



(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)



1-0038453

(51)^{2019.01} G01N 31/00; G01N 31/22; G01N 21/78 (13) B

(21) 1-2019-05955

(22) 12/03/2018

(86) PCT/JP2018/009406 12/03/2018

(87) WO 2018/180408 04/10/2018

(30) 17163345.6 28/03/2017 EP

(45) 25/01/2024 430

(43) 25/02/2020 383A

(73) KURITA WATER INDUSTRIES LTD. (JP)

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

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

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH AMIN TẠO MÀNG VÀ KIT GỒM NHIỀU PHẦN
BAO GỒM CÁC THÀNH PHẦN CÓ KHẢ NĂNG XÁC ĐỊNH AMIN TẠO
MÀNG

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp xác định amin tạo màng trên bề mặt bằng sự phát hiện phức màu. Sáng chế cũng đề cập đến kit gồm nhiều phần bao gồm các thành phần có khả năng xác định amin tạo màng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp để xác định amin tạo màng trên bề mặt bằng việc phát hiện phức màu. Sáng chế cũng đề cập đến mẫu coupon thử nghiệm để phát hiện amin tạo màng. Sáng chế cũng đề cập đến kit gồm nhiều phần bao gồm thành phần có khả năng xác định amin tạo màng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hệ thống chứa nước, đặc biệt là sơ đồ tuần hoàn nước và sơ đồ tuần hoàn hơi nước của máy tạo hơi nước, ví dụ: máy tạo hơi nước trong các nhà máy điện, yêu cầu phụ gia xử lý nước để ngăn ngừa tổn hại của bề mặt tiếp xúc với nước do ăn mòn hoặc đóng cặn.

Phụ gia nước hữu cơ dựa trên các amin tạo màng đem lại xử lý tuyệt vời cho chu trình nước/hơi nước. Điều này đặc biệt đối với các máy móc vận hành hoạt động ở chế độ chu trình mà cần phải bảo quản khi tắt máy và phải duy trì bảo vệ các bộ phận cả khi tiếp xúc với nước và ở trạng thái khô. Amin tạo màng đặc trưng ở chỗ chúng có ít nhất một nhóm alkyl- hoặc alkenyl chuỗi dài. Amin tạo màng tạo thành lớp bảo vệ giữa bề mặt kim loại hoặc oxit kim loại và môi trường ăn mòn. Việc kiểm soát hiệu quả của xử lý cho đến nay chỉ được thực hiện bằng cách đo amin tạo màng còn dư trong pha nước của chu trình nước hoặc ngưng tụ của chu trình hơi nước, được coi là bằng chứng gián tiếp của bảo vệ toàn bộ bề mặt. Tuy nhiên, bằng chứng trực tiếp của amin tạo màng trên bề mặt khác nhau của chu trình hơi nước, chẳng hạn như là trên cánh tuabin, trên bề mặt bên trong trống cũng là một yêu cầu đặt ra.

Tính kỵ nước của bề mặt như nó thể hiện bằng cách phun nước có thể được sử dụng để đánh giá định tính sự có mặt của amin tạo màng trên bề mặt. Thử nghiệm về tính kỵ nước hoặc thử nghiệm nhỏ giọt rất đơn giản và dễ áp dụng. Trong trường hợp bề mặt kỵ nước, các giọt có hình dạng tròn điển hình. Tính kỵ nước có thể được định lượng bằng phép đo góc tiếp xúc. Tuy nhiên, phương pháp này không thích hợp cho việc kiểm tra máy móc (Pensini, E., Cuoq, F., van Lier, R., Hater, W., Kraft, P., Halthur, T.:

Laboratory Investigations for the Replacement of Cyclohexylamin by 2-(Diethylamino)ethanol in Film Forming Amin Product Formulations; Proceedings of the JIE 2016, Poitiers, sẽ được công bố). Đặc biệt, thử nghiệm này không phải lúc nào cũng cho thấy tính kỵ nước, đặc biệt là trên các bề mặt có vật liệu xốp, ví dụ, lớp oxit sắt, hoặc trên bề mặt nhám. Hơn nữa, thử nghiệm này không có tính chọn lọc đối với các amin tạo màng.

Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 03/036260 đề cập đến axit 1-hydroxybenzotriazol-6-carboxylic (HOBt) được liên kết với chất hỗ trợ là polyme. HOBt cố định có thể được sử dụng để tạo dẫn xuất amin hoặc biến đổi amin thông qua phản ứng axyl hóa hoặc phản ứng sulfonyl hóa để phát hiện và tách các amin. Tài liệu này đề cập đến phương pháp xác định các amin khác với amin theo sáng chế, có ít nhất một nhóm hydrocacbon C₁₂-C₂₂ không vòng, mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Đơn sáng chế Mỹ số US 2006/057022 đề cập đến phương pháp xác định hư hỏng thực phẩm do vi sinh vật. Thực phẩm có thể chứa lượng protein hoặc amin. Sự có mặt của amin có thể được phát hiện bằng thuốc nhuộm xanten, thuốc nhuộm azo hoặc thuốc nhuộm triphenylmetan chức năng hydroxyl. Amin được phát hiện được chọn từ putrescin (butan-1,4-diamin), cadaverin (pentan-1,5-diamin), histamin (2-(1H-imidazol-4-yl) etanamin), amoniac, dimetylamin, trimetylamin, indol, spermin và spermidin.

Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 2006/079167 đề cập đến thiết bị để thử nghiệm sự có mặt của chất phân tích được chọn từ nitroaromatic, nitroamin, nitrat este hoặc chất oxy hóa. Tuy nhiên, việc xác định các amin theo sáng chế không được đề cập.

Đơn sáng chế Anh số GB 994 051 đề cập đến việc xác định các amin trong nước, ví dụ nước cấp cho lò hơi, nước ngưng hơi và nước làm mát. Nồng độ của các amin trong nước được phát hiện bởi chất chỉ thị là hợp chất của lớp sulphonaphtalein.

Theo đó, mục đích của sáng chế là đề xuất một phương pháp đơn giản và có tính chọn lọc để xác định ít nhất một amin tạo màng trên bề mặt một cách định tính và định lượng để đảm bảo hình thành màng hoàn chỉnh. Thử nghiệm phải được áp

dụng trong quá trình kiểm tra máy móc mà không cần lấy mẫu bề mặt, ví dụ, cắt ống.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Ngạc nhiên là, vấn đề đặt ra đối với sáng chế được giải quyết bằng phương pháp xác định xem bề mặt có chứa lượng bảo vệ của ít nhất một amin hữu cơ tạo màng có ít nhất một nhóm nhóm hydrocacbon không vòng, mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 12 đến 22 nguyên tử cacbon hay không, phương pháp này bao gồm lấy mẫu từ bề mặt và phân tích mẫu sự có mặt của ít nhất một amin hữu cơ tạo màng.

Phương pháp theo sáng chế và các phương án cụ thể của sáng chế được mô tả sau đây là thuận lợi đối với một hoặc nhiều điểm sau:

- Việc đánh giá có thể trực tiếp tại chỗ và không cần nỗ lực kỹ thuật lớn.
- Phương pháp theo sáng chế là thử nghiệm trực tiếp về sự tồn tại/không tồn tại của lớp bảo vệ trên bề mặt sử dụng thuốc thử màu hoặc chất huỳnh quang.
- Phương pháp nhạy với nồng độ thấp của amin tạo màng.
- Phương pháp tạo ra màu sắc nhìn thấy rõ ràng và do đó thích hợp để áp dụng đơn giản. Trong trường hợp đơn giản nhất, việc phát hiện sự có mặt của lớp bảo vệ của amin tạo màng trên bề mặt có thể được thực hiện bằng mắt thường.
- Phương pháp không bị ảnh hưởng tiêu cực bởi oxit sắt và màu sắc của nó.
- Phương pháp chỉ sử dụng hóa chất an toàn.
- Phương pháp cũng cho phép đo định lượng amin tạo màng.
- Phương pháp có thể được thực hiện gián tiếp để xác định sự có mặt của amin tạo màng trong nước bằng cách sử dụng mẫu coupon thử nghiệm, được tích hợp trong chu trình nước hoặc chu trình hơi nước.
- Mẫu coupon thử nghiệm có thể tiếp cận dễ dàng và có thể thay đổi dễ dàng.

Sáng chế cũng đề cập đến việc sử dụng vật liệu hấp thụ được chọn từ xenluloza, xenluloza biến đổi và polyvinyliden florua (PVDF) để phát hiện các amin tạo màng.

Sáng chế cũng đề cập đến việc sử dụng mẫu coupon thử nghiệm, được tích hợp trong chu trình nước hoặc chu trình hơi nước trong một thời gian đủ để cho phép lắng đọng các amin tạo màng trên bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm. Sau khi loại bỏ mẫu

coupon thử nghiệm chứa đầy các amin tạo màng, bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm được kiểm tra bằng phương pháp mô tả ở trên và bên dưới để phát hiện các amin tạo màng.

Sáng chế cũng đề cập đến kit gồm các phần bao gồm các thành phần có khả năng xác định các amin tạo màng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Hiện nay người ta đã ngạc nhiên nhận thấy rằng có thể phát hiện bằng một thử nghiệm trực tiếp ngay cả trên bề mặt của một vật thể nào đó, đặc biệt là bề mặt của kết cấu chu trình nước/hơi nước, có tồn tại một lớp bảo vệ của ít nhất một amin tạo màng hay không. Mối tương quan tốt giữa sự hình thành màng toàn bộ trên tất cả các bề mặt của chu trình nước/hơi nước và việc xác định amin tạo thành màng trong một mẫu lấy trực tiếp từ các bề mặt nói trên đã được nhận thấy. Đặc biệt, có thể lấy mẫu bề mặt trong điều kiện tiêu chuẩn hóa và thực hiện phản ứng màu đơn giản mà cho phép đánh giá sự tồn tại/không tồn tại của lớp bảo vệ của ít nhất một amin tạo thành màng bằng mắt thường. Theo quy trình của sáng chế, đặc biệt có thể thực hiện thử nghiệm tiêu chuẩn hóa đơn giản bằng cách đưa một bề mặt tiếp xúc trực tiếp với vật liệu hấp thụ để chuyển amin tạo màng sang vật liệu hấp thụ, giải phóng amin khỏi vật liệu hấp thụ đã mang bằng cách chiết bằng dung môi và bổ sung thuốc thử có khả năng tạo thành phức màu với amin tạo màng vào dịch chiết. Nếu sự hình thành phức màu xảy ra, bề mặt chứa một lượng đủ amin tạo thành màng. Trong một phương án cụ thể, bề mặt được cho tiếp xúc với khăn lau đã được làm mềm, được chiết xuất với một lượng dung môi được định trước và một lượng thuốc thử tạo màu được định trước như đỏ bengal được bổ sung. Sự xuất hiện của phức hợp có màu chỉ ra lớp bảo vệ đủ của bề mặt. Theo phương án khác, mẫu coupon thử nghiệm, mà trước đó chưa được tiếp xúc với amin tạo màng hoặc amin tạo màng chứa nước hoặc nước chứa amin tạo màng bất kỳ, được tích hợp vào vị trí thích hợp bên trong chu trình nước/hơi nước với dòng chảy nước. Sau khi đủ thời gian, là thời gian cho phép lắng các amin tạo màng trên bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm, mẫu coupon thử nghiệm được lấy ra khỏi chu trình nước/hơi nước. Bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm được chiết xuất bằng cách rửa

bề mặt với dung môi và bổ sung thuốc thử có khả năng tạo thành phức màu với amin tạo màng vào dung môi chứa amin tạo màng. Nếu sự hình thành phức màu xảy ra, bề mặt chứa một lượng đủ amin tạo thành màng.

Theo quy trình của sáng chế, sự tồn tại của một lượng bảo vệ của ít nhất một amin hữu cơ tạo màng có nghĩa là amin hữu cơ tạo màng tạo thành phức màu với thuốc thử. Theo đó, amin tạo màng tạo thành lớp bảo vệ giữa bề mặt kim loại hoặc oxit kim loại và môi trường ăn mòn, ví dụ như là oxy, cacbon dioxit, axit cacbonic, v.v... Trong trường hợp amin hữu cơ tạo màng và thuốc thử tạo thành phức màu, điều này có nghĩa là sự có mặt của một lượng amin hữu cơ tạo màng để bảo vệ bề mặt kim loại hoặc oxit kim loại. Trong trường hợp amin hữu cơ tạo màng và thuốc thử không tạo thành phức màu có nghĩa là lượng amin hữu cơ tạo màng quá thấp để tạo thành lớp bảo vệ hoặc amin hữu cơ tạo màng hoàn toàn không có mặt. Do đó, thử nghiệm là âm tính và không có lớp bảo vệ tồn tại giữa bề mặt kim loại hoặc oxit kim loại và chất ăn mòn.

Theo nội dung của sáng chế, lấy mẫu từ bề mặt có nghĩa là mẫu có thể được lấy tại thời điểm bề mặt tiếp cận tự do, ví dụ: trong trường hợp chu trình hơi nước trong thời gian dừng hoặc ngừng hoạt động, ví dụ trong quá trình kiểm tra máy móc. Việc làm hỏng bề mặt là không cần thiết, ví dụ: bằng cách lấy mẫu bề mặt bằng phương pháp phá hủy như cắt ống.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế để lấy mẫu, vật liệu hấp thụ được tiếp xúc trực tiếp với bề mặt để chuyển ít nhất một amin hữu cơ như được xác định ở trên và dưới đây và tốt hơn là có công thức (I) vào cơ chất.

Theo một phương án khác, bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm, được phân tích sự có mặt của ít nhất một amin hữu cơ tạo màng như được xác định ở trên và dưới đây và tốt hơn có công thức (I).

Theo nội dung của sáng chế, các thuật ngữ vật liệu hấp thụ và chất nền được sử dụng đồng nghĩa.

Theo nội dung của sáng chế, bề mặt có nghĩa là tất cả các bề mặt thường được bảo vệ bởi ít nhất một lớp amin hữu cơ tạo màng.

Theo phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế, bề mặt là bề mặt tiếp xúc với nước hoặc hơi nước của chu trình nước hoặc chu trình hơi nước. Thông thường, chu trình nước hoặc chu trình hơi nước có thể được tìm thấy trong máy móc. Theo phương

án cụ thể, bề mặt của cánh tuabin hoặc bề mặt trống bên trong hoặc bên ngoài của bề mặt tiếp xúc với nước hoặc hơi nước được sử dụng.

Theo phương án khác của sáng chế, mẫu coupon thử nghiệm được tích hợp bên trong chu trình nước hoặc chu trình hơi nước trong thời gian đủ để hấp thụ ít nhất một amin hữu cơ như được định nghĩa ở trên và dưới đây trong chu trình nước hoặc chu trình hơi nước.

Theo nội dung của sáng chế, thuật ngữ thời gian đủ có nghĩa là thời gian cần thiết để lắng một lượng của ít nhất một amin hữu cơ tạo màng trên bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm mà đại diện cho lượng của ít nhất một amin hữu cơ tạo màng trên bề mặt tiếp xúc với nước hoặc hơi nước của chu trình nước hoặc chu trình hơi nước. Đó là thời gian cần thiết để đạt đến trạng thái ổn định (cân bằng) giữa lượng ít nhất một amin hữu cơ tạo màng trên bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm và lượng ít nhất một amin hữu cơ tạo màng trên bề mặt của chu trình nước hoặc chu trình hơi nước.

Thông thường, thời gian mẫu coupon thử nghiệm được tích hợp bên trong chu trình nước hoặc hơi nước ít nhất là một tuần, tốt hơn là ít nhất 2 tuần.

Nếu với mỗi phép đo, thời gian lắp đặt là như nhau đối với mỗi mẫu coupon thử nghiệm và lưu lượng dòng nước là tương tự nhau, thì chỉ số hấp thụ là một phép đo tương đối cho nồng độ amin tạo màng trong nước. Do đó, chỉ số càng cao, nồng độ amin tạo màng trong nước càng cao.

Theo phương án được ưu tiên khác, mẫu coupon thử nghiệm được làm bằng vật liệu mà có khả năng hấp thụ ít nhất một amin hữu cơ tạo màng như được xác định ở trên và dưới đây.

Tốt hơn là, mẫu coupon thử nghiệm được làm bằng vật liệu trơ trong chu trình nước/hơi nước và trơ với ít nhất một amin hữu cơ. Tốt hơn là, mẫu coupon thử nghiệm được làm bằng vật liệu mà được sử dụng trong chu trình nước/hơi nước. Đặc biệt, mẫu coupon thử nghiệm được làm bằng thép, thép không gỉ hoặc đồng.

Theo nội dung của sáng chế, thép là hợp kim của sắt và cacbon và các nguyên tố khác. Hàm lượng cacbon của thép nằm trong khoảng từ 0,002% đến 2,14% theo

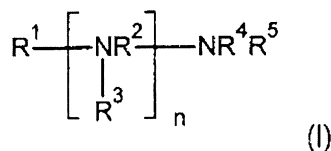
khối lượng đối với hợp kim sắt-cacbon đơn thuần. Các giá trị này khác nhau tùy thuộc vào các nguyên tố hợp kim như mangan, crom, niken, sắt, vonfram, cacbon.

Theo nội dung của sáng chế, thép không gỉ là hợp kim thép có hàm lượng crôm tối thiểu 10,5% theo khối lượng.

Mẫu coupon thử nghiệm chủ yếu có thể được lắp đặt ở tất cả các nơi và vị trí của chu trình nước/hơi nước. Tốt hơn là, mẫu coupon thử nghiệm được đặt vào đường mẫu của chu trình nước/hơi nước.

Về nguyên tắc, hình dạng của mẫu coupon thử nghiệm là không có tính quyết định. Do đó, nó có thể, ví dụ, có hình chữ nhật, hình vuông hoặc tròn. Diện tích bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm tiếp xúc với nước và/hoặc hơi nước khi được tích hợp trong chu trình nước hoặc hơi nước tốt hơn là trong khoảng từ 5mm² đến 1m², tốt hơn nữa là từ 10mm² đến 0,25m².

Theo phương án được ưu tiên, amin là hợp chất có công thức (I):



trong đó:

n là 0, 1, 2, 3 hoặc 4,

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

R² là C₁-C₄-alkandiyl,

R³, R⁴, R⁵ độc lập là H hoặc C₁-C₄ alkyl hoặc -(C_mH_{2m-2}O)_p-H, trong đó m là 1, 2, 3 hoặc 4 và p là 1, 2, 3 hoặc 4.

Theo phương án được ưu tiên hơn nữa, phương pháp theo sáng chế bao gồm việc bổ sung thuốc thử có khả năng tạo phức màu với ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) như định nghĩa ở trên và dưới đây và phát hiện phức màu.

Phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế là phương pháp xác định ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I)



trong đó:

n là 0, 1, 2, 3 hoặc 4,

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

R^2 là C1-C4-alkandiyl,

R^3 , R^4 , R^5 độc lập là H hoặc C₁-C₄ alkyl hoặc $-(C_mH_{2m-2}O)_p-H$, trong đó m là 1, 2, 3 hoặc 4 và p là 1, 2, 3 hoặc 4,

trên bề mặt bao gồm các bước:

i) chuyển ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) sang vật liệu hấp thụ, bao gồm dung môi a),

ii) chiết amin có công thức (I) ra khỏi vật liệu hấp thụ bằng dung môi thứ hai b), dung môi này giống hoặc khác với dung môi a) để thu được dịch chiết bao gồm dung môi b), ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên và tùy ý, dung môi a),

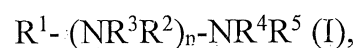
iii) tùy ý, lọc dịch chiết,

iv) tùy ý, điều chỉnh giá trị pH của dịch chiết thu được,

v) thêm một thuốc thử có khả năng tạo phức màu với ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I),

vi) phát hiện phức màu.

Theo phương án khác, sáng chế đề xuất phương pháp xác định ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I)



trong đó:

n là 0, 1, 2, 3 hoặc 4,

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

R^2 là C1-C4-alkandiyl,

R^3 , R^4 , R^5 độc lập là H hoặc alkyl C1-C4 hoặc $-(C_mH_{2m-2}O)_p-H$, trong đó m là 1, 2, 3 hoặc 4 và p là 1, 2, 3 hoặc 4,

trên các bề mặt bao gồm các bước:

rửa ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) từ bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm được lấy ra khỏi chu trình nước hoặc chu trình hơi nước bằng dung môi c) để thu được dịch chiết chứa dung môi c) và ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I),

viiia) tùy ý, lọc dịch chiết thu được,

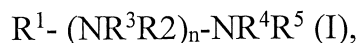
viiib) tùy ý, điều chỉnh giá trị pH của dịch chiết thu được,

viii) thêm thuốc thử có khả năng tạo thành phức màu với ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên,

ix) phát hiện phức màu.

Tất nhiên, sáng chế cũng bao gồm amin hữu cơ được hấp thụ trên mẫu coupon thử nghiệm có thể được chuyển trước tiên sang vật liệu hấp thụ như được xác định ở trên, sau đó là chiết amin hữu cơ từ vật liệu hấp thụ như mô tả ở trên. Các phương pháp đo đã biết được kết hợp vào đây nhằm mục đích tham khảo.

Theo nội dung của sáng chế, amin tạo màng biểu hiện dùng để chỉ amin hữu cơ có công thức (I)



trong đó, R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 và n có một trong những ý nghĩa như được định nghĩa ở trên hoặc sau đây.

Theo định nghĩa về công thức (I), R^1 tốt hơn là nhóm hydrocacbon tuyến tính, có nghĩa là mạch thẳng, có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon, đặc biệt là nhóm hydrocacbon mạch thẳng no có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon hoặc nhóm hydrocacbon mạch thẳng không no có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon và 1, 2, 3 hoặc 4 liên kết đôi C=C, đặc biệt là 1 hoặc 2 liên kết đôi C=C. Tốt hơn là, R^1 có từ 16 đến 20 nguyên tử cacbon. Đặc biệt,

R^1 là nhóm hydrocacbon mạch thẳng có từ 16 đến 20 nguyên tử cacbon, đặc biệt là nhóm hydrocacbon mạch thẳng no có từ 16 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm hydrocacbon mạch thẳng không no có từ 16 đến 20 nguyên tử cacbon và 1 hoặc 2 liên kết đôi $C=C$. Đặc biệt, R^1 là nhóm hydrocacbon mạch thẳng có 18 nguyên tử cacbon, đặc biệt là nhóm hydrocacbon mạch thẳng no có 18 nguyên tử cacbon hoặc nhóm hydrocacbon mạch thẳng không no có 18 nguyên tử cacbon và 1 liên kết đôi $C=C$, đặc biệt tốt hơn là R^1 nhóm hydrocacbon mạch thẳng có 18 nguyên tử cacbon và 1 liên kết đôi $C=C$.

Ví dụ về các nhóm R^1 bao gồm, nhưng không giới hạn ở lauryl (n-dodexyl), myristyl (n-tetradexyl), xetyl (n-hexadexyl), margaryl (n-heptadexyl), stearyl (n-octadexyl), arachidyl (n-eicosanyl), behenyl (n-docosenyl), palmitoleyl (9-hexadexen-1-yl), oleyl (9-hexadexen-1-yl), 11-octadexen-1-yl, 9,12-octadecadien-1-yl và 9,12,15-octadecatrien-1-yl và hỗn hợp của chúng, chẳng hạn như tallowalkyl (hỗn hợp của alkyl mạch thẳng, chủ yếu bao gồm alkyl C_{16}/C_{18} mạch thẳng) và cocoalkyl (hỗn hợp của alkyl mạch thẳng, chủ yếu bao gồm C_{12} - C_{18} -alkyl). Theo phương án cụ thể, R^1 là oleyl, có nghĩa là gốc $C_{18}H_{35}$.

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

Theo định nghĩa về công thức (I), C_1 - C_4 -alkyl có nghĩa là gốc alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh gồm từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ví dụ CH_3 , C_2H_5 , n-propyl, $CH(CH_3)_2$, n-butyl, $CH(CH_3)-C_2H_5$, $CH_2-CH(CH_3)_2$ và $C(CH_3)_3$. Do đó, R^3 , R^4 và R^5 được chọn một cách độc lập từ hydro, CH_3 , C_2H_5 , n-propyl, $CH(CH_3)_2$, n-butyl, $CH(CH_3)-C_2H_5$, $CH_2-CH(CH_3)_2$ và $C(CH_3)_3$. Đặc biệt, R^3 , R^4 và R^5 được lựa chọn một cách độc lập từ hydro CH_3 , C_2H_5 , n-propyl và $CH(CH_3)_2$, và đặc biệt là hydro.

Theo định nghĩa về công thức (I), n tốt hơn là bằng 0, 1 hoặc 2, đặc biệt là 1.

Ví dụ về các amin cụ thể có công thức (I) với n bằng 0 là octadexylamin, oleyl amin, tallowamin.

Ví dụ về các amin cụ thể có công thức (I) với n bằng 1 hoặc 2 là N-oleyl -1,3-diaminoetan, N-tallow-1,3-diaminopropan, 1-cocoalkyl-1,3-diaminopropan, stearyl-1,3-diaminopropan, N-[3-(cocoalkylamino)propyl]propan-1,3-diamin (= cocoalkyldipropylentriamin), N-[3-(tallowalkylamino)propyl]propan-1,3-diamin (=tallowalkyldipropylentriamin), N-[3-[3-(cocoalkylamino)propylamino]propyl]propan-1,3-diamin (= cocoalkyltripropylentetramin) và N-[3-[3-(tallowalkylamino)propylamino]propyl]propan-1,3-diamin (= tallowalkyltripropylentetramin). Amin thích hợp có công thức (I) với n bằng 1 hoặc 2 có sẵn trên thị trường, ví dụ như nhãn hiệu Duomeen (nhãn hiệu) của AkzoNobel, như Duomeen (nhãn hiệu) T, Duomeen (nhãn hiệu) O và Duomeen (nhãn hiệu) C, nhãn hiệu Triameen (nhãn hiệu) của AkzoNobel, như Triameen (nhãn hiệu) T và Triameen (nhãn hiệu) C, nhãn hiệu Dinoram (nhãn hiệu) của Archem, như Dinoram (nhãn hiệu) O và Inipol (nhãn hiệu) DS.

Ví dụ về các amin cụ thể có công thức (I) với n bằng 3 có sẵn trên thị trường như là nhãn hiệu Tetrameen (nhãn hiệu) của AkzoNobel, như Tetrameen (nhãn hiệu) T.

Ví dụ về các amin cụ thể có công thức (I), trong đó R^3 , R^4 và / hoặc R^5 là $-(C_mH_{2m-2}O)_p-H$, trong đó m là 1, 2, 3 hoặc 4 và p là 1, 2, 3 hoặc 4 là các amin béo alkoxyl hóa.

Các amin béo được alkoxyl hóa có thể được điều chế bằng các phương pháp thông thường, ví dụ: từ phản ứng của các amin béo bậc một hoặc bậc hai tương ứng với ít nhất một alkylen oxit. Nếu amin béo bậc một được sử dụng cho quá trình alkoxyl hóa, sản phẩm thu được có hai chuỗi polyete liên kết với nguyên tử nitơ. Theo phương án cụ thể, hỗn hợp amin béo dựa trên amin béo tự nhiên được sử dụng để alkoxyl hóa. Amin dựa trên chất béo động vật, ví dụ, bao gồm hỗn hợp của amin oleic, amin palmitic, amin stearic, amin myristic và amin linolic. Các amin béo bậc một thích hợp ví dụ là amin có nguồn gốc từ mỡ động vật, dầu dừa, dầu đậu nành, dầu hạt cò, oleyl amin, dexyl amin, undexyl amin, dodexyl amin, tridexyl amin, tetradexyl amin, hexadexyl amin, octadexyl amin, và hỗn hợp của chúng. Các amin béo thích hợp để alkoxyl hóa có sẵn trên thị trường, ví dụ: cocoamin như Ethomeen C/12, Ethomeen C/15, Ethomeen C/25, Berol 398 hoặc tallowamin như Ethomeen T/12, Ethomeen T/12 LC, Ethomeen T/15, Ethomeen T/25, Ethoduomeen T/13, Ethodu T/22, Ethoduomeen T/25 hoặc oleyl amin như Berol 302, Ethomeen O/12, Ethomeen O/12 LC, Ethomeen OV/17, Ethomeen

OV/22. Các alkylen oxit thích hợp cho quá trình alkoxyl hóa là etylen oxit (EO), propylen oxit (PO), 1,2-butylen oxit, 2,3-butylen oxit và hỗn hợp của chúng.

Phương án cụ thể là amin béo được etoxyl hóa, tốt hơn là được lựa chọn từ amin mỡ động vật được etoxyl hóa, amin dừa được etoxyl hóa, amin đậu nành được etoxyl hóa, amin oleyl được etoxyl hóa, dextyl amin được etoxyl hóa, dodexin amin được etoxyl hóa, tridexyl amin được etoxyl hóa và tetradexyl amin được etoxyl hóa.

Amin béo được etoxyl hóa tốt hơn là amin mỡ động vật được etoxyl hóa với 3 đến 15 EO, amin dừa được etoxyl hóa với 3 đến 15 EO, oleyl amin được etoxyl hóa với 3 đến 15 EO, dodexyl amin được etoxyl hóa với 3 đến 15 EO, tridexyl amin được etoxyl hóa với 3 đến 15 EO, hexadexyl amin được etoxyl hóa với 4 đến 15 EO, octadexyl amin được etoxyl hóa với 3 đến 15 EO và hỗn hợp của chúng.

Ví dụ về các amin cụ thể có công thức (I) với n bằng 1 và R^3 , R^4 và/hoặc R^5 là hydroxyetyl có sẵn trên thị trường như là dòng Etoduomeen T từ Akzo Nobel, như là Ethoduomeen T/13, Ethoduomeen T/22, Ethodumeen T/25. Ví dụ cụ thể là tris(2-hydroxyethyl)-N-tallowakyl-1,3-diaminopropan.

Ví dụ về amin cụ thể có công thức (I) với n bằng 0 và R^3 , R^4 và R^5 là hydroxyetyl có sẵn trên thị trường như là dòng Ethomeen T từ Akzo Nobel, như là Ethomeen C/12, Ethomeen C/15, Ethomeen C/25, Ethomeen T/12, Ethomeen T/12 LC, Ethomeen T/15, Ethomeen T/25, Ethomeen O/12, Ethomeen O/12 LC, Ethomeen OV/17, Ethomeen OV/22.

Bước i)

Trong bước i) của phương pháp theo sáng chế ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) được chuyển sang vật liệu hấp thụ, mà bao gồm dung môi a).

Vật liệu hấp thụ là vật liệu lau hấp thụ thích hợp để lau các bề mặt khác nhau của chu trình hơi nước, chẳng hạn như trên các cánh tuabin, trên các bề mặt trống bên trong. Hơn nữa, vật liệu hấp thụ có khả năng hấp phụ ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I).

Thuật ngữ "chất hấp thụ" được sử dụng ở đây bao gồm cả vải, giấy cũng như giấy bìa và dùng để chỉ các cấu trúc thường xấp xỉ có chứa một mạng lưới các sợi

bột giấy xenluloza, như sợi có nguồn gốc từ cây gỗ cứng, cây gỗ mềm hoặc kết hợp cây gỗ cứng và cây gỗ mềm. Tùy ý ít nhất một phần của sợi có thể là sợi tổng hợp và/hoặc có thể được cung cấp từ các loại cây thân thảo không phải thân gỗ, ví dụ: cây gai dầu, đay, lanh hoặc xidan. Ngoài ra, chất hấp thụ có thể bao gồm các chất phụ gia thông thường ví dụ như là sợi thủy tinh, chất độn khoáng, chất định cỡ, chất trợ giữ và polyme tăng độ bền.

Vật liệu hấp thụ được lựa chọn từ xenluloza, xenluloza biến đổi, polyvinyliden florua (PVDF).

Thuật ngữ "xenluloza" như được dùng ở đây dùng để chỉ polysacarit chuỗi dài mạch thẳng có công thức chung $(C_6H_{10}O_5)_n$ bao gồm các gốc liên kết (1-4)- β -glucoza được liên kết với nhau như là các đơn vị lặp lại $(C_6H_{10}O_5)$, với biến số n là số trung bình đơn vị lặp lại. Xenluloza thường là sản phẩm tự nhiên được tìm thấy trong thành tế bào thực vật kèm theo chủ yếu là lignin và hemixenluloza.

Xenluloza được có trong sản phẩm xenluloza được dùng trong phương pháp theo sáng chế có thể bao gồm các gốc hexoza khác bên cạnh các gốc β -glucoza như các đơn vị lặp lại, chẳng hạn như các gốc β -galactoza hoặc các gốc α -glucoza. Tốt hơn là, xenluloza của sản phẩm xenluloza bao gồm ít nhất 95%, tốt hơn nữa là ít nhất 98% và đặc biệt là ít nhất 99% gốc β -glucoza, dựa trên số trung bình tổng số n đơn vị lặp lại có trong xenluloza. Ngoài ra, một số hoặc tất cả đơn vị lặp lại của xenluloza có thể được tạo dẫn xuất, ví dụ bằng cách ete hóa hoặc este hóa một phần hoặc toàn bộ các nhóm hydroxyl của nó. Tuy nhiên, theo phương án được ưu tiên của sáng chế ít hơn 10%, tốt hơn là ít hơn 5% và đặc biệt là ít hơn 1% các nhóm hydroxyl của xenluloza được tạo dẫn xuất.

Theo phương án được ưu tiên, vật liệu hấp thụ là xenluloza, trong đó lượng α -xenluloza ít nhất là 95%.

Như đã đề cập ở trên, một số hoặc tất cả các đơn vị lặp lại của xenluloza có thể được tạo dẫn xuất bằng cách ete hóa hoặc este hóa một phần hoặc toàn bộ các nhóm hydroxyl của nó. Xenluloza biến đổi thích hợp là este xenluloza và ete xenluloza, ví dụ xenluloza axetat, etyl xenluloza, hydroxypropylxenluloza, hydroxypropylmethylxenluloza và cacboxymethylxenluloza xenluloza.

Vật liệu hấp thụ thích hợp có sẵn trên thị trường, ví dụ: từ VWR International GmbH, Machery-Nagel GmbH & Co. KG, Satorius stedim, Merck milipore Lts. thường, vật liệu hấp thụ bao gồm ít nhất một dung môi a). Dung môi a) có khả năng chuyển ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) sang vật liệu hấp thụ.

Ít nhất một dung môi a) nêu trên tốt hơn là được chọn từ hỗn hợp của ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước, trong đó phần khối lượng của ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước nêu trên ít nhất là 80%, đặc biệt tốt hơn là ít nhất 90% dựa vào tổng khối lượng của dung môi a).

Theo phương án cụ thể, ít nhất một dung môi a) nêu trên không chứa nước.

Ít nhất một dung môi a) nêu trên bao gồm hoặc gồm một hoặc nhiều dung môi hữu cơ có áp suất hơi tối đa 45hPa ở 20°C, tốt hơn là áp suất hơi tối đa 10hPa ở 20°C.

Ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước nêu trên được chọn từ isopropanol, propylen cacbonat, etylenglycol và butanol. Đặc biệt, ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước được chọn từ isopropanol và propylen cacbonat.

Theo phương án được ưu tiên, ít nhất một dung môi a) nêu trên là hỗn hợp nước với isopropanol, trong đó phần khối lượng của isopropanol ít nhất là 80%, tốt hơn là ít nhất 90% dựa trên tổng khối lượng của dung môi a). Trong một phương án cụ thể, isopropanol không chứa nước.

Theo phương án được ưu tiên khác, ít nhất một dung môi a) nêu trên là hỗn hợp nước với propylen cacbonat, trong đó phần khối lượng của propylen cacbonat ít nhất là 80%, đặc biệt là ít nhất 90% dựa trên tổng khối lượng của dung môi a). Trong một phương án cụ thể, propylen cacbonat không chứa nước.

Theo phương án được ưu tiên khác, chất hấp thụ bao gồm một lượng dung môi thích hợp a).

Bước ii) hoặc bước vi)

Trong bước ii) của phương pháp theo sáng chế, ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên được tách ra khỏi vật liệu hấp thụ bằng dung môi thứ hai b)

giống hoặc khác với dung môi a) với điều kiện dung môi đó a) không bao gồm propylen cacbonat.

Trong bước vi) của phương pháp theo sáng chế, ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên được rửa khỏi bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm được lấy ra khỏi chu trình nước hoặc chu trình hơi nước dùng dung môi c).

Theo phương án được ưu tiên, dung môi b) được sử dụng trong bước ii) được chọn từ hỗn hợp nước với ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước theo tỷ lệ khối lượng từ 70:30 đến 90:10, tốt hơn là 75:25 đến 85:15.

Ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước trong dung môi b) nêu trên tốt hơn là được chọn từ isopropanol, etanol, axeton, butanon etylaxetat, metylaxetat, etylenglycol, butanol, dung môi a) và hỗn hợp của chúng với điều kiện dung môi (a) không bao gồm propylen cacbonat. Đặc biệt, dung môi b) là dung môi a) với điều kiện là dung môi a) không bao gồm propylen cacbonat.

Theo phương án được ưu tiên đặc biệt, ít nhất một dung môi b) nêu trên có hàm lượng propylen cacbonat <1% tính theo khối lượng, đặc biệt là <0,5% tính theo khối lượng, dựa trên tổng lượng dung môi b). Trong một phương án rất đặc biệt, ít nhất một dung môi b) không chứa propylen cacbonat.

Theo phương án được ưu tiên, dung môi b) là hỗn hợp nước với isopropanol, trong đó tỷ lệ khối lượng của nước: isopropanol nằm trong khoảng 70:30 đến 90:10, tốt hơn là 75:25 đến 85:15.

Sau khi chiết amin hữu cơ có công thức (I), dịch chiết, bao gồm dung môi b), ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) và tùy ý, dung môi a) được thu.

Theo phương án được ưu tiên, dung môi c) được dùng trong bước vi) được chọn từ hỗn hợp nước với ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước theo tỷ lệ khối lượng từ 70:30 đến 90:10, tốt hơn là 75:25 đến 85:15.

Ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước trong dung môi c) nêu trên tốt hơn là được chọn từ isopropanol, etylenglycol, butanol, etanol, axeton, butanon etylaxetat, metylaxetat, etylenglycol và hỗn hợp.

Đặc biệt, dung môi c) là dung môi b) (với điều kiện là không bao gồm propylen cacbonat).

Theo phương án được ưu tiên đặc biệt, ít nhất một dung môi c) nêu trên có hàm lượng cacbonat propylen <1% tính theo khối lượng, đặc biệt là <0,5% tính theo khối lượng, dựa trên tổng lượng dung môi c). Theo phương án rất đặc biệt, ít nhất một dung môi c) nêu trên không chứa propylen cacbonat.

Theo phương án được ưu tiên, dung môi c) là hỗn hợp nước với isopropanol, trong đó tỷ lệ khối lượng của nước: isopropanol nằm trong khoảng từ 70:30 đến 90:10, tốt hơn là 75:25 đến 85:15.

Sau khi rửa amin hữu cơ có công thức (I) từ bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm, dịch chiết, bao gồm dung môi c) và ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên được thu.

Tốt hơn là, chiết trong bước ii) được thực hiện mà không lắc. Tốt hơn là, chiết trong bước ii) được thực hiện trong ít nhất một phút, tốt hơn là ít nhất hai phút.

Tốt hơn là, mẫu coupon thử nghiệm, được lấy ra khỏi chu trình nước hoặc chu trình hơi nước, được đưa vào tiếp xúc trực tiếp với dung môi c). Đặc biệt, mẫu coupon thử nghiệm, được lấy ra khỏi chu trình nước hoặc chu trình hơi nước, được ngâm vào dung môi c). Lượng dung môi c) được chọn sao cho bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm được bao phủ hoàn toàn bởi dung môi c). Lượng dung môi c) phụ thuộc vào diện tích bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm.

Tốt hơn là, rửa trong bước vi) được thực hiện cùng với lắc hoặc trong bể siêu âm. Tốt hơn là, rửa trong bước vi) được thực hiện trong ít nhất một phút, tốt hơn là ít nhất hai phút.

Bước iia) hoặc bước viia)

Dịch chiết thu được trong bước ii) tùy ý được lọc trong bước iia).

Dịch chiết thu được trong bước vi) tùy ý được lọc trong bước viia).

Vật liệu lọc tốt hơn là được chọn từ xenluloza biến đổi, polytetrafluoroetylen (PTFE), PVDF, polyamit, như là ni lông, polyolefin, như là polypropylen (PP).

Xenluloza biến đổi thích hợp là xenluloza este và xenluloza ete, ví dụ xenluloza axetat, etyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, hydroxypropylmetyl

xenluloza và cacboxymetylxenluloza xenluloza, tốt hơn là xenluloza axetat và xenluloza este.

Theo phương án được ưu tiên, vật liệu lọc là polytetrafloetylen (PTFE).

Kích thước lỗ của vật liệu lọc trong bước iia) tốt hơn là nhỏ hơn $1\mu\text{m}$, đặc biệt là nhỏ hơn $0,5\mu\text{m}$, tốt hơn là nhỏ hơn $0,2\mu\text{m}$.

Tốt hơn là, dịch chiết thu được trong bước ii) được lọc trong bước iia).

Bước iii) hoặc bước viib)

Giá trị pH của dịch chiết thu được trong bước ii) hoặc iia), bao gồm dung môi b), ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên và tùy ý, dung môi a) tùy ý, tốt hơn là được điều chỉnh đến khoảng từ 1,8 đến 3,5, tốt hơn là đến khoảng từ 2,3 đến 3,0. Việc điều chỉnh giá trị pH được thực hiện bởi ít nhất một axit.

Giá trị pH của dịch chiết thu được của bước vi) hoặc viia), bao gồm dung môi c) và ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) tùy ý, tốt hơn là điều chỉnh đến khoảng từ 1,8 đến 3,5, tốt hơn nữa là đến khoảng từ 2,3 đến 3,0. Việc điều chỉnh giá trị pH được thực hiện bởi ít nhất một axit.

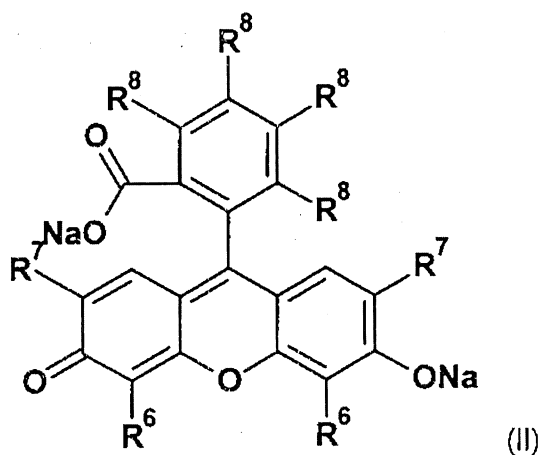
Người ta nhận thấy thuận lợi nếu axit là axit vô cơ, dung dịch nước của axit vô cơ, axit hữu cơ hoặc dung dịch nước của axit hữu cơ. Các ví dụ cụ thể về axit vô cơ hoặc hữu cơ là axit nitric, axit sulfuric, axit clohydric, axit phosphoric, axit axetic, axit formic, axit xitric. Đặc biệt tốt hơn là axit hữu cơ yếu, tốt hơn là axit axetic và axit xitric.

Bước iv) hoặc bước viii)

Trong bước iii), dịch chiết chứa dung môi b), ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) và tùy ý, dung môi a), trong đó, giá trị pH của dịch chiết tốt hơn là trong khoảng từ 1,8 đến 3,5, tốt hơn nữa là thu được trong khoảng từ 2,3 đến 3,0.

Trong bước viia), dịch chiết chứa dung môi c) và ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I), trong đó giá trị pH của dịch chiết tốt hơn là trong khoảng từ 1,8 đến 3,5, tốt hơn là thu được trong khoảng từ 2,3 đến 3,0.

Thuốc thử, mà có khả năng tạo thành phức màu với ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) được thêm vào. Thuốc thử là hợp chất bao gồm loại Xanten. Trong đó, thuốc thử là hợp chất có công thức (II)



trong đó:

R^6 và R^8 độc lập với nhau là H hoặc halogen;

R^7 được lựa chọn từ H, halogen và NO_2 .

Theo phương án cụ thể, thuốc thử được lựa chọn từ Eosin B, Eosin Y, Erythrosin, Florescein và đỏ bengal, trong đó tốt hơn là đỏ bengal.

Thông thường, hợp chất có công thức (II) được sử dụng với lượng ít nhất bằng với lượng mol của amin hữu cơ có công thức (I) trong dịch chiết.

Phức màu của amin hữu cơ có công thức (I) và thuốc thử, đặc biệt là hợp chất có công thức (II) được tạo thành.

Bước v) hoặc bước ix)

Phức màu thu được được hình thành bởi thuốc thử và amin hữu cơ có công thức (I) được phát hiện bằng các phép đo trắc quang. Cảm biến phù hợp chủ yếu được biết đến bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật và ví dụ là Fotometer DR6000, Hach Lange GmbH.

Phép đo trắc quang dựa trên cảm biến ánh sáng, thiết bị (thuộc một số loại) tạo ra tín hiệu điện khi tiếp xúc với ánh sáng. Các ứng dụng đơn giản của công nghệ này bao gồm bật và tắt đèn dựa trên điều kiện ánh sáng xung quanh và đồng hồ đo ánh sáng, được dùng để đo tổng lượng ánh sáng tới một điểm.

Sáng chế cũng đề cập đến việc dùng vật liệu hấp thụ để phát hiện các amin tạo màng.

Các thành phần của phương pháp theo sáng chế cũng có thể được đóng gói và dùng như là chế phẩm kết hợp, như là kit gồm nhiều phần. Do đó, sáng chế cũng đề cập đến kit gồm nhiều phần bao gồm các thành phần có khả năng xác định amin hữu cơ có công thức (I).

Theo một phương án của sáng chế, kit gồm nhiều phần bao gồm, là các thành phần riêng biệt, 1) vật liệu hấp thụ, 2) dung môi a), 3) dung môi b), 4) vật liệu lọc và 5) thuốc thử để sử dụng kết hợp. Kit có thể bao gồm một hoặc nhiều, bao gồm tất cả, các thành phần có thể được dùng để xác định amin hữu cơ có công thức (I). Vật liệu hấp thụ cũng có thể đã bao gồm dung môi a). Trong các phương án này, trong kit mà nhiều hơn hai thành phần được cung cấp trong một kit, các thành phần có thể đã được kết hợp với nhau và được đóng gói như vậy trong một vật chứa, chẳng hạn như lọ, chai, bình, bao, túi hoặc hộp. Theo các phương án khác, hai hoặc nhiều thành phần của một kit có thể được đóng gói riêng, tức là không được điều chế trước. Như vậy, kit có thể bao gồm một hoặc nhiều vật chứa riêng biệt, như lọ, bình, chai, bao, túi hoặc hộp, mỗi vật chứa bao gồm một thành phần riêng biệt để xác định amin hữu cơ có công thức (I).

Sáng chế cũng đề cập đến việc xác định định lượng các amin hữu cơ có công thức (I) trên bề mặt, trong đó diện tích bề mặt được xác định, bao gồm các bước:

- i) chuyển ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) sang vật liệu hấp thụ, bao gồm dung môi a),
- ii) chiết amin của công thức (I) ra khỏi vật liệu hấp thụ bằng dung môi thứ hai b), giống hoặc khác với dung môi a) để thu được dịch chiết chứa dung môi b), ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) và tùy ý, dung môi a),
- iii) tùy ý, lọc dịch chiết,
- iv) tùy ý, điều chỉnh giá trị pH của dịch chiết thu được, tốt nhất là từ 1,8 đến 3,5, tốt hơn là trong khoảng từ 2,3 đến 3,0,
- v) thêm một thuốc thử có khả năng tạo phức màu với ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I),
- v) phát hiện phức màu và phát hiện nồng độ của phức màu và

vi) kết hợp nồng độ và diện tích bề mặt xác định để xác định định lượng amin hữu cơ có công thức (I), trong đó amin hữu cơ, vật liệu hấp thụ, dung môi a), dung môi b) được xác định ở trên.

Sáng chế cũng đề cập đến việc xác định định lượng các amin hữu cơ có công thức (I) trên bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm, trong đó diện tích bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm được xác định, bao gồm các bước:

vii) rửa ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) từ bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm được lấy ra khỏi chu trình nước hoặc chu trình hơi nước dùng dung môi b),

viii) tùy ý, lọc dung môi b) chứa ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên,

viii) tùy ý, điều chỉnh giá trị pH của dung môi b) bao gồm ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên, tốt hơn là từ 1,8 đến 3,5, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 2,3 đến 3,0.

ix) thêm một thuốc thử có khả năng tạo phức này với ít nhất một amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên,

x) phát hiện phức màu

xi) kết hợp nồng độ và diện tích bề mặt xác định để xác định định lượng amin hữu cơ có công thức (I), trong đó amin hữu cơ, vật liệu hấp thụ, dung môi a), dung môi b) được xác định ở trên.

Sáng chế được mô tả chi tiết hơn bằng các ví dụ sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phân tích:

Fotometer Hach DR2500

Quy trình chung:

1. Vật liệu hấp thụ, (3 x 6cm) (Machery-Nagel GmbH & Co. KG, Duren: MN 6161/4, Xenluloza), được làm ướt bằng hỗn hợp nước và dung dịch isopropanol, trong đó tỷ lệ isopropanol: nước là 80:20.

2. Bề mặt nồi hơi/kim loại được lau bằng vật liệu hấp thụ này. Amin được hấp thụ trên bề mặt vật liệu hấp thụ.

3. Vật liệu hấp thụ bị nhiễm vào được đưa vào xi lanh 10ml và 10ml dung dịch isopropanol được hấp thụ với nó, trong đó tỷ lệ isopropanol: nước là 20:80.
4. Xi lanh được để yên với miệng ống hướng xuống cốc thí nghiệm trong hai phút mà không lắc.
5. Màng lọc dùng cho xi lanh (Minisart SRP 15 PTFE) được gắn vào và dung dịch được ép ra khỏi xi lanh vào một cuvet tròn thể tích 25ml, đường kính 2,54cm (1 inch).
6. Thuốc thử (đỏ bengal, được hòa tan trong ví dụ butan-2-ol và dung dịch đệm, là dung dịch pha trong nước bao gồm hỗn hợp của axit hữu cơ yếu, ví dụ axit xitric, axit axetic) được thêm vào, mà có khả năng tạo phức màu với amin hữu cơ. Nếu màu sắc chuyển hồng, thử nghiệm là dương tính.

Thử nghiệm 1: Hỗn hợp dung môi: isopropanol và nước

Quy trình hiệu chuẩn

1. 2g amin tạo màng được cân trong bình dung tích 100ml và làm đầy với isopropanol.
2. 0,1ml dung dịch này được làm đầy bình dung tích 100ml với isopropanol.
3. Các thể tích khác nhau (0,125; 0,25; 0,5; 1; 2; 3; 3,75ml) của dung dịch gốc được làm đầy trong các cuvet dung tích 25ml, đường kính 2,54cm, sau đó cuvet được làm đầy với isopropanol cho đến khi thể tích nhất định (5ml cho dung dịch 20:80, 3,75ml cho dung dịch 15:85 và 0ml IPA cho dung dịch 0: 100) và sau đó nước được thêm vào đến 25ml.
4. Thuốc thử (đỏ bengal, được hòa tan trong ví dụ butan-2-ol và dung dịch đệm, là dung dịch pha trong nước bao gồm hỗn hợp axit của axit hữu cơ yếu, ví dụ axit xitric, axit axetic), và sau 2 phút độ hấp thụ được đo.

Thể tích dung dịch gốc trong cuvet (ml)	Nồng độ amin tạo màng trong cuvet (mg/l)
0,125	0,1
0,250	0,2
0,500	0,4
1,000	0,8
2,000	1,6
3,000	2,4

3,750	3,0
-------	-----

Isopropanol và nước; giá trị bằng không: dung môi với thuốc thử (đỏ bengal, được hòa tan trong ví dụ butan-2-ol và dung dịch đậm, là dung dịch pha trong nước bao gồm hỗn hợp axit hữu cơ yếu, ví dụ axit xitric, axit axetic): 560nm.

Amin tạo màng là oleylpropylendiamin (Dinoram O của hãng Arkema Group).

Kết quả của sự hấp thụ phức thuốc thử-amin trong các hỗn hợp nước dung môi khác nhau được tóm tắt trong bảng 1. Quy trình được thực hiện tương tự như mô tả ở trên. Phức màu có thể được nhận biết bằng mắt thường.

Bảng 1

Tỷ lệ isopropanol : nước	20:80	15:85	10:90	0,004:99,996
Nồng độ amin tạo màng (ppm)	Độ hấp thụ	Độ hấp thụ	Độ hấp thụ	Độ hấp thụ
0,1	0,020	0,026	0,019	0,023
0,2	0,050	0,049	0,054	0,061
0,4	0,100	0,104	0,100	0,111
0,8	0,203	0,204	0,207	0,210
1,6	0,408	0,404	0,410	0,411
2,4	0,620	0,614	0,609	0,623
cuvet	2,54cm	2,54cm	2,54cm	2,54cm

Thử nghiệm 2: Trong sự có mặt của sắt

Dung dịch: 3,5ppm oleylpropylendiamin với màu đỏ oxit sắt hơi vàng, được tán nhỏ (Bayferrox 110M) trong isopropanol

Xi lanh: 10ml (nhựa)

Màng lọc: trắng (PTFE; 0,45 µm) Satorius

Sắt: Bayferrox 110M

1. Các dung dịch khác nhau của oleylpropylendiamin với Bayferrox 110M đã được điều chế.
2. 5ml dung dịch được điều chế được rửa 3 lần qua lọc xi lanh và xi lanh.
3. Sau đó, dung dịch được chuyển vào một cuvet dung tích 25ml, đường kính 2,54cm.
4. 20ml nước khử ion và thuốc thử (rosa bengal, được hòa tan trong ví dụ butan-2-ol và dung dịch đệm, là dung dịch pha trong nước bao gồm hỗn hợp axit hữu cơ yếu, ví dụ axit xitric, axit axetic) đã được thêm vào. Độ hấp thụ được đo bằng quang kế.

Kết quả được tóm tắt trong bảng 2. Sắt không làm nhiễu quy trình.

Bảng 2

Dung dịch	Giá trị đo được [ppm oleylpropylendiamin]	Độ hấp thụ
oleylpropylendiamin + 1ppm Fe	3,5	0,177
oleylpropylendiamin + 2ppm Fe	3,4	0,173
oleylpropylendiamin + 5ppm Fe	3,2	0,162
oleylpropylendiamin + 10ppm Fe	3,3	0,168
oleylpropylendiamin + 20ppm Fe	3,4	0,174

Thử nghiệm 3: Các bề mặt khác nhau

Bề mặt của các kim loại khác nhau (193,2cm² (bên ngoài) và tổng bề mặt là 347,8cm² (bên trong và bên ngoài)) đã được xử lý bằng dung dịch chứa nước bao gồm oleylpropylendiamin, amin được etoxyl hóa bậc ba, dựa trên amin mỡ động vật, monoetanolamin và dietyletanolamin bậc một. Sau đó, quy trình được thực hiện tương tự như đã đề cập ở trên. Có thể phát hiện trên tất cả các bề mặt oleylpropylendiamin.

Kết quả cho bề mặt đồng (99,9% Cu, 0,015% P) được tóm tắt trong bảng 3.

Bảng 3

Dung dịch	Giá trị đo được [ppm oleylpropylendiamin]	Độ hấp thụ
Dung dịch isopropanol	4,23	1,351

Kết quả cho bề mặt thép cacbon (E235, No: 1.0308) được tóm tắt trong bảng 4.

Bảng 4

Dung dịch	Giá trị đo được [ppm oleylpropylendiamin)	Độ hấp thụ
Dung dịch isopropanol	4,73	1,508

Một máy thiết kế tua bin khí chu trình hỗn hợp (CCGT) với Máy hoàn hơi nước hoàn nhiệt (HRSG) vận hành chu trình nước-hơi nước với xử lý hóa học dựa trên amin tạo màng (oleylpropylendiamin).

Mẫu coupon thử nghiệm bằng thép (Kích thước: 75 x 9,5 x 1,6mm có lỗ 5,5mm, ở giữa của cạnh ngắn; vật liệu: mã vật liệu ST37: 1.1010) được lắp đặt vào một số dòng lấy mẫu của máy. Các mẫu coupon thử nghiệm tiếp xúc với điều kiện máy được treo trong vật chứa mẫu với một ống được đưa vào vật chứa mang dòng chảy mẫu liên tục cho mỗi điểm mẫu. Mẫu coupon thử nghiệm đã được lấy ra để đánh giá sau khi tiếp xúc với dòng mẫu nước HRSG thực ở nhiệt độ lấy mẫu (25°C và áp suất khí quyển) trong 5 tuần.

Các mẫu coupon thử nghiệm được lấy ra được rửa bằng 10ml dung dịch isopropanol, trong đó tỷ lệ isopropanol: nước là 20:80. Thuốc thử (đỏ bengal, được hòa tan trong ví dụ butan-2-ol và dung dịch đệm, là dung dịch pha trong nước bao gồm hỗn hợp axit hữu cơ yếu, ví dụ axit xitric, axit axetic) được thêm vào, có khả năng tạo thành phức màu với amin hữu cơ. Nếu màu sắc chuyển hồng, thử nghiệm là dương tính.

Bảng 5 cho thấy mức độ mở rộng thu được với một máy đo tốc độ tiêu chuẩn (cuvet 5cm):

Bảng 5

Vị trí coupon (điểm mẫu)	Thời gian trong đường mẫu	Sự giảm
coupon trắng	không sử dụng	0,06
nước cấp	5 tuần	0,78
trống LP1	5 tuần	0,21
trống IP2	5 tuần	0,16
nước ngưng	5 tuần	0,14
hơi quá nhiệt IP2	5 tuần	0,26

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xác định bề mặt tiếp xúc với nước hoặc hơi nước của chu trình nước hoặc chu trình hơi nước có chứa lượng bảo vệ của ít nhất một amin hữu cơ tạo màng có công thức (I) có ít nhất một nhóm hydrocacbon không vòng, mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon,



trong đó:

n là 0, 1, 2, 3 hoặc 4,

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

R^2 là C_1 - C_4 -alkandiyl,

R^3 , R^4 , R^5 độc lập là H hoặc C_1 - C_4 alkyl hoặc $-(C_mH_{2m-2}O)_p-H$, trong đó m là 1, 2, 3 hoặc 4 và p là 1, 2, 3 hoặc 4,

phương pháp này bao gồm các bước:

bước lấy mẫu, trong đó bề mặt được lau bằng vật liệu hấp thụ, amin hữu cơ được chuyển sang vật liệu hấp thụ, và amin hữu cơ được lấy từ bề mặt,

bước chiết, trong đó dung môi được cho tiếp xúc với vật liệu hấp thụ và amin hữu cơ được chiết thành dung môi để thu được dịch chiết chứa dung môi và amin hữu cơ, và

bước phân tích, phân tích amin hữu cơ trong dịch chiết chứa dung môi và amin hữu cơ, trên bề mặt bao gồm các bước sau đây:

vi) chuyển amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên từ bề mặt tiếp xúc với nước hoặc hơi nước của chu trình nước hoặc chu trình hơi nước đến vật liệu hấp thụ, bao gồm dung môi a),

vii) chiết amin có công thức (I) ra khỏi vật liệu hấp thụ bằng dung môi thứ hai b), dung môi này giống hoặc khác với dung môi a) để thu được dịch chiết bao gồm dung môi b), amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên và tùy ý, dung môi a),

iii) lọc dịch chiết,

viii) tùy ý, điều chỉnh giá trị pH của dịch chiết thu được,

ix) thêm thuốc thử có khả năng tạo phức màu với amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên,

x) phát hiện phức màu.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước lấy mẫu, bề mặt được lau bằng vật liệu hấp thụ mà được làm ướt bằng dung môi tương tự hoặc khác so với dung môi được sử dụng trong bước chiết.

3. Phương pháp xác định bề mặt tiếp xúc với nước hoặc hơi nước của chu trình nước hoặc chu trình hơi nước có chứa lượng bảo vệ của ít nhất một amin hữu cơ tạo màng có công thức (I) có ít nhất một nhóm hydrocacbon không vòng, mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon,



trong đó:

n là 0, 1, 2, 3 hoặc 4,

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

R^2 là C_1 - C_4 -alkandiyl,

R^3 , R^4 , R^5 độc lập là H hoặc C_1 - C_4 alkyl hoặc $-(C_mH_{2m-2}O)_p-H$, trong đó m là 1, 2, 3 hoặc 4 và p là 1, 2, 3 hoặc 4,

phương pháp này bao gồm các bước:

bước tiếp xúc, trong đó mẫu coupon thử nghiệm được tích hợp bên trong chu trình nước hoặc chu trình hơi nước trong thời gian đủ để hấp thụ amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên có trong chu trình nước hoặc chu trình hơi nước, trong đó mẫu coupon thử nghiệm được làm từ vật liệu có khả năng hấp thụ amin hữu cơ nêu trên,

bước lấy ra, trong đó mẫu coupon thử nghiệm được lấy ra khỏi máy móc,

bước chiết, trong đó mẫu coupon thử nghiệm được rửa bằng dung môi và amin hữu cơ được chiết để thu được dịch chiết chứa dung môi và amin hữu cơ, và

bước phân tích, phân tích amin hữu cơ trong dịch chiết chứa dung môi và amin hữu cơ, và

trên bề mặt bao gồm các bước sau đây:

vi) rửa amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên từ bề mặt của mẫu coupon thử nghiệm mà đã được lấy ra từ chu trình nước hoặc chu trình hơi nước bằng cách sử dụng dung môi

c) để thu được dịch chiết chứa dung môi c) và amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên,

viia) lọc dịch chiết thu được,

viib) tùy ý, điều chỉnh giá trị pH của dịch chiết thu được,

viii) bổ sung chất thử có khả năng tạo phức màu với amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên,

ix) phát hiện phức màu.

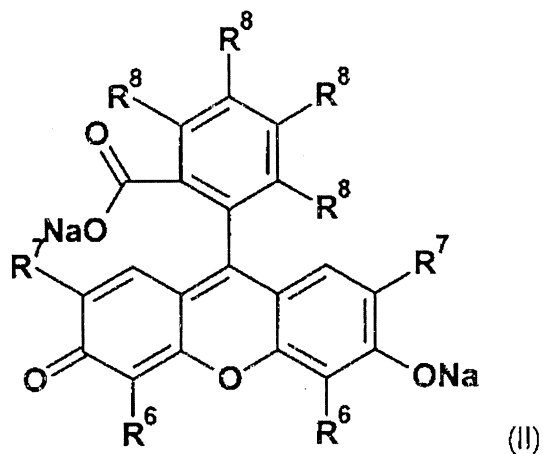
4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó mẫu coupon thử nghiệm được kết hợp bên trong chu trình nước hoặc chu trình hơi nước trong thời gian đủ để hấp thụ amin hữu cơ nêu trên có ít nhất một nhóm hydrocacbon không vòng, mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon có mặt trong chu trình nước hoặc chu trình hơi nước.

5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó mẫu coupon thử nghiệm được làm từ vật liệu mà có khả năng hấp thụ amin hữu cơ nêu trên có ít nhất một nhóm hydrocacbon không vòng, mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 12 đến 22 nguyên tử cacbon, hoặc mẫu coupon thử nghiệm được làm từ thép, thép không gỉ hoặc đồng.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước phân tích bao gồm thêm thuốc thử có khả năng tạo thành phức màu với amin hữu cơ có công thức (I) nêu trên như được xác định ở các điểm nêu trên và phát hiện phức màu.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung môi a) dùng trong bước vi) được chọn từ hỗn hợp của ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước, trong đó phần khối lượng của ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước ít nhất là 80% so với tổng khối lượng của dung môi a), hoặc ít nhất là 90% so với tổng khối lượng của dung môi a).

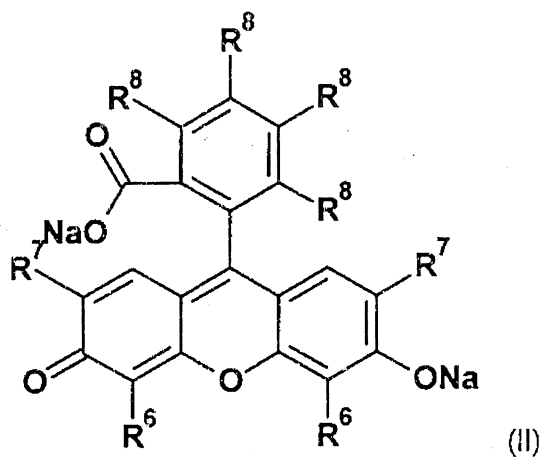
8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó, trong bước vi), dung môi a) bao gồm hoặc gồm một hoặc nhiều dung môi hữu cơ có áp suất hơi lớn nhất là 45hPa ở 20°C, hoặc áp suất hơi lớn nhất là 10hPa ở 20°C.
9. Phương pháp theo điểm 7, trong đó dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước nêu trên được chọn từ isopropanol, propylen cacbonat, etylenglycol và butanol.
10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung môi b) dùng trong bước vii) được chọn từ hỗn hợp của nước với ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước với tỷ lệ khối lượng từ 70:30 đến 90:10, hoặc từ 75:25 đến 85:15.
11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước trong bước vii) được chọn từ isopropanol, etanol, axeton, butanon etylaxetat, metylaxetat, etylenglycol, butanol, dung môi a) và hỗn hợp của chúng, và dung môi b) là dung môi a).
12. Phương pháp theo điểm 3, trong đó dung môi c) dùng trong bước vi) được chọn từ hỗn hợp của nước với ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước theo tỷ lệ khối lượng là từ 70:30 đến 90:10, hoặc từ 75:25 đến 85:15.
13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước trong bước vi) được chọn từ isopropanol, etylenglycol, butanol, etanol, axeton, butanon etylaxetat, metylaxetat, etylenglycol và hỗn hợp.
14. Phương pháp theo điểm 2, trong đó vật liệu hấp thụ được chọn từ xenluloza, xenluloza biến đổi, polyvinyliden florua (PVDF).
15. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước iia), việc lọc được tiến hành bằng cách sử dụng vật liệu lọc, trong đó vật liệu lọc được chọn từ xenluloza biến đổi, polytetrafloetylen (PTFE), PVDF, polyamit, hoặc trong đó kích thước lỗ của vật liệu lọc là dưới 1µm.
16. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thuốc thử trong bước ix) là hợp chất thuộc nhóm xanten, là hợp chất có công thức (II)



trong đó R^6 và R^8 độc lập với nhau là H hoặc halogen;

R^7 được chọn từ H, halogen và NO_2 .

17. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thuốc thử trong bước ix) là hợp chất có công thức (II),



trong đó:

R^6 là iot,

R^7 là iot,

R^8 là clo.

18. Phương pháp theo điểm 1, trong đó R^1 trong công thức (I) có từ 16 đến 20 nguyên tử cacbon, hoặc trong đó R^1 trong công thức (I) là nhóm hydrocacbon mạch thẳng no hoặc nhóm hydrocacbon mạch thẳng không no có 1, 2 hoặc 3 liên kết đôi $\text{C}=\text{C}$, trong đó R^1 là nhóm oleyl ($\text{C}_{18}\text{H}_{35}$).

19. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước viii), giá trị pH của dịch chiết thu được trong bước vii) được điều chỉnh đến từ 1,8 đến 3,5.

20. Kit gồm nhiều phần bao gồm, là các thành phần riêng biệt,

A) vật liệu hấp thụ, được xác định ở điểm 2,

B) dung môi a) được chọn từ hỗn hợp của ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước,

C) dung môi b) được chọn từ hỗn hợp của nước với ít nhất một dung môi hữu cơ trộn lẫn được với nước theo tỷ lệ khối lượng từ 70:30 đến 90:10,

D) thuốc thử, mà là hợp chất thuộc nhóm xanten,

để dùng kết hợp.