 1,2-diclobenzen dưới điều kiện nhiệt độ và áp suất thông thường để tạo thành 50,0 g xylylendiamin hydroclorua.

Trong khi nhiệt độ của bình chứa 50,0 g xylylendiamin hydroclorua đã nhanh chóng được tăng lên 125°C từ nhiệt độ ban đầu là 25°C (mức nhiệt độ trong phòng), 60 g phosgen được bổ sung từ từ vào bình phản ứng trong 7 giờ và khuấy. Nó được thiết lập để phosgen từ việc rò rỉ ra bên ngoài sử dụng bình ngưng tụ đá-axeton khô từ điểm bổ sung của phosgen đến điểm cuối của phản ứng.

Trong khi tiến hành trong 14 giờ theo cách này, dung dịch phản ứng được khuấy cho đến khi nó trở nên trong suốt. Khi dung dịch phản ứng trở nên trong suốt, bước gia nhiệt được dừng lại, và được làm lạnh xuống 80°C, và sau đó tiến hành tạo bột nito. Dung dịch phản ứng thu được được phục hồi và 1,2-diclobenzen bị loại bỏ thông qua

chung cất chân không, và thực hiện phân tích bằng GC. Các kết quả phân tích được thể hiện trong bảng 1 bên dưới.

Bảng 1

STT		Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2
Điều kiện phản ứng		Sau phản ứng thứ nhất ở nhiệt độ 90°C, phản ứng thứ hai ở nhiệt độ 125°C	Sau phản ứng thứ nhất ở nhiệt độ 90°C, phản ứng thứ hai ở nhiệt độ 125°C	Cho phản ứng trong khi bổ sung phosgen ở nhiệt độ 125°C	Cho phản ứng bằng cách bổ sung liên tục phosgen trong khi tăng nhiệt độ lên 125°C
Tổng thời gian phản ứng		6 giờ (1,5 giờ + 4,5 giờ)	6 giờ (2 giờ + 4 giờ)	8 giờ	7 giờ
Độ tinh khiết XDI (%) ^{*1}		99,102	99,111	98,504	98,717
Hàm lượng monoisoxyanat (%) ^{*1}	EBI ^{*2}	0,087	0,084	0,263	0,171
	CMBI ^{*3}	0,54	0,56	1,032	0,76
	Khác ^{*4}	0,154	0,155	0,089	0,136

*1: % diện tích trong quá trình phân tích GC

*2: EBI(Etylbenzylisoxyanat), RT:9,18 phút

*3: CMBI(Clometylbenzylisoxyanat), RT:10,01 phút

*4: Không xác định, RT: 16,5~24,9 phút

Từ kết quả thí nghiệm trên, được xác nhận rằng trong quá trình điều chế isoxyanat béo sử dụng phosgen, khi các phản ứng nhiều giai đoạn tiến hành như trong các ví dụ 1 và 2, hàm lượng của tạp chất như monoisoxyanat và tương tự có thể bị làm

giảm và isoxyanat béo có độ tinh khiết cao có thể được sản xuất.

Trong các ví dụ so sánh 1 và 2, được xác nhận là khó khăn để thu được isoxyanat béo có độ tinh khiết đủ cao.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp điều chế isoxyanat béo bao gồm bước cho muối của amin béo phản ứng với phosgen,

trong đó bước phản ứng bao gồm bước phản ứng thứ nhất trong đó phosgen được bổ sung đầu tiên và được cho phản ứng với muối của amin béo ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 100°C, và bước phản ứng thứ hai trong đó phosgen được bổ sung thứ hai và được cho phản ứng với sản phẩm thu được của bước phản ứng thứ nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120 đến 160°C, và

trong đó lượng phosgen được bổ sung đầu tiên nằm trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng của toàn bộ lượng phosgen được bổ sung đầu tiên và thứ hai.

2. Phương pháp điều chế isoxyanat béo theo điểm 1, trong đó muối của amin béo bao gồm hydroclorua hoặc cacbonat của amin béo ở trạng thái rắn.

3. Phương pháp điều chế isoxyanat béo theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước cho amin béo phản ứng với axit clohydric hoặc axit carbonic trước bước phản ứng thứ nhất để tạo thành muối của amin béo ở trạng thái rắn.

4. Phương pháp điều chế isoxyanat béo theo điểm 1, trong đó bước phản ứng được thực hiện trong dung môi hữu cơ có điểm sôi là 120°C hoặc cao hơn.

5. Phương pháp điều chế isoxyanat béo theo điểm 1, trong đó bước phản ứng được thực hiện trong dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm dung môi hữu cơ gốc hydrocacbon thơm, dung môi hữu cơ gốc este và hỗn hợp của chúng.

6. Phương pháp điều chế isoxyanat béo theo điểm 4, trong đó bước phản ứng được thực hiện bởi phản ứng ba pha là khí-lỏng-rắn trong đó muối của amin béo ở trạng thái rắn phản ứng với phosgen thể khí ở môi trường lỏng của dung môi hữu cơ.

7. Phương pháp điều chế isoxyanat béo theo điểm 1, trong đó hợp chất trung gian gốc carbamoyl được tạo thành trong bước phản ứng thứ nhất.

8. Phương pháp điều chế isoxyanat béo theo điểm 1, trong đó amin béo là xylylen diamin.

9. Phương pháp điều chế isoxyanat béo theo điểm 1, trong đó bước phản ứng được thực hiện trong dụng cụ phản ứng bao gồm: bình phản ứng có trục quay; đơn vị cấp chất phản ứng kết nối với phần bên trong của bình phản ứng; nguồn nhiệt để cấp nhiệt cho bình

phản ứng; và đơn vị thu gom sản phẩm để thu gom chất phản ứng được sản xuất trong bình phản ứng.