



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0042460

(51)⁸ C08F 8/28; D21H 21/18; D21H 17/37; (13) B
D21H 17/38; C08F 120/56; C08L 33/26

(21) 1-2018-04258

(22) 22/03/2017

(86) PCT/AT2017/000016 22/03/2017

(87) WO2017/185110 02/11/2017

(30) A212/2016 25/04/2016 AT

(45) 27/01/2025 442

(43) 25/03/2019 372A

(73) APPLIED CHEMICALS HANDELS-GMBH (AT)

Wolfgang-Pauli-Gasse 3, 1147 Wien, Austria

(72) KERMAN, Nuri (DE).

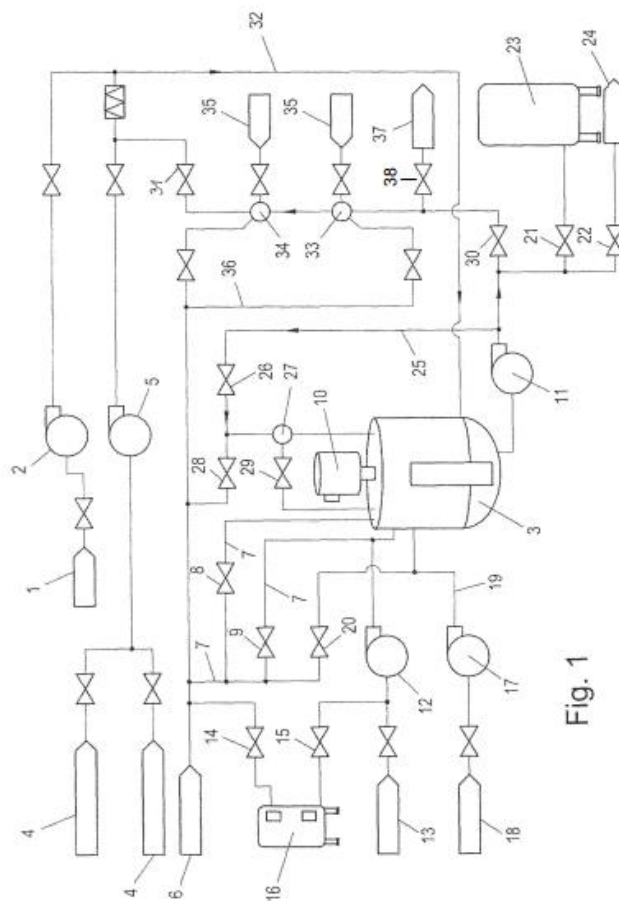
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẤT LÀM BỀN KHÔ POLYACRYLAMIT ĐƯỢC
GLYOXALAT HÓA

(21) 1-2018-04258

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế chất làm bền khô, cụ thể là polyacrylamit được glyoxalat hóa, trong đó dung dịch nước polyacrylamit được bổ sung etandial (glyoxal) trong điều kiện khuấy bằng cách dùng bơm tuần hoàn, phản ứng được bắt đầu bằng cách bổ sung bazơ, cụ thể là bazơ mạnh, ở độ pH kiềm, cụ thể là độ pH lớn hơn 8, và để phản ứng trong điều kiện khuấy và/hoặc tuần hoàn, sau đó phản ứng được chấm dứt bằng cách bổ sung axit trong điều kiện khuấy và/hoặc tuần hoàn sau khi hoàn thành thời gian phản ứng đã định, trong đó phương pháp này được thực hiện dưới dạng phương pháp gián đoạn trong đó phản ứng định lượng của etandial với lượng dư polyacrylamit trong môi trường kiềm nước được kiểm soát và/hoặc được điều chỉnh bằng ít nhất một, tốt hơn là ít nhất hai trong số các yếu tố dưới đây:

- số đo độ đục
- sự điều chỉnh thích hợp độ pH dưới dạng hàm số của nhiệt độ
- sự điều chỉnh thích hợp độ pH dưới dạng hàm số của thời gian phản ứng
- sự giảm độ pH, hoặc
- sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế chất làm bền khô polyacrylamit được glyoxalat hóa, trong đó dung dịch nước polyacrylamit được bổ sung etandial (glyoxal) trong điều kiện khuấy bằng cách dùng bơm tuần hoàn, phản ứng được bắt đầu bằng cách bổ sung bazơ, cụ thể là bazơ mạnh, ở độ pH kiềm, cụ thể là độ pH lớn hơn 8, và để phản ứng trong điều kiện khuấy và/hoặc tuần hoàn, sau đó phản ứng được chấm dứt bằng cách bổ sung axit trong điều kiện khuấy và/hoặc tuần hoàn sau khi hoàn thành thời gian phản ứng đã định nằm trong khoảng từ 2 đến 30 phút.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các phương pháp điều chế các chất làm bền khô dùng cho công nghiệp giấy đã được biết đến, hầu hết các phương pháp này vận hành một cách liên tục. Trong các phương pháp này, hỗn hợp phản ứng về cơ bản là chứa nước gồm polyme vinylamit và chất xenluloza phản ứng thường được để phản ứng trong khoảng thời gian đã định ở độ pH kiềm, trong đó nhiều yếu tố như nhiệt độ của nước đi vào, độ pH của hỗn hợp phản ứng, sự tiêu thụ vật liệu xenluloza phản ứng, nồng độ của polyme vinylamit được đo trước và trong khi tạo thành sản phẩm cộng và các sản phẩm tương tự, để khiến cho phản ứng được chấm dứt kịp thời khi sản phẩm cộng mong muốn đã được tạo thành. Cụ thể là, để tạo điều kiện chấm dứt phản ứng kịp thời, phép đo độ nhớt để xác định mức độ phản ứng đã được thực hiện ngoài vô số các phép đo khác. Hầu hết các phương pháp đã biết dẫn đến các sản phẩm mà không được điều chế tại chỗ, mà phải được vận chuyển đến người dùng cuối cùng bằng xe bồn và chúng được pha loãng đến nồng độ cần thiết cho phản ứng, ví dụ, 3 đến 4%. Các phương pháp đã biết này có nhược điểm là phải vận chuyển lượng lớn chất lỏng và, ngoài ra, các sản phẩm sẽ mất chất lượng trong quá trình vận chuyển mặc dù có bổ sung các chất ổn định hóa, và có thời hạn bảo quản chung hay vòng đời giảm.

Do đó, US 7,875,676 mô tả phương pháp điều chế sản phẩm cộng polyvinylamit phản ứng xenluloza, trong đó hỗn hợp phản ứng chứa nước gồm polyme vinylamit và chất phản ứng xenluloza được phản ứng một cách liên tục, trong khi đo độ nhớt trong quá trình phản ứng. Nếu độ nhớt không lớn 30cP ở nhiệt độ 25°C, thì phản ứng được chấm dứt. Các phương pháp mà trong đó độ nhớt của các sản phẩm cộng được đo như vậy có các vấn đề về hiệu quả mà, nếu thời điểm kết thúc phản ứng bị bỏ qua, tức là độ nhớt tăng quá nhiều, thì gel không hòa tan trong nước được tạo thành, gel này không thể sử dụng được làm chất làm bền khô. Hơn nữa, các sản phẩm cộng được glyoxalat hóa như vậy còn chứa lượng đáng kể các vật liệu hữu cơ và/hoặc các dung môi như các dầu hữu cơ, các chất này không những tốn kém mà còn dễ bay hơi, do đó làm hạn chế việc sử dụng các sản phẩm cộng như vậy.

Từ WO 2009/059725, các hợp chất N-vinylamin được glyoxalat hóa có thể thu được, trong đó hỗn hợp của acrylamit và dialyldimethylamoni clorua được glyoxalat hóa, trong đó phản ứng được theo dõi một cách chuyên biệt bằng cách đo độ đục nhưng dường như là không thể xác định được thời điểm kết thúc chính xác, hay không thể tuyên bố chính xác được là khi nào phản ứng định lượng đã xảy ra.

Từ WO 2013/084062 A1, phương pháp sản xuất sản phẩm cộng xenluloza từ polyvinylamit có thể thu được, trong đó sự tạo thành sản phẩm cộng mong muốn được xác định bằng sự thay đổi độ đục.

Hơn nữa, các sản phẩm cộng polyvinylamit được glyoxalat hóa có trên thị trường, có hạn chế là có vòng đời rất ngắn chỉ vài tuần, vòng đời này là hàm số của độ pH, nồng độ và nhiệt độ bảo quản, do đó liên quan đến các vấn đề trong việc sử dụng trên thực tiễn, vì luôn phải bảo đảm cung cấp sản phẩm cộng mới được phân phối hoặc mới có.

Để vận hành tiết kiệm, ít nhất đến mức độ nào đó, trong quy trình như vậy, các sản phẩm có nồng độ polyme vinylamit quá cao cho việc sử dụng như vậy được cung cấp, và do đó phải được pha loãng trước khi sử dụng chúng trên thực tế để có thể tạo điều kiện phản ứng một cách hợp lý.

Cuối cùng là, trong hầu hết các phương pháp đã biết, lượng lớn glyoxal không phản ứng sẽ còn lại trong sản phẩm sau khi đạt đến độ nhớt mong muốn, do đó kéo theo bất lợi là sản phẩm như vậy không thể sử dụng được làm chất làm bền khô.

Việc áp dụng polyacrylamit được glyoxalat hóa làm chất làm bền khô để làm bền giấy và giấy bìa, và việc áp dụng các copolyme vinylamit phản ứng hòa tan trong nước của xenluloza được cải biến bằng glyoxal hoặc tác nhân xenluloza phản ứng để làm cứng nhiệt được sử dụng để làm bền giấy và giấy bìa. Tuy nhiên, do việc sử dụng glyoxal làm chất liên kết ngang nên các sản phẩm này có vấn đề liên quan đến độ ổn định và khả năng bảo quản của các huyền phù này, các huyền phù này có vòng đời nằm trong khoảng từ 3 đến 6 tuần do độ ổn định của chúng giảm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế nhằm đề xuất phương pháp điều chế chất làm bền khô, qua đó có thể cho glyoxal phản ứng một cách định lượng trong hỗn hợp phản ứng và nhờ đó tạo ra chất làm bền khô với độ ổn định bảo quản kéo dài, mà có thể được sử dụng mọi lúc, cụ thể là, ngay sau khi điều chế nó. Sáng chế cũng nhằm đề xuất phương pháp điều chế chất làm bền khô, mà có thể được kiểm soát theo cách thức chính xác qua đó phản ứng định lượng của glyoxal có thể biết chắc được trong hỗn hợp phản ứng mà không có nghi ngờ gì.

Để giải quyết mục đích này, phương pháp theo sáng chế về cơ bản là được đặc trưng ở chỗ phương pháp này được thực hiện dưới dạng phương pháp gián đoạn trong đó phản ứng định lượng của etandial với lượng dư polyacrylamit trong môi trường kiềm nước được kiểm soát và/hoặc được điều chỉnh bằng ít nhất hai trong số các yếu tố dưới đây:

- a) số đo độ đục
- b) sự điều chỉnh thích hợp độ pH dưới dạng hàm số của nhiệt độ
- c) sự điều chỉnh thích hợp độ pH dưới dạng hàm số của thời gian phản ứng
- d) sự giảm độ pH, hoặc
- e) sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn.

Trong đó phương pháp này được thực hiện dưới dạng phương pháp gián đoạn, phản ứng định lượng của etandial với lượng dư polyacrylamit trong môi trường kiềm nước có thể được kiểm soát hoặc điều chỉnh dưới dạng hàm số của nhiều yếu tố trong mẻ bất kỳ. Trong đó, đồng thời, ít nhất hai trong số các yếu tố này được đo trong quá trình phản ứng, điều này giúp có thể điều chế sản phẩm có thể tái tạo, hoặc có thể tái tạo một cách chính xác với mẻ bất kỳ.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Trong phần dưới đây, sáng chế sẽ được giải thích chi tiết hơn bằng phương án ví dụ và sơ đồ kiểm soát quy trình dạng giản đồ được minh họa trên các hình vẽ. Trong đó,

Fig.1 mô tả cấu trúc của thiết bị để thực hiện phương pháp điều chế chất làm bền khô theo sáng chế; và

Fig.2 là đồ thị thể hiện sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn, độ pH và sự thay đổi về độ đục trong quá trình phản ứng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các yếu tố riêng rẽ, mà mỗi hai yếu tố trong số chúng được sử dụng đồng thời làm các đại lượng kiểm soát hoặc điều chỉnh, là như sau:

a) Số đo độ đục

Thấy rằng sự thay đổi về độ đục là dấu hiệu chỉ báo cho mức độ chuyển hóa của phản ứng, hỗn hợp phản ứng có độ đục ban đầu thường nằm trong khoảng từ 5 đến 15 NTU. Khi độ đục tăng lên đến giá trị đã định trong suốt quá trình phản ứng, thì đó chính là dấu hiệu chỉ báo rằng mức độ chuyển hóa mong muốn đã đạt đến và phản ứng bất kỳ tiếp theo có thể được ngăn chặn bằng cách bổ sung axit. Nếu phản ứng không được chấm dứt bằng việc bổ sung axit thì độ đục sẽ tiếp tục gia tăng. Phép đo độ đục tốt hơn là được thực hiện dưới dạng phép đo sai phân nhờ đó giá trị độ đục ban đầu không đi vào số đo thu được, do đó luôn thu được kết quả rõ ràng.

b) Sự điều chỉnh thích hợp độ pH thông qua nhiệt độ

Trong trường hợp phản ứng của polyacrylamit với etandial, về mặt cơ sở, cần lưu ý rằng phản ứng này luôn diễn ra khi dung dịch có độ pH kiềm tính. Theo đó, thời gian phản ứng sẽ thay đổi dưới dạng hàm số của độ pH, mà sẽ cần sự kiểm soát hoặc điều chỉnh tương đối phức tạp đối với hệ thống thiết bị. Tuy nhiên, ngạc nhiên là, đã phát hiện ra rằng thời gian phản ứng vẫn duy trì về cơ bản là không đổi, hoặc có thể được đặt trước, và phát hiện ra rằng thời gian phản ứng nằm trong khoảng từ 12 đến 18 phút tạo nên thời gian tối ưu trong số các thời gian phản ứng quá dài mà khi đó năng suất của hệ thống thiết bị sẽ giảm mạnh, và các thời gian phản ứng quá ngắn mà khi đó sẽ thấy gia tăng sự lắng đọng trên thành bình và trong đường ống của hệ thống thiết bị.

Vì lý do này, nhiệt độ là yếu tố chính yếu khác ngoài độ pH trong việc kiểm soát tốc độ phản ứng. Tuy nhiên, vì trên thực tế khó có thể giữ nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng luôn không đổi, nên sự điều chỉnh thích hợp độ pH theo sáng chế được tác động thông qua nhiệt độ, tức là yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ được đưa vào, dựa trên đó, độ pH được giảm đi hoặc tăng lên một cách tự động từ giá trị đã định trên một độ chênh lệch nhiệt độ. Giá trị được đặt có thể, ví dụ, là 20°C.

c) Sự điều chỉnh thích hợp độ pH thông qua thời gian phản ứng

Cũng có thể hiệu chỉnh độ pH thông qua thời gian phản ứng. Trong trường hợp này, về cơ bản là xử lý sao cho độ pH được điều chỉnh qua đó độ pH đã đặt trước được hiệu chỉnh trong trường hợp sai lệch thời gian, cho đến khi đạt được sự hoàn thành phản ứng định lượng. Hơn nữa, độ pH tối thiểu được xác định qua đó độ pH đã đặt trước được cho phép giảm đi trong trường hợp các sai lệch về thời gian diễn ra liên tiếp, và tương tự độ pH tối đa được xác định qua đó độ pH đã đặt trước có thể được tăng lên trong trường hợp có một số sai lệch về thời gian liên tiếp. Sự hiệu chỉnh độ pH theo sáng chế sẽ chỉ bị tác động sau một số lượng đã xác định trước của các sai lệch cao hơn hoặc thấp hơn để xóa bỏ yêu cầu về sự hiệu chỉnh tức thời mỗi khi sai lệch. Do đó, nếu thời gian phản ứng mong muốn trong một mẻ là vượt quá hoặc không đạt đến giá trị đã định, trong đó ở đây khoảng chết tức là khoảng mà sẽ không đi vào số đo cũng đã được xác định, thì thời gian phản ứng sai lệch sẽ được lưu lại, và nếu sự

sai lệch giống nhau diễn ra trong mẻ tiếp theo thì sự hiệu chỉnh sẽ tự động được thực hiện.

d) Sự giảm độ pH

Trong phản ứng của polyacrylamit được glyoxalat hóa và etandial, sự giảm độ pH được đo trong quá trình phản ứng. Do đó, phản ứng này cũng có thể được kiểm soát hoặc điều chỉnh nhằm mục đích mà, nếu sự giảm độ pH được quan sát thấy thì phản ứng sẽ được chấm dứt, vì khi đó phản ứng cũng đã hoàn thành một cách định lượng.

e) Sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn.

Cuối cùng là có thể kiểm soát hoặc điều chỉnh phản ứng thông qua sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn, bơm này được tích hợp vào hệ thống thiết bị mà trong đó phản ứng theo sáng chế được thực hiện. Trong trường hợp này, bơm tuần hoàn yêu cầu sự tiêu thụ dòng điện gia tăng đều đặn trong quá trình phản ứng, sự tiêu thụ này sẽ bất ngờ điều chỉnh ở mức không đổi và mức này sẽ không tăng nữa ở cuối quá trình phản ứng định lượng, do đó chỉ báo sự kết thúc phản ứng. Do đó, sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn, mà được chỉ báo và tùy ý cũng được ghi lại, cũng có thể được sử dụng để kiểm soát phương pháp.

Theo sáng chế, ít nhất hai trong số các thông số này được đo hoặc được xác định để có sự chỉ báo an toàn đối với sự kết thúc phản ứng, tức là, đối với phản ứng định lượng của etandial hoặc glyoxal với polyacrylamit. Sự quản lý quy trình như vậy theo cách thức bất ngờ có thể tạo điều kiện điều chế được, từ polyacrylamit và glyoxal, sản phẩm cộng mà có độ ổn định bảo quản gia tăng một cách đáng kể so với các sản phẩm cộng thông thường ở hàm lượng nước giảm đồng thời, mà điều này có thể được cho là nhờ sự thiếu lượng dư glyoxal không phản ứng.

Sự quản lý quy trình đặc biệt tin cậy và, trên tất cả, phản ứng định lượng của etandial theo sáng chế sẽ được đảm bảo nếu, như theo phương án khác của sáng chế, polyacrylamit và etandial được sử dụng ở tỷ lệ định lượng là từ 3:1 đến 10:1, cụ thể là từ 5:1 đến 6:1.

Cụ thể, nếu sự giảm độ pH được sử dụng như là một trong số các đại lượng kiểm soát hoặc điều chỉnh để xác định sự kết thúc của phản ứng, thì phương pháp, như theo phương án thêm nữa của sáng chế, được tiến hành sao cho phản ứng của polyacrylamit và etandial được chấm dứt bằng cách bổ sung axit, bằng cách giảm độ pH của hỗn hợp phản ứng đến giá trị nằm trong khoảng từ 2 đến 6, cụ thể là nằm trong khoảng từ 3,5 đến 4,5. Khi làm như vậy, phản ứng được chấm dứt bằng cách bổ sung axit, và độ pH của hệ thống được làm giảm đến giá trị nằm trong khoảng từ 2 đến 6, cụ thể là nằm trong khoảng từ 3,5 đến 4,5, ngay khi thấy có mức giảm độ pH khoảng 0,3. Về axit nêu trên, axit bất kỳ được chọn từ axit sulfuric, axit sulfurơ, axit clohydric, axit flohydric, axit axetic, axit xitric, axit phosphoric, axit adipic và axit oxalic có thể được bổ sung.

Nếu số đo độ đục và/hoặc sự giảm độ pH được sử dụng làm các đại lượng kiểm soát hoặc điều chỉnh trong việc kiểm soát phương pháp theo sáng chế, thì phương pháp theo sáng chế được tiến hành sao cho sự axit hóa được thực hiện sau khi bắt đầu sự giảm độ pH của hỗn hợp phản ứng ở mức ít nhất là 0,1 đến khoảng 1, cụ thể là 0,3, và/hoặc sau khi tăng độ đục của hỗn hợp phản ứng khoảng 4 đến 10 NTU, cụ thể là 6 NTU. Cụ thể, nếu cả hai yếu tố, tức là sự giảm độ pH và sự tăng độ đục, được tính đến, thì có thể xác định chính xác sự kết thúc phản ứng và chấm dứt phản ứng bằng cách bổ sung axit ngay sau khi đạt được phản ứng định lượng giữa polyacrylamit và etandial.

Theo phương án khác nữa của sáng chế, nếu sự điều chỉnh thích hợp độ pH được tác động thông qua nhiệt độ thì nó sẽ được tiến hành sao cho, dựa trên nhiệt độ 25°C của hỗn hợp phản ứng, độ pH được làm giảm ở nhiệt độ tăng của hỗn hợp phản ứng, và được làm tăng ở nhiệt độ giảm, theo công thức $\text{pH bắt đầu} = \text{pH cơ sở} + [(\text{nhiệt độ bắt đầu} - 20^\circ\text{C}) \cdot F]$, trong đó pH cơ sở là giá trị được chọn trước, pH bắt đầu là kết quả từ phản ứng và là giá trị ban đầu của phản ứng tiếp theo, nhiệt độ bắt đầu là nhiệt độ tại thời điểm bắt đầu phản ứng, và F là bội số nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,08. Vì nhiệt độ phản ứng không thể giữ không đổi 100% theo thời gian, nên phương thức vận hành sẽ ngăn chặn sự bắt đầu điều chỉnh ngay tức thì của phương pháp mỗi

khi có sự sai lệch nhẹ về nhiệt độ, mà thay vào đó sự quản lý phương pháp này sẽ tạo điều kiện điều chỉnh độ pH của hỗn hợp phản ứng với độ sai lệch rất nhỏ bằng cách lựa chọn yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ như được mô tả trên đây.

Như theo phương án được ưu tiên thêm nữa của việc quản lý phương pháp được ưu tiên này, phương pháp được tiến hành sao cho sự tăng hoặc giảm độ pH được thực hiện với bội số F tương ứng với yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ từ 0,03 đến 0,08, cụ thể là 0,05. Về khía cạnh này, ví dụ, có thể tiến hành sao cho, dựa trên nhiệt độ cho trước là, ví dụ, 20°C, độ pH được làm tăng hoặc giảm một cách tự động, lần lượt bằng giá trị có thể điều chỉnh, đã xác định trước và không thể thay đổi nữa trên một độ chênh lệch nhiệt độ, yếu tố hiệu chỉnh như vậy được chọn từ 0,03 đến 0,08, cụ thể là bằng 0,05. Theo sáng chế, cuối cùng cũng có thể chọn trước các yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ khác nhau dưới dạng hàm số của nhiệt độ phản ứng tương ứng, ví dụ, yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ COLD, mà có thể điều chỉnh một cách tự do, vì nhiệt độ phản ứng 10°C tại COLD sẽ cần sự tăng độ pH cao hơn để giữ cho thời gian phản ứng không đổi, yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ WARM, mà cũng có thể điều chỉnh một cách tự do, ví dụ, để giữ độ pH càng thấp càng tốt ở nhiệt độ phản ứng cao như 30°C, và cuối cùng là yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ NORMAL, mà là yếu tố được chọn ở nhiệt độ phản ứng chọn trước thông thường. Sự điều chỉnh trước như vậy trong hầu hết các trường hợp diễn ra dưới dạng hàm số của mùa hoặc vùng khí hậu trong đó hệ thống thiết bị được cài đặt, vì nhiệt độ trong phân xưởng thường bị ảnh hưởng mạnh mẽ bởi nhiệt độ tương ứng phổ biến bên ngoài. Để tạo điều kiện sử dụng hệ thống thiết bị phản ứng càng cao càng tốt, phương pháp theo sáng chế còn được phát triển tiếp đến hiệu quả mà phản ứng giữa polyacrylamit với etandial được thực hiện trong thời gian không đổi đã định trước trong khoảng từ 6 đến 20 phút, cụ thể là từ 12 đến 18 phút. Thời gian không đổi đã định trước nằm trong khoảng tối đa 20 phút và tối thiểu 6 phút, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 12 đến 18 phút, sẽ tạo điều kiện đạt được sự phản ứng hoàn toàn giữa polyacrylamit và glyoxal ở nhiệt độ phổ biến thông thường. Chênh lệch thời gian trong trường hợp này phụ thuộc vào việc liệu phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ bên ngoài cao hay thấp, nhiệt độ này cũng có một số ảnh hưởng đối với nhiệt độ trong phòng sản xuất, và/hoặc ở nhiệt độ nước cao hay thấp.

Cụ thể là, nếu việc kiểm soát phản ứng được thực hiện thông qua sự điều chỉnh thích hợp độ pH là hàm số của thời gian phản ứng, thì phương pháp theo sáng chế được phát triển tiếp đến hiệu quả mà, ở thời gian phản ứng cố định không đổi, sự điều chỉnh thích hợp độ pH từ 0,1 đến 1,0, cụ thể là từ 0,2 đến 0,4, được thực hiện sau ít nhất là một lần phát hiện thấy sự sai lệch từ 1 đến 10 phút, cụ thể là từ 2 đến 4 phút, so với thời gian phản ứng cố định. Bằng cách thức vận hành như vậy, sẽ tránh được việc sự điều chỉnh thích hợp độ pH sẽ được thực hiện bất kể sai lệch về thời gian phản ứng so với thời gian phản ứng cố định có thấp đến đâu cho đến khi hoàn thành phản ứng, nhưng sẽ đảm bảo được rằng sai lệch thực tế so với thời gian cố định sẽ được đo trước khi sự điều chỉnh thích hợp độ pH sẽ được thực hiện, nhờ đó tạo điều kiện chuyển dịch thời gian phản ứng trở lại thời gian phản ứng cố định.

Lựa chọn đặc biệt nhẹ nhàng để kiểm soát phương pháp điều chế chất làm bền khô bằng cách cho polyacrylamit phản ứng với glyoxal đạt được ở chỗ, như theo phương án thêm nữa của sáng chế, việc giám độ pH của hỗn hợp phản ứng được thực hiện bằng sự hỗ trợ của axit khi đạt đến sự tiêu thụ dòng điện không đổi nằm trong khoảng từ 0,1A đến 1A, cụ thể là từ 0,2A đến 0,6A của bơm tuần hoàn. Sự quản lý phương pháp như vậy cho phép nhận thức rõ ràng thời điểm tại đó sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn đạt đến giá trị không đổi, và sau đó, ngay sau thời điểm này, axit được bổ sung vào để chấm dứt phản ứng. Do đó việc kiểm soát như vậy cho phép phản ứng được thực hiện một cách định lượng.

Kết quả đặc biệt tin cậy từ việc kiểm soát phương pháp điều chế chất làm bền khô, mà thu được bằng phản ứng giữa polyacrylamit và glyoxal, theo sáng chế sẽ đạt được ở chỗ phương pháp này được thực hiện sao cho việc kiểm soát và/hoặc điều chỉnh phương pháp được thực hiện bằng cách quan sát kết hợp của các yếu tố a) và b); a), b) và c); a) và d); a), b), c) và d); a), d) và e); b) và d); b) và e); b), c) và d); hoặc b), d) và e).

Fig.1 mô tả bằng sơ đồ trình tự của phương pháp điều chế chất làm bền khô chứa polyacrylamit được glyoxalat hóa, trong đó dung dịch nước chứa polyacrylamit được phản ứng với etandial (glyoxal) trong thiết bị phản ứng gián đoạn. Khi thực hiện,

glyoxal từ thùng chứa 1 được cấp thông qua bơm định lượng 2 và nhiều van vào thiết bị phản ứng 3. Đồng thời, polyacrylamit được cấp vào thiết bị phản ứng 3 từ ít nhất một thùng 4, tốt hơn là từ hai thùng có thể kiểm soát một cách độc lập 4, thông qua bơm định lượng 5 và qua nhiều van kiểm soát hoặc điều chỉnh không được mô tả chi tiết. Ngoài glyoxal và polyacrylamit, nước cấp từ thùng nước sạch 6 được đưa vào thiết bị phản ứng 3 thông qua đường ống 7 và các van mở 8, 9, đặc biệt trước khi cấp chất phản ứng hoặc đồng thời với việc cấp chất phản ứng. Việc cấp nước, glyoxal và polyacrylamit diễn ra theo thứ tự này hoặc diễn ra đồng thời, trong đó các bơm định lượng 2 và 5 được kích hoạt đồng thời và được lập trình để phân phối tỷ lệ mol mong muốn giữa glyoxal và polyacrylamit. Đồng thời với việc kích hoạt các bơm định lượng 2 và 5, máy khuấy 10 được trang bị trong thiết bị phản ứng 3 cũng được bật lên, dưới dạng bơm tuần hoàn 11 được minh họa bằng sơ đồ, bơm này còn góp ít nhất một phần vào việc trộn các chất phản ứng. Sau khi lượng mong muốn của glyoxal và dung dịch polyacrylamit đã được trộn vào nước, các bơm cấp liệu 2 và 5 được tắt đi, các van 8 và 9 được đóng lại, và việc cấp các chất phản ứng được chấm dứt. Trong khi việc bổ sung các chất phản ứng được chấm dứt, hỗn hợp của dung dịch kiềm, ví dụ dung dịch xô-đa, từ thùng chứa kiềm 13 thông qua bơm kiềm 12 đồng thời được bắt đầu cho đến khi đạt được độ pH mong muốn của phản ứng, ví dụ pH bằng 9. Để có thể điều chỉnh một cách chính xác nồng độ kiềm và, cụ thể là, độ pH, các van 14 và 15 được mở ra ngoài việc kích hoạt bơm cấp liệu 12 để cấp dung dịch kiềm, các van này kiểm soát hoặc điều chỉnh sự cấp nước, ví dụ, nước sạch từ thùng chứa nước sạch 6 hoặc một phần cả nước rửa từ thùng nước rửa 16, vào dung dịch kiềm đặc sao cho có thể định lượng được dung dịch kiềm đã được pha loãng vào trong thiết bị phản ứng 3 đến mức điều chỉnh được chính xác độ pH mong muốn. Khi việc định lượng dung dịch kiềm được bắt đầu và, cụ thể là, khi độ pH kiềm tính, ví dụ bằng 9, đạt được, phản ứng giữa các chất phản ứng trong thiết bị phản ứng 3 bắt đầu, với các yếu tố sau được ghi lại liên tục: nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng, độ đục của hỗn hợp phản ứng, độ pH của nó và sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn 11. Khi đạt đến ít nhất một trong số các thông số sau, tức là khi đạt đến giá trị độ đục xác định trước, khi đạt đến mức tiêu thụ dòng điện không đổi của bơm tuần hoàn, hoặc khi đạt đến sự giảm xác định trước của độ pH, phản ứng được chấm dứt bằng cách bật máy bơm axit 17, và theo đó bằng sự bổ sung axit, ví dụ, axit sulfuric, từ bể chứa axit 18 vào thiết bị phản ứng 3. Để điều chỉnh nồng

độ tương ứng của axit được cấp vào, nước sạch từ thùng nước sạch 6 lại được cấp vào đường ống cấp axit 19 vào thiết bị phản ứng 3 bằng cách mở van 20. Khi phân phối axit, các van 8, 9 để nạp nước sạch vào thiết bị phản ứng để điều chỉnh nồng độ ban đầu của các chất phản ứng và các van 14, 15 được dự tính để điều chỉnh nồng độ của dung dịch kiềm được đóng lại. Các van tương ứng mà nối với các thùng chứa riêng rẽ, tương ứng có thể tách khỏi các bơm định lượng của chúng và các đường ống được đóng lại, trong đó, nhằm đơn giản hóa, các van kiểm soát hoặc điều chỉnh được minh họa trên Fig.1 không được mô tả chi tiết ở đây, chức năng của chúng có thể tự hiểu không cần giải thích. Khi đạt đến độ pH bằng khoảng 3 đến 4, bơm axit 17 lại được tắt, và bơm tuần hoàn 11 vẫn được để hoạt động, trong đó van 21, và tùy ý van 22, được mở bổ sung để tháo sản phẩm vào thùng chứa 23, và còn để tháo ngay, tại 24, lượng chất thải có thể có mặt. Từ thùng chứa 23, sản phẩm sau đó được cấp trực tiếp vào máy giấy.

Tại thời điểm bắt đầu quy trình, khi tắt cả các chất phản ứng và lượng nước sạch yêu cầu cũng như lượng dung dịch kiềm cần thiết để bắt đầu phản ứng đã được nạp vào thiết bị phản ứng 3 và độ pH đã được điều chỉnh đến giá trị mong muốn cho phản ứng, phản ứng giữa các chất phản ứng sẽ bắt đầu trong thiết bị phản ứng 3. Thiết bị khuấy 10 được kích hoạt ngay như bơm tuần hoàn 11. Để theo dõi phản ứng, ít nhất một nhánh phụ được kích hoạt bằng cách mở các van tương ứng để đo ít nhất một trong số các giá trị sau: độ pH của hỗn hợp phản ứng, sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn, số đo độ đục.

Đối với phép đo độ đục, van 26 được đặt vào đường ống phụ 25 được mở ra, do đó khiến cho bơm tuần hoàn 11 thường xuyên tuần hoàn hỗn hợp phản ứng qua ít nhất là nhánh này. Hơn nữa, nhánh này còn chứa máy đo độ đục 27 liên tục đo độ đục của hỗn hợp phản ứng. Các van 28 và 29 được trang bị để tạo điều kiện rửa máy đo độ đục bằng nước sạch sau khi hoàn thành phản ứng để loại bỏ một cách hoàn toàn và an toàn các cặn lắng bất kỳ trong máy đo này trước khi thực hiện phép đo tiếp theo.

Đồng thời hoặc riêng rẽ với phép đo độ đục, đường ống phụ thứ hai 32 chứa ít nhất hai máy đo độ pH 33 và 34 có thể được kích hoạt bằng cách mở các van 30 và 31.

Liên quan đến nhánh đo độ pH, cần lưu ý rằng nhánh này có thể được kích hoạt đồng thời với nhánh đo độ đục hoặc riêng rẽ với nhánh đo độ đục. Để làm sạch, máy đo độ pH cuối cùng được trang bị nhánh làm sạch riêng rẽ, nhánh này cấp nguồn không khí 35 vào mỗi máy đo độ pH, và nhánh rửa 36 cho mỗi máy đo độ pH cũng như ống xả 37. Nhánh rửa 36 này được vận hành như sau: Sau khi hoàn thành phản ứng, các van 30 và 31 được đóng lại sao cho các máy đo độ pH được tách ra khỏi hệ thống còn lại. Khi làm sạch các máy đo độ pH 33, 34, van 38 được kết nối với ống xả 37 được mở ra, và chất lỏng được xả từ phần đã được khóa của đường ống tuần hoàn để đo độ pH. Mỗi máy đo độ pH gồm một van rửa kết hợp để trực tiếp cấp nước rửa từ nhánh 36 vào máy đo độ pH tương ứng 33, 34. Nước rửa được phun dưới áp lực lên các máy đo độ pH 33 và 34 để loại bỏ các cặn lắng từ phản ứng lắng trên các máy đo độ pH. Để làm sạch một cách hiệu quả, chu trình được chạy trong đó đầu tiên máy đo độ pH được phun nước rửa, van nối với nguồn cung không khí 35 và thuộc máy đo này sau đó được mở ra để dẫn nước rửa ra khỏi đường ống, và sau đó máy đo độ pH thứ hai được xử lý theo cách tương tự như máy đo thứ nhất. Chu trình như vậy được chạy vài lần, sau đó tất cả các van được đóng lại và không khí trong đường ống được thay thế bằng sự hỗ trợ của nước rửa, và ít nhất một trong số các van 30, 31 lại được mở ra để cân bằng áp lực trong đường ống.

Sau trình tự rửa như vậy, đã đảm bảo được rằng mỗi máy đo độ pH không còn cặn lắng mà đã được tạo ra trong phản ứng giữa glyoxal và polyacrylamit và máy đo độ pH không có cặn lắng này sẽ sẵn sàng cho phản ứng tiếp theo của các chất phản ứng để cho phép đo chính xác độ pH.

Sau khi tháo sản phẩm phản ứng ra khỏi thiết bị phản ứng 3, và trước khi bắt đầu chu trình mới, các cặn lắng được tạo ra trong quá trình phản ứng của nước, glyoxal và polyacrylamit trên hệ thống thiết bị trong các đường ống và cả trên các máy đo được loại bỏ càng nhiều càng tốt như được mô tả để tránh các sai số khi đo và duy trì sự chính xác của việc đo đối với hệ thống thiết bị. Các cặn lắng trong các thùng và trong các đường ống không gây ra vấn đề gì cho phản ứng, trong khi đó các cặn lắng trên các máy đo độ pH sẽ dẫn đến sự giảm chất lượng đo của các máy đo độ pH, và do đó giảm độ chính xác khi đo và, cụ thể là, giảm chất lượng đáp ứng của hệ thống thiết

bị. Việc giảm chất lượng đáp ứng của hệ thống thiết bị sẽ không còn có thể tạo điều kiện chấm dứt phản ứng một cách chính xác và kịp thời, điều này có thể dẫn đến thời gian phản ứng kéo dài, và do đó năng suất giảm và sản phẩm bị hư hỏng, đó là lý do tại sao chu trình làm sạch nêu trên đối với các máy đo độ pH được thực hiện.

Fig.2 là đồ thị theo dõi một số yếu tố được đo trong quá trình phản ứng giữa glyoxal và polyacrylamit trong dung dịch nước.

Trên đồ thị, thời gian được biểu thị theo phút (min). Trên Fig.2, đường cong A thể hiện sự thay đổi độ đục trong quá trình phản ứng, đường cong B thể hiện độ pH đo được trong quá trình phản ứng giữa glyoxal và polyacrylamit trong dung dịch nước, và đường cong C mô tả sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn trong quá trình phản ứng. Rõ ràng là đường cong A chứa giá trị độ đục về cơ bản là không đổi trung bình 3,5 NTU cho đến khi thời gian khoảng 40 phút, giá trị độ đục này tăng mạnh lên đến khoảng 10,9 NTU từ 40 phút đến thời điểm khoảng 59 phút, và sau đó giảm thẳng đứng. Ở thời điểm 59 phút, phản ứng được chấm dứt bằng sự bổ sung axit như có thể nhận thức được trên đường cong B được ghi lại tương tự. Đường cong B thể hiện rằng từ thời điểm 37 phút cho đến thời điểm 40 phút, bazơ được trộn vào glyoxal và polyacrylamit, như rõ ràng thấy từ sự tăng độ pH. Sự giảm từ từ độ pH trong giai đoạn từ thời điểm 40 phút đến thời điểm 59 phút từ độ pH ban đầu khoảng 9,6 đến giá trị khoảng 9,3, trước khi nó giảm mạnh, điều này thể hiện sự bắt đầu bổ sung axit vào hỗn hợp phản ứng, từ đó có thể kết luận rằng thời gian phản ứng trong Ví dụ được minh họa trên Fig.2 là khoảng 19 phút.

Tương tự, từ đồ thị C có thể thấy rằng sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn ban đầu duy trì về cơ bản là không đổi ở giá trị ban đầu khoảng 9,8A trước khi nó từ từ bắt đầu tăng một cách tuyến tính đáng kể khoảng 5 phút sau khi kết thúc việc bổ sung dung dịch kiềm, và thấy rằng sự tiêu thụ năng lượng của bơm tuần hoàn lại đạt đến trị số không đổi từ sự tiêu thụ năng lượng khoảng 10,3A. Đối với bơm tuần hoàn, có thể sử dụng, ví dụ, bơm F&B Hygia II KYY 65/65/7, 5.2 của Gundfos Pumpen Vertriebs Gesellschaft m.b.H.. Giá trị nêu trên đạt được khi việc bổ sung axit được bắt đầu, tức là phản ứng được chấm dứt bằng cách bổ sung axit để ngăn chặn phản ứng bất kỳ tiếp

theo giữa glyoxal và polyacrylamit. Từ thời điểm đó, giá trị tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn lại không đổi. Dữ liệu đầu ra chung trong trường hợp này nằm trong khoảng từ 0,1A đến 1A, cụ thể là từ 0,2A đến 0,6A.

Như có thể thấy từ ba đường cong A, B và C này, tất cả ba đường cong được tham khảo để kiểm soát hoặc điều chỉnh phản ứng, cụ thể là trong đó các giá trị giới hạn đã được xác định trước, ví dụ như, độ đục được phép tăng đến bao nhiêu NTU cho đến khi phản ứng hoàn thành, sự tiêu thụ dòng điện được phép tăng đến bao nhiêu Ampe cho đến khi phản ứng hoàn thành, và độ pH được phép giảm đến bao nhiêu đơn vị trong quá trình phản ứng giữa glyoxal và polyacrylamit, để cho phép kết luận kết luận về phản ứng hoàn thành.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phương pháp theo sáng chế sẽ được giải thích chi tiết hơn bằng các ví dụ thực tiễn.

Kiểm soát phương pháp chung

Lượng nước tính trước được cung cấp trong thùng trộn. Đồng thời, hoặc sau khi cung cấp tổng lượng nước, etandial và polyacrylamit được cấp vào thùng và được trộn bằng cách dùng thiết bị khuấy và bơm tuần hoàn. Bằng cách bổ sung bazơ, phản ứng được bắt đầu ở độ pH trên 8, sau đó phản ứng và sự kết thúc nó được theo dõi bằng ít nhất hai trong số các số đo sau:

- a) số đo độ đục
- b) sự điều chỉnh thích hợp độ pH dưới dạng hàm số của nhiệt độ
- c) sự điều chỉnh thích hợp độ pH dưới dạng hàm số của thời gian phản ứng
- d) sự giảm độ pH
- e) sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn, và
- f) sự sai lệch của độ đục so với đường xu hướng.

Ví dụ 1

Số đo độ đục và sự hiệu chỉnh độ pH dưới dạng hàm số của thời gian phản ứng

Trong phản ứng nêu trên, độ đục tăng lên khoảng 6 NTU trong quá trình phản ứng. Số đo thời gian phản ứng là 18 phút thể hiện rằng sai lệch của thời gian phản ứng

khoảng 3 phút so với giá trị đặt trước đã định là 15 phút. Do đó, sự hiệu chỉnh độ pH đối với độ pH ban đầu, mà là 8,5, khoảng bằng 0,2 đơn vị độ pH sau đó sẽ được thực hiện để hiệu chỉnh thời gian phản ứng theo thời gian phản ứng đã đặt trước cho mẻ tiếp theo.

Ví dụ 2

Số đo độ đục và số đo sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn

Trong quá trình phản ứng, mà được lập trình trong 15 phút, độ đục tăng khoảng 6 NTU trong khi đó, đồng thời, sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn tăng từ 0,2A lên 0,6A, sau đó phản ứng được chấm dứt ngay lập tức bằng axit, vì cả hai giá trị này đã đạt đến các thay đổi đã định trước khi bắt đầu phản ứng trong thời gian đã xác định trước, do đó đã đạt được mức độ chuyển hóa mong muốn.

Ví dụ 3

Kiểm soát thông qua sự giảm độ pH và sự tăng độ đục

Trong quá trình phản ứng giữa glyoxal và polyacrylamit, độ pH giảm khoảng 0,3 đơn vị. Sau khi thấy mức tăng độ đục khoảng 5 NTU, phản ứng được chấm dứt bằng axit. Theo cách tương tự, việc kiểm soát là khả dĩ thông qua sự giảm độ pH và sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn. Sau khi thấy sự giảm độ pH là khoảng 0,3 đơn vị, sự tiêu thụ dòng điện của bơm trong trường hợp này được kiểm tra, và đã phát hiện ra rằng sự tiêu thụ này đã tăng đến 0,6A từ mức ban đầu là 0,2A. Cũng trong trường hợp này, phản ứng được chấm dứt ngay lập tức bằng sự bổ sung axit, vì cả hai giá trị này đã đạt đến các thay đổi đã định trước khi bắt đầu phản ứng trong thời gian đã xác định trước.

Ví dụ 4

Kiểm soát thông qua sự giảm độ pH ở thời gian phản ứng đã định

Thời gian phản ứng giữa glyoxal và polyacrylamit được điều chỉnh trước ở mức 15 phút. Sự giảm độ pH được đo, và đã phát hiện ra rằng độ pH đã giảm khoảng 0,3 đơn vị sau 13 phút, do đó thể hiện sự hoàn thành phản ứng. Phản ứng được chấm dứt bằng sự bổ sung axit. Cách tiếp cận này được lặp lại lần thứ hai với kết quả giống như vậy, sau đó sự hiệu chỉnh độ pH được thực hiện bằng cách làm giảm độ pH khoảng 0,2

đơn vị trong suốt cách tiếp cận sau đó, do đó gia tăng thời gian phản ứng do tính kiềm của phản ứng thấp hơn.

Ví dụ 5

Sự hiệu chỉnh độ pH ở nhiệt độ đã định

Nhiệt độ ban đầu của phản ứng là 25°C. Độ pH để bắt đầu phản ứng được điều chỉnh thích hợp với các điều kiện thực tế theo công thức sau: $\text{pH cơ sở ở } 20^\circ\text{C} + (\text{nhiệt độ bắt đầu phản ứng} - 20^\circ\text{C} \times 0,05) = \text{độ pH}$. Trong trường hợp này, độ pH cơ sở ở 20°C là 9, do đó độ pH bằng 9,25 thu được khi áp dụng công thức này, sự giảm độ pH khoảng 0,3 đơn vị trong quá trình phản ứng do đó phản ứng có thể được chấm dứt bằng cách bổ sung axit ở độ pH bằng 8,95, được xem như là phản ứng hoàn thành.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp điều chế chất làm bền khô polyacrylamit được glyoxalat hóa, trong đó dung dịch nước polyacrylamit được bổ sung etandial (glyoxal) trong điều kiện khuấy bằng cách dùng bơm tuần hoàn, phản ứng được bắt đầu bằng cách bổ sung bazơ, ở độ pH kiềm, và để phản ứng trong điều kiện khuấy và/hoặc tuần hoàn, sau đó phản ứng được chấm dứt bằng cách bổ sung axit trong điều kiện khuấy và/hoặc tuần hoàn sau khi hoàn thành thời gian phản ứng đã định nằm trong khoảng từ 2 đến 30 phút, đặc trưng ở chỗ phương pháp này được thực hiện dưới dạng phương pháp gián đoạn trong đó phản ứng định lượng của etandial với lượng dư polyacrylamit trong môi trường kiềm nước được kiểm soát và/hoặc được điều chỉnh bằng ít nhất hai yếu tố mà bao gồm d) sự giảm độ pH và ít nhất một trong số các yếu tố dưới đây:

a) số đo độ đục

b) sự điều chỉnh thích hợp độ pH dưới dạng hàm số của nhiệt độ

c) sự điều chỉnh thích hợp độ pH dưới dạng hàm số của thời gian phản ứng, hoặc

e) sự tiêu thụ dòng điện của bơm tuần hoàn; và

polyacrylamit và etandial được sử dụng ở tỷ lệ mol từ 3:1 đến 10:1.

2. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ polyacrylamit và etandial được sử dụng ở tỷ lệ mol từ 5:1 đến 6:1.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, đặc trưng ở chỗ phản ứng của polyacrylamit và etandial được chấm dứt bằng axit, bằng sự giảm độ pH của hỗn hợp phản ứng đến giá trị nằm trong khoảng từ 2 đến 6.

4. Phương pháp theo điểm 3, đặc trưng ở chỗ sự axit hóa được thực hiện sau khi bắt đầu sự giảm độ pH của hỗn hợp phản ứng ở mức ít nhất là 0,1 đến 1, và/hoặc sau khi tăng độ đục của hỗn hợp phản ứng khoảng 4 đến 10 NTU.

5. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, đặc trưng trong đó, dựa trên nhiệt độ 25°C của hỗn hợp phản ứng, độ pH được làm giảm ở nhiệt độ tăng của hỗn hợp phản ứng, và được làm tăng ở nhiệt độ giảm, theo công thức $\text{pH bắt đầu} = \text{pH cơ sở} + [(\text{nhiệt độ bắt đầu} - 25) \times \text{hệ số}]$

đầu – 20°C).F], trong đó pH cơ sở là giá trị được chọn trước, pH bắt đầu là kết quả từ phản ứng và là giá trị ban đầu của phản ứng tiếp theo, nhiệt độ bắt đầu là nhiệt độ tại thời điểm khởi đầu/bắt đầu phản ứng, và F là bội số nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,08.

6. Phương pháp theo điểm 5, đặc trưng ở chỗ sự tăng hoặc giảm độ pH được thực hiện theo yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ theo bội số F nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,08.

7. Phương pháp theo điểm 5, đặc trưng ở chỗ phản ứng giữa polyacrylamit và etandial được thực hiện trong thời gian không đổi đã được xác định từ 6 đến 20 phút.

8. Phương pháp theo điểm 5, đặc trưng ở chỗ, ở thời gian phản ứng cố định không đổi, sự điều chỉnh thích hợp độ pH khoảng từ 0,1 đến 1,0 được thực hiện sau ít nhất là một lần phát hiện thấy sự sai lệch từ 1 đến 10 phút so với thời gian phản ứng cố định.

9. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, đặc trưng ở chỗ sự giảm độ pH của hỗn hợp phản ứng được thực hiện bằng sự hỗ trợ của axit khi đạt đến sự tiêu thụ dòng điện không đổi của bơm tuần hoàn nằm trong khoảng 0,1A đến 1A so với giá trị ban đầu được thực hiện.

10. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, đặc trưng ở chỗ việc kiểm soát và/hoặc điều chỉnh của phương pháp này được thực hiện bằng cách quan sát sự kết hợp của các yếu tố a) và d); a), b), c) và d); a), d) và e); b) và d); b), c) và d); hoặc b), d) và e).

11. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ phản ứng được bắt đầu bằng cách bổ sung bazơ mạnh ở độ pH lớn hơn 8.

12. Phương pháp theo điểm 1, đặc trưng ở chỗ phương pháp gián đoạn là quy trình theo từng mẻ.

13. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, đặc trưng ở chỗ phản ứng của polyacrylamit và etandial được chấm dứt bằng axit, bằng sự giảm độ pH của hỗn hợp phản ứng đến giá trị nằm trong khoảng từ 3,5 đến 4,5.

14. Phương pháp theo điểm 3, đặc trưng ở chỗ sự axit hóa được thực hiện sau khi bắt đầu sự giảm độ pH của hỗn hợp phản ứng ở mức khoảng 0,3, và/hoặc sau khi tăng độ đục của hỗn hợp phản ứng khoảng 6 NTU.

15. Phương pháp theo điểm 5, đặc trưng ở chỗ sự tăng hoặc giảm độ pH được thực hiện theo yếu tố hiệu chỉnh nhiệt độ theo bội số F là 0,05.

16. Phương pháp theo điểm 5, đặc trưng ở chỗ phản ứng giữa polyacrylamit và etandial được thực hiện trong thời gian không đổi đã được xác định từ 12 đến 18 phút.

17. Phương pháp theo điểm 5, đặc trưng ở chỗ, ở thời gian phản ứng cố định không đổi, sự điều chỉnh thích hợp độ pH khoảng từ 0,2 đến 0,4 được thực hiện sau ít nhất là một lần phát hiện thấy sự sai lệch từ 2 đến 4 phút so với thời gian phản ứng cố định.

18. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, đặc trưng ở chỗ sự giảm độ pH của hỗn hợp phản ứng được thực hiện bằng sự hỗ trợ của axit khi đạt đến sự tiêu thụ dòng điện không đổi của bơm tuần hoàn nằm trong khoảng 0,2A đến 0,6A so với giá trị ban đầu được thực hiện.

1/2

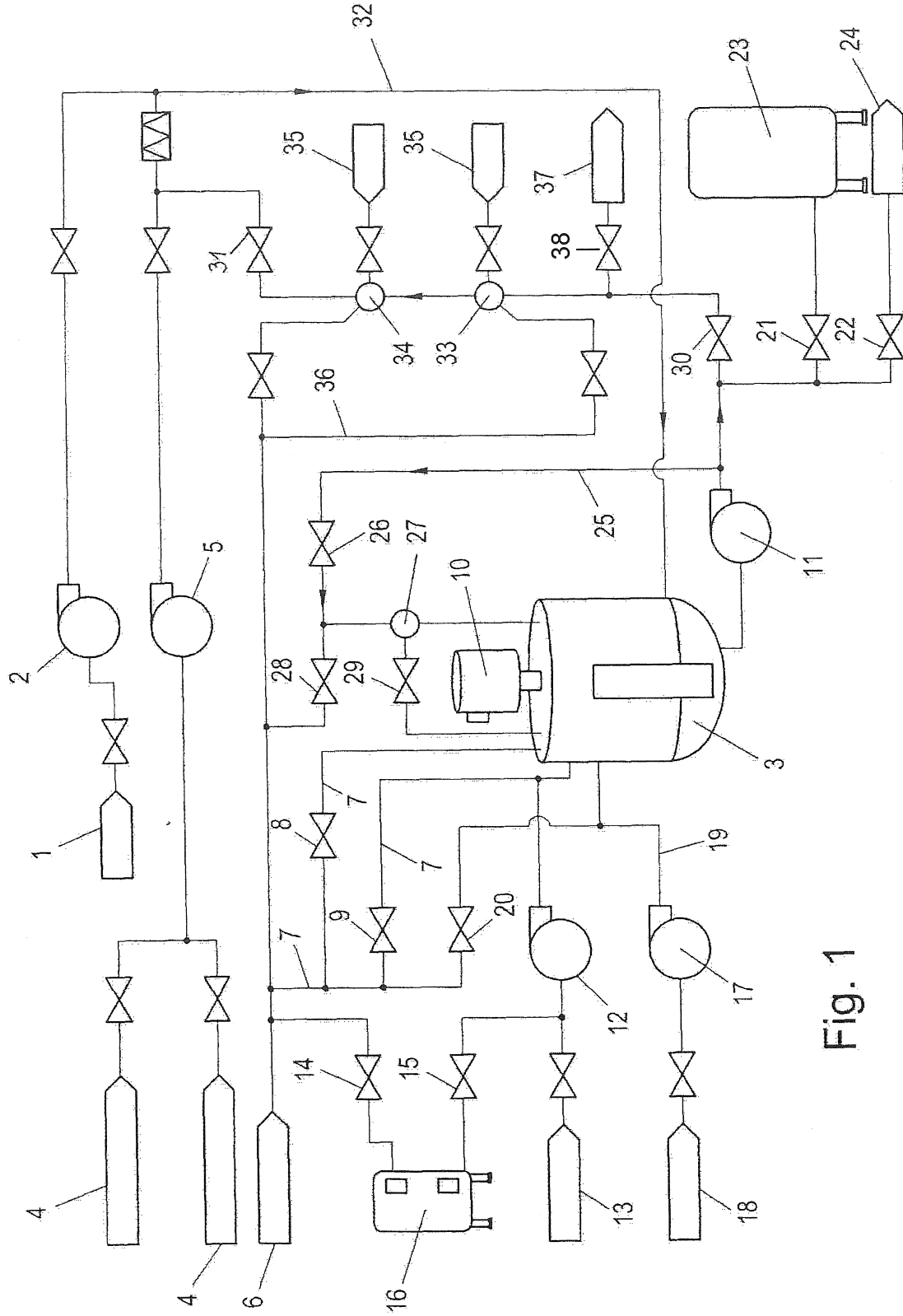


Fig. 1

2/2

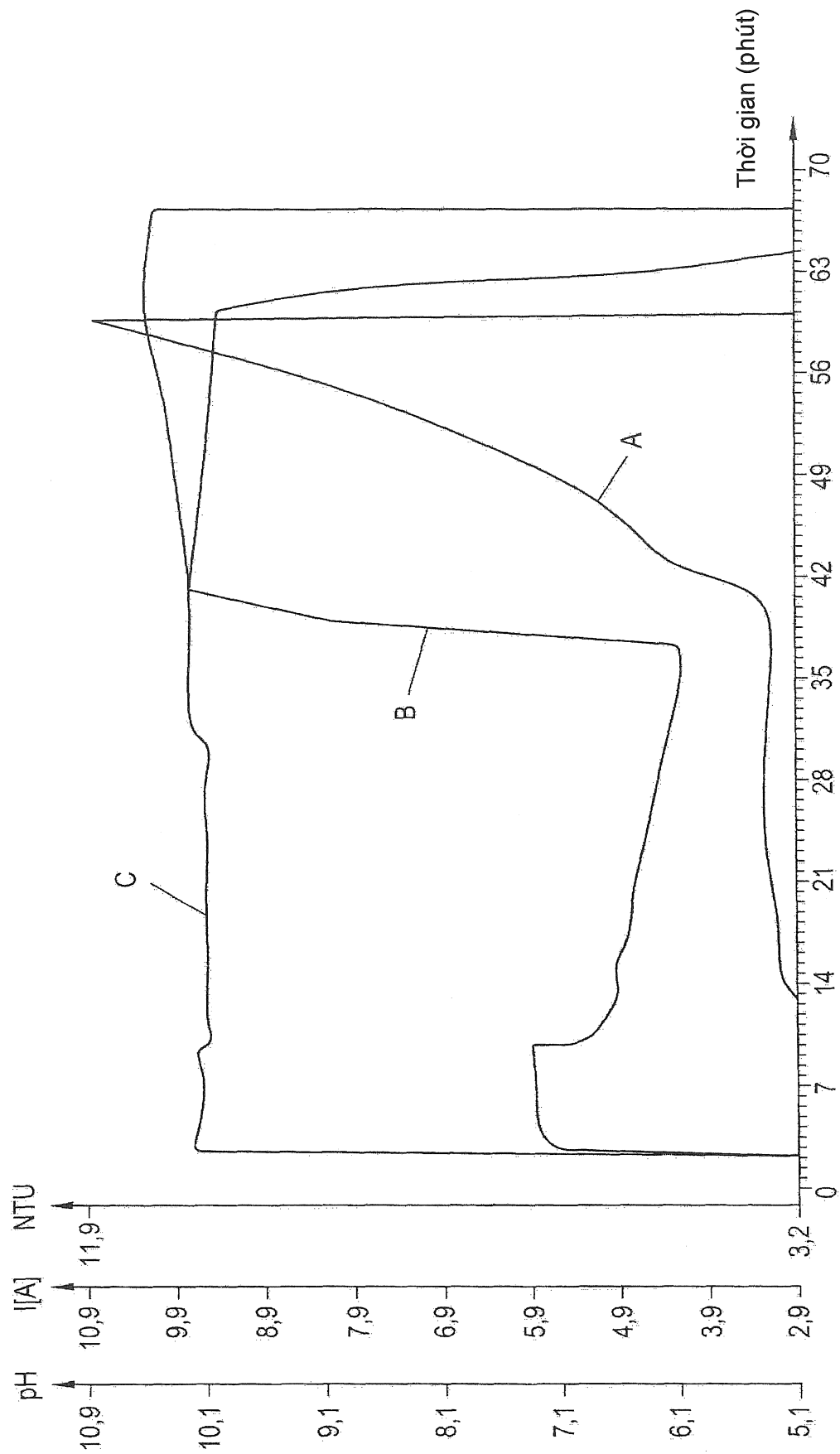


Fig. 2