



(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)



1-0043896

(51)<sup>2006.01</sup> C08F 6/16; C08J 3/02; C08F 14/26

(13) B

(21) 1-2020-01401

(22) 10/08/2018

(86) PCT/JP2018/030161 10/08/2018

(87) WO 2019/031617 14/02/2019

(30) 62/543,499 10/08/2017 US; 2017-248553 25/12/2017 JP; 2018-020460 07/02/2018 JP

(45) 25/03/2025 444

(43) 25/06/2020 387A

(73) DAIKIN INDUSTRIES, LTD. (JP)

Umeda Center Building, 4-12, Nakazaki-Nishi 2-Chome, Kita-ku, Osaka-Shi, Osaka 5308323, Japan

(72) TAIRA, Takahiro (JP); MISHIMA, Kazuhiro (JP); OKUI, Chiaki (JP); HAYASHI, Tadao (JP); YOSHIDA, Hirotoshi (JP); TANAKA, Yuuji (JP); MIYAMOTO, Masayoshi (JP); YAMANAKA, Taku (JP); KATO, Taketo (JP).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỆ PHÂN TÁN TRONG NƯỚC CỦA  
POLYTETRAFLOETYLEN TINH KHIẾT, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT  
POLYTETRAFLOETYLEN VÀ HỢP PHẦN CHỨA POLYTETRAFLOETYLEN  
NÀY

(21) 1-2020-01401

(57) Mục đích của sáng chế là để thu được hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen trong đó hợp chất chứa flo được loại bỏ hoặc được khử. Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen tinh khiết, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây khỏi hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$ ; hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$ .

**Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen tinh khiết, phương pháp sản xuất bột polytetrafloetylen tinh chế, và phương pháp sản xuất thân đúc polytetrafloetylen.

**Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Thông thường, đã biết đến phương pháp sản xuất polytetrafloetylen sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon (xem, ví dụ, Tài liệu sáng chế 1).

Tài liệu liên quan

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn quốc gia của đơn sáng chế quốc tế số 2013-542309

**Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Vấn đề cần được giải quyết bởi sáng chế

Phát hiện ra rằng hợp chất cụ thể chứa flo được tạo ra khi polytetrafloetylen được sản xuất bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon.

Mục đích của sáng chế là để thu được hệ phân tán trong nước của bột polytetrafloetylen và polytetrafloetylen, có hợp chất chứa flo được loại bỏ hoặc được khử. Hơn nữa, mục đích của sáng chế là để tạo ra thân đúc polytetrafloetylen, có hợp chất chứa flo được loại bỏ hoặc được khử, sử dụng polytetrafloetylen mà thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon. Hơn nữa, mục đích của sáng chế là để tạo ra hợp phần chứa polytetrafloetylen, có hợp chất chứa flo được loại bỏ hoặc được khử.

Cách thức giải quyết vấn đề

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen tinh khiết, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc

khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây khỏi hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.

Việc loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) ở trên tốt hơn là bao gồm việc trao đổi ion và/hoặc cô hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất bột polytetrafloetylen tinh chế, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây khỏi bột polytetrafloetylen thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$ ,

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.



Việc loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) ở trên tốt hơn là bao gồm việc gia nhiệt bột polytetrafloetylen thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon ở nhiệt độ bằng 160°C hoặc cao hơn.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất thân đúc polytetrafloetylen từ polytetrafloetylen được sản xuất bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.

Việc loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) ở trên tốt hơn là bao gồm việc gia nhiệt ở nhiệt độ bằng 160°C hoặc cao hơn.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất polytetrafloetylen tinh chế, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc với polytetrafloetylen thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon ở nhiệt độ trên 100°C:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó  $n$  nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $q$  là 1 hoặc 2.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất polytetrafloetylen, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc với polytetrafloetylen thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, trong đó lượng nguồn gốc flo được bổ sung bằng 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn trên 100 phần theo khối lượng của polytetrafloetylen tính theo nguyên tử flo:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó  $m$  nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó  $n$  nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $q$  là 1 hoặc 2.

Sáng chế cũng đề xuất hợp phần chứa polytetrafloetylen và về cơ bản không chứa hợp chất có công thức (3) dưới đây:

Công thức (3):  $(H-(CF_2)_8-SO_3)_qM^2$

trong đó  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $q$  là 1 hoặc 2.

Hàm lượng của hợp chất có công thức (3) ở trên tốt hơn là 1000 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn, so với polytetrafloetylen.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: hợp chất có công thức (4) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen; và chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/polytetrafloetylen hoặc cao hơn:

Công thức (4):  $(H-(CF_2)_7-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất bất kỳ một trong số hợp chất có công thức (4) ở trên và hợp chất có công thức (4') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (4) ở trên bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (4') dưới đây bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen; và chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/polytetrafloetylen hoặc cao hơn:

Công thức (4'):  $(H-(CF_2)_8-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: hợp chất có công thức (5) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen; và chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/polytetrafloetylen hoặc cao hơn:

Công thức (5):  $(H-(CF_2)_{13}-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất bất kỳ một trong số hợp chất có công thức (5) ở trên và hợp chất có công thức (5') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (5) ở trên bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với

polytetrafluetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (5') dưới đây bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen; và chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/polytetrafluetylen hoặc cao hơn:

Công thức (5'):  $(H-(CF_2)_{14}-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phân tử thế, pyridin tùy ý có phân tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phân tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Khía cạnh này của sáng chế là hợp phần ở dạng của hệ phân tán trong nước.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: hợp chất có công thức (4) ở trên với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen. Hơn nữa, một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất bất kỳ một trong số hợp chất có công thức (4) ở trên và hợp chất có công thức (4') ở trên, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (4) ở trên bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (4') ở trên bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen. Hơn nữa, một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: hợp chất có công thức (5) ở trên với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen. Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất bất kỳ một trong số hợp chất có công thức (5) ở trên và hợp chất có công thức (5') ở trên, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (5) ở trên bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (5') ở trên bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen.

Hơn nữa, một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: hợp chất có công thức (4) ở trên với lượng bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen. Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất bất kỳ một trong số hợp chất có công thức (4) ở trên và hợp chất có công thức (4') ở trên, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (4) ở trên bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (4') ở trên bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen. Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: hợp chất có công thức (5) ở trên với lượng bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafluetylen.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất bất kỳ một trong số hợp chất có công thức (5) ở trên và hợp chất có công thức (5') ở trên, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (5) ở trên bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (5') ở trên bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen.

Hợp phần nêu trên có thể còn chứa: hợp chất có công thức (7) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen:

Công thức (7):  $(F-(CF_2)_7-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Khía cạnh này của sáng chế là ở dạng hợp phần bột.

Hơn nữa, polytetrafloetylen trong hợp phần theo sáng chế tốt hơn là thu được bằng phản ứng trùng hợp sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon.

Sáng chế cũng đề xuất thân đúc chứa hợp phần nêu trên. Thân đúc theo sáng chế cũng tốt hơn là thân được kéo căng.

Hiệu quả của sáng chế

Phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen tinh khiết theo sáng chế có thể loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) có trong hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết cần thu. Phương pháp sản xuất bột polytetrafloetylen tinh chế theo sáng chế có thể loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) có trong bột polytetrafloetylen tinh chế cần thu.

Phương pháp sản xuất thân đúc polytetrafloetylen theo sáng chế có thể loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) có trong thân đúc polytetrafloetylen cần thu.

Trong hợp phần theo sáng chế, hợp chất có công thức (3) được loại bỏ hoặc được khử.

**Mô tả chi tiết sáng chế**

Phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết theo sáng chế bao gồm bước (dưới đây, cũng được gọi là "bước loại bỏ") loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) khỏi hệ phân tán trong nước của polytetrafluetylen (dưới đây có thể cũng được gọi là "PTFE") mà thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.

Ví dụ về nguyên tử kim loại bao gồm nguyên tử kim loại hóa trị một hoặc hóa trị hai như kim loại kiềm (nhóm 1) và kim loại kiềm thổ (nhóm 2), đặc biệt là Na, K, hoặc Li.

Bốn  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau. Mỗi  $R^5$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Hơn nữa, mỗi  $R^5$  tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Định nghĩa nêu trên có thể áp dụng cho tất cả  $R^5$  dưới đây.

Trong công thức (1), m có thể nằm trong khoảng từ 5 đến 11.

Trong công thức (2), n có thể nằm trong khoảng từ 6 đến 12.

Trong phần mô tả này, "nhóm hữu cơ" nghĩa là nhóm chứa một hoặc nhiều nguyên tử cacbon, hoặc nhóm được tạo ra bằng cách loại bỏ một nguyên tử hydro khỏi hợp chất hữu cơ, trừ khi có quy định khác.

Ví dụ về "nhóm hữu cơ" bao gồm:

nhóm alkyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,

nhóm alkenyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm alkynyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm xycloalkyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm xycloalkenyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm xycloalkadienyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm aryl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm aralkyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm dị vòng không thơm tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm heteroaryl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,

nhóm xyano,

nhóm formyl,

RaO-,

RaCO-,

RaSO<sub>2</sub>-,

RaCOO-,

RaNRaCO-,

RaCONRa-,

RaOCO-, và

RaOSO<sub>2</sub>-,

trong đó mỗi Ra là độc lập

nhóm alkyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm alkenyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm alkynyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm xycloalkyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm xycloalkenyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm xycloalkadienyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm aryl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm aralkyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế,  
 nhóm dị vòng không thơm tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế, hoặc  
 nhóm heteroaryl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế.

Nhóm hữu cơ tốt hơn là nhóm alkyl tùy ý có một hoặc nhiều phần tử thế.

Hơn nữa, ví dụ về nhóm hữu cơ cũng bao gồm ví dụ về phần tử thế được mô tả ở trên và dưới đây.

Trong phần mô tả này, "phần tử thế" nghĩa là nhóm có thể thế được, trừ khi có quy định khác. Ví dụ về "phần tử thế" bao gồm nhóm béo, nhóm thơm, nhóm dị vòng, nhóm axyl, nhóm axyloxy, nhóm axylamino, nhóm oxy béo, nhóm oxy thơm, nhóm oxy dị vòng, nhóm oxycarbonyl béo, nhóm oxycarbonyl thơm, nhóm oxycarbonyl dị vòng, nhóm carbamoyl, nhóm sulfonyl béo, nhóm sulfonyl béo, nhóm sulfonyl dị vòng, nhóm sulfonyloxy béo, nhóm sulfonyloxy thơm, nhóm sulfonyloxy dị vòng, nhóm sulfamoyl, nhóm sulfonamit béo, nhóm sulfonamit thơm, nhóm sulfonamit dị vòng, nhóm amino, nhóm amino béo, nhóm amino thơm, nhóm amino dị vòng, nhóm oxycarbonylamino béo, nhóm oxycarbonylamino thơm, nhóm oxycarbonylamino dị vòng, nhóm sulfinyl béo, nhóm sulfinyl thơm, nhóm thio béo, nhóm thio thơm, nhóm hydroxy, nhóm xyano, nhóm sulfo, nhóm carboxy, nhóm oxyamino béo, nhóm oxyamino thơm, nhóm carbamoylamino, nhóm sulfamoylamino, nguyên tử halogen, nhóm sulfamoylcarbamoyl, nhóm carbamoylsulfamoyl, nhóm oxyphosphinyl hai nhóm béo, hoặc nhóm oxyphosphinyl hai nhóm thơm.

Nhóm béo có thể no hoặc không no và có thể có nhóm hydroxy, nhóm oxy béo, nhóm carbamoyl, nhóm oxycarbonyl béo, nhóm thio béo, nhóm amino, nhóm amino béo, nhóm axylamino, nhóm carbamoylamino, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm béo bao gồm nhóm alkyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 8, tốt hơn là từ 1 đến 4, như nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm vinyl, nhóm xyclohexyl, và nhóm carbamoylmetyl.

Nhóm thơm, ví dụ, có thể có nhóm nitro, nguyên tử halogen, nhóm oxy béo, nhóm carbamoyl, nhóm oxycarbonyl béo, nhóm thio béo, nhóm amino, nhóm amino béo, nhóm axylamino, nhóm carbamoylamino, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm thơm bao gồm nhóm aryl có từ 6 đến 12 nguyên tử cacbon, tốt hơn là tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 6 đến 10, như nhóm phenyl, nhóm 4-nitrophenyl, nhóm 4-axetylaminophenyl, và nhóm 4-metansulfonylphenyl.



Nhóm dị vòng có thể có nguyên tử halogen, nhóm hydroxy, nhóm oxy béo, nhóm carbamoyl, nhóm oxycarbonyl béo, nhóm thio béo, nhóm amino, nhóm amino béo, nhóm axylamino, nhóm carbamoylamino, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm dị vòng bao gồm dị vòng có từ 5 đến 6 cạnh có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 12, tốt hơn là từ 2 đến 10, như nhóm 2-tetrahydrofuryl và nhóm 2-pyrimidyl.

Nhóm axyl có thể có nhóm carbonyl béo, nhóm arylcarbonyl, nhóm carbonyl dị vòng, nhóm hydroxy, nguyên tử halogen, nhóm thơm, nhóm oxy béo, nhóm carbamoyl, nhóm oxycarbonyl béo, nhóm thio béo, nhóm amino, nhóm amino béo, nhóm axylamino, nhóm carbamoylamino, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm axyl bao gồm nhóm axyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 8, tốt hơn là từ 2 đến 4, như nhóm axetyl, nhóm propanoyl, nhóm benzoyl, và nhóm 3-pyridin carbonyl.

Nhóm axylamino có thể có nhóm béo, nhóm thơm, nhóm dị vòng, hoặc tương tự, như nhóm axetylamino, nhóm benzoylamino, nhóm 2-pyridin carbonylamino, và nhóm propanoylamino. Ví dụ về nhóm axylamino bao gồm nhóm axylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 12, tốt hơn là từ 2 đến 8, và nhóm alkylcarbonylamino có tổng nguyên tử cacbon từ 2 đến 8, như nhóm axetylamino, nhóm benzoylamino, nhóm 2-pyridincarbonylamino, và nhóm propanoylamino.

Nhóm oxycarbonyl béo có thể no hoặc không no và có thể có nhóm hydroxy, nhóm oxy béo, nhóm carbamoyl, nhóm oxycarbonyl béo, nhóm thio béo, nhóm amino, nhóm amino béo, nhóm axylamino, nhóm carbamoylamino, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm oxycarbonyl béo bao gồm nhóm alkoxycarbonyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 8, tốt hơn là từ 2 đến 4, như metoxycarbonyl, etoxycarbonyl, hoặc nhóm (t)-butoxycarbonyl.

Nhóm carbamoyl có thể có nhóm béo, nhóm thơm, nhóm dị vòng, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm carbamoyl bao gồm nhóm carbamoyl chưa được thế, và nhóm alkylcarbamoyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 9, tốt hơn là nhóm carbamoyl chưa được thế hoặc nhóm alkylcarbamoyl có tổng nguyên

từ cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 5, như nhóm N-methylcarbamoyl, nhóm N,N-dimethylcarbamoyl, và nhóm N-phenylcarbamoyl.

Nhóm sulfonyl béo có thể no hoặc không no và có thể có nhóm hydroxy, nhóm thơm, nhóm oxy béo, nhóm carbamoyl, nhóm oxycarbonyl béo, nhóm thio béo, nhóm amino, nhóm amino béo, nhóm axylamino, nhóm carbamoylamino, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm sulfonyl béo bao gồm nhóm alkylsulfonyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 6, tốt hơn là tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 4, như metansulfonyl.

Nhóm sulfonyl thơm có thể có nhóm hydroxy, nhóm béo, nhóm oxy béo, nhóm carbamoyl, nhóm oxycarbonyl béo, nhóm thio béo, nhóm amino, nhóm amino béo, nhóm axylamino, nhóm carbamoylamino, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm sulfonyl thơm bao gồm nhóm aryl sulfonyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 6 đến 10, như benzensulfonyl.

Nhóm amino có thể có nhóm béo, nhóm thơm, nhóm dị vòng, hoặc tương tự.

Nhóm axylamino, ví dụ, có thể có nhóm axetylamino, nhóm benzoylamino, nhóm 2-pyridin cacbonylamino, nhóm propanoylamino, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm axylamino bao gồm nhóm axylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 12, tốt hơn là tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 8, tốt hơn nữa là nhóm alkylcacbonylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 8, như nhóm axetylamino, nhóm benzoylamino, nhóm 2-pyridin cacbonylamino, và nhóm propanoylamino.

Nhóm sulfonamit béo có thể là nhóm sulfonamit thơm, và nhóm sulfonamit dị vòng, ví dụ, có thể là nhóm metansulfonamit, nhóm benzensulfonamit, nhóm 2-pyridin sulfonamit, hoặc tương tự.

Nhóm sulfamoyl có thể có nhóm béo, nhóm thơm, nhóm dị vòng, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm sulfamoyl bao gồm nhóm sulfamoyl, nhóm alkylulfamoyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 9, nhóm dialkylulfamoyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 10, nhóm arylsulfamoyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 7 đến 13, và nhóm sulfamoyl dị vòng có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 12, tốt hơn nữa là nhóm

sulfamoyl, nhóm alkylulfamoyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 7, nhóm dialkylulfamoyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 3 đến 6, nhóm arylsulfamoyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 6 đến 11, và nhóm sulfamoyl dị vòng có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 10, như nhóm sulfamoyl, nhóm metylsulfamoyl, nhóm N,N-dimetylsulfamoyl, nhóm phenylsulfamoyl, và nhóm 4-pyridinulfamoyl.

Nhóm oxy béo có thể no hoặc không no và có thể có nhóm metoxy, nhóm etoxy, nhóm i-propyloxy, nhóm cyclohexyloxy, nhóm metoxyetoxi, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm oxy béo bao gồm nhóm alkoxy có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 8, tốt hơn là từ 1 đến 6, như nhóm metoxy, nhóm etoxy, nhóm i-propyloxy, nhóm cyclohexyloxy, và nhóm metoxyetoxi.

Nhóm amino thơm và nhóm amino dị vòng có thể có nhóm béo, nhóm oxy béo, nguyên tử halogen, nhóm carbamoyl, nhóm dị vòng được kéo dài bằng nhóm aryl, hoặc nhóm oxycarbonyl béo, tốt hơn là nhóm béo có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 4, nhóm oxy béo có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 4, nguyên tử halogen, nhóm carbamoyl có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 4, nhóm nitro, hoặc nhóm oxycarbonyl béo có tổng từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon.

Nhóm thio béo có thể no hoặc không no và ví dụ về chúng bao gồm nhóm alkylthio có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 8, tốt hơn nữa là tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 1 đến 6, như nhóm metylthio, nhóm etylthio, nhóm carbamoylmethylthio, và nhóm t-butylthio.

Nhóm carbamoylamino có thể có nhóm béo, nhóm aryl, nhóm dị vòng, hoặc tương tự. Ví dụ về nhóm carbamoylamino bao gồm nhóm carbamoylamino, nhóm alkylcarbamoylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 9, nhóm dialkylcarbamoylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 3 đến 10, nhóm arylcarbamoylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 7 đến 13, và nhóm carbamoylamino dị vòng có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 3 đến 12, tốt hơn là nhóm carbamoylamino, nhóm alkylcarbamoylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 2 đến 7, nhóm

dialkylcarbamoylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 3 đến 6, nhóm arylcarbamoylamino có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 7 đến 11, và nhóm carbamoylamino dị vòng có tổng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 3 đến 10, như nhóm carbamoylamino, nhóm methylcarbamoylamino, nhóm N,N-dimethylcarbamoylamino, nhóm phenylcarbamoylamino, và nhóm 4-pyridin carbamoylamino.

PTFE có thể là homo PTFE hoặc PTFE được cải biến. PTFE được cải biến chứa đơn vị TFE và đơn vị monome cải biến dựa trên monome cải biến có thể đồng trùng hợp với TFE. Hơn nữa, PTFE có thể là PTFE có khối lượng phân tử cao mà không thể xử lý nóng chảy và có thể hóa sợi hoặc có thể là PTFE có khối lượng phân tử thấp có thể xử lý nóng chảy và không thể hóa sợi. Trọng lượng riêng chuẩn (standard specific gravity - SSG) và độ nhớt nóng chảy (melt viscosity - MV) được sử dụng làm chỉ số khối lượng phân tử của PTFE không bị giới hạn.

Monome cải biến không bị giới hạn miễn là nó có thể đồng trùng hợp với TFE, và ví dụ về chúng bao gồm perfluolefin như hexafluoropropylene [HFP]; clofluolefin như clotrifluetylen [CTFE]; fluolefin chứa hydro như trifluetylen và vinyliden florua [VDF]; perflorvinyl ete; perfluoralkyl etylen; etylen; và vinyl ete chứa flo có nhóm nitril. Hơn nữa, một trong số các monome cải biến này có thể được sử dụng, hoặc nhiều loại của chúng có thể được sử dụng.

Perflorvinyl ete không bị giới hạn, và ví dụ về chúng bao gồm hợp chất perflo chưa bão hòa ký hiệu bằng công thức (X) dưới đây:



trong đó Rf là nhóm hữu cơ perflo. Trong phần mô tả này, "nhóm hữu cơ perflo" nghĩa là nhóm hữu cơ trong đó tất cả nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon được thế bằng nguyên tử flo. Nhóm hữu cơ perflo có thể có ete oxy.

Ví dụ về perflorvinyl ete bao gồm perflo(alkyl vinyl ete) [PAVE] có Rf là nhóm perfluoralkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon trong công thức (X) ở trên. Nhóm perfluoralkyl tốt hơn là có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon.

Ví dụ về nhóm perfluoralkyl trong PAVE bao gồm nhóm perflorometyl, nhóm perfluoretyl, nhóm perfluoropropyl, nhóm perfluorobutyl, nhóm perfluoropentyl, và nhóm

perflohexyl. Perflometyl vinyl ete [PMVE] trong đó nhóm perfloalkyl là nhóm perflometyl và perflopropyl vinyl ete [PPVE] trong đó nhóm perfloalkyl là nhóm perflopropyl có thể được ưu tiên.

Perfloalkyl etylen không bị giới hạn, và ví dụ về chúng bao gồm perflobutyl etylen (PFBE), perflohexyl etylen (PFHE), và perflooctyl etylen (PFOE).

Monome cải biến trong PTFE được cải biến tốt hơn là ít nhất một được chọn từ nhóm bao gồm HFP, CTFE, VDF, PMVE, PPVE, PFBE, PFHE, CNVE, và etylen.

PTFE được cải biến tốt hơn là có đơn vị monome cải biến nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 2 %mol, tốt hơn nữa là 0,0001 hoặc cao hơn và nhỏ hơn 1 %mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,5 %mol, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,2 %mol.

Cỡ hạt sơ cấp trung bình của PTFE tốt hơn là 150 nm hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 180 nm hoặc cao hơn. Cỡ hạt sơ cấp trung bình lớn hơn của hợp phần PTFE ngăn sự tăng áp lực ép đùn bột nhão hơn và cho đặc điểm hình thành màng tuyệt vời hơn trong khi đúc ép đùn bột nhão bằng cách sử dụng bột nhão. Giới hạn trên không bị giới hạn nhưng có thể bằng 500 nm. Khi xét đến năng suất trong bước trùng hợp, giới hạn trên tốt hơn là 350 nm. Cỡ hạt sơ cấp trung bình được xác định từ sự truyền thực tế của ánh sáng chiếu ở bước sóng 550 nm qua từng mẫu bằng cách sử dụng đường chuẩn. Đường chuẩn được lập đồ thị bằng cách pha loãng hệ phân tán trong nước PTFE bằng nước đến hàm lượng rắn bằng 0,15 % khối lượng để xác định sự truyền ánh sáng chiếu ở bước sóng 550 nm so với chiều dài đơn vị của mẫu cao su được pha loãng thu được, và xác định cỡ hạt PTFE dọc theo hướng cụ thể trong vi ảnh truyền điện tử để xác định cỡ hạt trung bình theo chiều dài dựa trên số hạt.

PTFE có thể có cấu trúc vô-lõi. Ví dụ về PTFE có cấu trúc vô-lõi bao gồm PTFE được cải biến chứa lõi PTFE có khối lượng phân tử cao và vỏ PTFE có khối lượng phân tử thấp hơn hoặc PTFE được cải biến trong hạt.

Ví dụ về PTFE được cải biến này bao gồm PTFE được mô tả trong công bố đơn quốc gia của đơn sáng chế quốc tế số 2005-527652.

Trong phần mô tả này, hàm lượng của mỗi monome cấu thành PTFE có thể được tính toán bằng cách kết hợp một cách phù hợp NMR, FT-IR, phân tích nguyên tố, và phân tích huỳnh quang tia X, tùy thuộc vào loại monome.

Phương pháp thu hệ phân tán trong nước PTFE bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon sẽ được mô tả sau đây. Hệ phân tán trong nước PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon bao gồm hợp chất có công thức (1) hoặc (2) ở trên.

Ví dụ về phương pháp loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) từ hệ phân tán trong nước PTFE bao gồm hấp phụ và cô.

Hơn nữa, phương pháp loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) bằng cách làm khô và làm bay hơi hệ phân tán trong nước PTFE cũng có thể được dùng. Nhiệt độ làm khô được dùng có thể là nhiệt độ gia nhiệt được mô tả dưới đây chẳng hạn.

Hơn nữa, phương pháp tạo khí hệ phân tán trong nước PTFE và cho phép dung dịch chứa nước hấp thụ hợp chất có công thức (1) hoặc (2) trong khí bằng cách sử dụng thiết bị hấp thụ loại giọt nhỏ và/hoặc thiết bị hấp thụ loại màng lỏng. Nhiệt độ của dung dịch chứa nước, ví dụ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 60°C.

Ví dụ về sự hấp phụ nêu trên bao gồm phương pháp sử dụng chất hấp phụ như nhựa trao đổi ion (ion-exchange resin - IER), cacbon hoạt tính, và zeolit. Đặc biệt là, hợp chất có công thức (1) hoặc (2) ở trên có thể được loại bỏ hoặc được khử bằng cách để hợp chất có công thức (1) hoặc (2) ở trên được chứa trong hệ phân tán trong nước PTFE tiếp xúc với chất hấp phụ này. Sự hấp phụ có thể được thực hiện bằng cách bổ sung nhựa trao đổi ion vào hệ phân tán trong nước PTFE, sau đó khuấy khi cần. Sự trao đổi ion tốt hơn là được thực hiện bằng cách bổ sung nhựa trao đổi ion với lượng 1g hoặc nhiều hơn trên 100g PTFE. Lượng nhựa trao đổi ion được bổ sung tốt hơn nữa là 10g hoặc cao hơn và tốt hơn là 200g hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100g hoặc nhỏ hơn.

Ví dụ về bước cô nêu trên bao gồm cô tách pha, cô bằng điện, lọc bằng màng siêu lọc, lọc bằng màng thẩm thấu ngược (màng RO), và lọc nano. Ví dụ về bước cô

bao gồm phương pháp bổ sung chất hoạt động bề mặt không ion với lượng 1%/PTFE hoặc cao hơn vào hệ phân tán trong nước PTFE, sau đó để ổn định.

Lượng chất hoạt động bề mặt không ion được bổ sung tốt hơn là 40%/PTFE hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 30%/PTFE hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 20%/PTFE hoặc nhỏ hơn.

Nhiệt độ ổn định không bị giới hạn nhưng có thể bằng, ví dụ, 20°C hoặc cao hơn và 80°C hoặc nhỏ hơn. Thời gian ổn định không bị giới hạn nhưng có thể bằng, ví dụ, 1 phút hoặc cao hơn và 24 giờ hoặc nhỏ hơn.

Bước loại bỏ tốt hơn là bao gồm bước hấp phụ và/hoặc cô hệ phân tán trong nước PTFE, tốt hơn nữa là bước trao đổi ion và/hoặc cô hệ phân tán trong nước PTFE.

Bước trao đổi ion và/hoặc bước cô có thể là bước trao đổi ion, bước cô, hoặc bước trao đổi ion và bước cô, và mỗi bước có thể được thực hiện nhiều lần. Trong trường hợp thực hiện bước trao đổi ion và cô, thứ tự của bước trao đổi ion và cô có thể là ngẫu nhiên, hoặc bước trao đổi ion và cô có thể được thực hiện thay đổi cho nhau.

Bước trao đổi ion và/hoặc bước cô đặc biệt tốt hơn là bước trao đổi ion và bước cô. Trong bước trao đổi ion và/hoặc bước cô, tốt hơn nữa là bước cô được thực hiện sau bước trao đổi ion.

Mỗi bước hấp phụ và bước cô có thể được thực hiện nhiều lần. Ví dụ, bước hấp phụ hoặc cô có thể được thực hiện hai lần, 3 lần, 4 lần, 5 lần, 6 lần, 7 lần, 8 lần, 9 lần, hoặc 10 lần. Hơn nữa, bước hấp phụ và bước cô có thể được thực hiện kết hợp.

Khi hệ phân tán trong nước PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, thì hợp chất có công thức (1) và (2) thường được tạo ra với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 200 ppm so với PTFE.

Bước loại bỏ loại hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) trong hệ phân tán trong nước PTFE, do đó có thể thu được hệ phân tán trong nước chứa PTFE tinh khiết.

Bước loại bỏ tốt hơn là loại 80 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 85 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 90 % khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 95 % khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 97 % khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 98 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 99 % khối lượng hoặc cao hơn của hợp chất có công thức (1) và (2) trong hệ phân tán trong nước PTFE.

Bước loại bỏ tốt hơn là khử hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết cần thu đến 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 200 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 50 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt nhất là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, so với PTFE.

Hệ phân tán trong nước PTFE có thể thu được bằng phương pháp sản xuất bao gồm bước thực hiện quá trình trùng hợp nhũ tương của tetrafloetylen trong môi trường chứa nước với sự có mặt của chất hoạt động bề mặt hydrocacbon. Quá trình trùng hợp nhũ tương có thể được thực hiện bằng phương pháp đã biết thông thường. Môi trường chứa nước không bị giới hạn miễn là nó là chất lỏng chứa nước, và có thể chứa dung môi hữu cơ như rượu, ete, keton, và sáp parafin ngoài nước.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có thể được sử dụng bao gồm các chất được mô tả trong Công bố đơn quốc gia của đơn sáng chế quốc tế số 2013-542308, Công bố đơn quốc gia của đơn sáng chế quốc tế số 2013-542309, và Công bố đơn quốc gia của đơn sáng chế quốc tế số 2013-542310. Chi tiết về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon sẽ được mô tả sau đây.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất bột PTFE tinh chế, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây khỏi bột PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có



từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.

Ví dụ về nguyên tử kim loại bao gồm nguyên tử kim loại hóa trị một hoặc hóa trị hai như kim loại kiềm (nhóm 1) và kim loại kiềm thổ (nhóm 2), đặc biệt là Na, K, hoặc Li.

Bốn  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau. Mỗi  $R^5$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Trong công thức (1), m có thể nằm trong khoảng từ 5 đến 11.

Trong công thức (2), n có thể nằm trong khoảng từ 6 đến 12.

Bột PTFE cần thu bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có thể thu được, ví dụ, bằng cách đông tụ hệ phân tán trong nước PTFE mà thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon. PTFE trong bột PTFE có thể là PTFE như homo PTFE và PTFE được cải biến được mô tả trong phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết.

Ví dụ về phương pháp loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) khỏi bột PTFE bao gồm gia nhiệt, flo hóa, và rửa bằng nước hoặc dung môi hữu cơ.

Ví dụ về dung môi hữu cơ bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, pyridin, nitril, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, dimethylsulfoxit, và rượu.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrolidon, 2-pyrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Các dung môi hữu cơ có thể được sử dụng kết hợp.

Phương pháp gia nhiệt không bị giới hạn và có thể là phương pháp đã biết thông thường. Nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn là 150°C hoặc cao hơn. Hơn nữa, để loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2), nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn nữa là 160°C hoặc cao hơn. Nghĩa là, bước loại bỏ tốt hơn là bao gồm bước gia nhiệt bột PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon ở nhiệt độ bằng 160°C hoặc cao hơn.

Nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn nữa là 170°C hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 180°C hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 200°C hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 210°C hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 220°C hoặc cao hơn, tốt nhất là 230°C hoặc cao hơn.

Hơn nữa, nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn là 310°C hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 300°C hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 290°C hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 280°C hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 270°C hoặc nhỏ hơn. Bước gia nhiệt có thể đi kèm bước làm khô hơi ẩm.

Nghĩa là, bước gia nhiệt có thể bao gồm bước làm khô bột ướt PTFE chứa hơi ẩm thu được bằng cách làm đông tụ chất phân tán PTFE sau khi trùng hợp thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon. Trong khi làm khô, hợp chất có công thức (1) hoặc (2) và hợp chất có công thức (7), mà sẽ được mô tả sau đây, được khử.

Hơn nữa, bột PTFE không có hơi ẩm sau khi làm khô tốt hơn là được gia nhiệt lần nữa. Cụ thể là, bước gia nhiệt có thể được thực hiện, sau khi làm khô bột ướt PTFE để loại hơi ẩm, bằng cách tăng nhiệt độ liên tục đến khoảng nhiệt độ nêu

trên. Trong trường hợp này, bước làm khô có thể được thực hiện ở nhiệt độ nhỏ hơn khoảng nhiệt độ nêu trên, ví dụ, nhỏ hơn  $150^{\circ}\text{C}$ .

Phương pháp sản xuất bột PTFE tinh chế theo sáng chế có thể bao gồm bước thu bột ướt PTFE chứa hơi ẩm bằng cách làm đông tụ chất phân tán PTFE mà thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon.

Phương pháp flo hóa có thể là phương pháp đã biết thông thường. Ví dụ về chúng bao gồm phương pháp cho bột PTFE tiếp xúc với nguồn gốc flo mà tạo ra gốc flo dưới điều kiện flo hóa. Ví dụ về nguồn gốc flo bao gồm  $\text{CoF}_3$ ,  $\text{AgF}_2$ ,  $\text{UF}_6$ ,  $\text{OF}_2$ ,  $\text{N}_2\text{F}_2$ ,  $\text{CF}_3\text{OF}$ , halogen florua (như  $\text{IF}_n$  (trong đó  $n$  nằm trong khoảng từ 1 đến 7) bao gồm  $\text{IF}$ ,  $\text{IF}_3$ ,  $\text{IF}_5$ , và  $\text{IF}_7$ ;  $\text{ClF}$ ,  $\text{ClF}_3$ , và  $\text{BrF}_3$ ), florua khí hiếm (như  $\text{XeF}_2$ ,  $\text{XeF}_4$ , và  $\text{KrF}_2$ ), và hợp chất flo chứa nitơ (như  $\text{NF}_3$  và  $\text{NF}_2$ ) khác khí flo. Trong số chúng, khí flo là được ưu tiên nhất theo quan điểm khả dụng, giá thành, khả năng loại bỏ hợp chất có công thức (1) và (2) cho hiệu quả cao, và khó tạo ra tạp chất mới như iot.

Vì phản ứng với nguồn gốc flo tỏa nhiệt mạnh, nên nguồn gốc flo có thể được pha loãng bằng khí trơ như nitơ.

Nồng độ nguồn gốc flo trong hỗn hợp nguồn gốc flo/khí trơ có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 100 % thể tích nhưng tốt hơn là nằm trong khoảng từ khoảng 5 đến khoảng 25 % thể tích do nguy cơ hoạt động với flo tinh khiết cao. Trong trường hợp nhựa polyme được flo hóa có sự mất màu nghiêm trọng gây ra bởi nhiệt, hỗn hợp nguồn gốc flo/khí trơ có thể được pha loãng đủ để ngăn sự gia nhiệt quá mức của polyme được flo hóa và nguy cơ cháy có liên quan.

Phương pháp flo hóa không bị giới hạn và có thể là phương pháp đã biết thông thường. Nhiệt độ flo hóa tốt hơn là trên  $100^{\circ}\text{C}$ . Nhiệt độ flo hóa tốt hơn nữa là  $110^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $120^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn, còn tốt hơn là  $130^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $150^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn. Hơn nữa, nhiệt độ flo hóa đặc biệt tốt hơn là  $170^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $180^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn, còn tốt hơn là  $200^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $210^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là  $220^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt nhất là  $230^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn. Hơn nữa, nhiệt độ flo hóa tốt hơn là  $310^{\circ}\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là  $300^{\circ}\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, tốt

hơn nữa là 290°C hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 280°C hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 270°C hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 250°C hoặc nhỏ hơn, tốt nhất là 240°C hoặc nhỏ hơn. Nhiệt độ thấp quá mức có thể cho phép hợp chất có công thức (7), sẽ được mô tả dưới đây, duy trì với lượng trên 1000 ppb so với PTFE. Nhiệt độ cao quá mức có thể làm giảm vẻ ngoài ép đùn của bột nhão, thậm chí lực cắt nhỏ dễ dàng gây ra sự hóa sợi do ma sát giữa các hạt của bột PTFE, và trạng thái ban đầu của cấu trúc hạt dễ dàng bị mất.

Nhiệt độ flo hóa tốt hơn là nằm trong khoảng từ 110 đến 270°C, tốt hơn nữa là từ 120 đến 270°C, tốt hơn nữa là từ 150 đến 270°C, đặc biệt tốt hơn là từ 200 đến 270°C.

Trong quá trình flo hóa, lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn là 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn trên 100 phần theo khối lượng của PTFE là nguyên liệu thô tính theo nguyên tử flo. Lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn nữa là 0,8 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn là 35,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 26,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 20,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 15,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn. Lượng nhỏ quá mức của nguồn gốc flo được bổ sung có thể dẫn đến loại hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) không đầy đủ. Hơn nữa, việc loại bỏ hoặc khử hợp chất không thể xác định được có thể không đầy đủ. Lượng lớn quá mức của nguồn gốc flo được bổ sung không cải thiện hiệu quả của quá trình flo hóa và do đó có thể là không kinh tế.

Sự kết hợp phù hợp của nhiệt độ flo hóa và lượng nguồn gốc flo được bổ sung, ví dụ, là nhiệt độ gia nhiệt trên 100°C và lượng nguồn gốc flo được bổ sung 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn trên 100 phần theo khối lượng của PTFE là nguyên liệu thô tính theo nguyên tử flo.

Sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ trên  $100^{\circ}\text{C}$  và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là trên  $100^{\circ}\text{C}$  và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là trên  $100^{\circ}\text{C}$  và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là trên  $100^{\circ}\text{C}$  và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là trên  $100^{\circ}\text{C}$  và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là trên  $100^{\circ}\text{C}$  và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn.

Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ  $110^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $110^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $110^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là  $110^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $110^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là  $110^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là  $110^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ  $120^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $120^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $120^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là  $120^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $120^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là  $120^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là  $120^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ  $130^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $130^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $130^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là  $130^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $130^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là  $130^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là  $130^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ  $150^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $150^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $150^{\circ}\text{C}$  hoặc cao hơn và

1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 150°C hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 150°C hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 150°C hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 150°C hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ 170°C hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 170°C hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 170°C hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 170°C hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 170°C hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 170°C hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 170°C hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ 180°C hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 180°C hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 180°C hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 180°C hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 180°C hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 180°C hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 180°C hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ 200°C hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 200°C hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 200°C hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 200°C hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 200°C hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 200°C hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 200°C hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ 210°C hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 210°C hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 210°C hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 210°C hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt

hơn nữa là 210°C hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 210°C hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 210°C hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là ở nhiệt độ 220°C hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 220°C hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 220°C hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 220°C hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 220°C hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 220°C hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 220°C hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, sự kết hợp tốt hơn là 230°C hoặc cao hơn và 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 230°C hoặc cao hơn và 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 230°C hoặc cao hơn và 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 230°C hoặc cao hơn và 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 230°C hoặc cao hơn và 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 230°C hoặc cao hơn và 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 230°C hoặc cao hơn và 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn.

Nhiệt độ gia nhiệt khi kết hợp tốt hơn là 310°C hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 300°C hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 290°C hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 280°C hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 270°C hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 250°C hoặc nhỏ hơn, tốt nhất là 240°C hoặc nhỏ hơn.

Lượng nguồn gốc flo được bổ sung khi kết hợp tốt hơn là 35,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 26,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 20,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 15,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, trên 100 phần theo khối lượng của PTFE là nguyên liệu thô tính theo nguyên tử flo.

Hơn nữa, sự kết hợp của giới hạn trên của nhiệt độ gia nhiệt và lượng nguồn gốc flo tốt hơn là 240°C hoặc nhỏ hơn và 35,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 240°C hoặc nhỏ hơn và 26,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt

hơn nữa là 240°C hoặc nhỏ hơn và 20,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 240°C hoặc nhỏ hơn và 15,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Lượng (phần theo khối lượng) của nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE được tính toán bằng công thức dưới đây.

$$A = (B/F) \times 100$$

$$B = C \times D \times E$$

$$C = \{P/(RT \times 1000)\} \times g \times H$$

A: Lượng (phần theo khối lượng) của nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE

B: Tổng lượng (g) của nguồn gốc flo được bổ sung

C: Nồng độ (g/mL) của nguồn gốc flo trong khí được trộn

D: Tốc độ dòng (mL/phút) của khí được trộn

E: Thời gian flo hóa (phút)

F: Lượng (g) của mẫu được nạp

G: Khối lượng phân tử (g/mol) của nguồn gốc flo

H: Tỷ lệ của nguồn gốc flo trong khí được trộn

P, R, và T được sử dụng trong công thức trên được xác định như dưới đây.

P = Áp suất (atm)

R = 0,082 (atm·L/K·mol)

T = Nhiệt độ (K)

Lò phản ứng bất kỳ được cấp thiết bị gia nhiệt và có khả năng tạo ra tiếp xúc khí-chất rắn thỏa đáng có thể được sử dụng để flo hóa mà không có vấn đề gì. Cụ thể là, ví dụ về chúng bao gồm lò phản ứng tiếp xúc khí-chất rắn của loại tầng sôi và loại tự sôi.

Trong phương pháp sản xuất bột PTFE tinh chế, bước loại bỏ có thể được thực hiện nhiều lần. Bước loại bỏ có thể được thực hiện hai lần, 3 lần, 4 lần, 5 lần, 6 lần, 7 lần, 8 lần, 9 lần, hoặc 10 lần, ví dụ. Bước gia nhiệt và flo hóa có thể được thực hiện kết hợp và có thể được thực hiện đồng thời.

Phương pháp rửa bằng nước hoặc dung môi hữu cơ không bị giới hạn và có thể là phương pháp đã biết thông thường.



Khi bột PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, thì từ 1 đến 200 ppm hợp chất có công thức (1) và (2) so với PTFE có thể được tạo ra.

Bước loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) trong hệ phân tán trong nước PTFE, nhờ đó cho phép bột PTFE tinh chế được thu.

Bước loại bỏ tốt hơn là loại 80 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 85 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 90 % khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 95 % khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 97 % khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 98 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 99 % khối lượng hoặc cao hơn, của hợp chất có công thức (1) và (2) trong bột PTFE.

Bước loại bỏ khử hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong bột PTFE tinh chế được thu tốt hơn là đến 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 200 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 50 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt nhất là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, so với PTFE.

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất thân đúc bằng cách sử dụng PTFE được sản xuất bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.

Ví dụ về nguyên tử kim loại bao gồm nguyên tử kim loại hóa trị một hoặc hóa trị hai như kim loại kiềm (nhóm 1) và kim loại kiềm thổ (nhóm 2), đặc biệt là Na, K, hoặc Li.

Bốn  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau. Mỗi  $R^5$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Trong công thức (1), m có thể nằm trong khoảng từ 5 đến 11.

Trong công thức (2), n có thể nằm trong khoảng từ 6 đến 12.

PTFE được sản xuất bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có thể là bột PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon.

PTFE có thể là PTFE như homo PTFE và PTFE được cải biến được mô tả trong phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết.

Trong phương pháp sản xuất thân đúc theo sáng chế, ví dụ về phương pháp loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) bao gồm việc gia nhiệt và flo hóa.

Phương pháp gia nhiệt không bị giới hạn và có thể là phương pháp đã biết thông thường. Nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn là 150°C hoặc cao hơn. Nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn nữa là 160°C hoặc cao hơn. Nghĩa là, bước loại bỏ tốt hơn là bao gồm gia nhiệt ở nhiệt độ bằng 160°C hoặc cao hơn. Nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn nữa là 170°C hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 180°C hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 200°C hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 210°C hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 220°C hoặc cao hơn, tốt nhất là 230°C hoặc cao hơn.

Hơn nữa, nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn là 310°C hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 300°C hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 290°C hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 280°C hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 270°C hoặc nhỏ hơn.

Thời gian gia nhiệt không bị giới hạn nhưng, ví dụ, 1 phút hoặc cao hơn và 24 giờ hoặc nhỏ hơn.

Bước gia nhiệt có thể đi kèm bước làm khô. Hợp chất có công thức (1) hoặc (2) hoặc hợp chất có công thức (7), sẽ được mô tả dưới đây, được khử trong khi làm khô.

Phương pháp flo hóa có thể là phương pháp đã biết thông thường. Ví dụ về chúng bao gồm phương pháp cho bột PTFE tiếp xúc với nguồn gốc flo mà tạo ra gốc flo dưới điều kiện flo hóa. Ví dụ về nguồn gốc flo bao gồm  $\text{CoF}_3$ ,  $\text{AgF}_2$ ,  $\text{UF}_6$ ,  $\text{OF}_2$ ,  $\text{N}_2\text{F}_2$ ,  $\text{CF}_3\text{OF}$ , và halogen florua, như  $\text{IF}_5$ ,  $\text{ClF}_3$ , và  $\text{BrF}_3$  khác khí flo. Vì phản ứng với nguồn gốc flo tỏa nhiệt mạnh, nguồn gốc flo có thể được pha loãng bằng khí trơ như nitơ.

Nồng độ nguồn gốc flo trong hỗn hợp nguồn gốc flo/khí trơ có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 100 % thể tích nhưng tốt hơn là khoảng 5 đến khoảng 25 % thể tích do nguy cơ hoạt động với flo tinh khiết cao. Trong trường hợp nhựa polyme được flo hóa có sự mất màu nghiêm trọng gây ra bởi nhiệt, hỗn hợp nguồn gốc flo/khí trơ có thể được pha loãng đủ để ngăn sự gia nhiệt quá mức của polyme được flo hóa và nguy cơ cháy có liên quan.

Bước gia nhiệt và flo hóa có thể được thực hiện kết hợp và có thể được thực hiện đồng thời.

Hợp chất có công thức (1) hoặc (2) hoặc hợp chất có công thức (7), sẽ được mô tả dưới đây, được khử bằng cách flo hóa.

Phương pháp flo hóa không bị giới hạn và có thể là phương pháp đã biết thông thường. Nhiệt độ flo hóa tốt hơn là trên  $100^\circ\text{C}$ . Nhiệt độ flo hóa tốt hơn nữa là  $110^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $120^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, còn tốt hơn là  $130^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $150^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn. Hơn nữa, nhiệt độ flo hóa đặc biệt tốt hơn là  $170^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $180^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, còn tốt hơn là  $200^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $210^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là  $220^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt nhất là  $230^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn. Hơn nữa, nhiệt độ flo hóa tốt hơn là  $310^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là  $300^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là  $290^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là  $280^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $270^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là  $250^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, tốt nhất là  $240^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn.

Thời gian flo hóa không bị giới hạn nhưng, ví dụ, 1 phút hoặc cao hơn và 24 giờ hoặc nhỏ hơn.

Lượng nguồn gốc flo được bổ sung trong flo hóa tốt hơn là 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 0,8 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, trên 100 phần theo khối lượng của PTFE là nguyên liệu thô tính theo nguyên tử flo. Hơn nữa, lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn nữa là 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn là 35,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 26,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 20,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 15,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn. Lượng nhỏ quá mức của nguồn gốc flo bổ sung có thể dẫn đến loại hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) không đầy đủ. Hơn nữa, việc loại bỏ hoặc khử hợp chất không thể xác định được có thể không đầy đủ. Lượng lớn quá mức nguồn gốc flo được bổ sung không cải thiện hiệu quả của flo hóa và do đó có thể là không kinh tế.

Tất cả sự kết hợp của nhiệt độ flo hóa và hàm lượng của nguồn gốc flo trong phương pháp sản xuất bột PTFE nêu trên có thể được dùng cũng như trong quá trình flo hóa trong phương pháp sản xuất thân đúc.

Lò phản ứng bất kỳ được cấp thiết bị gia nhiệt và có thể tạo ra tiếp xúc khí-chất rắn thỏa đáng có thể được sử dụng để flo hóa mà không có vấn đề gì. Đặc biệt là, ví dụ về chúng bao gồm lò phản ứng tiếp xúc khí-chất rắn của loại tầng sôi hoặc loại tự sôi.

Phương pháp sản xuất thân đúc theo sáng chế chỉ cần bao gồm bước loại bỏ.

Phương pháp sản xuất thân đúc theo sáng chế có thể còn bao gồm bước (1a) trộn bột PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon với chất hỗ trợ ép đùn, bước (1b) đưa hỗn hợp thu được để đúc ép đùn bột nhão, bước (1c) làm khô chất ép đùn thu được bằng cách đúc ép đùn, và bước (1d) thu thân đúc bằng cách đốt nóng chất ép đùn sau khi làm khô, ngoài bước loại bỏ. Bước loại bỏ có thể được thực hiện sau bước (1a) và trước bước (1b), sau bước (1b) và trước bước (1c), hoặc sau bước (1d). Trong trường hợp thực hiện bước gia nhiệt là bước

loại bỏ sau bước (1d), nhiệt độ gia nhiệt có thể trên  $310^{\circ}\text{C}$  và tốt hơn là  $500^{\circ}\text{C}$  hoặc nhỏ hơn.

Hơn nữa, bước loại bỏ có thể được thực hiện trong bước (1b), bước (1c), hoặc bước (1d). Bước loại bỏ có thể được thực hiện nhiều lần. Bước loại bỏ có thể được thực hiện hai lần, 3 lần, 4 lần, 5 lần, 6 lần, 7 lần, 8 lần, 9 lần, hoặc 10 lần, ví dụ. Bước gia nhiệt và flo hóa có thể được thực hiện kết hợp và có thể được thực hiện đồng thời.

Theo cách này, bước loại bỏ có thể loại hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) khỏi bột PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon hoặc có thể loại hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) khỏi thân đúc được tạo ra bằng cách sử dụng bột PTFE mà thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, trong phương pháp sản xuất thân đúc theo sáng chế.

Quá trình đúc ép đùn bột nhão có thể được thực hiện bằng phương pháp đã biết thông thường, và điều kiện đúc khuôn có thể được chọn tương ứng với hình dạng và kích cỡ mong muốn. Quá trình đúc ép đùn bột nhão có thể được thực hiện khi bổ sung chất phụ gia thông thường đã biết như chất tạo màu và chất độn vào bột PTFE.

Phương pháp sản xuất thân đúc theo sáng chế có thể còn bao gồm bước (2a) trộn bột PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon với chất hỗ trợ ép đùn, bước (2b) ép đùn và cuộn hỗn hợp thu được, bước (2c) làm khô chất ép đùn thu được bằng cách ép đùn và cuộn, bước (2d) kéo căng theo một trục chất ép đùn sau khi khô, bước (2e) kéo căng theo hai trục nguyên liệu đã kéo căng theo một trục, bước (2f) đốt nóng nguyên liệu đã kéo căng sau khi kéo căng hai trục, và bước (2g) cán sản phẩm đã đốt nóng thành nguyên liệu khác, ngoài bước loại bỏ. Trong trường hợp này, bước loại bỏ có thể được thực hiện sau bước (2a) và trước bước (2b), sau bước (2b) và trước bước (2c), sau bước (2c) và trước bước (2d), sau bước (2d) và trước bước (2e), sau bước (2e) và trước bước (2f), hoặc sau bước (2f) và trước bước (2g).

Hơn nữa, bước loại bỏ có thể được thực hiện trong bước (2a), (2b), (2c), (2d), (2e), (2f), hoặc (2g). Bước loại bỏ có thể được thực hiện nhiều lần. Bước gia nhiệt và flo hóa có thể được thực hiện kết hợp hoặc có thể được thực hiện đồng thời.

Chất hỗ trợ ép đùn không bị giới hạn, và thường là chất hỗ trợ ép đùn đã biết có thể được sử dụng. Ví dụ về chúng bao gồm dầu hydrocacbon.

Phương pháp sản xuất thân đúc theo sáng chế có thể bao gồm bước đúc nén bột PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, ngoài bước loại bỏ. Trong trường hợp này, bước loại bỏ có thể được thực hiện trong bước đúc nén hoặc sau bước đúc nén. Bước loại bỏ có thể được thực hiện nhiều lần. Bước gia nhiệt và flo hóa có thể được thực hiện kết hợp.

Trong phương pháp sản xuất thân đúc theo sáng chế, bước loại bỏ tốt hơn là loại 80 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 85 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 90 % khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là 95 % khối lượng hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 97 % khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 98 % khối lượng hoặc cao hơn, tốt nhất là 99 % khối lượng hoặc cao hơn, của hợp chất có công thức (1) và (2) ở trước và sau bước loại bỏ.

Bước loại bỏ tốt hơn là khử hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong thân đúc PTFE cần thu đến 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 200 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 50 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt nhất là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, so với PTFE.

Như được mô tả ở trên, quá trình flo hóa ở nhiệt độ cụ thể là một trong số các phương án ưu tiên của phương pháp loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2).

Nghĩa là, sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất PTFE tinh chế, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc với PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon ở nhiệt độ trên 100°C:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có

từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.

Hợp chất có công thức (1) hoặc (2) có thể được loại hiệu quả bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc (flo hóa) ở nhiệt độ cụ thể như được mô tả ở trên.

Hơn nữa, PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có thể chứa tạp chất như sản phẩm phân hủy của nguyên liệu được sử dụng trong phản ứng trùng hợp của PTFE khác hợp chất có công thức (1) hoặc (2) trong một số trường hợp, nhưng tạp chất này cũng có thể được loại bỏ bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc ở nhiệt độ cụ thể như được mô tả ở trên.

Nhiệt độ tại đó nguồn gốc flo được đưa vào tiếp xúc là trên  $100^\circ\text{C}$ . Nhiệt độ tại đó nguồn gốc flo được đưa vào tiếp xúc có thể được điều chỉnh bằng phương pháp đã biết thông thường và tốt hơn là  $110^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $120^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $130^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, còn tốt hơn là  $150^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $170^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là  $180^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là  $200^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn. Hơn nữa, nhiệt độ tốt hơn nữa là  $210^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là  $220^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn, tốt nhất là  $230^\circ\text{C}$  hoặc cao hơn. Hơn nữa, nhiệt độ tốt hơn là  $310^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là  $300^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là  $290^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là  $280^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là  $270^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là  $250^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn, tốt nhất là  $240^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn.

Trong phương pháp sản xuất này, tất cả lượng của nguồn gốc flo được bổ sung và tất cả sự kết hợp của nhiệt độ và lượng bổ sung được mô tả ở trên có thể được dùng.

Khi đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc trong phương pháp sản xuất PTFE tinh chế, các điều kiện flo hóa khác nhau (như loại nguồn gốc flo, lượng nguồn gốc flo

được bổ sung, và thời gian và số lần flo hóa) được mô tả trong phương pháp sản xuất bột PTFE tinh chế và phương pháp sản xuất thân đúc có thể được dùng một cách phù hợp. Hơn nữa, ngoài phương pháp đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc, phương pháp loại bỏ như gia nhiệt và rửa bằng nước hoặc dung môi hữu cơ được mô tả trong bước loại bỏ có thể được kết hợp. Cụ thể, bước gia nhiệt có thể được thực hiện sau bước đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc để loại hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2). Bước gia nhiệt có thể còn làm giảm hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2). Bước gia nhiệt cũng có thể còn làm giảm hàm lượng của hợp chất có công thức (7). Nhiệt độ gia nhiệt và thời gian nằm trong khoảng nêu trên có thể được dùng trong bước gia nhiệt. Trong phương pháp sản xuất PTFE tinh chế, PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có thể ở dạng bột hoặc thân đúc.

Như được mô tả ở trên, quá trình flo hóa sử dụng lượng nguồn gốc flo cụ thể cũng là một trong số các phương án được ưu tiên của phương pháp loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2).

Nghĩa là, sáng chế cũng đề xuất phương pháp sản xuất PTFE, phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) dưới đây bằng cách đưa PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon vào tiếp xúc với nguồn gốc flo, trong đó lượng nguồn gốc flo được bổ sung bằng 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn trên 100 phần theo khối lượng của PTFE tính theo nguyên tử flo:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2, hoặc

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có



từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.

Hợp chất có công thức (1) hoặc (2) có thể được loại hiệu quả bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc (flo hóa) ở lượng cụ thể được bổ sung.

Hơn nữa, PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có thể chứa tạp chất như sản phẩm phân hủy của nguyên liệu được sử dụng trong phản ứng trùng hợp của PTFE khác hợp chất có công thức (1) hoặc (2) trong một số trường hợp, nhưng tạp chất này cũng có thể được loại bỏ bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc ở lượng cụ thể được bổ sung.

Lượng nguồn gốc flo được bổ sung bằng 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn trên 100 phần theo khối lượng của PTFE là nguyên liệu thô tính theo nguyên tử flo. Lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn là 0,8 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 1,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 1,6 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 2,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 2,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, còn tốt hơn là, 3,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 5,0 phần theo khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn là 35,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 26,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 20,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 15,0 phần theo khối lượng hoặc nhỏ hơn. lượng nhỏ quá mức của nguồn gốc flo bổ sung có thể dẫn đến loại hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) không đầy đủ. Hơn nữa, việc loại bỏ hoặc khử hợp chất không thể xác định được có thể không đầy đủ. Lượng lớn quá mức của nguồn gốc flo được bổ sung không cải thiện hiệu quả của flo hóa và do đó có xu hướng là không kinh tế. Trong phương pháp sản xuất này, tất cả nhiệt độ flo hóa và tất cả sự kết hợp của nhiệt độ và lượng bổ sung được mô tả ở trên có thể được dùng.

Khi đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc trong phương pháp sản xuất PTFE tinh chế, các điều kiện khác nhau (như loại nguồn gốc flo, nhiệt độ flo hóa, và thời gian và số lần flo hóa) được mô tả trong phương pháp sản xuất bột PTFE tinh chế và phương pháp sản xuất thân đúc có thể được dùng một cách phù hợp. Hơn nữa, ngoài

phương pháp đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc, phương pháp loại bỏ như gia nhiệt và rửa bằng nước hoặc dung môi hữu cơ được mô tả trong bước loại bỏ có thể được kết hợp. Cụ thể, bước gia nhiệt có thể được thực hiện sau bước đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc để loại hoặc khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2). Bước gia nhiệt có thể còn làm giảm hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2). Bước gia nhiệt cũng có thể còn làm giảm hàm lượng của hợp chất có công thức (7). Nhiệt độ gia nhiệt và thời gian nằm trong khoảng nêu trên có thể được dùng trong bước gia nhiệt.

Trong phương pháp sản xuất PTFE tinh chế, PTFE thu được bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có thể ở dạng bột hoặc thân đúc.

Dưới đây, chất hoạt động bề mặt hydrocacbon sẽ được mô tả cụ thể.

Chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có phần ưa nước và phần kỵ nước trong cùng phân tử. Các chất này có thể là cation, không ion hoặc anion.

Chất hoạt động bề mặt cation thường có phần ưa nước điện tích dương như halogenua amoni được alkyl hóa bao gồm bromua amoni được alkyl hóa, và phần kỵ nước như axit béo mạch dài.

Chất hoạt động bề mặt anion thường có phần ưa nước như carboxylat, sulfonat, hoặc sulfat, và phần kỵ nước cấu thành từ các hydrocacbon mạch dài như alkyl.

Chất hoạt động bề mặt không ion thường không có nhóm mang điện và có phần kỵ nước cấu thành từ các hydrocacbon mạch dài. Phần ưa nước của chất hoạt động bề mặt không ion chứa nhóm chức tan trong nước như chuỗi etylen ete thu được từ quá trình trùng hợp với etylen oxit.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion hydrocacbon bao gồm polyoxyetylen alkyl ete, polyoxyetylen alkylphenyl ete, este của polyoxyetylen alkyl, este của sorbitan alkyl, este của polyoxyetylen sorbitan alkyl, este của glyxerol, và dẫn xuất của chúng.

Ví dụ cụ thể về polyoxyetylen alkyl ete bao gồm polyoxyetylen lauryl ete, polyoxyetylen xetyl ete, polyoxyetylen stearyl ete, polyoxyetylen oleyl ete, và polyoxyetylen behenyl ete.

[Ví dụ cụ thể về polyoxyetylen alkylphenyl ete bao gồm polyoxyetylen nonylphenyl ete và polyoxyetylen octylphenyl ete.

Ví dụ cụ thể về polyoxyetylen alkyl este bao gồm polyetylen glycol monolaurat, polyetylen glycol monooleat, và polyetylen glycol monostearat.

Ví dụ cụ thể về sorbitan alkyl este bao gồm polyoxyetylen sorbitan monolaurat, polyoxyetylen sorbitan monopalmitat, polyoxyetylen sorbitan monostearat, và polyoxyetylen sorbitan monooleat.

Ví dụ cụ thể về polyoxyetylen sorbitan alkyl este bao gồm polyoxyetylen sorbitan monolaurat, polyoxyetylen sorbitan monopalmitat, và polyoxyetylen sorbitan monostearat.

Ví dụ cụ thể về este của glyxerol bao gồm glyxerol monomyristat, glyxerol monostearat, và glyxerol monooleat.

Ví dụ cụ thể về dẫn xuất bao gồm polyoxyetylen alkylamin, phần ngưng polyoxyetylen alkylphenyl-formaldehyt, và polyoxyetylen alkyl ete phosphat.

Các ete và este này có thể có giá trị HLB nằm trong khoảng từ 10 đến 18.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion hydrocacbon bao gồm Triton(R), loạt Triton(R) X (như X15, X45, và X100), loạt Tergitol(R) 15-S, loạt Tergitol(R) TMN (như TMN-6, TMN-10, và TMN-100), và loạt Tergitol(R) L, được sản xuất bởi Dow Chemical Company, và loạt Pluronic(R) R (như 31R1, 17R2, 10R5, và 25R4 (m lên đến 22 và n lên đến 23), loạt T-Det (A138), và loạt Iconol(R) TDA (như TDA-6, TDA-9, và TDA-10), được sản xuất bởi BASF SE.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt anion hydrocacbon bao gồm Versatic(R) 10, có sẵn ở Resolution Performance Products, và loạt Avanel S (như S-70 và S-74), được sản xuất bởi BASF SE.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon bao gồm chất hoạt động bề mặt anion có công thức  $R-L-M^1$ , trong đó R là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, L là  $-ArSO_3^-$ ,  $-SO_3^-$ ,  $-SO_4^-$ ,  $-PO_3^-$ , hoặc  $-COO^-$ ,

$M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $-ArSO_3^-$  là aryl sulfonat.

Đặc biệt là, ví dụ về chúng bao gồm chất hoạt động bề mặt anion có công thức  $CH_3-(CH_2)_n-L-M^1$ , trong đó  $n$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 6 đến 17, và  $L$  và  $M$  như được mô tả ở trên.

Hỗn hợp chất hoạt động bề mặt anion trong đó  $R$  là nhóm alkyl có nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 12 đến 16, và  $L$  là sulfat hoặc natri dodecyl sulfat (SDS) cũng có thể được sử dụng.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon cũng bao gồm chất hoạt động bề mặt anion có công thức  $R^6(-L-M^1)_2$ , trong đó  $R^6$  là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkylen vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn,  $L$  là  $-ArSO_3^-$ ,  $-SO_3^-$ ,  $-SO_4^-$ ,  $-PO_3^-$ , hoặc  $-COO^-$ ,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $-ArSO_3^-$  là aryl sulfonat.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon cũng bao gồm chất hoạt động bề mặt anion có công thức  $R^7(-L-M^1)_3$ , trong đó  $R^7$  là nhóm alkylidyn mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkylidyn vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn,  $L$  là  $-ArSO_3^-$ ,  $-SO_3^-$ ,  $-SO_4^-$ ,  $-PO_3^-$ , hoặc  $-COO^-$ ,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $-ArSO_3^-$  là aryl sulfonat.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon siloxan được mô tả trong *Silicone Surfactants*, R. M. Hill, Marcel Dekker, Inc., ISBN:0-8247-00104. Cấu trúc của chất hoạt động bề mặt siloxan bao gồm phần kỵ nước trong và phần ưa nước. Phần kỵ nước chứa một đơn vị dihydrocarbyl siloxan hoặc nhiều hơn, trong đó các phần tử thế trên nguyên tử silicon là các hydrocacbon hoàn toàn.

Các chất hoạt động bề mặt siloxan này có thể được coi là các chất hoạt động bề mặt hydrocacbon theo nghĩa là, khi nguyên tử cacbon của nhóm hydrocarbyl có thể được thế bằng halogen như flo, nguyên tử cacbon được thế hoàn toàn bằng nguyên tử hydro, nghĩa là, phần tử thế hóa trị một trên nguyên tử cacbon của nhóm hydrocarbyl là hydro.

Phần ưa nước của chất hoạt động bề mặt siloxan này có thể bao gồm một hoặc nhiều phần phân cực chứa nhóm ion như sulfat, sulfonat, phosphonat, este của phosphat, carboxylat, cacbonat, sulfosuxinat, taurat (là axit, muối hoặc este tự do), phosphin oxit, betain, betain copolyol, và muối amoni bậc bốn. Phần kỵ nước ion có thể chứa nhánh ghép siloxan được tạo chức ion.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt siloxan bao gồm polydimetylsiloxan ghép (met)acrylat, muối polydimetylsiloxan ghép polyacrylat, và polydimetylsiloxan ghép amin bậc bốn.

Phần phân cực trong phần ưa nước của chất hoạt động bề mặt siloxan có thể chứa polyete như polyetylen oxit (PEO) và hỗn hợp của polyetylen oxit và propylen oxit polyete (PEO/PPO); monosacarit và disacarit; và nhóm không ion được tạo ra bởi dị vòng tan được trong nước như pyrrolidinon. Tỷ lệ của etylen oxit trên propylen oxit (EO/PO) có thể thay đổi trong hỗn hợp của polyetylen oxit và propylen oxit polyete.

Phần ưa nước của chất hoạt động bề mặt siloxan có thể bao gồm tổ hợp của phần ion và phần không ion. Ví dụ về phần này bao gồm polyete hoặc rượu polyhydric được tạo chức ion ở đầu mút hoặc được tạo chức ngẫu nhiên. Siloxan có phần không ion, nghĩa là, chất hoạt động bề mặt siloxan không ion có thể được ưu tiên để thực hiện sáng chế.

Phần kỵ nước và phần ưa nước trong cấu trúc của chất hoạt động bề mặt siloxan có thể được sắp xếp ở dạng polyme hai khối (AB), polyme ba khối (ABA) (trong đó "B" là gốc siloxan trong phân tử), hoặc polyme đa khối. Theo cách khác, chất hoạt động bề mặt siloxan có thể chứa polyme ghép.

Phần mô tả của Patent Mỹ số 6,841,616 cũng bộc lộ chất hoạt động bề mặt siloxan.

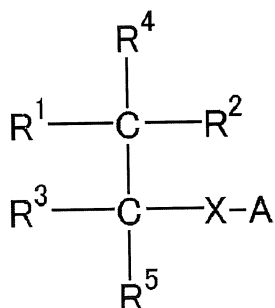
Ví dụ về chất hoạt động bề mặt anion hydrocacbon gốc siloxan bao gồm Noveon(R), có sẵn ở Lubrizol Advanced Materials, Inc., và silicon SilSense™PE-100 và silicon SilSense™CA-1, có sẵn ở Consumer Specialties.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt anion hydrocacbon cũng bao gồm chất hoạt động bề mặt sulfosuxinat, Lankropol(R) K8300, có sẵn ở Akzo Nobel Surface Chemistry LLC.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt sulfosuxinat hydrocacbon bao gồm diisodexyl natri sulfosuxinat (như Emulsogen(R) SB10, có sẵn ở Clariant AG) và diisotridexyl natri sulfosuxinat (như Polirol(R) TR/LNA, có sẵn ở Cesalpinia Chemicals SpA).

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon cũng bao gồm chất hoạt động bề mặt PolyFox(R) (như PolyFox™PF-156A và PolyFox™PF-136A), có sẵn ở Omnova Solutions, Inc.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon cũng bao gồm chất hoạt động bề mặt có công thức (1) dưới đây (sẽ được gọi dưới đây là chất hoạt động bề mặt (1)):



trong đó mỗi R<sup>1</sup> đến R<sup>5</sup> là H hoặc phân tử thế hóa trị một, trong đó ít nhất một trong số R<sup>1</sup> và R<sup>3</sup> là nhóm có công thức: -Y-R<sup>6</sup>, và ít nhất một trong số R<sup>2</sup> và R<sup>5</sup>

là nhóm có công thức:  $-X-A$  hoặc nhóm có công thức:  $-Y-R^6$ ;  $X$  là giống hoặc khác ở mỗi lần xuất hiện và là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai; là giống hoặc khác ở mỗi lần xuất hiện và là  $-COOM$ ,  $-SO_3M$ , hoặc  $-OSO_3M$  (trong đó  $M$  là  $H$ , nguyên tử kim loại,  $NR^7_4$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $R^7$  là  $H$  hoặc nhóm hữu cơ);  $Y$  là giống hoặc khác ở mỗi lần xuất hiện và là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm  $-S(=O)_2-$ ,  $-O-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONR^8-$ , và  $-NR^8CO-$ ;  $R^8$  là  $H$  hoặc nhóm hữu cơ;  $R^6$  là giống hoặc khác ở mỗi lần xuất hiện và là nhóm alkyl có hai nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và tùy ý chứa ít nhất một được chọn từ nhóm bao gồm nhóm cacbonyl, nhóm este, nhóm amit, và nhóm sulfonyl giữa các nguyên tử cacbon-cacbon; và bất kỳ hai trong số  $R^1$  đến  $R^5$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng.

Chất hoạt động bề mặt (1) sẽ được mô tả.

Trong công thức, mỗi  $R^1$  đến  $R^5$  là  $H$  hoặc phần tử thế hóa trị một, trong đó ít nhất một trong số  $R^1$  và  $R^3$  là nhóm có công thức:  $-Y-R^6$ , và ít nhất một trong số  $R^2$  và  $R^5$  là nhóm có công thức:  $-X-A$  hoặc nhóm có công thức:  $-Y-R^6$ . Bất kỳ hai trong số  $R^1$  đến  $R^5$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng.

Phần tử thế tùy ý được chứa trong nhóm alkyl là  $R^1$  tốt hơn là nguyên tử halogen, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm hydroxy, đặc biệt tốt hơn là nhóm metyl hoặc nhóm etyl.

Nhóm alkyl có vai trò là  $R^1$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.

Trong nhóm alkyl, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

$R^1$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và

có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có phần tử thế và có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, đặc biệt tốt hơn là nhóm metyl ( $-\text{CH}_3$ ) hoặc nhóm etyl ( $-\text{C}_2\text{H}_5$ ), tốt nhất là nhóm metyl ( $-\text{CH}_3$ ).

Phần tử thế hóa trị một tốt hơn là nhóm có công thức:  $-\text{Y}-\text{R}^6$ , nhóm có công thức:  $-\text{X}-\text{A}$ ,  $-\text{H}$ , nhóm alkyl  $\text{C}_{1-20}$  tùy ý có phần tử thế,  $-\text{NH}_2$ ,  $-\text{NHR}^9$  (trong đó  $\text{R}^9$  là nhóm hữu cơ),  $-\text{OH}$ ,  $-\text{COOR}^9$  (trong đó  $\text{R}^9$  là nhóm hữu cơ), hoặc  $-\text{OR}^9$  (trong đó  $\text{R}^9$  là nhóm hữu cơ). Số nguyên tử cacbon trong nhóm alkyl tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 10.

$\text{R}^9$  tốt hơn là nhóm alkyl  $\text{C}_{1-10}$  hoặc nhóm alkylcacbonyl  $\text{C}_{1-10}$ , tốt hơn nữa là nhóm alkyl  $\text{C}_{1-4}$  hoặc nhóm alkylcacbonyl  $\text{C}_{1-4}$ .

Trong công thức, X là giống hoặc khác ở mỗi lần xuất hiện và là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai.

Khi  $\text{R}^6$  không chứa nhóm bất kỳ trong số các nhóm cacbonyl, nhóm este, nhóm amit, và nhóm sulfonyl, X tốt hơn là nhóm liên kết hóa trị hai chứa ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm cacbonyl, nhóm este, nhóm amit, và nhóm sulfonyl.

X tốt hơn là nhóm liên kết hóa trị hai chứa ít nhất một liên kết được chọn từ nhóm bao gồm nhóm  $-\text{CO}-$ ,  $-\text{S}(=\text{O})_2-$ ,  $-\text{O}-$ ,  $-\text{COO}-$ ,  $-\text{OCO}-$ ,  $-\text{S}(=\text{O})_2-\text{O}-$ ,  $-\text{O}-\text{S}(=\text{O})_2-$ ,  $-\text{CONR}^8-$ , và  $-\text{NR}^8\text{CO}-$ , alkylen  $\text{C}_{1-10}$ , hoặc liên kết.  $\text{R}^8$  là H hoặc nhóm hữu cơ.

$\text{R}^8$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ  $\text{C}_{1-10}$ , tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ  $\text{C}_{1-4}$ , tốt hơn nữa là H.

Trong công thức, A là giống hoặc khác ở mỗi lần xuất hiện và là  $-\text{COOM}$ ,  $-\text{SO}_3\text{M}$ , hoặc  $-\text{OSO}_3\text{M}$  (trong đó M là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^7$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế,  $\text{R}^7$  là H hoặc nhóm hữu cơ, và bốn  $\text{R}^7$  có thể giống hoặc khác nhau).



$R^7$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ  $C_{1-10}$ , tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ  $C_{1-4}$ .

Ví dụ về nguyên tử kim loại bao gồm nguyên tử kim loại hóa trị một hoặc hóa trị hai như kim loại kiềm (nhóm 1) và kim loại kiềm thổ (nhóm 2), và nguyên tử kim loại tốt hơn là Na, K, hoặc Li.

M tốt hơn là H, nguyên tử kim loại, hoặc  $NR^7_4$ , tốt hơn nữa là H, kim loại kiềm (nhóm 1), kim loại kiềm thổ (nhóm 2), hoặc  $NR^7_4$ , tốt hơn nữa là H, Na, K, Li, hoặc  $NH_4$ , còn tốt hơn là Na, K, hoặc  $NH_4$ , đặc biệt tốt hơn là Na hoặc  $NH_4$ , tốt nhất là  $NH_4$ .

Trong công thức, Y là giống hoặc khác ở mỗi lần xuất hiện và là nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm  $-S(=O)_2-$ ,  $-O-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONR^8-$ , và  $-NR^8CO-$ , hoặc liên kết, và  $R^8$  là H hoặc nhóm hữu cơ.

Y tốt hơn là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm  $-O-$ ,  $-COO-$ ,  $-OCO-$ ,  $-CONR^8-$ , và  $-NR^8CO-$ , tốt hơn nữa là liên kết hoặc nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm  $-COO-$  và  $-OCO-$ .

$R^8$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ  $C_{1-10}$ , tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ  $C_{1-4}$ , tốt hơn nữa là H.

Trong công thức,  $R^6$  là giống hoặc khác ở mỗi lần xuất hiện và là nhóm alkyl có hai nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và tùy ý chứa ít nhất một được chọn từ nhóm bao gồm nhóm cacbonyl, nhóm este, nhóm amit, và nhóm sulfonyl giữa các nguyên tử cacbon-cacbon. Số nguyên tử cacbon trong nhóm hữu cơ trong  $R^6$  tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 20, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 10.

Nhóm alkyl trong  $R^6$  có thể chứa một hoặc hai hoặc nhiều hơn ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm cacbonyl, nhóm este, nhóm amit, và nhóm sulfonyl ở giữa các nguyên tử cacbon-cacbon nhưng không chứa nhóm này ở các đầu của nhóm alkyl. Trong nhóm alkyl trong  $R^6$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm

alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

$R^6$  tốt hơn là

nhóm có công thức:  $-R^{10}-CO-R^{11}$ ,

nhóm có công thức:  $-R^{10}-COO-R^{11}$ ,

nhóm có công thức:  $-R^{11}$ ,

nhóm có công thức:  $-R^{10}-NR^8CO-R^{11}$ , hoặc

nhóm có công thức:  $-R^{10}-CONR^8-R^{11}$ ,

trong đó  $R^8$  là H hoặc nhóm hữu cơ,  $R^{10}$  là nhóm alkylen, và  $R^{11}$  là nhóm alkyl tùy ý có phần tử thế.

$R^6$  tốt hơn nữa là nhóm có công thức:  $-R^{10}-CO-R^{11}$ .

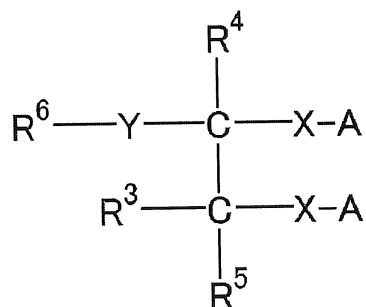
$R^8$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ  $C_{1-10}$ , tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ  $C_{1-4}$ , tốt hơn nữa là H.

Số nguyên tử cacbon trong nhóm alkylen trong  $R^{10}$  tốt hơn là một hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là ba hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 20 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 12 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 10 hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 8 hoặc nhỏ hơn. Hơn nữa, số nguyên tử cacbon trong nhóm alkylen trong  $R^{10}$  tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 20, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 10, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 10.

Số nguyên tử cacbon trong nhóm alkyl trong  $R^{11}$  có thể là nằm trong khoảng từ 1 đến 20 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 15, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 12, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 10, còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 8, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 6, vẫn còn tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 3, đặc biệt tốt hơn là 1 hoặc 2, tốt nhất là 1. Hơn nữa, nhóm alkyl trong  $R^{11}$  tốt hơn là chỉ chứa cacbon bậc một, cacbon bậc hai, và cacbon bậc ba, đặc biệt tốt hơn là chỉ chứa cacbon bậc một và cacbon bậc hai. Nghĩa là,  $R^{11}$  tốt hơn là nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm n-propyl, hoặc nhóm isopropyl, tốt nhất là nhóm metyl.

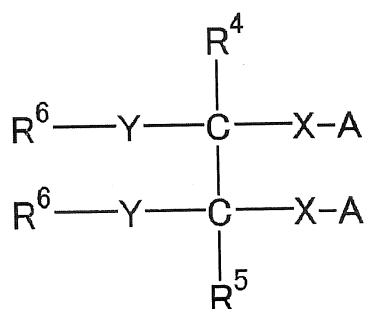
Chất hoạt động bề mặt (1) tốt hơn là hợp chất có công thức (1-1), hợp chất có công thức (1-2), hoặc hợp chất có công thức (1-3), tốt hơn nữa là hợp chất có công thức (1-1) hoặc hợp chất có công thức (1-2).

Công thức (1-1):



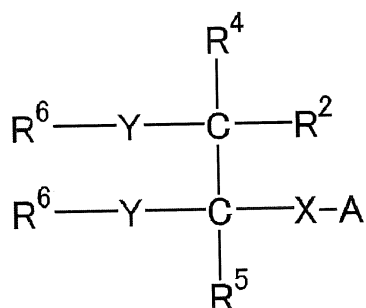
trong đó R<sup>3</sup> đến R<sup>6</sup>, X, A, và Y được xác định như nêu trên.

Công thức (1-2):



trong đó R<sup>4</sup> đến R<sup>6</sup>, X, A, và Y được xác định như nêu trên.

Công thức (1-3):



trong đó R<sup>2</sup>, R<sup>4</sup> đến R<sup>6</sup>, X, A, và Y được xác định như nêu trên.

Nhóm có công thức: -X-A tốt hơn là

-COOM,

-R<sup>12</sup>COOM,

$-\text{SO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{OSO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{R}^{12}\text{SO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{R}^{12}\text{OSO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{OCO}-\text{R}^{12}-\text{COOM}$ ,  
 $-\text{OCO}-\text{R}^{12}-\text{SO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{OCO}-\text{R}^{12}-\text{OSO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{COO}-\text{R}^{12}-\text{COOM}$ ,  
 $-\text{COO}-\text{R}^{12}-\text{SO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{COO}-\text{R}^{12}-\text{OSO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{CONR}^8-\text{R}^{12}-\text{COOM}$ ,  
 $-\text{CONR}^8-\text{R}^{12}-\text{SO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{CONR}^8-\text{R}^{12}-\text{OSO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{NR}^8\text{CO}-\text{R}^{12}-\text{COOM}$ ,  
 $-\text{NR}^8\text{CO}-\text{R}^{12}-\text{SO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{NR}^8\text{CO}-\text{R}^{12}-\text{OSO}_3\text{M}$ ,  
 $-\text{OS}(=\text{O})_2-\text{R}^{12}-\text{COOM}$ ,  
 $-\text{OS}(=\text{O})_2-\text{R}^{12}-\text{SO}_3\text{M}$ , hoặc  
 $-\text{OS}(=\text{O})_2-\text{R}^{12}-\text{OSO}_3\text{M}$

trong đó  $\text{R}^8$  và  $\text{M}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{12}$  là nhóm alkylen  $\text{C}_{1-10}$ .

Trong nhóm alkylen trong  $\text{R}^{12}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkylen không được halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm có công thức:  $-\text{Y}-\text{R}^6$  tốt hơn là

nhóm có công thức:  $-\text{R}^{10}-\text{CO}-\text{R}^{11}$ ,

nhóm có công thức:  $-\text{OCO}-\text{R}^{10}-\text{CO}-\text{R}^{11}$ ,

nhóm có công thức:  $-\text{COO}-\text{R}^{10}-\text{CO}-\text{R}^{11}$ ,

nhóm có công thức:  $-\text{OCO}-\text{R}^{10}-\text{COO}-\text{R}^{11}$ ,

nhóm có công thức:  $-\text{COO}-\text{R}^{11}$ ,

nhóm có công thức:  $-\text{NR}^8\text{CO}-\text{R}^{10}-\text{CO}-\text{R}^{11}$ , hoặc

nhóm có công thức:  $-\text{CONR}^8-\text{R}^{10}-\text{NR}^8\text{CO}-\text{R}^{11}$ ,

trong đó  $\text{R}^8$ ,  $\text{R}^{10}$ , và  $\text{R}^{11}$  được xác định như nêu trên.

Trong công thức, mỗi  $\text{R}^4$  tốt hơn là H hoặc nhóm alkyl  $\text{C}_{1-4}$  độc lập.

Trong nhóm alkyl trong  $\text{R}^4$  và  $\text{R}^5$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

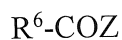
$\text{R}^3$  trong công thức (1-1) tốt hơn là H hoặc nhóm alkyl  $\text{C}_{1-20}$  tùy ý có phần tử thế, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm alkyl  $\text{C}_{1-20}$  không có phần tử thế, tốt hơn nữa là H.

Trong nhóm alkyl trong  $\text{R}^3$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

$\text{R}^2$  trong công thức (1-3) tốt hơn là H, OH, hoặc nhóm alkyl  $\text{C}_{1-20}$  tùy ý có phần tử thế, tốt hơn nữa là H, OH, hoặc nhóm alkyl  $\text{C}_{1-20}$  không có phần tử thế, tốt hơn nữa là H hoặc OH.

Trong nhóm alkyl trong  $\text{R}^2$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

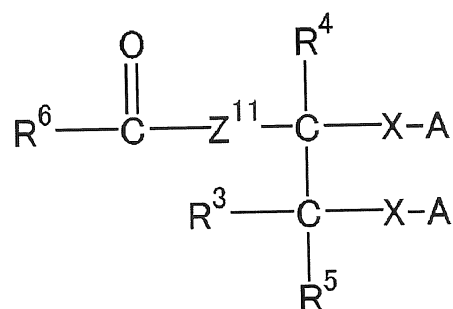
Chất hoạt động bề mặt (1) có thể được tạo ra một cách thích hợp bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (11) thu halogenua axit carboxylic có công thức:



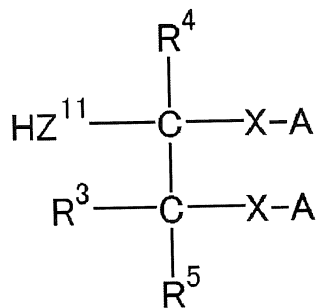
trong đó  $R^6$  được xác định như nêu trên, và Z là nguyên tử halogen, bằng phản ứng của axit carboxylic có công thức:



trong đó  $R^6$  được xác định như nêu trên, với chất halogen hóa; và bước (12) thu hợp chất (12) có công thức:



trong đó  $R^3$  đến  $R^6$ , X, A, và  $Z^{11}$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho halogenua axit carboxylic phản ứng với hợp chất có công thức:



trong đó  $R^3$  đến  $R^5$ , X, và A được xác định như nêu trên, và  $Z^{11}$  là  $-\text{CH}_2\text{O}-$ ,  $-\text{O}-$ , hoặc  $-\text{NH}-$ .

$R^3$  trong công thức của hợp chất axit tốt hơn là  $-\text{H}$  hoặc nhóm có công thức:  $-\text{Z}^{11}\text{H}$ , trong đó  $Z^{11}$  được xác định như nêu trên. Khi  $R^3$  là nhóm có công thức:  $-\text{Z}^{11}\text{H}$ , nhóm này phản ứng với halogenua axit carboxylic trong bước (12), nhờ đó tạo ra nhóm có công thức:  $-\text{Z}^{11}\text{-CO-R}^6$ , trong đó  $R^6$  và  $Z^{11}$  được xác định như nêu trên.

Ví dụ về chất halogen hóa được sử dụng trong bước (11) bao gồm oxalyl clorua, thionyl clorua, diethylamino lưu huỳnh triflorua (DAST), Deoxo-Flo (deoxyflo), và 1,1,2,2-tetraflo-N,N-dimetyletylamin (TFEDMA).

Z tốt hơn là F hoặc Cl, tốt hơn nữa là Cl.

Đối với tỷ lệ phản ứng của axit carboxylic với chất halogen hóa trong bước (11), lượng chất halogen hóa tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 5,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 2,0 mol, so với 1 mol axit carboxylic, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải. Hơn nữa, lượng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 5,0 mol.

Phản ứng trong bước (11) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi bao gồm este, keton, hydrocacbon thơm, ete, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, hydrocacbon được halogen hóa, nitril, pyridin, hoặc hỗn hợp của chúng.

Ví dụ về este bao gồm etyl axetat, butyl axetat, etylen glycol monometyl ete axetat, và propylen glycol monometyl ete axetat (PGMEA, cũng được biết là 1-metoxi-2-axetoxipropan). Trong số chúng, etyl axetat được ưu tiên.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, methyl etyl keton, methyl isobutyl keton, cyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol diethyl ete. Trong số chúng, diethyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrrolidon, 2-pyrrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrrolidon có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (11) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 100°C. Hơn nữa, nhiệt độ phản ứng tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C.

Áp suất phản ứng trong bước (11) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (11) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của halogenua axit carboxylic với hợp chất axit trong bước (12), lượng hợp chất axit tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 5,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 2,0 mol, so với 1 mol halogenua axit carboxylic, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (12) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của axit. Ví dụ về axit bao gồm axit sulfuric, axit metansulfonic, và axit p-toluensulfonic. Trong số chúng, axit sulfuric được ưu tiên.

Lượng axit được sử dụng trong bước (12) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,00001 đến 1,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 1,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,00005 đến 0,1 mol, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,1 mol, so với 1 mol halogenua axit carboxylic, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

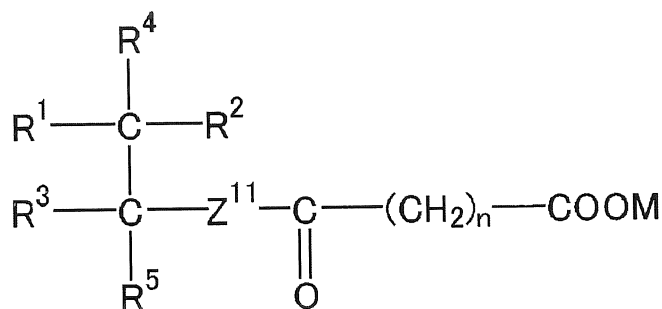
Nhiệt độ phản ứng trong bước (12) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 100°C.

Áp suất phản ứng trong bước (12) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

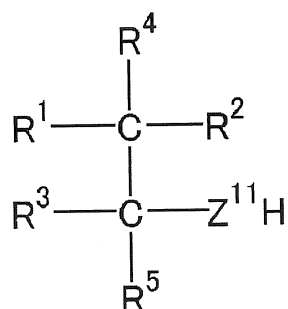
Thời gian phản ứng trong bước (12) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Chất hoạt động bề mặt (1) có thể được tạo ra một cách thích hợp cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (21) thu hợp chất (21) có công thức:

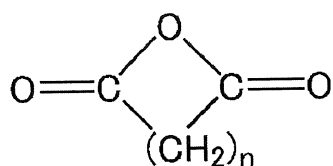




trong đó  $\text{R}^1$  đến  $\text{R}^5$ ,  $\text{Z}^{11}$ , M, và n được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của hợp chất (20) có công thức:



trong đó  $\text{R}^1$  đến  $\text{R}^5$  được xác định như nêu trên,  $\text{Z}^{11}$  là  $-\text{CH}_2\text{O}-$ ,  $-\text{O}-$ , hoặc  $-\text{NH}-$ , với axit anhydrit có công thức:



trong đó n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5.

$\text{R}^2$  trong công thức của hợp chất (20) tốt hơn là  $-\text{H}$  hoặc nhóm có công thức:  $-\text{Z}^{11}\text{H}$ , trong đó  $\text{Z}^{11}$  được xác định như nêu trên. Khi  $\text{R}^2$  là nhóm có công thức:  $-\text{Z}^{11}\text{H}$ , nhóm này phản ứng với axit anhydrit trong bước (21), nhờ đó tạo ra nhóm có công thức:  $-\text{Z}^{11}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_n-\text{COOM}$ , trong đó  $\text{Z}^{11}$ , M, và n được xác định như nêu trên. Hợp chất (20) có thể là hydroclorua, sulfat, hoặc tương tự miễn là nó có cấu trúc có công thức này.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (20) với axit anhydrit trong bước (21), lượng axit anhydrit tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 5,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,2 đến

10 mol, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,6 đến 4,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (20), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (21) có thể được thực hiện với sự có mặt của bazơ.

Ví dụ về bazơ bao gồm amin, kali hydroxit, natri hydroxit, và kali cacbonat.

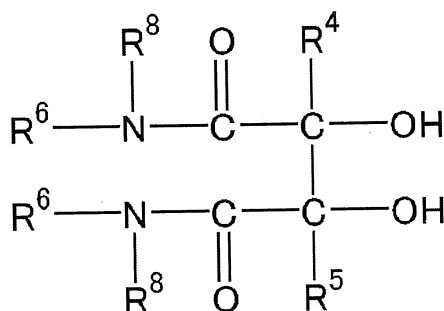
Ví dụ về amin bao gồm amin bậc ba như trimetylamin, trietylamin, tributylamin, N,N-dimetylanilin, dimetylbenzylamin, và N,N,N',N'-tetrametyl-1,8-naphthalen diamin, amin thơm phức hợp như pyridin, pyrol, uraxil, colidin, và lutidin, và amin vòng như 1,8-diaza-bixyclo[5,4,0]-7-undecen và 1,5-diaza-bixyclo[4,3,0]-5-nonen. Trong số chúng, pyridin hoặc trietylamin được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (21) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C. Hơn nữa, nhiệt độ phản ứng tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C.

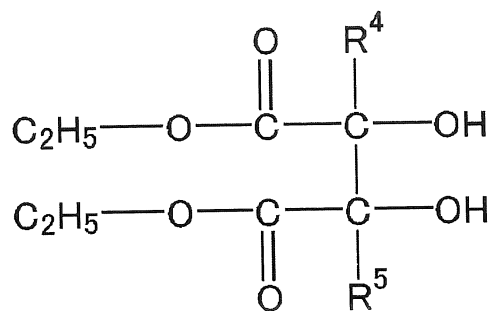
Áp suất phản ứng trong bước (21) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (21) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

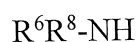
Chất hoạt động bề mặt (1) có thể được tạo ra một cách thích hợp cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (31) thu hợp chất (31) có công thức:



trong đó  $R^4$  đến  $R^6$  và  $R^8$  được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của este của axit tartaric có công thức:

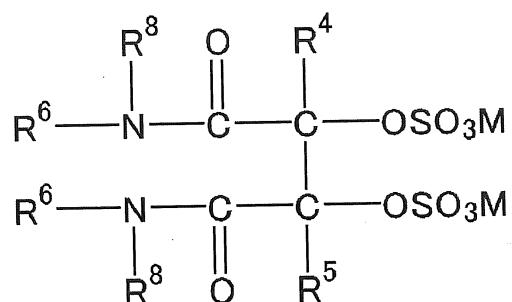


trong đó  $\text{R}^4$  và  $\text{R}^5$  được xác định như nêu trên, với amin có công thức:

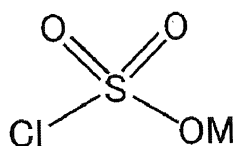


trong đó  $\text{R}^6$  và  $\text{R}^8$  được xác định như nêu trên; và bước (32) thu hợp chất (32)

có công thức:



trong đó  $\text{R}^4$  đến  $\text{R}^6$ ,  $\text{R}^8$ , và  $\text{M}$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (31) phản ứng với axit closulfonic có công thức:



trong đó  $\text{M}$  được xác định như nêu trên.

Đối với tỷ lệ phản ứng của este của axit tartaric với amin trong bước (31), lượng amin tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 5,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,2 đến 5 mol, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,6 đến 5,0 mol, so với 1 mol este của axit tartaric, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (31) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là rượu, ete, hydrocacbon halogen hóa, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, hoặc nitril.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về ete bao gồm tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete.

Ví dụ về hydrocacbon halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrolidon, 2-pyrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrolidon có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (31) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 100°C.

Áp suất phản ứng trong bước (31) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (31) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (31) với axit closulfonic trong bước (32), lượng axit closulfonic tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 50 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,6 đến 20 mol, so với 1 mol của hợp chất (31), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (32) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của bazơ. Ví dụ về bazơ bao gồm kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm thổ hydroxit, và amin. Trong số chúng, amin có thể được ưu tiên.

Ví dụ về amin trong bước (32) bao gồm amin bậc ba như trimetylamin, trietylamin, tributylamin, N,N-dimetylanilin, dimetylbenzylamin, và N,N,N',N'-tetrametyl-1,8-naphtalen diamin, amin thiom phức hợp như pyridin, pyrol, uraxil, colidin, và lutidin, và amin vòng như 1,8-diaza-bixyclo[5,4,0]-7-undecen và 1,5-diaza-bixyclo[4,3,0]-5-nonen. Trong số chúng, trietylamin được ưu tiên.

Lượng bazơ được sử dụng trong bước (32) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 50 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 20 mol, so với 1 mol của hợp chất (31), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (32) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là nitril, hydrocacbon halogen hóa, dimetylsulfoxit, sulfolan, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, hoặc ete.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrrolidon, 2-pyrrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrrolidon có thể được ưu tiên.

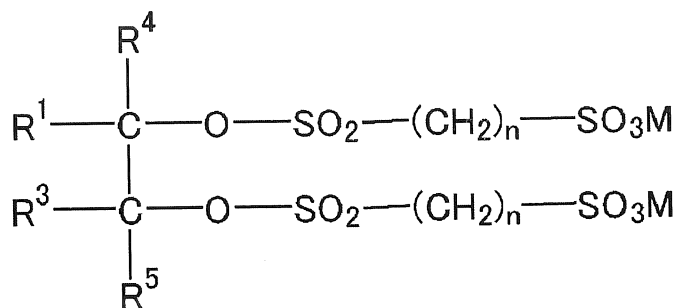
Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (32) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -78 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 100°C, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 50°C.

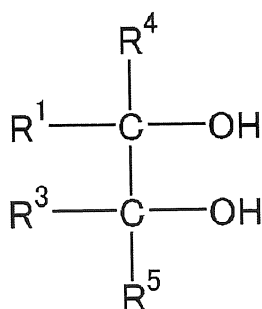
Áp suất phản ứng trong bước (32) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 Pa.

Thời gian phản ứng trong bước (32) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

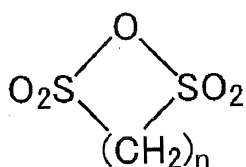
Chất hoạt động bề mặt (1) có thể được tạo ra một cách thích hợp cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (41) thu hợp chất (41) có công thức:



trong đó  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^3$  đến  $\text{R}^5$ ,  $\text{M}$ , và  $n$  được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của rượu có công thức:



trong đó  $\text{R}^1$  và  $\text{R}^3$  đến  $\text{R}^5$  được xác định như nêu trên, với axit anhydrit có công thức:



trong đó  $n$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5.

Đối với tỷ lệ phản ứng của rượu với axit anhydrit trong bước (41), lượng axit anhydrit tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 4,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,2 đến 4,0 mol, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,6 đến 4,0 mol, so với 1 mol rượu, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (41) có thể được thực hiện với sự có mặt của bazơ.

Ví dụ về bazơ bao gồm amin, kali hydroxit, natri hydroxit, và kali cacbonat.

Ví dụ về amin bao gồm amin bậc ba như trimetylamin, trietylamin, tributylamin, N,N-dimetylanilin, dimetylbenzylamin, và N,N,N',N'-tetrametyl-1,8-

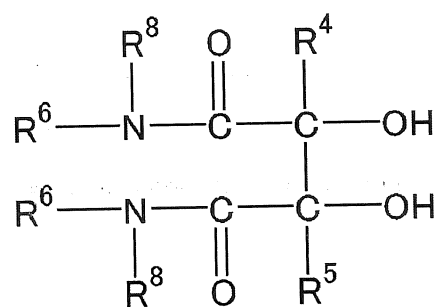
naphtalen diamin, amin thơm phức hợp như pyridin, pyrol, uraxil, colidin, và lutidin, và amin vòng như 1,8-diaza-bixyclo[5,4,0]-7-undecen và 1,5-diaza-bixyclo[4,3,0]-5-nonen. Trong số chúng, pyridin hoặc triethylamin được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (41) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C.

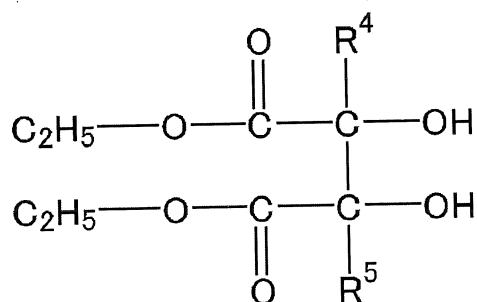
Áp suất phản ứng trong bước (41) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (41) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

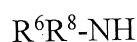
Chất hoạt động bề mặt (1) có thể được tạo ra một cách thích hợp cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (31) thu hợp chất (31) có công thức:



trong đó R<sup>4</sup> đến R<sup>6</sup> và R<sup>8</sup> được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của este của axit tartaric có công thức:

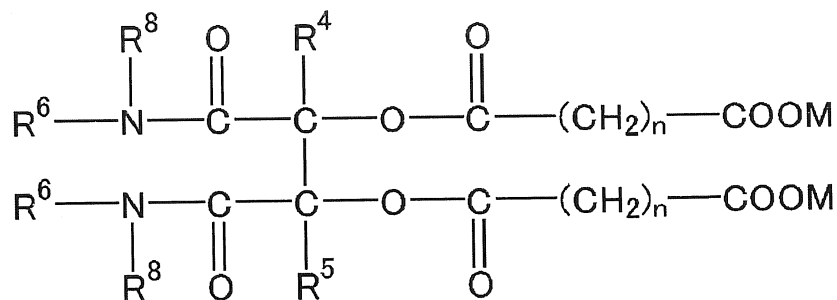


trong đó R<sup>4</sup> và R<sup>5</sup> được xác định như nêu trên, với amin có công thức:

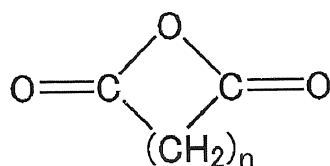


trong đó R<sup>6</sup> và R<sup>8</sup> được xác định như nêu trên; và

bước (51) thu hợp chất (51) có công thức:



trong đó  $R^4$  đến  $R^6$ ,  $R^8$ ,  $M$ , và  $n$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (31) phản ứng với axit anhydrit có công thức:



trong đó  $n$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (31) với axit anhydrit trong bước (51), lượng axit anhydrit tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 4,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,2 đến 4,0 mol, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,6 đến 4,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (31), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (51) có thể được thực hiện với sự có mặt của bazơ.

Ví dụ về bazơ bao gồm amin, kali hydroxit, natri hydroxit, và kali cacbonat.

Ví dụ về amin bao gồm amin bậc ba như trimetylamin, trietylamin, tributylamin, N,N-dimetylanilin, dimetylbenzylamin, và N,N,N',N'-tetrametyl-1,8-naphthalen diamin, amin thơm phức hợp như pyridin, pyrrol, uraxil, colidin, và lutidin, và amin vòng như 1,8-diaza-bixyclo[5,4,0]-7-undecen và 1,5-diaza-bixyclo[4,3,0]-5-nonen. Trong số chúng, pyridin hoặc trietylamin được ưu tiên.

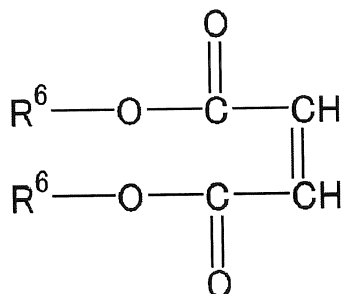
Nhiệt độ phản ứng trong bước (51) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C.

Áp suất phản ứng trong bước (51) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

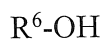


Thời gian phản ứng trong bước (51) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

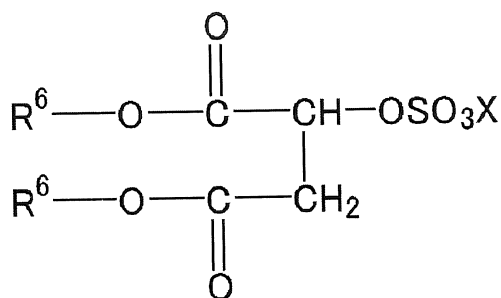
Chất hoạt động bề mặt (1) có thể được tạo ra một cách thích hợp cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (61) thu hợp chất (61) có công thức:



trong đó  $\text{R}^6$  được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của rượu có công thức:



trong đó  $\text{R}^6$  được xác định như nêu trên, với fumarat halogenua; và bước (62) thu hợp chất (62) có công thức:



trong đó  $\text{R}^6$  và  $\text{X}$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (61) phản ứng với chất sulfonat hóa như natri bisulfit.

Ví dụ về fumarat halogenua được sử dụng trong bước (61) bao gồm fumaryl clorua, fumaryl florua, và fumaryl bromua.

Đối với tỷ lệ phản ứng của rượu với fumarat halogenua trong bước (61), lượng fumarat halogenua tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,0 mol, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,7 mol, so với 1 mol rượu, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (61) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi bao gồm este, keton, hydrocacbon thơm, ete, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, hydrocacbon được halogen hóa, nitril, pyridin, hoặc hỗn hợp của chúng.

Ví dụ về este bao gồm etyl axetat, butyl axetat, etylen glycol monometyl ete axetat, và propylen glycol monometyl ete axetat (PGMEA, cũng được biết là 1-metoxi -2-axetoxipropan). Trong số chúng, etyl axetat được ưu tiên.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrrolidon, 2-pyrrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrrolidon có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (61) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong bước (61) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (61) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Trong bước (62), hợp chất (62) được tạo ra bằng phản ứng bổ sung của hợp chất (61) có liên kết đôi vào chất sulfonat hóa như natri bisulfít.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (61) với chất sulfonat hóa trong bước (62), lượng chất sulfonat hóa tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 10,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 10,0 mol, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,2 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (61), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Bước (62) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi tan được trong nước, và ví dụ về chúng bao gồm nước, rượu, ete, và nitril.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về ete bao gồm tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete.

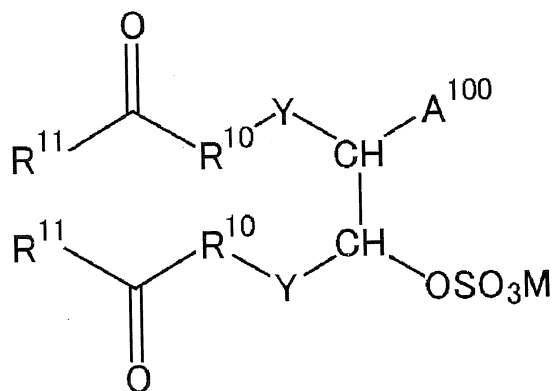
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (62) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 150°C.

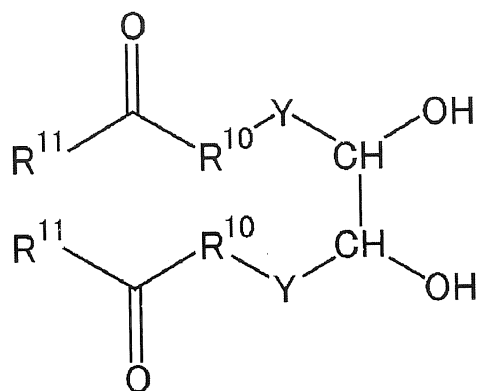
Áp suất phản ứng trong bước (62) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (62) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Chất hoạt động bề mặt (1) có thể được tạo ra một cách thích hợp cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (71) thu hợp chất (71) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{10}$ ,  $\text{R}^{11}$ , và Y được xác định như nêu trên,  $\text{A}^{100}$  là -OH hoặc -OSO<sub>3</sub>M, và M được xác định như nêu trên, bằng quá trình este hóa sulfat của hợp chất (70) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{10}$ ,  $\text{R}^{11}$ , và  $\text{Y}$  được xác định như nêu trên.

Quá trình este hóa sulfat trong bước (71) có thể được thực hiện bằng cách cho hợp chất (70) phản ứng với chất phản ứng sulfat hóa. Ví dụ về chất phản ứng sulfat hóa bao gồm phức chất lưu huỳnh trioxit amin như phức chất lưu huỳnh trioxit pyridin, phức chất lưu huỳnh trioxit trimetylamin, và phức chất lưu huỳnh trioxit trietylamin, phức chất lưu huỳnh trioxit amit như phức chất lưu huỳnh trioxit dimetylformamit, axit sulfuric-dixyclohexylcarbodiimide, axit closulfuric, axit sulfuric đậm đặc, và axit sulfamic. Lượng chất phản ứng sulfat hóa được sử dụng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,7 đến 4 mol, so với 1 mol của hợp chất (70). Điều chỉnh lượng chất phản ứng sulfat hóa được sử dụng để este hóa sulfat của một hoặc cả hai nhóm  $-\text{OH}$  chứa trong hợp chất (20).

Quá trình este hóa sulfat trong bước (71) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, pyridin, dimetylsulfoxit, sulfolan, và nitril.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

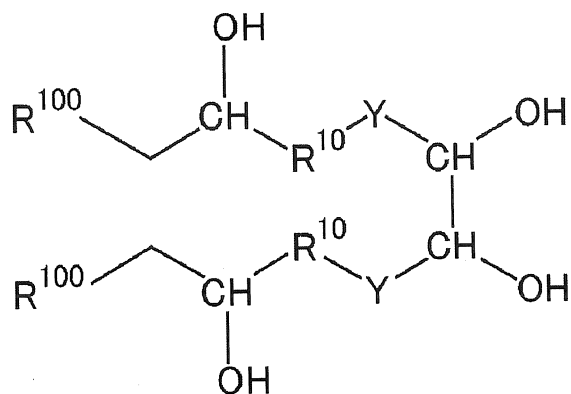
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ este hóa sulfat trong bước (71) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 150°C.

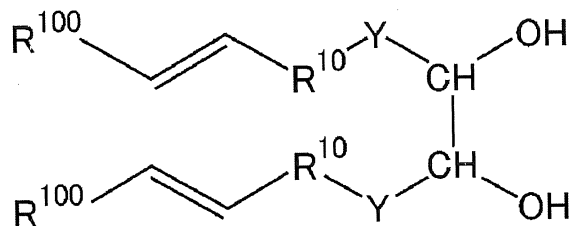
Áp suất este hóa sulfat trong bước (71) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa.

Thời gian este hóa sulfat trong bước (71) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Hợp chất (70) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (101) thu hợp chất (101) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{10}$ ,  $\text{R}^{100}$ , và Y được xác định như nêu trên, bằng cách hydroxyl hóa hợp chất (100) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{10}$  và Y được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{100}$  là nhóm alkyl; và bước (102) thu hợp chất (70) bằng cách oxy hóa hợp chất (101).

Nhóm alkyl có vai trò là  $\text{R}^{100}$  tạo ra  $\text{R}^{11}$  nêu trên ở dạng  $\text{R}^{100}-\text{CH}_2-$ .

Quá trình hydroxyl hóa trong bước (101) có thể được thực hiện, ví dụ, bằng phương pháp (1) cho phép sắt (II) phtaloxyanin ( $\text{Fe}(\text{Pc})$ ) và natri borohydrua hoạt động trên hợp chất (100) trong khí oxy, hoặc phương pháp (2) cho phép

isopinocampheylboran ( $\text{IpcBH}_2$ ) hoạt động trên hợp chất (100), sau đó oxy hóa hợp chất trung gian (dialkylboran) cần thu.

Trong phương pháp (1), sắt (II) phtaloxyanin có thể được sử dụng với lượng bằng lượng của chất xúc tác, như lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1,2 mol, so với 1 mol của hợp chất (100).

Trong phương pháp (1), natri borohydrua có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 mol, so với 1 mol của hợp chất (100).

Phản ứng trong phương pháp (1) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, nitril, và hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrolidon, 2-pyrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrolidon có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong phương pháp (1) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong phương pháp (1) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong phương pháp (1) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Trong phương pháp (2), isopinocampheylboran có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (100).

Phản ứng của hợp chất (100) với isopinocampheylboran có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng của hợp chất (100) với isopinocampheylboran tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

Áp suất phản ứng của hợp chất (100) với isopinocampheylboran tốt hơn là 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng của hợp chất (100) với isopinocampheylboran tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Quá trình oxy hóa trong phương pháp (2) có thể được thực hiện bằng cho phép chất oxy hóa hoạt động trên hợp chất trung gian. Ví dụ về chất oxy hóa bao gồm hydro peroxit. Chất oxy hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,7 đến 10 mol so với 1 mol chất trung gian.

Quá trình oxy hóa trong phương pháp (2) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi bao gồm nước, metanol, và etanol. Trong số chúng, nước được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong phương pháp (2) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 80°C.

Áp suất oxy hóa trong phương pháp (2) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian oxy hóa trong phương pháp (2) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Ví dụ về phương pháp oxy hóa hợp chất (101) trong bước (102) bao gồm phương pháp (a) sử dụng chất phản ứng Jones ( $\text{CrO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (sự oxy hóa Jones), phương pháp (b) sử dụng Dess-Martin Periodinane (DMP) (sự oxy hóa Dess-Martin), phương pháp (c) sử dụng pyridin clochromat (PCC), phương pháp (d) cho phép tẩy trắng (dung dịch chứa nước  $\text{NaOCl}$  nằm trong khoảng từ 5 đến 6%) để hoạt động với sự có mặt của hợp chất niken như  $\text{NiCl}_2$ , và phương pháp (e) cho phép thụ thể hydro như aldehyt và keton hoạt động với sự có mặt của chất xúc tác nhôm như  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  và  $\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$  (sự oxy hóa Oppenauer).

Quá trình oxy hóa trong bước (102) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi là nước và dung môi hữu cơ có thể được ưu tiên, và ví dụ về chúng bao gồm nước, keton, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, và nitril.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

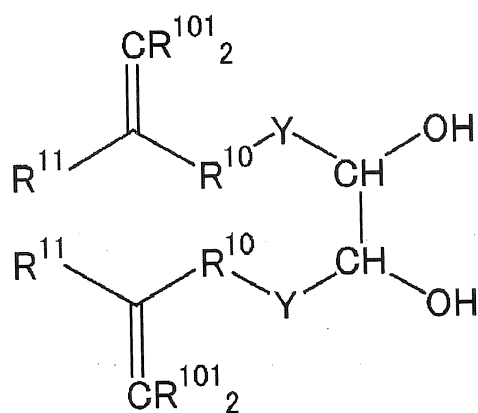
Nhiệt độ oxy hóa trong bước (102) tốt hơn là nằm trong khoảng từ  $-78$  đến  $200^\circ\text{C}$  và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.



Áp suất oxy hóa trong bước (102) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Thời gian oxy hóa trong bước (102) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Hợp chất (70) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (201) thu hợp chất (70) bằng quá trình oxy hóa bằng ozon của hợp chất (200) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{10}$ ,  $\text{R}^{11}$ , và  $\text{Y}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{101}$  là nhóm hữu cơ.

Mỗi  $\text{R}^{101}$  tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon. Bốn  $\text{R}^{101}$  có thể giống hoặc khác nhau.

Quá trình oxy hóa bằng ozon trong bước (201) có thể được thực hiện bằng cách cho ozon hoạt động trên hợp chất (200), sau đó xử lý sau bằng chất khử.

Ozon có thể được tạo ra bằng sự phóng điện không ồn trong khí oxy.

Ví dụ về chất khử được sử dụng để xử lý sau bao gồm kẽm, dimetyl sulfua, thioure, phosphin. Trong số chúng, phosphin có thể được ưu tiên.

Quá trình oxy hóa bằng ozon trong bước (201) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là nước hoặc dung môi hữu cơ. Ví dụ về chúng bao gồm nước, rượu, axit carboxylic, etc, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol. Trong số chúng, metanol và etanol có thể được ưu tiên.

Ví dụ về axit carboxylic bao gồm axit axetic và axit propionic. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

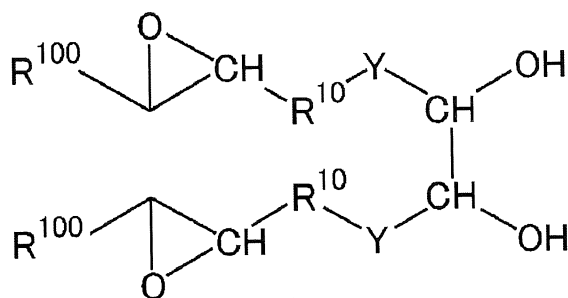
Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa bằng ozon trong bước (201) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

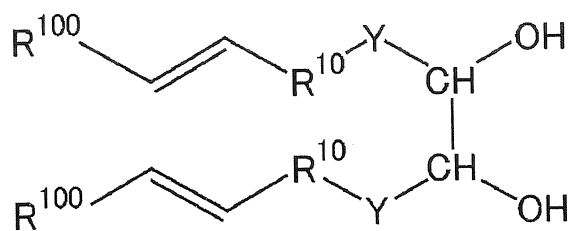
Áp suất oxy hóa bằng ozon trong bước (201) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian oxy hóa bằng ozon trong bước (201) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

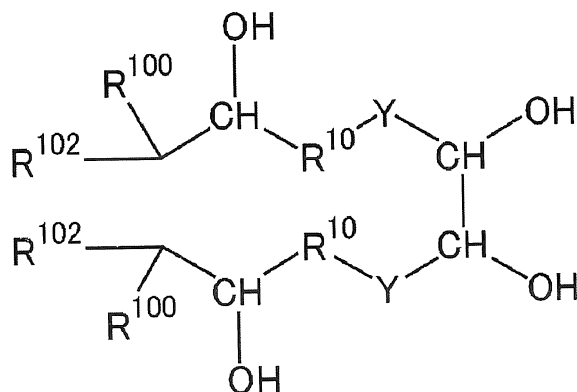
Hợp chất (70) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (301) thu hợp chất (301) có công thức:



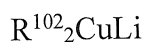
trong đó  $R^{10}$ ,  $R^{100}$ , và Y được xác định như nêu trên, bằng cách epoxy hóa hợp chất (300) có công thức:



trong đó  $R^{10}$  và  $Y$  được xác định như nêu trên, và  $R^{100}$  là nhóm alkyl; bước (302) thu hợp chất (302) có công thức:



trong đó  $R^{10}$ ,  $R^{100}$ ,  $R^{102}$ , và  $Y$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (301) phản ứng với dialkyl đồng lithi có công thức:



trong đó  $R^{102}$  là nhóm alkyl; và bước (303) thu hợp chất (70) bằng cách oxy hóa hợp chất (302).

Nhóm alkyl có vai trò là  $R^{100}$  và  $R^{102}$  tạo ra  $R^{11}$  nêu trên ở dạng  $R^{100}R^{102}-CH-$ .

Hai  $R^{100}$  có thể giống hoặc khác nhau. Hai  $R^{102}$  có thể giống hoặc khác nhau.

Quá trình epoxy hóa trong bước (301) có thể được thực hiện bằng cách cho chất epoxy hóa hoạt động trên hợp chất (300).

Ví dụ về chất epoxy hóa bao gồm peraxit như axit metacloperbenzoic (m-CPBA), axit perbenzoic, hydro peroxit, và tert-butyl hydroperoxit, dimetyldioxiran, và metyltriflometyldioxiran. Trong số chúng, peraxit có thể được ưu tiên, và axit metacloperbenzoic có thể được ưu tiên hơn.

Chất epoxy hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0 mol so với 1 mol của hợp chất (300).

Quá trình epoxy hóa trong bước (301) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm keton, etc,

hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, nitril, pyridin, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, và dimethylsulfoxit. Trong số chúng diclometan được ưu tiên.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, methyl ethyl keton, methyl isobutyl keton, cyclohexanon, và rượu diacetone. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và diethylen glycol diethyl ete. Trong số chúng, diethyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimethylformamit, N,N-dimethylacetamit, N-methyl-2-pyrrolidon, 2-pyrrolidon, và 1,3-dimethyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimethylformamit, N,N-dimethylacetamit, và N-methyl-2-pyrrolidon có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ epoxy hóa trong bước (301) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -40 đến 150°C.

Áp suất epoxy hóa trong bước (301) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian epoxy hóa trong bước (301) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Dialkyl đồng lithi có thể được sử dụng trong bước (302) với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0 mol so với 1 mol của hợp chất (301).

Phản ứng trong bước (302) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về ete bao gồm diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và diethylen glycol diethyl ete. Trong số chúng, diethyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (302) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -40 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong bước (302) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (302) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Ví dụ về phương pháp oxy hóa hợp chất (302) trong bước (303) bao gồm phương pháp (a) sử dụng chất phản ứng Jones ( $\text{CrO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (sự oxy hóa Jones), phương pháp (b) sử dụng Dess-Martin Periodinane (DMP) (sự oxy hóa Dess-Martin), phương pháp (c) sử dụng pyridin clochromat (PCC), phương pháp (d) cho phép tẩy trắng (dung dịch chứa nước NaOCl nằm trong khoảng từ 5 đến 6%) để hoạt động với sự có mặt của hợp chất niken như  $\text{NiCl}_2$ , và phương pháp (e) cho phép thụ thể hydro như aldehyt và keton để hoạt động với sự có mặt của chất xúc tác nhôm như  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  và  $\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$  (sự oxy hóa Oppenauer).

Quá trình oxy hóa trong bước (303) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi là nước và dung môi hữu cơ có thể được ưu tiên, và ví dụ về chúng bao gồm nước, keton, rượu, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, và nitril.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol. Trong số chúng, metanol và etanol có thể được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

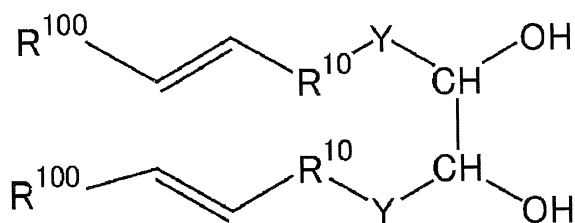
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong bước (303) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Áp suất oxy hóa trong bước (303) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Thời gian oxy hóa trong bước (303) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Hợp chất (70) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (401) thu hợp chất (70) bằng cách oxy hóa hợp chất (400) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{10}$  và Y được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{100}$  là nhóm alkyl.

Quá trình oxy hóa trong bước (401) có thể được thực hiện bằng cách cho chất oxy hóa hoạt động trên hợp chất (400) với sự có mặt của nước và hợp chất paladi.

Ví dụ về chất oxy hóa bao gồm muối đồng hóa trị một hoặc hóa trị hai như đồng clorua, đồng axetat, đồng xyanua, và đồng triflometanthiol, muối sắt như sắt clorua, sắt axetat, sắt xyanua, sắt triflometanthiol, và hexaxyno sắt, benzoquinon như 1,4-benzoquinon, 2,3-diclo-5,6-dixyno-1,4-benzoquinon, tetraclo-1,2-

benzoquinon, và tetraclo-1,4-benzoquinon,  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{RuO}_4$ , axit m-cloperbenzoic, và oxy, hoặc hỗn hợp của chúng. Trong số chúng, muối đồng, muối sắt, và benzoquinon có thể được ưu tiên, và đồng clorua, sắt clorua, và 1,4-benzoquinon có thể được ưu tiên hơn.

Chất oxy hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 mol so với 1 mol của hợp chất (400).

Nước có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1000 mol so với 1 mol của hợp chất (400).

Ví dụ về hợp chất paladi bao gồm paladi diclorua. Hợp chất paladi có thể được sử dụng với lượng bằng lượng của chất xúc tác, như lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 1,0 mol so với 1 mol của hợp chất (400).

Quá trình oxy hóa trong bước (401) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi bao gồm nước; este, hydrocacbon béo, hydrocacbon thơm, rượu, axit carboxylic, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, nitril, dimetylsulfoxit, sulfolan.

Ví dụ về este bao gồm etyl axetat, butyl axetat, etylen glycol monometyl ete axetat, propylen và glycol monometyl ete axetat (PGMEA, cũng được biết là 1-metoxi -2-axetoxipropan). Trong số chúng, etyl axetat được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon béo bao gồm hexan, xyclohexan, heptan, octan, nonan, decan, undecan, dodecan, và xăng dầu mỏ. Trong số chúng, xyclohexan và heptan có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về axit carboxylic bao gồm axit axetic và axit propionic. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrolidon, 2-pyrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrolidon có thể được ưu tiên.

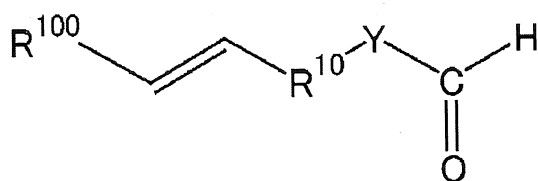
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong bước (401) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 150°C.

Áp suất oxy hóa trong bước (401) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 MPa.

Thời gian oxy hóa trong bước (401) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Hợp chất (100), hợp chất (300), và hợp chất (400) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (501) thu hợp chất (100) bằng cách cho chất khử hoạt động trên aldehyt có công thức:



trong đó  $\text{R}^{10}$  và Y được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{100}$  là nhóm alkyl.

Trong bước (501), aldehyt được dime hóa bằng phản ứng ghép đôi khử, nhờ đó tạo ra hợp chất (100), hợp chất (300), và hợp chất (400). Ví dụ về chất khử được sử dụng trong bước (501) bao gồm samari diiodua, titan diclorua, vanadi trichlorua, titan tetrachlorua, bis(xyclooctadien)niken, đồng, magie, kẽm, natri, xesi trichlorua, crom oxit, và triphenyltin hydrua. Các chất khử này có thể được sử dụng kết hợp. Lượng chất khử được sử dụng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 mol, tốt



hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2 mol, so với 1 mol aldehyt.

Phản ứng trong bước (501) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là ete, hydrocacbon halogen hóa, pyridin, nitril, hoặc hydrocacbon thơm.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Phản ứng trong bước (501) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của rượu. Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, và isopropanol.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (501) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 100°C.

Áp suất phản ứng trong bước (501) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (501) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Theo phương pháp sản xuất bất kỳ nêu trên, dung môi có thể được chung tách, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu. Hơn nữa, khi hợp chất cần thu là hợp chất trong đó M là H, như -COOH, -SO<sub>3</sub>H, và -OSO<sub>3</sub>H, thì nhóm này có thể được chuyển thành dạng muối bằng cách tiếp xúc với kiềm như natri cacbonat và amoniac.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon cũng bao gồm chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có một nhóm cacbonyl hoặc nhiều hơn (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl trong nhóm carboxyl).

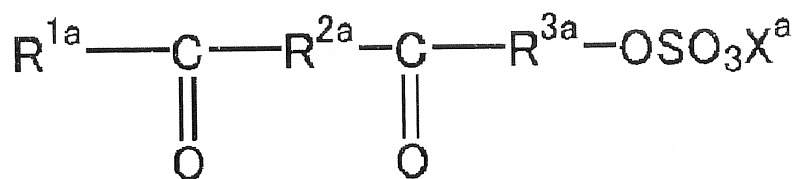
Hơn nữa, chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có một nhóm cacbonyl hoặc nhiều hơn (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl trong nhóm carboxyl) có thể trải qua xử lý gốc hoặc xử lý oxy hóa. Quá trình xử lý gốc có thể là quá trình xử lý mà tạo ra gốc chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có một nhóm cacbonyl hoặc nhiều hơn (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl trong nhóm carboxyl) và, ví dụ, quá trình xử lý bao gồm: bổ sung nước khử ion và chất hoạt động bề mặt hydrocacbon vào lò phản ứng; đậy kín lò phản ứng; thay thế bên trong hệ thống bằng nitơ; tăng nhiệt độ và áp suất của lò phản ứng; và sau đó đưa chất khơi mào phản ứng trùng hợp vào, sau đó khuấy trong thời gian nhất định, giảm áp lò phản ứng đến áp suất khí quyển, và làm mát. Quá trình xử lý oxy hóa là quá trình xử lý bao gồm bước bổ sung chất oxy hóa vào chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có một nhóm cacbonyl hoặc nhiều hơn (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl trong nhóm carboxyl). Ví dụ về chất oxy hóa bao gồm oxy, ozon, dung dịch hydro peroxit, mangan oxit (IV), kali permanganat, kali dichromat, axit nitric, và lưu huỳnh dioxit.

Chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có một nhóm cacbonyl hoặc nhiều hơn (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl trong nhóm carboxyl) tốt hơn là chất hoạt động bề mặt có công thức:

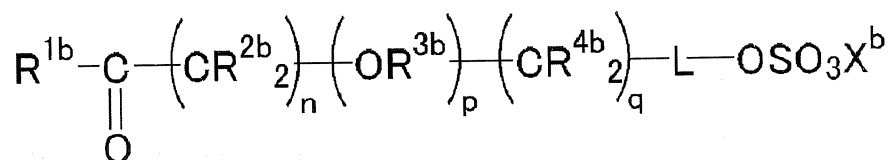


trong đó R là nhóm hữu cơ không chứa flo có một nhóm cacbonyl hoặc nhiều hơn (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl trong nhóm carboxyl) và có từ 1 đến 2000 nguyên tử cacbon, X là  $-\text{OSO}_3\text{X}^1$ ,  $-\text{COOX}^1$ , hoặc  $-\text{SO}_3\text{X}^1$  (trong đó  $\text{X}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^1_4$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và mỗi  $\text{R}^1$  là H hoặc nhóm hữu cơ và có thể giống hoặc khác nhau). Số nguyên tử cacbon trong R tốt hơn là 500 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 50 hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 30 hoặc nhỏ hơn.

Chất hoạt động bề mặt hydrocacbon cụ thể tốt hơn nữa là ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm: chất hoạt động bề mặt (a) có công thức (a) dưới đây:

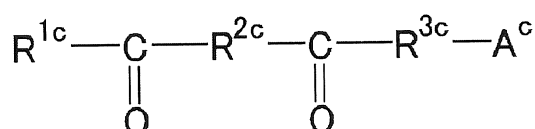


trong đó  $R^{1a}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy hoặc liên kết este, nhóm alkyl có thể chứa nhóm carbonyl trong trường hợp có hai nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, mỗi  $R^{2a}$  và  $R^{3a}$  là liên kết đơn độc lập hoặc nhóm liên kết hóa trị hai,  $R^{1a}$ ,  $R^{2a}$ , và  $R^{3a}$  có 6 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn trong tổng số nguyên tử cacbon,  $X^a$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{4a}_4$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, mỗi  $R^{4a}$  là H hoặc nhóm hữu cơ và có thể giống hoặc khác nhau, và bất kỳ hai trong số  $R^{1a}$ ,  $R^{2a}$ , và  $R^{3a}$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng; chất hoạt động bề mặt (b) có công thức (b) dưới đây:

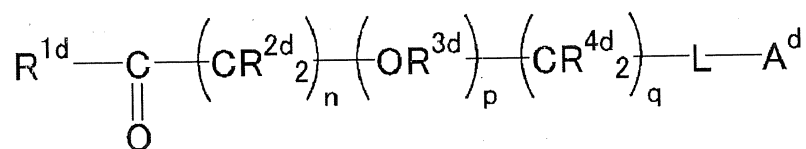


trong đó  $R^{1b}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, nhóm alkyl có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, mỗi  $R^{2b}$  và  $R^{4b}$  là H hoặc phần tử thế độc lập,  $R^{3b}$  là nhóm alkylen tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $n$  là số nguyên bằng 1 hoặc cao hơn, mỗi  $p$  và  $q$  độc lập là số nguyên bằng 0 hoặc cao hơn,  $X^b$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5b}_4$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, mỗi  $R^{5b}$  là H hoặc nhóm hữu cơ và có thể giống hoặc khác nhau, bất kỳ hai trong số  $R^{1b}$ ,  $R^{2b}$ ,  $R^{3b}$ , và  $R^{4b}$  có thể được gắn với

nhau để tạo ra vòng, L là liên kết đơn,  $-\text{CO}_2\text{-B-}^*$ ,  $-\text{OCO-B-}^*$ ,  $-\text{CONR}^{6b}\text{-B-}^*$ ,  $-\text{NR}^{6b}\text{CO-B-}^*$ , hoặc  $-\text{CO-}$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-\text{CO}_2\text{-B-}$ ,  $-\text{OCO-B-}$ ,  $-\text{CONR}^{6b}\text{-B-}$ , và  $-\text{NR}^{6b}\text{CO-B-}$ ), B là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $\text{R}^{6b}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và ký hiệu \* là bên được gắn với  $-\text{OSO}_3\text{X}^b$  trong công thức; chất hoạt động bề mặt (c) có công thức (c) dưới đây:



trong đó  $\text{R}^{1c}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy hoặc liên kết este, nhóm alkyl có thể chứa nhóm cacbonyl trong trường hợp có hai nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, mỗi  $\text{R}^{2c}$  và  $\text{R}^{3c}$  là liên kết đơn độc lập hoặc nhóm liên kết hóa trị hai,  $\text{R}^{1c}$ ,  $\text{R}^{2c}$ , và  $\text{R}^{3c}$  có 5 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn trong tổng số nguyên tử cacbon,  $\text{A}^c$  là  $-\text{COOX}^c$  hoặc  $-\text{SO}_3\text{X}^c$  (trong đó  $\text{X}^c$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^{4c}$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và mỗi  $\text{R}^{4c}$  là H hoặc nhóm hữu cơ và có thể giống hoặc khác nhau), và bất kỳ hai trong số  $\text{R}^{1c}$ ,  $\text{R}^{2c}$ , và  $\text{R}^{3c}$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng; và chất hoạt động bề mặt (d) có công thức (d) dưới đây:



trong đó  $\text{R}^{1d}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, nhóm alkyl có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử

cacbon hoặc nhiều hơn, mỗi  $R^{2d}$  và  $R^{4d}$  là H hoặc phân tử thể độc lập,  $R^{3d}$  là nhóm alkylen tùy ý có phân tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $n$  là số nguyên bằng 1 hoặc cao hơn, mỗi  $p$  và  $q$  độc lập là số nguyên bằng 1 hoặc cao hơn,  $A^d$  là  $-SO_3X^d$  hoặc  $-COOX^d$  (trong đó  $X^d$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5d}_4$ , imidazol tùy ý có phân tử thể, pyridin tùy ý có phân tử thể, hoặc phosphoni tùy ý có phân tử thể, và mỗi  $R^{5d}$  là H hoặc nhóm hữu cơ và có thể giống hoặc khác nhau), bất kỳ hai trong số  $R^{1d}$ ,  $R^{2d}$ ,  $R^{3d}$ , và  $R^{4d}$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng,  $L$  là liên kết đơn,  $-CO_2-B-*$ ,  $-OCO-B-*$ ,  $-CONR^{6d}-B-*$ ,  $-NR^{6d}CO-B-*$ , hoặc  $-CO-$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-CO_2-B-$ ,  $-OCO-B-$ ,  $-CONR^{6d}-B-$ , và  $-NR^{6d}CO-B-$ ),  $B$  là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phân tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $R^{6d}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phân tử thể và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và ký hiệu  $*$  là bên được gắn với  $A^d$  trong công thức.

Chất hoạt động bề mặt (a) sẽ được mô tả.

Trong công thức (a),  $R^{1a}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Nhóm alkyl có thể chứa nhóm cacbonyl ( $-C(=O)-$ ) giữa hai nguyên tử cacbon trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Hơn nữa, nhóm alkyl có thể cũng chứa nhóm cacbonyl ở đầu mút của nhóm alkyl trong trường hợp có hai nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Nghĩa là, các nhóm axyl như nhóm axetyl có công thức  $CH_3-C(=O)-$  cũng được bao gồm trong nhóm alkyl.

Hơn nữa, nhóm alkyl có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc cũng có thể tạo vòng trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Dị vòng tốt hơn là dị vòng chưa no, tốt hơn nữa là dị vòng chưa no chứa oxy, và ví dụ về chúng bao gồm vòng furan. Trong  $R^{1a}$ , dị vòng hóa trị hai có thể được chèn giữa hai nguyên tử cacbon, dị vòng hóa trị hai có thể được nằm ở đầu mút và được gắn với  $-C(=O)-$ , hoặc dị vòng hóa trị một có thể được nằm ở đầu mút của nhóm alkyl.

Trong phần mô tả này, "số nguyên tử cacbon" của nhóm alkyl bao gồm số nguyên tử cacbon tạo ra nhóm cacbonyl và số nguyên tử cacbon tạo ra dị vòng. Ví dụ, nhóm có công thức  $CH_3-C(=O)-CH_2-$  có 3 nguyên tử cacbon, nhóm có công

thức  $\text{CH}_3\text{-C(=O)-C}_2\text{H}_4\text{-C(=O)-C}_2\text{H}_4\text{-}$  có 7 nguyên tử cacbon, và nhóm có công thức  $\text{CH}_3\text{-C(=O)-}$  có 2 nguyên tử cacbon.

Trong nhóm alkyl, nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm chức, như nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy ( $-\text{OH}$ ) hoặc liên kết este, nhưng tốt hơn là không được thế bằng nhóm chức bất kỳ.

Ví dụ về nhóm hữu cơ hóa trị một chứa liên kết este bao gồm nhóm có công thức:  $-\text{O-C(=O)-R}^{101a}$ , trong đó  $\text{R}^{101a}$  là nhóm alkyl.

Trong nhóm alkyl, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Trong công thức, mỗi  $\text{R}^{2a}$  và  $\text{R}^{3a}$  độc lập là liên kết đơn hoặc nhóm liên kết hóa trị hai.

Mỗi  $\text{R}^{2a}$  và  $\text{R}^{3a}$  độc lập tốt hơn là liên kết đơn, nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, hoặc nhóm alkylen vòng có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Nhóm alkylen tạo ra  $\text{R}^{2a}$  và  $\text{R}^{3a}$  tốt hơn là không có nhóm carbonyl.

Trong nhóm alkylen, nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm chức, như nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy ( $-\text{OH}$ ) hoặc liên kết este, nhưng tốt hơn là không được thế bằng nhóm chức bất kỳ.

Ví dụ về nhóm hữu cơ hóa trị một chứa liên kết este bao gồm nhóm có công thức:  $-\text{O-C(=O)-R}^{102a}$ , trong đó  $\text{R}^{102a}$  là nhóm alkyl.

Trong nhóm alkylen, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkylen không được halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

$R^{1a}$ ,  $R^{2a}$ , và  $R^{3a}$  có 6 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn trong tổng số nguyên tử cacbon. Tổng số nguyên tử cacbon tốt hơn là 8 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 9 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 10 hoặc nhiều hơn, và tốt hơn là 20 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 18 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 15 hoặc nhiều hơn.

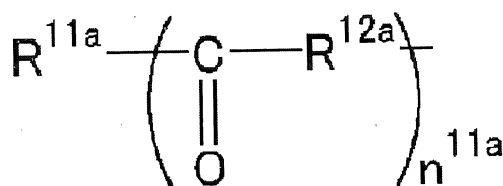
Bất kỳ hai trong số  $R^{1a}$ ,  $R^{2a}$ , và  $R^{3a}$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng.

Trong công thức (a),  $X^a$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{4a}_4$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, mỗi  $R^{4a}$  là H hoặc nhóm hữu cơ, và bốn  $R^{4a}$  có thể giống hoặc khác nhau. Mỗi  $R^{4a}$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Ví dụ về nguyên tử kim loại bao gồm nguyên tử kim loại hóa trị một hoặc hóa trị hai như kim loại kiềm (nhóm 1) và kim loại kiềm thổ (nhóm 2), và nguyên tử kim loại tốt hơn là Na, K, hoặc Li.

$X^a$  tốt hơn là H, kim loại kiềm (nhóm 1), kim loại kiềm thổ (nhóm 2), hoặc  $NR^{4a}_4$ , tốt hơn nữa là H, Na, K, Li, hoặc  $NH_4$  để dễ dàng hòa tan trong nước, tốt hơn nữa là Na, K, hoặc  $NH_4$  để dễ dàng hòa tan tiếp trong nước, đặc biệt tốt hơn là Na hoặc  $NH_4$ , tốt nhất là  $NH_4$  để dễ dàng loại bỏ. Khi  $X^a$  là  $NH_4$ , khả năng hòa tan của chất hoạt động bề mặt vào môi trường chứa nước là tuyệt vời, và thành phần kim loại khó duy trì trong PTFE hoặc sản phẩm cuối cùng.

$R^{1a}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 8 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa từ 1 đến 10 nhóm cacbonyl và có từ 2 đến 45 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl vòng chứa nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 45 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl có từ 3 đến 45 nguyên tử cacbon và chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai.

Hơn nữa,  $R^{1a}$  tốt hơn nữa là nhóm có công thức dưới đây:



trong đó  $n^{11a}$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 10,  $R^{11a}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, mỗi  $R^{12a}$  là nhóm alkylen có từ 0 đến 3 nguyên tử cacbon, và  $R^{12a}$  có thể giống hoặc khác nhau khi  $n^{11a}$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10.

$n^{11a}$  tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 3, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11a}$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl. Trong nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11a}$ , nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm chức, như nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy (-OH) hoặc liên kết este, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là không được thế bằng nhóm chức bất kỳ.

Ví dụ về nhóm hữu cơ hóa trị một chứa liên kết este bao gồm nhóm có công thức:  $-O-C(=O)-R^{103a}$ , trong đó  $R^{103a}$  là nhóm alkyl.

Trong nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11a}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

$R^{12a}$  là nhóm alkylen có từ 0 đến 3 nguyên tử cacbon. Số nguyên tử cacbon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Nhóm alkylen có vai trò là  $R^{12a}$  có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Nhóm alkylen có vai trò là  $R^{12a}$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.  $R^{12a}$  tốt hơn nữa là nhóm etylen ( $-C_2H_4-$ ) hoặc nhóm propylen ( $-C_3H_6-$ ).

Trong nhóm alkylen có vai trò là  $R^{12a}$ , nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm chức như nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy (-OH) hoặc liên kết este, nhưng nhóm alkylen tốt hơn là không được thế bằng nhóm chức bất kỳ.

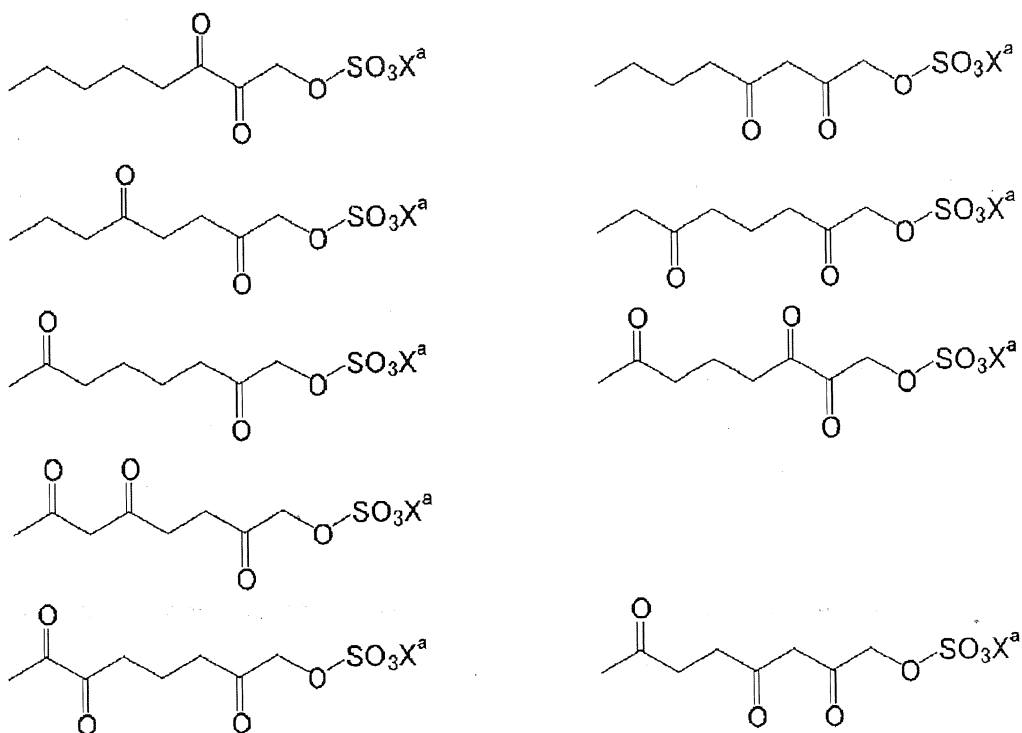


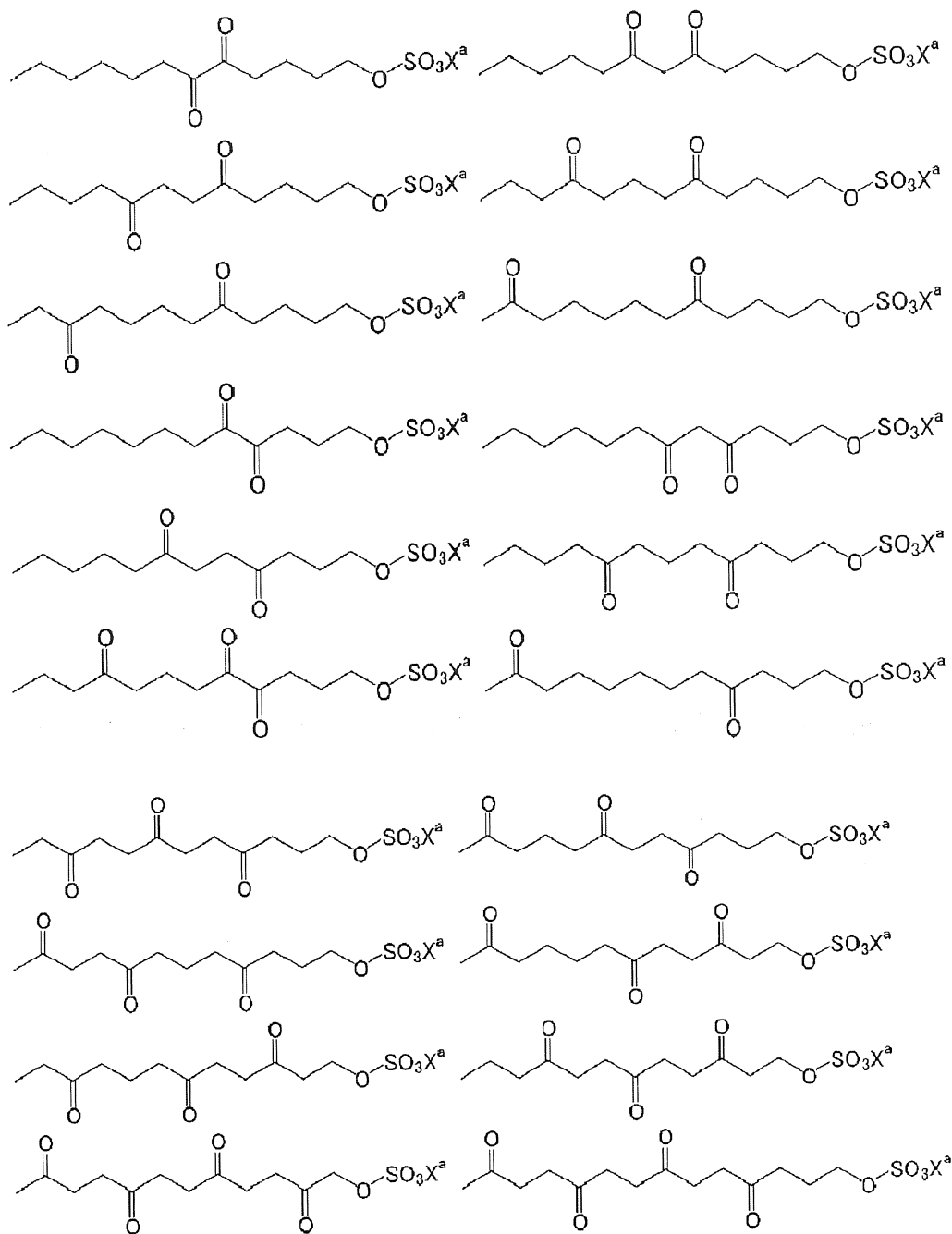
Ví dụ về nhóm hữu cơ hóa trị một chứa liên kết este bao gồm nhóm có công thức:  $-O-C(=O)-R^{104a}$ , trong đó  $R^{104a}$  là nhóm alkyl.

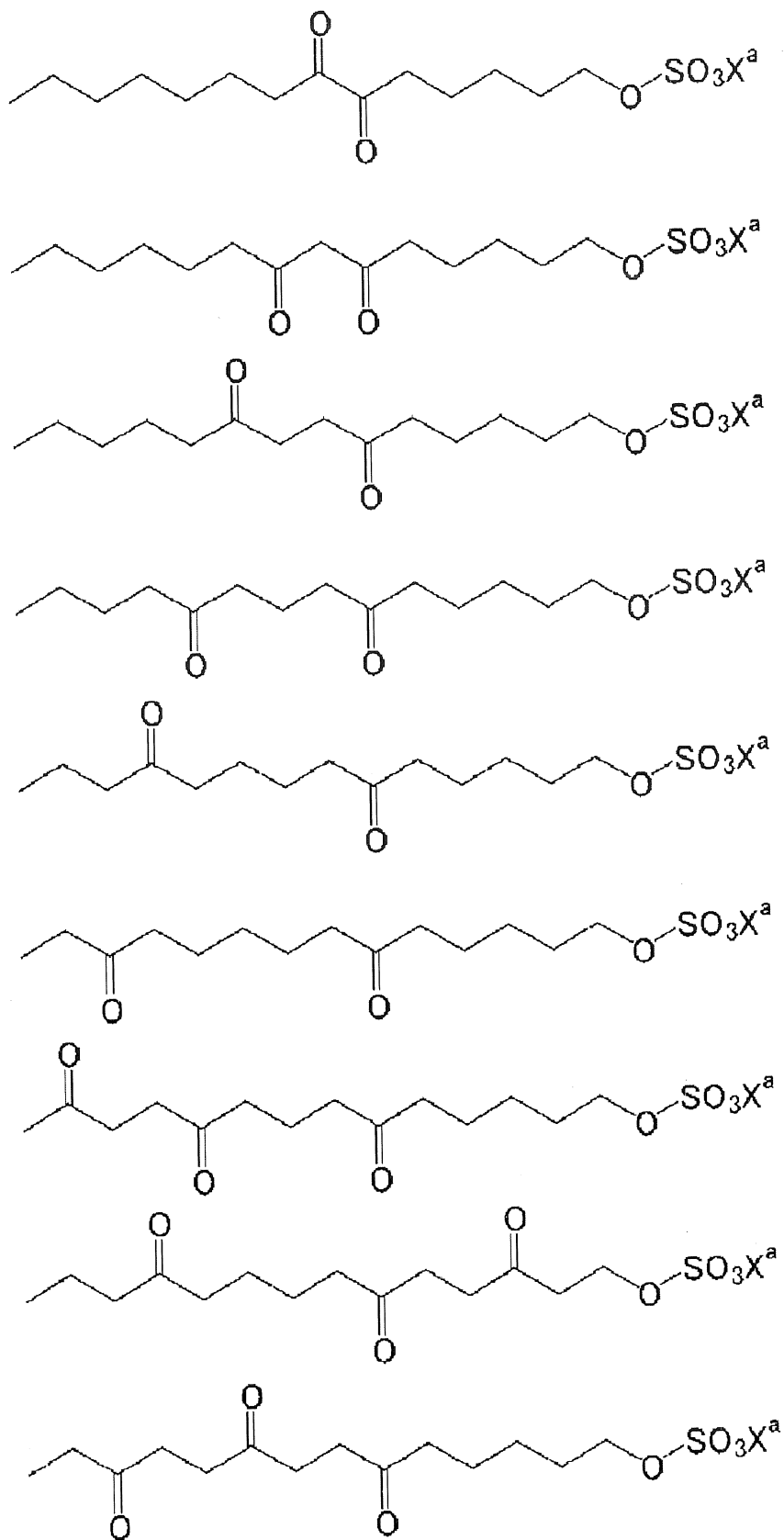
Trong nhóm alkylen có vai trò là  $R^{12a}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkylen tốt hơn là nhóm alkylen không được halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

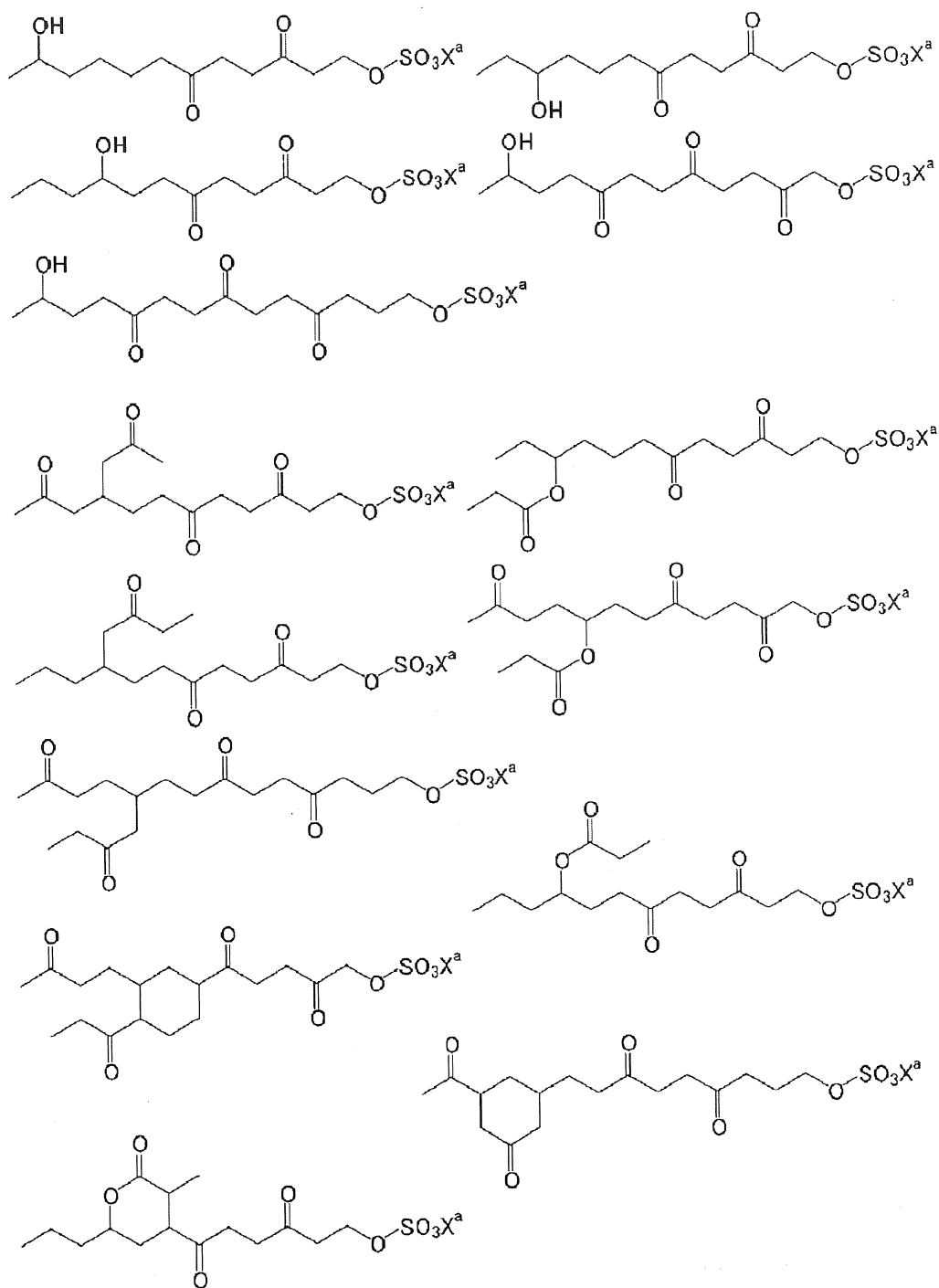
Mỗi  $R^{2a}$  và  $R^{3a}$  độc lập tốt hơn là nhóm alkylen không có nhóm cacbonyl và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là nhóm alkylen không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm etylen ( $-C_2H_4-$ ) hoặc nhóm propylen ( $-C_3H_6-$ ).

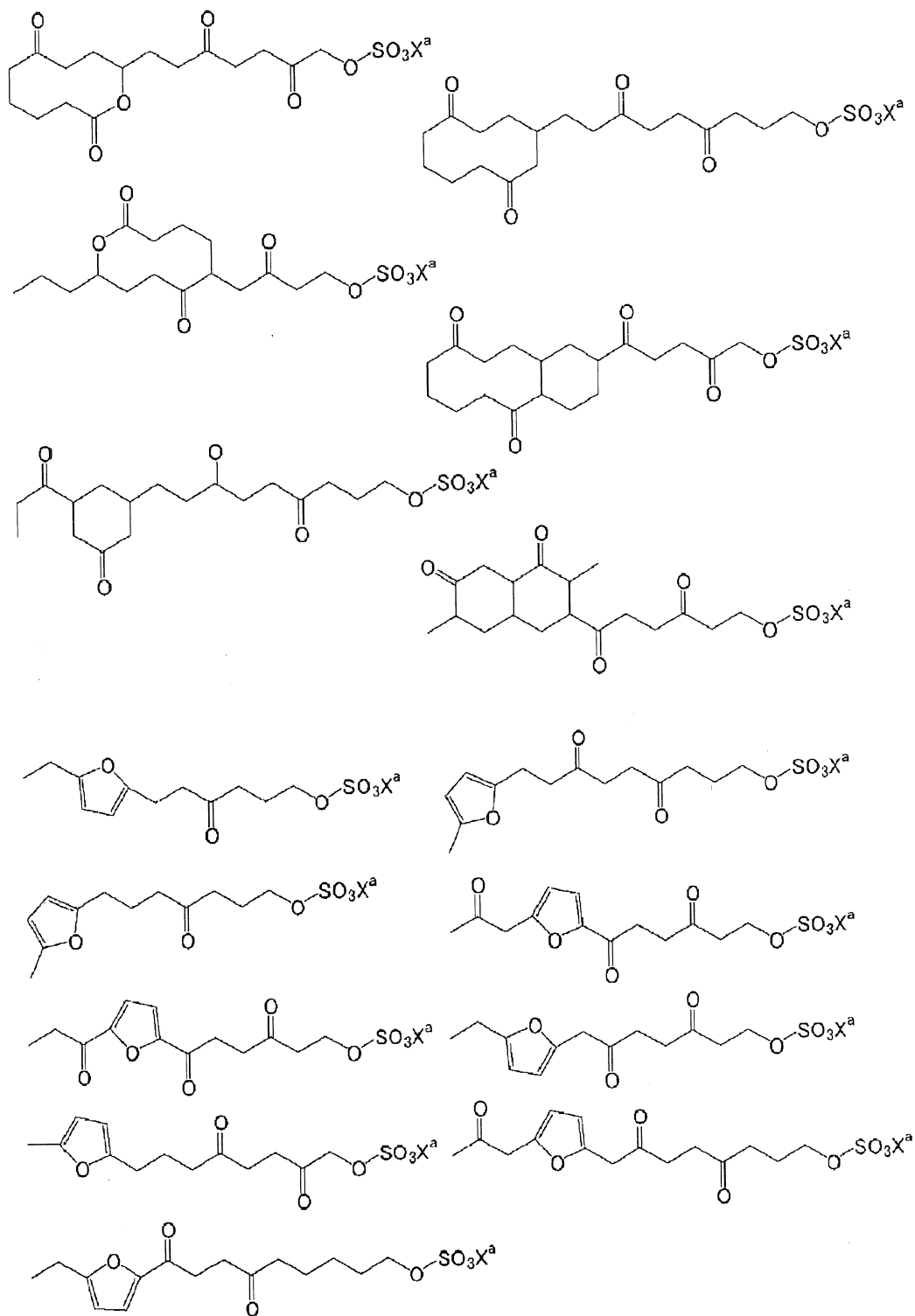
Ví dụ về chất hoạt động bề mặt (a) có thể bao gồm các chất hoạt động bề mặt dưới đây. Trong mỗi công thức,  $X^a$  được xác định như nêu trên.





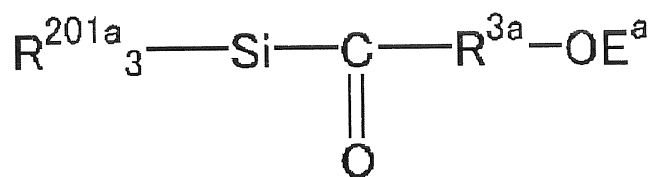




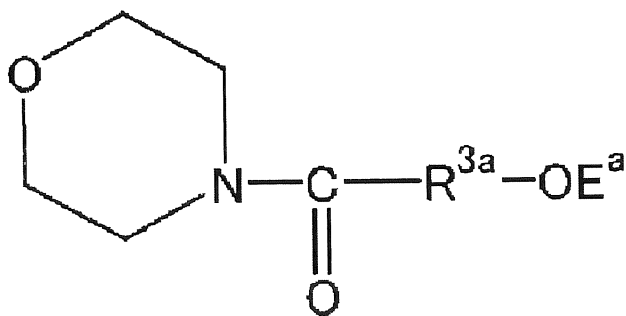


Chất hoạt động bề mặt (a) là hợp chất mới và có thể được tạo ra bằng phương pháp sản xuất dưới đây làm ví dụ.

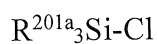
Chất hoạt động bề mặt (a) có thể được tạo ra bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (11a) thu hợp chất (11a) có công thức:



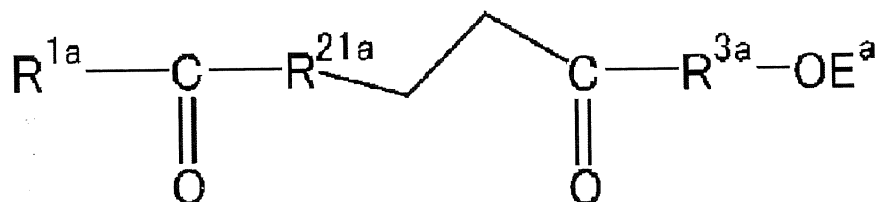
trong đó  $\text{R}^{3a}$ ,  $\text{R}^{201a}$ , và  $\text{E}^a$  được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của hợp chất (10a) có công thức:



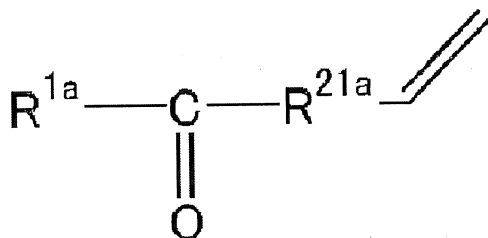
trong đó  $\text{R}^{3a}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{E}^a$  là nhóm rời chuyển, với hợp chất lithi và closilan có công thức:



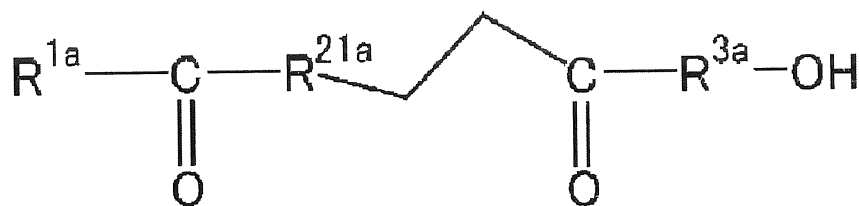
trong đó mỗi  $\text{R}^{201a}$  độc lập là nhóm alkyl hoặc nhóm aryl; bước (12a) thu hợp chất (12a) có công thức:



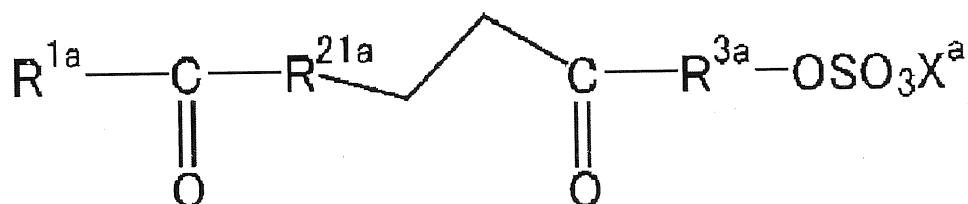
trong đó  $\text{R}^{1a}$ ,  $\text{R}^{21a}$ ,  $\text{R}^{3a}$ , và  $\text{E}^a$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (11a) phản ứng với olefin có công thức:



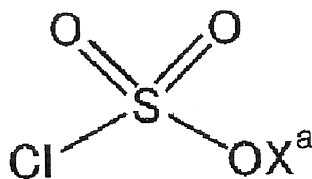
trong đó  $\text{R}^{1a}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{21a}$  là liên kết đơn hoặc nhóm liên kết hóa trị hai; bước (13a) thu hợp chất (13a) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1a}$ ,  $\text{R}^{21a}$ , và  $\text{R}^{3a}$  được xác định như nêu trên, bằng cách tách nhóm rời chuyển được chứa trong hợp chất (12a); và bước (14a) thu hợp chất (14a) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1a}$ ,  $\text{R}^{21a}$ ,  $\text{R}^{3a}$ , và  $\text{X}^a$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (13a) phản ứng với axit closulfonic có công thức:



trong đó  $\text{X}^a$  được xác định như nêu trên.

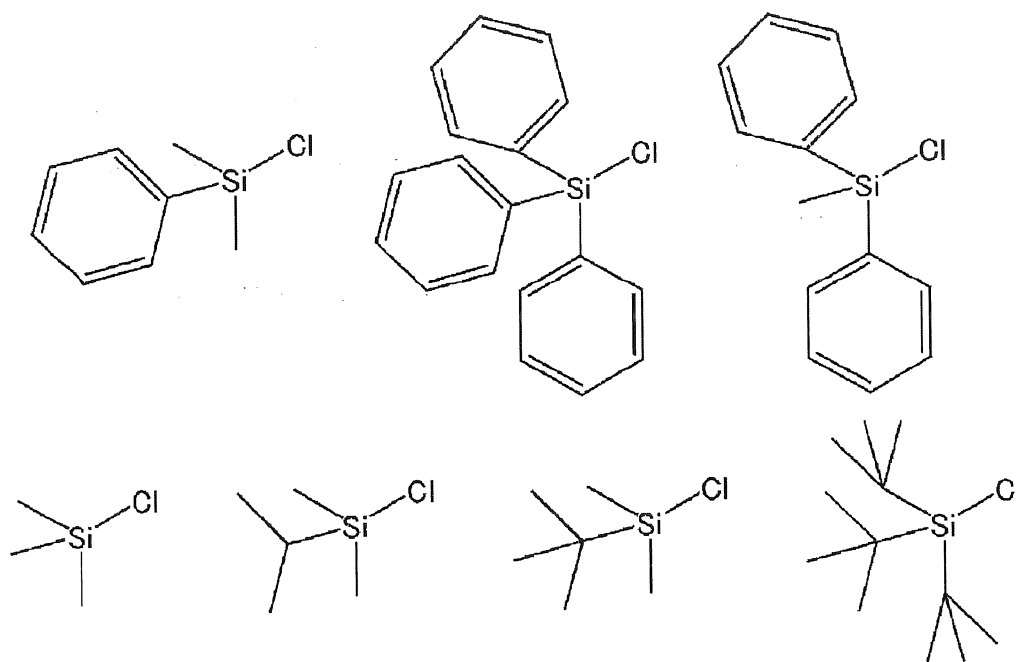
Khi  $\text{R}^{1a}$  chứa vòng furan, vòng furan này có thể được mở, ví dụ, bằng cách sử dụng axit và chuyển thành dẫn xuất dicarbonyl. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrocloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Trong bước (11a), hợp chất (11a) tốt hơn là thu được bằng cách cho lithi phản ứng với hợp chất closilan trước khi xử lý để thu được hợp chất siloxylithi và sau đó cho hợp chất siloxylithi phản ứng với hợp chất (10a).

$\text{E}^a$  là nhóm rời chuyển. Ví dụ về nhóm rời chuyển bao gồm nhóm tert-butyldimethylsilyl (TBS), nhóm triethylsilyl (TES), nhóm triisopropylsilyl (TIPS), nhóm tert-butyldiphenylsilyl (TBDPS), và nhóm benzyl (Bn).

$\text{R}^{21a}$  tốt hơn là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Ví dụ về hợp chất closilan bao gồm:



Tất cả phản ứng trong bước (11a) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete. Ví dụ về ete bao gồm etyl methyl ete, diethyl ete, monoglyme(etylen glycol dimethyl ete), diglyme(dietylen glycol dimethyl ete), triglyme(trietylen glycol dimethyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimethyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và diethyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng của lithi với hợp chất closilan trong bước (11a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 30°C.

Nhiệt độ phản ứng của hợp chất siloxylithi với hợp chất (10a) trong bước (11a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -100 đến 0°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -80 đến -50°C.

Áp suất phản ứng của lithi với hợp chất closilan trong bước (11a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Áp suất phản ứng của hợp chất siloxylithi với hợp chất (10a) trong bước (11a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.



Thời gian phản ứng của lithi với hợp chất closilan trong bước (11a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 10 giờ.

Thời gian phản ứng của hợp chất siloxylithi với hợp chất (10a) trong bước (11a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (11a) với olefin trong bước (12a), lượng olefin tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (11a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (12a) có thể được thực hiện trong dung môi với sự có mặt của muối thiazoli và bazơ.

Ví dụ về muối thiazoli bao gồm 3-etyl-5-(2-hydroxyetyl)-4-metylthiazoli bromua và 3-benzyl-5-(2-hydroxyetyl)-4-metylthiazoli clorua.

Ví dụ về bazơ bao gồm 1,8-diazabixyclo[5,4,0]-7-undecen và trietylamin.

Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là rượu hoặc ete.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (12a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40 đến 60°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 55°C.

Áp suất phản ứng trong bước (12a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (12a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 10 giờ.

Phản ứng tách nhóm rời chuyển trong bước (13a) có thể được thực hiện bằng cách sử dụng ion florua hoặc axit. Ví dụ về phương pháp tách nhóm rời chuyển bao

gồm phương pháp sử dụng axit hydrofloric, phương pháp sử dụng phức chất amin của hydro florua như pyridin-nHF và trietylamin-nHF, phương pháp sử dụng muối vô cơ như xesi florua, kali florua, lithi boroflorua ( $\text{LiBF}_4$ ), và amoni florua, và phương pháp sử dụng muối hữu cơ như tetrabutylamoni florua (TBAF).

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (13a) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (13a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến  $40^\circ\text{C}$ , tốt hơn nữa là 0 đến  $20^\circ\text{C}$ .

Áp suất phản ứng trong bước (13a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (13a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (13a) với axit closulfonic trong bước (14a), lượng axit closulfonic tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (13a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (14a) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của bazơ. Ví dụ về bazơ bao gồm kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm thổ hydroxit, và amin. Trong số chúng, amin có thể được ưu tiên.

Ví dụ về amin trong bước (14a) bao gồm amin bậc ba như trimetylamin, trietylamin, tributylamin, N,N-dimetylanilin, dimetylbenzylamin, và N,N,N',N'-tetrametyl-1,8-naphtalen diamin, amin thơm phức hợp như pyridin, pyrol, uraxil, colidin, và lutidin, và amin vòng như 1,8-diaza-bixyclo[5,4,0]-7-undecen và 1,5-diaza-bixyclo[4,3,0]-5-nonen. Trong số chúng, trietylamin và pyridin có thể được ưu tiên.

Lượng bazơ được sử dụng trong bước (14a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (13a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (14a) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, dietyl ete được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (14a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 20°C.

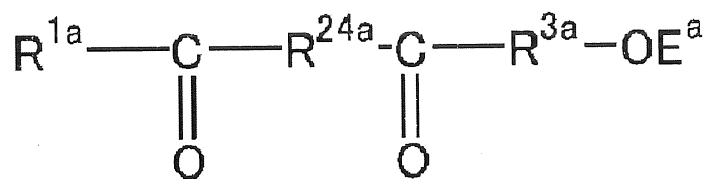
Áp suất phản ứng trong bước (14a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (14a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 12 giờ.

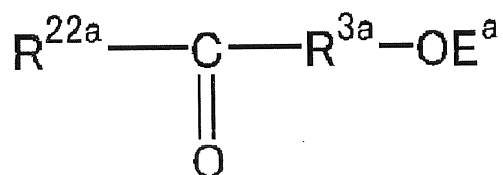
Khi phản ứng trong bước (14a) được thực hiện trong dung môi, dung dịch chứa hợp chất (14a) được thu sau khi hoàn thành phản ứng. Hợp chất (14a) có độ tinh khiết cao có thể được thu bằng cách bổ sung nước vào dung dịch, sau đó để cố định, sao cho dung dịch được tách thành hai pha và thu pha nước, nhờ đó chúng cất dung môi. Khi hợp chất (14a) có nhóm có  $-\text{OSO}_3\text{H}$  (nghĩa là, khi X là H), sử dụng dung dịch chứa nước kiềm như dung dịch chứa nước natri bicacbonat và nước amoniac thay vì nước cho phép chuyển hóa  $-\text{OSO}_3\text{H}$  thành nhóm sulfat.

Dung môi có thể được chưng cất, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

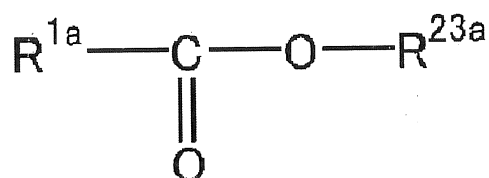
Chất hoạt động bề mặt (a) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (21a) thu hợp chất (21a) có công thức:



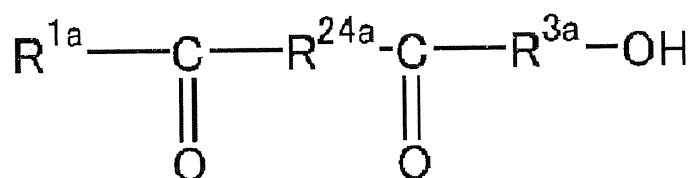
trong đó  $\text{R}^{1a}$ ,  $\text{R}^{3a}$ , và  $\text{E}^a$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{24a}$  là liên kết đơn hoặc nhóm liên kết hóa trị hai, bằng phản ứng của keton có công thức:



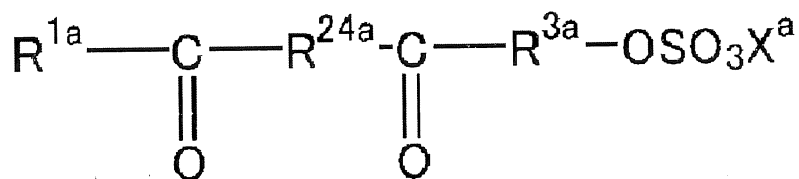
trong đó  $\text{R}^{3a}$  được xác định như nêu trên,  $\text{R}^{22a}$  là nhóm hữu cơ hóa trị một, và  $\text{E}^a$  là nhóm rời chuyển, với este của axit carboxylic có công thức:



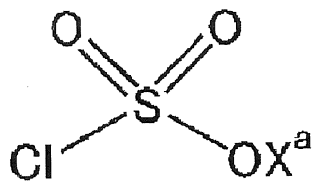
trong đó  $\text{R}^{1a}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{23a}$  là nhóm hữu cơ hóa trị một; bước (22a) thu hợp chất (22a) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1a}$ ,  $\text{R}^{24a}$ , và  $\text{R}^{3a}$  được xác định như nêu trên, bằng cách tách nhóm rời chuyển được chứa trong hợp chất (21a); và bước (23a) thu hợp chất (23a) có công thức:



trong đó  $R^{1a}$ ,  $R^{24a}$ ,  $R^{3a}$ , và  $X^a$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất phản ứng với (22a) với axit closulfonic có công thức:



trong đó  $X^a$  được xác định như nêu trên.

Khi  $R^{1a}$  chứa vòng furan, vòng furan có thể được mở, ví dụ, bằng cách sử dụng axit và chuyển thành dẫn xuất dicarbonyl. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrochloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

$E^a$  là nhóm rời chuyển. Ví dụ về nhóm rời chuyển bao gồm nhóm tert-butyldimethylsilyl (TBS), nhóm triethylsilyl (TES), nhóm triisopropylsilyl (TIPS), nhóm tert-butyldiphenylsilyl (TBDPS), và nhóm benzyl (Bn).

$R^{22a}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là nhóm methyl.

$R^{23a}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là nhóm methyl.

$R^{24a}$  tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là nhóm etylen ( $-\text{CH}_2-$ ).

Phản ứng trong bước (21a) có thể được thực hiện trong dung môi với sự có mặt của bazơ.

Ví dụ về bazơ bao gồm natri amit, natri hydrua, natri metoxit, và natri etoxit.

Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là rượu hoặc ete.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về ete bao gồm etyl methyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (21a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 20°C.

Áp suất phản ứng trong bước (21a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (21a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (22a) có thể được thực hiện bằng cách sử dụng ion florua hoặc axit. Ví dụ về phương pháp tách nhóm rời chuyển bao gồm phương pháp sử dụng axit hydrofloric, phương pháp sử dụng phức chất amin của hydro florua như pyridin-nHF và trietylamin-nHF, phương pháp sử dụng muối vô cơ như xesi florua, kali florua, lithi boroflorua ( $\text{LiBF}_4$ ), và amoni florua, và phương pháp sử dụng muối hữu cơ như tetrabutylamoni florua (TBAF).

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (22a) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (22a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 20°C.

Áp suất phản ứng trong bước (22a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (22a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (22a) với axit closulfonic trong bước (23a), lượng axit closulfonic tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (22a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (23a) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của bazơ. Ví dụ về bazơ bao gồm kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm thổ hydroxit, và amin. Trong số chúng, amin có thể được ưu tiên.

Ví dụ về amin trong bước (23a) bao gồm amin bậc ba như trimetylamin, trietylamin, tributylamin, N,N-dimetylanilin, dimetylbenzylamin, và N,N,N',N'-tetrametyl-1,8-naphtalen diamin, amin thơm phức hợp như pyridin, pyrrol, uraxil, colidin, và lutidin, và amin vòng như 1,8-diaza-bixyclo[5,4,0]-7-undecen và 1,5-diaza-bixyclo[4,3,0]-5-nonen. Trong số chúng, trietylamin và pyridin có thể được ưu tiên.

Lượng bazơ được sử dụng trong bước (23a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (22a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (23a) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, dietyl ete được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (23a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 20°C.

Áp suất phản ứng trong bước (23a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

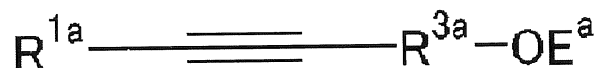
Thời gian phản ứng trong bước (23a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 12 giờ.

Khi phản ứng trong bước (23a) được thực hiện trong dung môi, dung dịch chứa hợp chất (23a) được thu sau khi hoàn thành phản ứng. Hợp chất (23a) có độ tinh khiết cao có thể được thu bằng cách bổ sung nước vào dung dịch, sau đó để cố định, sao cho dung dịch được tách thành hai pha và thu pha nước, nhờ đó chưng cất dung môi. Khi hợp chất (23a) có nhóm có  $-OSO_3H$  (nghĩa là, khi X là H), việc sử

dụng dịch chứa nước kiềm như dung dịch chứa nước natri bicacbonat và nước amoniac thay vì nước cho phép chuyển hóa  $-\text{OSO}_3\text{H}$  thành nhóm sulfat.

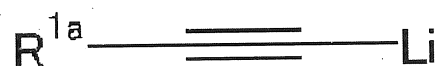
Dung môi có thể được chưng tách, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

Chất hoạt động bề mặt (a) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (31a) thu hợp chất (31a) có công thức:

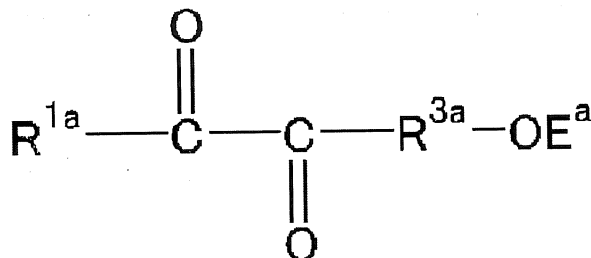


trong đó  $\text{R}^{1a}$ ,  $\text{R}^{3a}$ , và  $\text{E}^a$  được xác định như nêu trên, bằng cách phản ứng alkyl halogenua có công thức:  $\text{Y}^a\text{---}\text{R}^{3a}\text{---}\text{OE}^a$

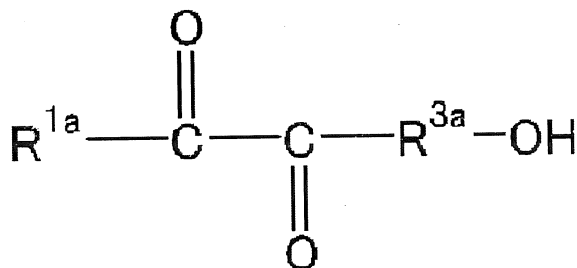
trong đó  $\text{R}^{3a}$  được xác định như nêu trên,  $\text{Y}^a$  là nguyên tử halogen, và  $\text{E}^a$  là nhóm rời chuyển, với lithi axetylua có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1a}$  được xác định như nêu trên; bước (32a) thu hợp chất (32a) có công thức:

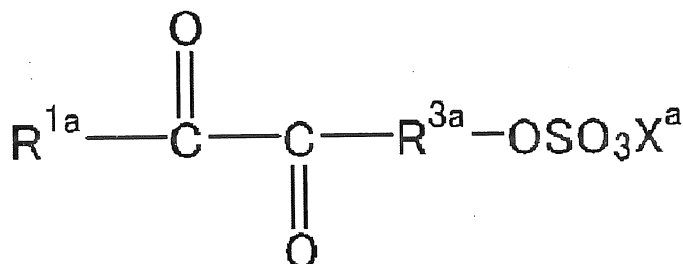


trong đó  $\text{R}^{1a}$ ,  $\text{R}^{3a}$ , và  $\text{E}^a$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (31a); bước (33a) thu hợp chất (33a) có công thức:

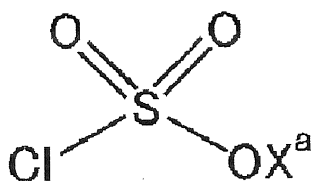




trong đó  $R^{1a}$  và  $R^{3a}$  được xác định như nêu trên, bằng cách tách nhóm rời chuyển được chứa trong hợp chất (32a); và bước (34a) thu hợp chất (34a) có công thức:



trong đó  $R^{1a}$ ,  $R^{3a}$ , và  $X^a$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (33a) phản ứng với axit closulfonic có công thức:



trong đó  $X^a$  được xác định như nêu trên.

Khi  $R^{1a}$  chứa vòng furan, vòng furan có thể được mở, ví dụ, bằng cách sử dụng axit và chuyển thành dẫn xuất dicarbonyl. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrochloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

$E^a$  là nhóm rời chuyển. Ví dụ về nhóm rời chuyển bao gồm nhóm tert-butyldimethylsilyl (TBS), nhóm triethylsilyl (TES), nhóm triisopropylsilyl (TIPS), nhóm tert-butyldiphenylsilyl (TBDPS), và nhóm benzyl (Bn).

Đối với tỷ lệ phản ứng của alkyl halogenua với lithi axetylua trong bước (31a), lượng lithi axetylua tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,2 mol, so với 1 mol của alkyl halogenua, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (31a) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là hexan.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (31a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -100 đến -40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -80 đến -50°C.

Áp suất phản ứng trong bước (31a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (31a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 10 giờ.

Quá trình oxy hóa trong bước (32a) có thể được thực hiện trong nitril dung môi bằng cách sử dụng phức chất được tạo ra bằng cách xử lý  $[(Cn^*)Ru^{III}(CF_3CO_2)_3] \cdot H_2O$ , trong đó  $Cn^*$  là 1,4,7-trimetyl-1,4,7-triazabixyclononan, với  $(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$  và axit trifloaxetic và sau đó bổ sung natri perclorat vào đó.

Sau khi hoàn thành quá trình oxy hóa, phản ứng trung hòa bằng kiềm có thể được thực hiện để chiết hợp chất (32a) bằng cách sử dụng dung môi hữu cơ như ete.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (32a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 90°C.

Áp suất phản ứng trong bước (32a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (32a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (33a) có thể được thực hiện bằng cách sử dụng ion florua hoặc axit. Ví dụ về phương pháp tách nhóm rời chuyển bao gồm phương pháp sử dụng axit hydrofloric, phương pháp sử dụng phức chất amin của hydro florua như pyridin-nHF và trietylamin-nHF, phương pháp sử dụng muối vô cơ như xesi florua, kali florua, lithi boroflorua ( $LiBF_4$ ), và amoni florua, và phương pháp sử dụng muối hữu cơ như tetrabutylamoni florua (TBAF).

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (33a) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl methyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (33a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 20°C.

Áp suất phản ứng trong bước (33a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (33a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (33a) với axit closulfonic trong bước (34a), lượng axit closulfonic tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (33a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (34a) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của bazơ. Ví dụ về bazơ bao gồm kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm thổ hydroxit, và amin. Trong số chúng, amin có thể được ưu tiên.

Ví dụ về amin trong bước (34a) bao gồm amin bậc ba như trimetylamin, trietylamin, tributylamin, N,N-dimetylanilin, dimetylbenzylamin, và N,N,N',N'-tetrametyl-1,8-naphthalen diamin, amin thơm phức hợp như pyridin, pyrrol, uraxil, colidin, và lutidin, và amin vòng như 1,8-diaza-bixyclo[5,4,0]-7-undecen và 1,5-diaza-bixyclo[4,3,0]-5-nonen. Trong số chúng, trietylamin và pyridin có thể được ưu tiên.

Lượng bazơ được sử dụng trong bước (34a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (33a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (34a) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl methyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, dietyl ete được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (34a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 20°C.

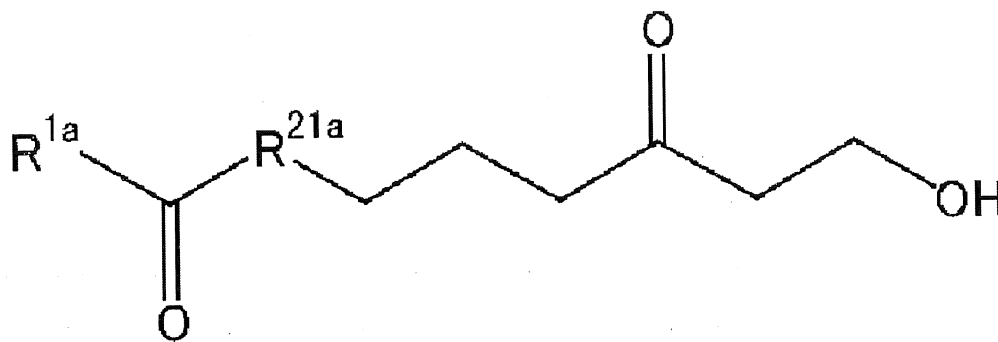
Áp suất phản ứng trong bước (34a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (34a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 12 giờ.

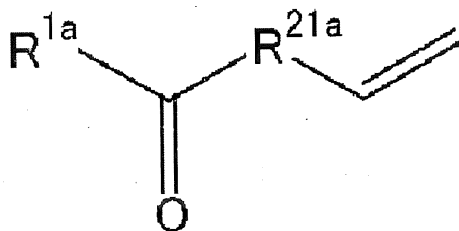
Khi phản ứng trong bước (34a) được thực hiện trong dung môi, dung dịch chứa hợp chất (34a) được thu sau khi hoàn thành phản ứng. Hợp chất (34a) có độ tinh khiết cao có thể được thu bằng cách bổ sung nước vào dung dịch, sau đó để cố định, sao cho dung dịch được tách thành hai pha và thu pha nước, nhờ đó chúng cất dung môi. Khi hợp chất (34a) có nhóm có  $-\text{OSO}_3\text{H}$  (nghĩa là, khi X là H), sử dụng dung dịch chứa nước kiềm như dung dịch chứa nước natri bicacbonat và nước amoniac thay vì nước cho phép chuyển hóa  $-\text{OSO}_3\text{H}$  thành nhóm sulfat.

Dung môi có thể được chưng tách, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

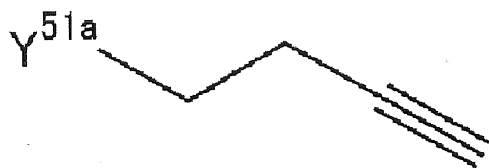
Chất hoạt động bề mặt (a) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (41a) thu hợp chất (41a) có công thức:



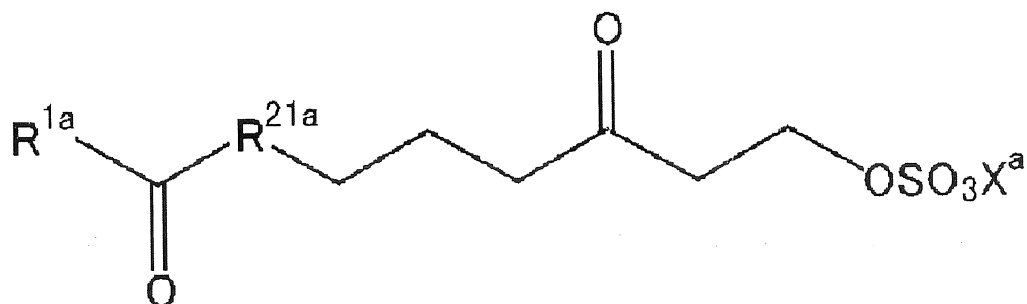
trong đó  $\text{R}^{1a}$  và  $\text{R}^{21a}$  được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của alken có công thức:



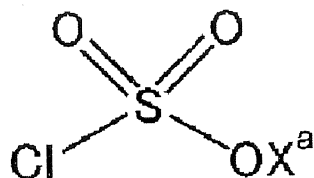
trong đó  $R^{1a}$  được xác định như nêu trên, và  $R^{21a}$  là liên kết đơn hoặc nhóm liên kết hóa trị hai, với alkyn có công thức:



trong đó  $Y^{51a}$  là nhóm alkoxyl; và bước (42a) thu hợp chất (42a) có công thức:



trong đó  $R^{1a}$ ,  $R^{21a}$ , và  $X^a$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (41a) phản ứng với axit closulfonic có công thức:



trong đó  $X^a$  được xác định như nêu trên.

Khi  $R^{1a}$  chứa vòng furan, vòng furan có thể được mở, ví dụ, bằng cách sử dụng axit và chuyển thành dẫn xuất dicarbonyl. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrocloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

$R^{21a}$  tốt hơn là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Đối với tỷ lệ phản ứng của alken với alkyn trong bước (41a), lượng alken tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,2 mol, so với 1 mol alkyn, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (41a) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác kim loại. Ví dụ về kim loại bao gồm ruteni.

Lượng chất xúc tác kim loại được sử dụng trong bước (41a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,4 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,1 mol, so với 1 mol alken, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (41a) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là nước, axetonitril, dimethylacetamid, hoặc dimethylformamid.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (41a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 160°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 140°C.

Áp suất phản ứng trong bước (41a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (41a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4 đến 8 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (41a) với axit closulfonic trong bước (42a), lượng axit closulfonic tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (41a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (42a) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của bazơ. Ví dụ về bazơ bao gồm kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm thổ hydroxit, và amin. Trong số chúng, amin có thể được ưu tiên.

Ví dụ về amin trong bước (42a) bao gồm amin bậc ba như trimetylamin, trietylamin, tributylamin, N,N-dimetylanilin, dimethylbenzylamin, và N,N,N',N'-tetrametyl-1,8-naphthalen diamin, amin thơm phức hợp như pyridin, pyrrol, uraxil, colidin, và lutidin, và amin vòng như 1,8-diaza-bixyclo[5,4,0]-7-undecen và 1,5-diaza-bixyclo[4,3,0]-5-nonen. Trong số chúng, trietylamin và pyridin có thể được ưu tiên.

Lượng bazơ được sử dụng trong bước (42a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (41a), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (42a) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, dietyl ete được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (42a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 20°C.

Áp suất phản ứng trong bước (42a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (42a) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 12 giờ.

Khi phản ứng trong bước (42a) được thực hiện trong dung môi, dung dịch chứa hợp chất (42a) được thu sau khi hoàn thành phản ứng. Hợp chất (42a) có độ tinh khiết cao có thể được thu bằng cách bổ sung nước vào dung dịch, sau đó để cố định, sao cho dung dịch được tách thành hai pha và thu pha nước, nhờ đó chúng cất dung môi. Khi hợp chất (42a) có nhóm có công thức  $-\text{OSO}_3\text{H}$  (nghĩa là, khi X là H), sử dụng dung dịch chứa nước kiềm như dung dịch chứa nước natri bicacbonat và nước amoniac thay vì nước cho phép chuyển hóa  $-\text{OSO}_3\text{H}$  thành nhóm sulfat.

Dung môi có thể được chưng cất, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

Tiếp theo, chất hoạt động bề mặt (b) sẽ được mô tả.

Trong công thức (b),  $\text{R}^{1b}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Nhóm alkyl có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc cũng có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Dị vòng tốt hơn là dị vòng chưa no, tốt hơn nữa là dị vòng chưa no chứa oxy, và ví dụ về chúng bao gồm vòng furan. Trong  $\text{R}^{1b}$ , dị vòng hóa trị hai có thể được chèn giữa hai

nguyên tử cacbon, dị vòng hóa trị hai có thể được nằm ở đầu mút và được gắn với -C(=O)-, hoặc dị vòng hóa trị một có thể được nằm ở đầu mút của nhóm alkyl.

Trong phần mô tả này, "số nguyên tử cacbon" của nhóm alkyl bao gồm số nguyên tử cacbon tạo ra dị vòng.

Phần tử thế tùy ý được chứa trong nhóm alkyl là  $R^{1b}$  tốt hơn là nguyên tử halogen, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm hydroxy, đặc biệt tốt hơn là nhóm methyl hoặc nhóm ethyl.

Nhóm alkyl có vai trò là  $R^{1b}$  tốt hơn là không có nhóm carbonyl. Trong nhóm alkyl, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo. Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

$R^{1b}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm carbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm carbonyl và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, còn tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, đặc biệt tốt hơn là nhóm methyl ( $-CH_3$ ) hoặc nhóm ethyl ( $-C_2H_5$ ), tốt nhất là nhóm methyl ( $-CH_3$ ).

Trong công thức (b), mỗi  $R^{2b}$  và  $R^{4b}$  là H hoặc phần tử thế độc lập. Nhiều  $R^{2b}$  và nhiều  $R^{4b}$  có thể là giống hoặc khác nhau.

Mỗi phần tử thế là  $R^{2b}$  và  $R^{4b}$  tốt hơn là nguyên tử halogen, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm hydroxy, đặc biệt tốt hơn là nhóm methyl hoặc nhóm ethyl.



Mỗi nhóm alkyl là  $R^{2b}$  và  $R^{4b}$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.

Trong nhóm alkyl, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

Mỗi nhóm alkyl là  $R^{2b}$  và  $R^{4b}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có phần tử thế và có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, đặc biệt tốt hơn là nhóm metyl ( $-\text{CH}_3$ ) hoặc nhóm etyl ( $-\text{C}_2\text{H}_5$ ).

Mỗi  $R^{2b}$  và  $R^{4b}$  độc lập tốt hơn là H hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có phần tử thế và có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn là H, nhóm metyl ( $-\text{CH}_3$ ) hoặc nhóm etyl ( $-\text{C}_2\text{H}_5$ ), đặc biệt tốt hơn là H.

Trong công thức (b),  $R^{3b}$  là nhóm alkylen tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon. Khi nhiều  $R^{3b}$  có mặt, nhiều  $R^{3b}$  có thể giống hoặc khác nhau.

Nhóm alkylen tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.

Trong nhóm alkylen, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkylen tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

Nhóm alkylen tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen vòng tùy ý có phần tử thể và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có phần tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm etylen ( $-\text{CH}_2-$ ), nhóm etylen ( $-\text{C}_2\text{H}_4-$ ), nhóm isopropylen ( $-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2-$ ), hoặc nhóm propylen ( $-\text{C}_3\text{H}_6-$ ).

Bất kỳ hai trong số  $\text{R}^{1b}$ ,  $\text{R}^{2b}$ ,  $\text{R}^{3b}$ , và  $\text{R}^{4b}$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng nhưng tốt hơn là không tạo ra vòng.

Trong công thức (b),  $n$  là số nguyên bằng 1 hoặc cao hơn,  $n$  tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 40, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 25, đặc biệt tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 9 hoặc nằm trong khoảng từ 11 đến 25.

Trong công thức (b), mỗi  $p$  và  $q$  độc lập là số nguyên bằng 1 hoặc cao hơn.  $p$  tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 10, tốt hơn nữa là 0 hoặc 1. Tốt hơn là,  $q$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 10, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5.

Tổng của  $n$ ,  $p$ , và  $q$  tốt hơn là số nguyên bằng 5 hoặc cao hơn. Tổng của  $n$ ,  $p$ , và  $q$  tốt hơn là số nguyên bằng 8 hoặc cao hơn. Tổng của  $n$ ,  $p$ , và  $q$  tốt hơn là số nguyên bằng 60 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là số nguyên bằng 50 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là số nguyên bằng 40 hoặc nhỏ hơn.

Trong công thức (b),  $\text{X}^b$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^{5b}_4$ , imidazol tùy ý có phần tử thể, pyridin tùy ý có phần tử thể, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thể, và mỗi  $\text{R}^{5b}$  là H hoặc nhóm hữu cơ. Bốn  $\text{R}^{5b}$  có thể giống hoặc khác nhau. Mỗi  $\text{R}^{5b}$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Ví dụ về nguyên tử kim loại bao gồm nguyên tử kim loại hóa trị một hoặc hóa trị hai như kim loại kiềm (nhóm 1) và kim

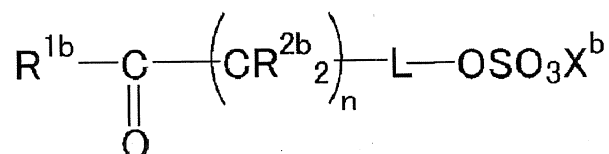
loại kiềm thổ (nhóm 2), và nguyên tử kim loại tốt hơn là Na, K, hoặc Li.  $X^b$  có thể là nguyên tử kim loại hoặc  $NR^{5b}_4$  (trong đó mỗi  $R^{5b}$  như được nêu ở trên).

$X^b$  tốt hơn là H, kim loại kiềm (nhóm 1), kim loại kiềm thổ (nhóm 2), hoặc  $NR^{5b}_4$ , tốt hơn nữa là H, Na, K, Li, hoặc  $NH_4$ , để dễ dàng hòa tan trong nước, tốt hơn nữa là Na, K, hoặc  $NH_4$  để dễ dàng hòa tan tiếp trong nước, đặc biệt tốt hơn là Na hoặc  $NH_4$ , tốt nhất là  $NH_4$  để dễ dàng loại bỏ. Khi  $X^b$  là  $NH_4$ , thì khả năng hòa tan của chất hoạt động bề mặt thành môi trường chứa nước là tuyệt vời, và thành phần kim loại khó duy trì trong PTFE hoặc sản phẩm cuối cùng.

Trong công thức (b), L là liên kết đơn,  $-CO_2-B-^*$ ,  $-OCO-B-^*$ ,  $-CONR^{6b}-B-^*$ ,  $-NR^{6b}CO-B-^*$ , hoặc  $-CO-$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-CO_2-B-$ ,  $-OCO-B-$ ,  $-CONR^{6b}-B-$ , và  $-NR^{6b}CO-B-$ ), B là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, và  $R^{6b}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Nhóm alkylen tốt hơn nữa là có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon. Hơn nữa,  $R^6$  tốt hơn nữa là H hoặc nhóm methyl. Ký hiệu \* là bên được gắn với  $-OSO_3X^b$  trong công thức.

L tốt hơn là liên kết đơn.

Chất hoạt động bề mặt (b) tốt hơn là hợp chất có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{1b}$ ,  $R^{2b}$ , L, n, và  $X^b$  được xác định như nêu trên.

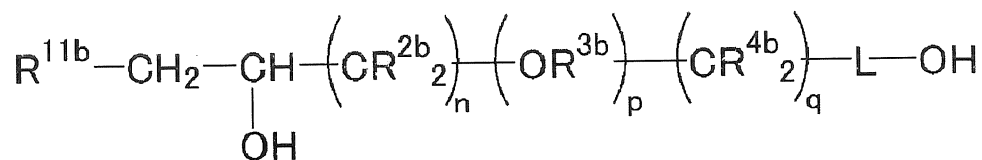
Chất hoạt động bề mặt (b) tốt hơn là có giá trị tích phân của tổng cường độ đỉnh bằng 10% hoặc cao hơn, được quan sát trong vùng chuyển dịch hóa học nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0 ppm trong phổ  $^1H$ -NMR.

Chất hoạt động bề mặt (b) tốt hơn là có giá trị tích phân của tổng cường độ đỉnh nằm trong khoảng nêu trên, được quan sát trong vùng chuyển dịch hóa học nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0 ppm trong phổ  $^1H$ -NMR. Trong trường hợp này, chất hoạt động bề mặt tốt hơn là có cấu trúc keton trong phân tử.

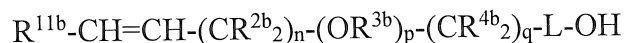
110

111

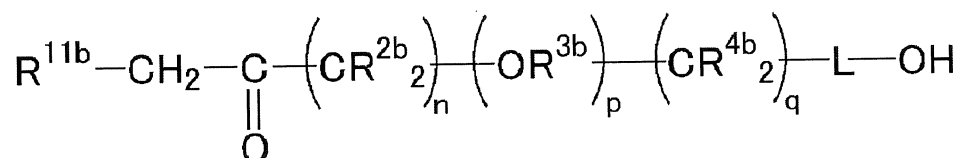




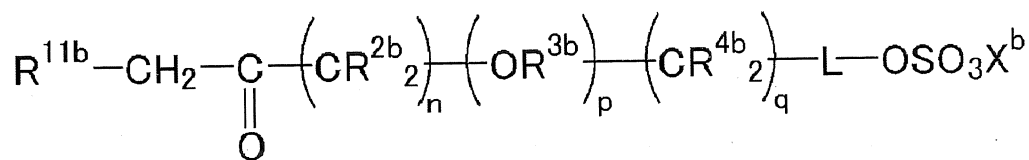
trong đó L,  $R^{2b}$  đến  $R^{4b}$ ,  $R^{11b}$ , n, p, và q được xác định như nêu trên, bằng cách hydroxyl hóa hợp chất (10b) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{2b}$  đến  $R^{4b}$ , n, p, và q được xác định như nêu trên,  $R^{11b}$  là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, L là liên kết đơn,  $-CO_2-B-*$ ,  $-OCO-B-*$ ,  $-CONR^{6b}-B-*$ ,  $-NR^{6b}CO-B-*$ , hoặc  $-CO-$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-CO_2-B-$ ,  $-OCO-B-$ ,  $-CONR^{6b}-B-$ , và  $-NR^{6b}CO-B-$ ), B là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $R^{6b}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và ký hiệu \* là bên được gắn với  $-OH$  trong công thức; bước (12b) thu hợp chất (12b) có công thức dưới đây:



trong đó L,  $R^{2b}$  đến  $R^{4b}$ ,  $R^{11b}$ , n, p, và q được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (11b); và bước (13b) thu hợp chất (13b) có công thức dưới đây:



trong đó L,  $R^{2b}$  đến  $R^{4b}$ ,  $R^{11b}$ , n, p, q, và  $X^b$  được xác định như nêu trên, bằng quá trình este hóa sulfat của hợp chất (12b).

Nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11b}$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.

Trong nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11b}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

$R^{11b}$  tốt hơn là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có từ 3 đến 9 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 9 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, còn tốt hơn là H, nhóm methyl ( $-CH_3$ ), hoặc nhóm etyl ( $-C_2H_5$ ), đặc biệt tốt hơn là H hoặc nhóm methyl ( $-CH_3$ ), tốt nhất là H.

Quá trình hydroxyl hóa trong bước (11b) có thể được thực hiện, ví dụ, bằng phương pháp (1) cho sắt (II) phtaloxyanin ( $Fe(Pc)$ ) và natri borohydrua hoạt động trên hợp chất (10b) trong khí oxy, hoặc phương pháp (2) cho isopinocampheylboran ( $IpcBH_2$ ) hoạt động trên hợp chất (10b), sau đó oxy hóa hợp chất trung gian (dialkylboran) cần thu.

Trong phương pháp (1), sắt (II) phtaloxyanin có thể được sử dụng với lượng bằng lượng của chất xúc tác, như lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1,2 mol, so với 1 mol của hợp chất (10b).

Trong phương pháp (1), natri borohydrua có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 mol, so với 1 mol của hợp chất (10b).

Phản ứng trong phương pháp (1) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, nitril, và hợp chất hữu cơ phân cực chứa nito.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.



Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrolidon, 2-pyrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrolidon có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong phương pháp (1) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong phương pháp (1) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong phương pháp (1) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Trong phương pháp (2), isopinocampheylboran có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (10b).

Phản ứng của hợp chất (10b) với isopinocampheylboran có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng của hợp chất (10b) với isopinocampheylboran tốt hơn là nằm trong khoảng từ 78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

Áp suất phản ứng của hợp chất (10b) với isopinocampheylboran tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng của hợp chất (10b) với isopinocampheylboran tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Quá trình oxy hóa trong phương pháp (2) có thể được thực hiện bằng cho phép chất oxy hóa hoạt động trên hợp chất trung gian. Ví dụ về chất oxy hóa bao gồm hydro peroxit. Chất oxy hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,7 đến 10 mol so với 1 mol chất trung gian.

Quá trình oxy hóa trong phương pháp (2) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi bao gồm nước, metanol, và etanol. Trong số chúng, nước được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong phương pháp (2) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 80°C.

Áp suất oxy hóa trong phương pháp (2) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian oxy hóa trong phương pháp (2) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Ví dụ về phương pháp oxy hóa hợp chất (11b) trong bước (12b) bao gồm phương pháp (a) sử dụng chất phản ứng Jones ( $\text{CrO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (sự oxy hóa Jones), phương pháp (b) sử dụng Dess-Martin Periodinane (DMP) (sự oxy hóa Dess-Martin), phương pháp (c) sử dụng pyridin clochromat (PCC), phương pháp (d) cho phép tẩy trắng (dung dịch chứa nước  $\text{NaOCl}$  nằm trong khoảng từ 5 đến 6%) hoạt động với sự có mặt của hợp chất niken như  $\text{NiCl}_2$ , và phương pháp (e) cho phép thụ thể hydro như aldehyt và keton hoạt động với sự có mặt của chất xúc tác nhôm như  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  và  $\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$  (sự oxy hóa Oppenauer).

Quá trình oxy hóa trong bước (12b) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi là nước và dung môi hữu cơ có thể được ưu tiên, và ví dụ về chúng bao gồm nước, keton, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, và nitril.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong bước (12b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Áp suất oxy hóa trong bước (12b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Thời gian oxy hóa trong bước (12b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Quá trình este hóa sulfat trong bước (13b) có thể được thực hiện bằng cách cho hợp chất (12b) phản ứng với chất phản ứng sulfat hóa. Ví dụ về chất phản ứng sulfat hóa bao gồm phức chất lưu huỳnh trioxit amin như phức chất lưu huỳnh trioxit pyridin, phức chất lưu huỳnh trioxit trimetylamin, và phức chất lưu huỳnh trioxit trietylamin, phức chất lưu huỳnh trioxit amit như phức chất lưu huỳnh trioxit dimetylformamit, axit sulfuric-dixyclohexylcarbodiimit, axit closulfuric, axit sulfuric đậm đặc, và axit sulfamic. Lượng chất phản ứng sulfat hóa được sử dụng tốt

hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,7 đến 4 mol, so với 1 mol của hợp chất (12b).

Quá trình este hóa sulfat trong bước (13b) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, pyridin, dimetylsulfoxit, sulfolan, và nitril.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

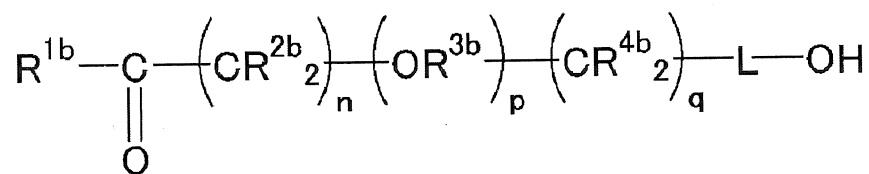
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ este hóa sulfat trong bước (13b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 150°C.

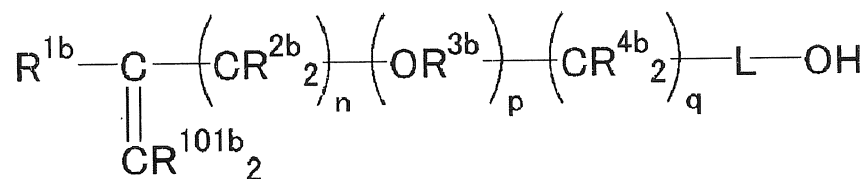
Áp suất este hóa sulfat trong bước (13b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa.

Thời gian este hóa sulfat trong bước (13b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

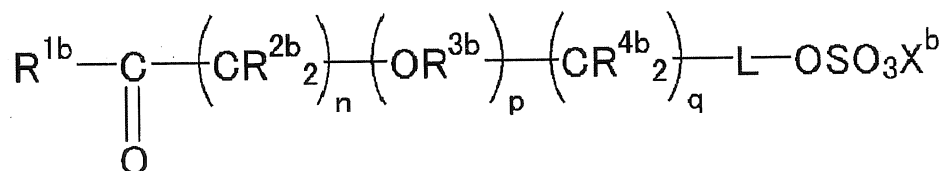
Chất hoạt động bề mặt (b) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (21b) thu hợp chất (21b) có công thức dưới đây:



trong đó L, R<sup>1b</sup> đến R<sup>4b</sup>, n, p, và q được xác định như nêu trên, bằng quá trình oxy hóa bằng ozon của hợp chất (20b) có công thức dưới đây:



trong đó L,  $R^{1b}$  đến  $R^{4b}$ , n, p, và q được xác định như nêu trên, và  $R^{101b}$  là nhóm hữu cơ; và bước (22b) thu hợp chất (22b) có công thức dưới đây:



trong đó L,  $R^{1b}$  đến  $R^{4b}$ , n, p, q, và  $\text{X}^b$  được xác định như nêu trên, bằng quá trình este hóa sulfat của hợp chất (21b).

Mỗi  $R^{101b}$  tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon. Hai  $R^{101b}$  có thể giống hoặc khác nhau.

Quá trình oxy hóa bằng ozon trong bước (21b) có thể được thực hiện bằng cách cho ozon hoạt động trên hợp chất (20b), sau đó xử lý sau bằng chất khử.

Ozon có thể được tạo ra bằng sự phóng điện không ồn trong khí oxy.

Ví dụ về chất khử được sử dụng để xử lý sau bao gồm kẽm, dimetyl sulfua, thioure, phosphin. Trong số chúng, phosphin có thể được ưu tiên.

Quá trình oxy hóa bằng ozon trong bước (21b) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là nước hoặc dung môi hữu cơ. Ví dụ về chúng bao gồm nước, rượu, axit carboxylic, ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol. Trong số chúng, metanol và etanol có thể được ưu tiên.

Ví dụ về axit carboxylic bao gồm axit axetic và axit propionic. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

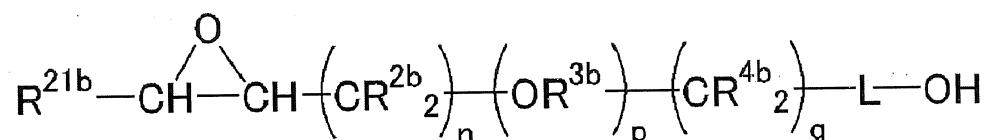
Nhiệt độ oxy hóa bằng ozon trong bước (21b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

Áp suất oxy hóa bằng ozon trong bước (21b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

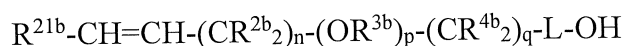
Thời gian oxy hóa bằng ozon trong bước (21b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Quá trình este hóa sulfat trong bước (22b) có thể được thực hiện bằng cách cho hợp chất (21b) phản ứng với chất phản ứng sulfat hóa, và điều kiện tương tự như trong quá trình este hóa sulfat trong bước (13b) có thể được thực hiện.

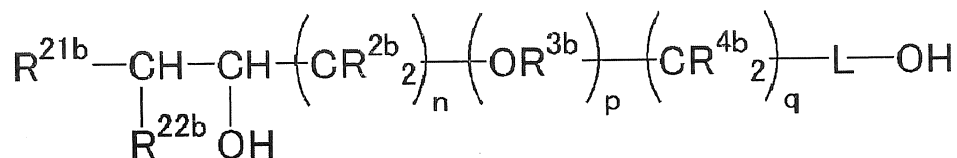
Chất hoạt động bề mặt (b) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (31b) thu hợp chất (31b) có công thức dưới đây:



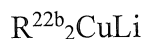
trong đó L, R<sup>2b</sup> đến R<sup>4b</sup>, R<sup>21b</sup>, n, p, và q được xác định như nêu trên, bằng cách epoxy hóa hợp chất (30b) có công thức dưới đây:



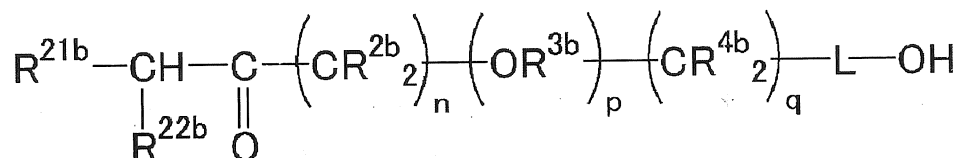
trong đó L, R<sup>2b</sup> đến R<sup>4b</sup>, n, p, và q được xác định như nêu trên, R<sup>21b</sup> là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn; bước (32b) thu hợp chất (32b) có công thức dưới đây:



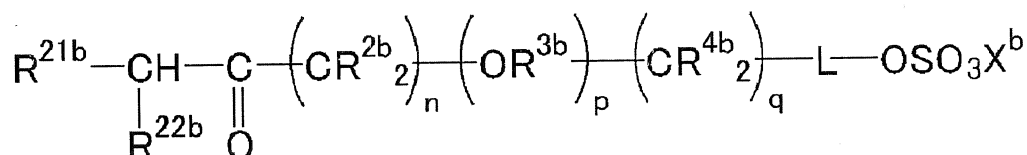
trong đó L, R<sup>2b</sup> đến R<sup>4b</sup>, R<sup>21b</sup>, R<sup>22b</sup>, n, p, và q được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (31b) phản ứng với dialkyl đồng lithi có công thức:



trong đó mỗi R<sup>22b</sup> là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thể và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thể và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn; bước (33b) thu hợp chất (33b) có công thức dưới đây:



trong đó L, R<sup>2b</sup> đến R<sup>4b</sup>, R<sup>21b</sup>, R<sup>22b</sup>, n, p, và q được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (32b); và bước (34b) thu hợp chất (34b) có công thức dưới đây:



trong đó L, R<sup>2b</sup> đến R<sup>4b</sup>, R<sup>21b</sup>, R<sup>22b</sup>, n, p, q, và X<sup>b</sup> được xác định như nêu trên, bằng quá trình este hóa sulfat của hợp chất (33b).

Nhóm alkyl có vai trò là R<sup>21b</sup> tốt hơn là không có nhóm carbonyl.

Trong nhóm alkyl có vai trò là R<sup>21b</sup>, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thể bất kỳ.

$R^{21b}$  tốt hơn là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có từ 3 đến 8 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 8 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có phần tử thế và có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, đặc biệt tốt hơn là H hoặc nhóm methyl ( $-CH_3$ ), tốt nhất là H.

Mỗi nhóm alkyl có vai trò là  $R^{22b}$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.

Trong mỗi nhóm alkyl có vai trò là  $R^{22b}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

Mỗi  $R^{22b}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có từ 3 đến 9 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 9 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, đặc biệt tốt hơn là nhóm methyl ( $-CH_3$ ) hoặc nhóm ethyl ( $-C_2H_5$ ), tốt nhất là nhóm methyl ( $-CH_3$ ).

Hai  $R^{22b}$  có thể giống hoặc khác nhau.

$R^{21b}$  và  $R^{22b}$  tốt hơn là có từ 1 đến 7 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là từ 1 đến 2, tốt nhất là 1, trong tổng số.

Quá trình epoxy hóa trong bước (31b) có thể được thực hiện bằng cách cho chất epoxy hóa hoạt động trên hợp chất (30b).



Ví dụ về chất epoxy hóa bao gồm peraxit như axit metacloperbenzoic (m-CPBA), axit perbenzoic, hydro peroxit, và tert-butyl hydroperoxit, dimetyldioxiran, và metyltriflometyldioxiran. Trong số chúng, peraxit có thể được ưu tiên, và axit metacloperbenzoic có thể được ưu tiên hơn. Chất epoxy hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0 mol so với 1 mol của hợp chất (30b).

Quá trình epoxy hóa trong bước (31b) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm keton, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, nitril, pyridin, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, và dimetylsulfoxit. Trong số chúng, diclometan được ưu tiên.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrolidon, 2-pyrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrolidon có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ epoxy hóa trong bước (31b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -40 đến 150°C.

Áp suất epoxy hóa trong bước (31b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian epoxy hóa trong bước (31b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Dialkyl đồng lithi có thể được sử dụng trong bước (32b) với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0 mol so với 1 mol của hợp chất (31b).

Phản ứng trong bước (32b) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về ete bao gồm diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol diethyl ete. Trong số chúng, diethyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (32b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -40 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong bước (32b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (32b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Ví dụ về phương pháp oxy hóa hợp chất (32b) trong bước (33b) bao gồm phương pháp (a) sử dụng chất phản ứng Jones ( $\text{CrO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (sự oxy hóa Jones), phương pháp (b) sử dụng Dess-Martin Periodinane (DMP) (sự oxy hóa Dess-Martin), phương pháp (c) sử dụng pyridin clochromat (PCC), phương pháp (d) cho phép tẩy trắng (dung dịch chứa nước NaOCl nằm trong khoảng từ 5 đến 6%) hoạt động với sự có mặt của hợp chất niken như  $\text{NiCl}_2$ , và phương pháp (e) cho phép thụ thể hydro như aldehyt và keton hoạt động với sự có mặt của chất xúc tác nhôm như  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  và  $\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$  (sự oxy hóa Oppenauer).

Quá trình oxy hóa trong bước (33b) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi là nước và dung môi hữu cơ có thể được ưu tiên, và ví dụ về chúng bao gồm nước, keton, rượu, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, và nitril.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, methyl ethyl keton, methyl isobutyl keton, cyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol. Trong số chúng, metanol và etanol có thể được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol diethyl ete. Trong số chúng, diethyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

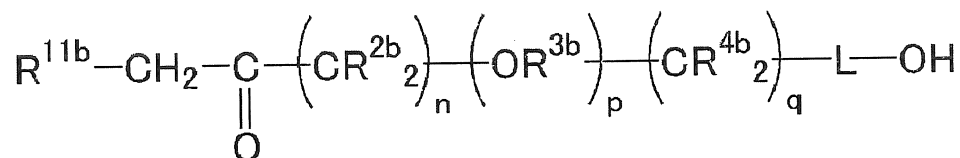
Nhiệt độ oxy hóa trong bước (33b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Áp suất oxy hóa trong bước (33b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

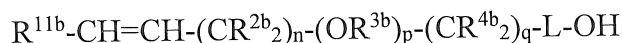
Thời gian oxy hóa trong bước (33b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Quá trình este hóa sulfat trong bước (34b) có thể được thực hiện bằng cách cho hợp chất (33b) phản ứng với chất phản ứng sulfat hóa, và điều kiện tương tự như trong quá trình este hóa sulfat trong bước (13b) có thể được thực hiện.

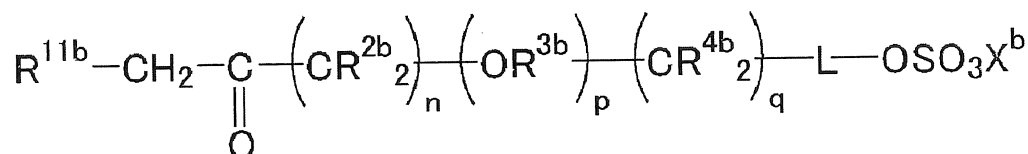
Chất hoạt động bề mặt (b) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (41b) thu hợp chất (41b) có công thức dưới đây:



trong đó L,  $R^{2b}$  đến  $R^{4b}$ ,  $R^{11b}$ , n, p, và q được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (10b) có công thức dưới đây:



trong đó L,  $R^{2b}$  đến  $R^{4b}$ ,  $R^{11b}$ , n, p, và q được xác định như nêu trên; và bước (42b) thu hợp chất (42b) có công thức dưới đây:



trong đó L,  $R^{2b}$  đến  $R^{4b}$ ,  $R^{11b}$ , n, p, q, và  $X^b$  được xác định như nêu trên, bằng quá trình este hóa sulfat của hợp chất (41b).

Quá trình oxy hóa trong bước (41b) có thể được thực hiện bằng cách cho chất oxy hóa hoạt động trên hợp chất (10b) với sự có mặt của nước và hợp chất paladi.

Ví dụ về chất oxy hóa bao gồm muối đồng hóa trị một hoặc hóa trị hai như đồng clorua, đồng axetat, đồng xyanua, và đồng triflometanthiol, muối sắt như sắt clorua, sắt axetat, sắt xyanua, sắt triflometanthiol, và hexaxyno sắt, benzoquinon như 1,4-benzoquinon, 2,3-diclo-5,6-dixyno-1,4-benzoquinon, tetraclo-1,2-benzoquinon, và tetraclo-1,4-benzoquinon,  $H_2O_2$ ,  $MnO_2$ ,  $KMnO_4$ ,  $RuO_4$ , axit m-cloperbenzoic, và oxy. Trong số chúng, muối đồng, muối sắt, và benzoquinon có thể được ưu tiên, và đồng clorua, sắt clorua, và 1,4-benzoquinon có thể được ưu tiên hơn.

Chất oxy hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 mol, so với 1 mol của hợp chất (10b).

Nước có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1000 mol, so với 1 mol của hợp chất (10b).

Ví dụ về hợp chất paladi bao gồm paladi diclorua. Hợp chất paladi có thể được sử dụng với lượng bằng lượng của chất xúc tác, như lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 1,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (10b).

Quá trình oxy hóa trong bước (41b) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi bao gồm nước, este, hydrocacbon béo, hydrocacbon thơm, rượu, axit carboxylic, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitrô, nitril, dimetylsulfoxit, và sulfolan.

Ví dụ về este bao gồm etyl axetat, butyl axetat, etylen glycol monometyl ete axetat, và propylen glycol monometyl ete axetat (PGMEA, cũng được biết là 1-metoxi -2-axetoxipropan). Trong số chúng, etyl axetat được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon béo bao gồm hexan, xyclohexan, heptan, octan, nonan, decan, undecan, dodecan, và xăng dầu mỏ. Trong số chúng, xyclohexan và heptan có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về axit carboxylic bao gồm axit axetic và axit propionic. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitrô bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrolidon, 2-pyrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrolidon có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

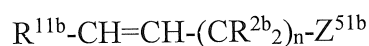
Nhiệt độ oxy hóa trong bước (41b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 150°C.

Áp suất oxy hóa trong bước (41b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 MPa.

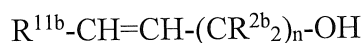
Thời gian oxy hóa trong bước (41b) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Quá trình este hóa sulfat trong bước (42b) có thể được thực hiện bằng cách cho hợp chất (41b) phản ứng với chất phản ứng sulfat hóa, và điều kiện tương tự như trong quá trình este hóa sulfat trong bước (13b) có thể được thực hiện.

Chất hoạt động bề mặt (b) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (51) thu hợp chất (51) có công thức dưới đây:



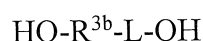
trong đó  $R^{2b}$ ,  $R^{11b}$ , và  $n$  được xác định như nêu trên, và  $Z^{51b}$  là nguyên tử halogen, bằng phản ứng của hợp chất (50) có công thức dưới đây:



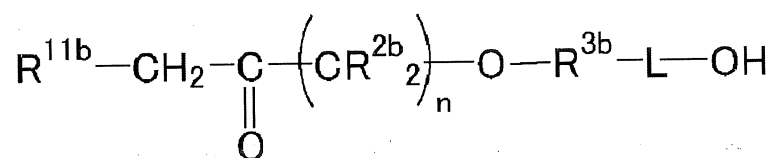
trong đó  $R^{2b}$ ,  $R^{11b}$ , và  $n$  được xác định như nêu trên, với chất halogen hóa; bước (52) thu hợp chất (52) có công thức dưới đây:



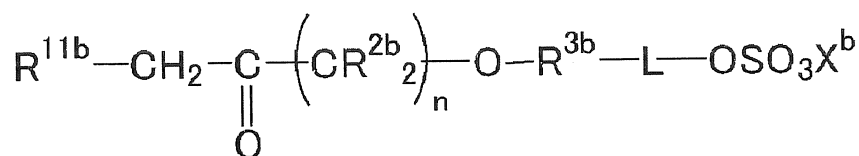
trong đó  $L$ ,  $R^{2b}$ ,  $R^{3b}$ ,  $R^{11b}$ , và  $n$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (51) phản ứng với alkylen glycol có công thức:



trong đó  $L$  và  $R^{3b}$  được xác định như nêu trên; bước (53) thu hợp chất (53) có công thức dưới đây:



trong đó  $L$ ,  $R^{2b}$ ,  $R^{3b}$ ,  $R^{11b}$ , và  $n$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (52); và bước (54) thu hợp chất (54) có công thức dưới đây:



trong đó L,  $R^{2b}$ ,  $R^{3b}$ ,  $R^{1b}$ , n, và  $X^b$  được xác định như nêu trên, bằng quá trình este hóa sulfat của hợp chất (53).

$Z^{51b}$  tốt hơn là F, Cl, Br, hoặc I, tốt hơn nữa là Br.

Ví dụ về chất halogen hóa được sử dụng trong bước (51) bao gồm N-bromsuxinimit và N-closuxinimit.

Chất halogen hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (50).

Phản ứng trong bước (51) có thể được thực hiện với sự có mặt của phosphin như triphenylphosphin.

Phosphin có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (50).

Phản ứng trong bước (51) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (51) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -40 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong bước (51) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (51) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Trong bước (52), alkylen glycol có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (51).

Phản ứng trong bước (52) có thể được thực hiện với sự có mặt của bazơ. Ví dụ về bazơ bao gồm natri hydrua, natri hydroxit, và kali hydroxit.

Bazơ có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (51).

Phản ứng trong bước (52) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrrolidon, 2-pyrrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrrolidon có thể được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (52) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -40 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong bước (52) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (52) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Quá trình oxy hóa trong bước (53) có thể được thực hiện bằng cách cho chất oxy hóa hoạt động trên hợp chất (52) với sự có mặt của nước và hợp chất paladi, và điều kiện tương tự như trong quá trình oxy hóa trong bước (41) có thể được thực hiện.



Quá trình este hóa sulfat trong bước (54) có thể được thực hiện bằng cách cho hợp chất (53) phản ứng với chất phản ứng sulfat hóa, và điều kiện tương tự như trong quá trình este hóa sulfat trong bước (13) có thể được thực hiện.

Theo phương pháp sản xuất bất kỳ nêu trên, dung môi có thể được chưng cất, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu. Hơn nữa, khi hợp chất cần thu có nhóm có công thức  $-\text{OSO}_3\text{H}$  (nghĩa là, khi  $\text{X}^b$  là H),  $-\text{OSO}_3\text{H}$  có thể được chuyển thành nhóm sulfat bằng cách tiếp xúc với kiềm như natri cacbonat và amoniac.

Trong các phương pháp sản xuất chất hoạt động bề mặt (b), phương pháp sản xuất bao gồm các bước (41b) và (42b) được ưu tiên.

Chất hoạt động bề mặt (c) sẽ được mô tả.

Trong công thức (c),  $\text{R}^{1c}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Nhóm alkyl có thể chứa nhóm cacbonyl ( $-\text{C}(=\text{O})-$ ) giữa hai nguyên tử cacbon trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Hơn nữa, nhóm alkyl có thể cũng chứa nhóm cacbonyl ở đầu mút của nhóm alkyl trong trường hợp có hai nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Nghĩa là, nhóm axyl như nhóm axetyl có công thức  $\text{CH}_3-\text{C}(=\text{O})-$  cũng được chứa trong nhóm alkyl.

Hơn nữa, nhóm alkyl có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc cũng có thể tạo ra vòng trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Dị vòng tốt hơn là dị vòng chưa no, tốt hơn nữa là dị vòng chưa no chứa oxy, và ví dụ về chúng bao gồm vòng furan. Trong  $\text{R}^{1c}$ , dị vòng hóa trị hai có thể được chèn giữa hai nguyên tử cacbon, dị vòng hóa trị hai có thể được nằm ở đầu mút và được gắn với  $-\text{C}(=\text{O})-$ , hoặc dị vòng hóa trị một có thể được nằm ở đầu mút của nhóm alkyl.

Trong phần mô tả này, "số nguyên tử cacbon" của nhóm alkyl bao gồm số nguyên tử cacbon tạo ra nhóm cacbonyl và số nguyên tử cacbon tạo ra dị vòng. Ví dụ, nhóm có công thức  $\text{CH}_3-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_2-$  có 3 nguyên tử cacbon, nhóm có công

thức  $\text{CH}_3\text{-C(=O)-C}_2\text{H}_4\text{-C(=O)-C}_2\text{H}_4\text{-}$  có 7 nguyên tử cacbon, và nhóm có công thức  $\text{CH}_3\text{-C(=O)-}$  có 2 nguyên tử cacbon.

Trong nhóm alkyl, nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm chức, như nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy (-OH) hoặc liên kết este, nhưng tốt hơn là không được thế bằng nhóm chức bất kỳ.

Ví dụ về nhóm hữu cơ hóa trị một chứa liên kết este bao gồm nhóm có công thức:  $-\text{O-C(=O)-R}^{101c}$ , trong đó  $\text{R}^{101c}$  là nhóm alkyl.

Trong nhóm alkyl, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Trong công thức (c), mỗi  $\text{R}^{2c}$  và  $\text{R}^{3c}$  là liên kết đơn độc lập hoặc nhóm liên kết hóa trị hai.

Mỗi  $\text{R}^{2c}$  và  $\text{R}^{3c}$  độc lập tốt hơn là liên kết đơn, nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, hoặc nhóm alkylen vòng có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Nhóm alkylen tạo ra  $\text{R}^{2c}$  và  $\text{R}^{3c}$  tốt hơn là không có nhóm carbonyl.

Trong nhóm alkylen, nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm chức, như nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy (-OH) hoặc liên kết este, nhưng tốt hơn là không được thế bằng nhóm chức bất kỳ.

Ví dụ về nhóm hữu cơ hóa trị một chứa liên kết este bao gồm nhóm có công thức:  $-\text{O-C(=O)-R}^{102c}$ , trong đó  $\text{R}^{102c}$  là nhóm alkyl.

Trong nhóm alkylen, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkylen không được halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

$R^{1c}$ ,  $R^{2c}$ , và  $R^{3c}$  có 5 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn trong tổng số. Tổng số nguyên tử cacbon tốt hơn là 7 hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 9 hoặc cao hơn, và tốt hơn là 20 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 18 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 15 hoặc nhỏ hơn.

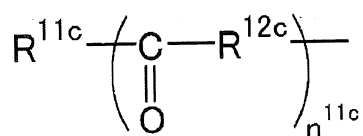
Bất kỳ hai trong số  $R^{1c}$ ,  $R^{2c}$ , và  $R^{3c}$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng.

Trong công thức (c),  $A^c$  là  $-COOX^c$  hoặc  $-SO_3X^c$  (trong đó  $X^c$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{4c}$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và mỗi  $R^{4c}$  là H hoặc nhóm hữu cơ và có thể giống hoặc khác nhau). Mỗi  $R^{4c}$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Ví dụ về nguyên tử kim loại bao gồm nguyên tử kim loại hóa trị một hoặc hóa trị hai như kim loại kiềm (nhóm 1) và kim loại kiềm thổ (nhóm 2), và nguyên tử kim loại tốt hơn là Na, K, hoặc Li.

$X^c$  tốt hơn là H, kim loại kiềm (nhóm 1), kim loại kiềm thổ (nhóm 2), hoặc  $NR^{4c}$ , tốt hơn nữa là H, Na, K, Li, hoặc  $NH_4$  để dễ dàng hòa tan trong nước, tốt hơn nữa là Na, K, hoặc  $NH_4$  để dễ dàng hòa tan tiếp trong nước, đặc biệt tốt hơn là Na hoặc  $NH_4$ , tốt nhất là  $NH_4$  để dễ dàng loại bỏ. Khi  $X^c$  là  $NH_4$ , khả năng hòa tan của chất hoạt động bề mặt thành môi trường chứa nước là tuyệt vời, và thành phần kim loại khó duy trì trong PTFE hoặc sản phẩm cuối cùng.

$R^{1c}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 8 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa từ 1 đến 10 nhóm cacbonyl và có từ 2 đến 45 nguyên tử cacbon, nhóm alkyl vòng chứa nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 45 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl có từ 3 đến 45 nguyên tử cacbon và chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai.

Hơn nữa,  $R^{1c}$  tốt hơn nữa là nhóm có công thức dưới đây:



trong đó  $n^{11c}$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 10,  $R^{11c}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, mỗi  $R^{12c}$  là nhóm alkylen có từ 0 đến 3 nguyên tử cacbon, và  $R^{12c}$  có thể giống hoặc khác nhau khi  $n^{11c}$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10.

$n^{11c}$  tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 3, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

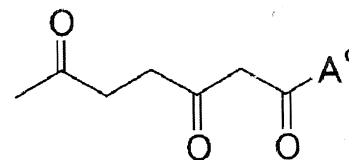
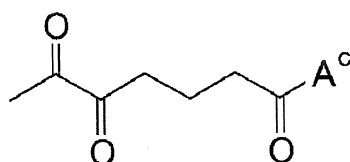
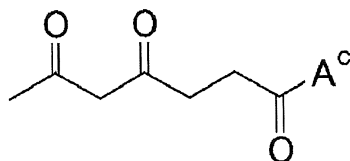
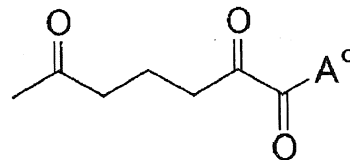
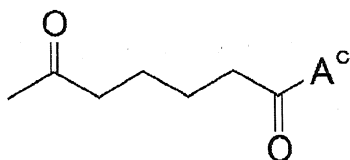
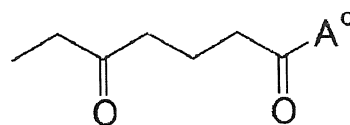
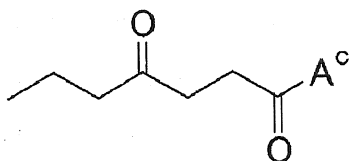
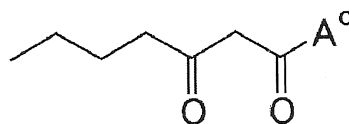
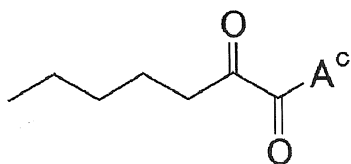
Nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11c}$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl. Trong nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11c}$ , nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm chức, như nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy (-OH) hoặc liên kết este, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là không được thế bằng nhóm chức bất kỳ. Ví dụ về nhóm hữu cơ hóa trị một chứa liên kết este bao gồm nhóm có công thức:  $-O-C(=O)-R^{103c}$ , trong đó  $R^{103c}$  là nhóm alkyl. Trong nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11c}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

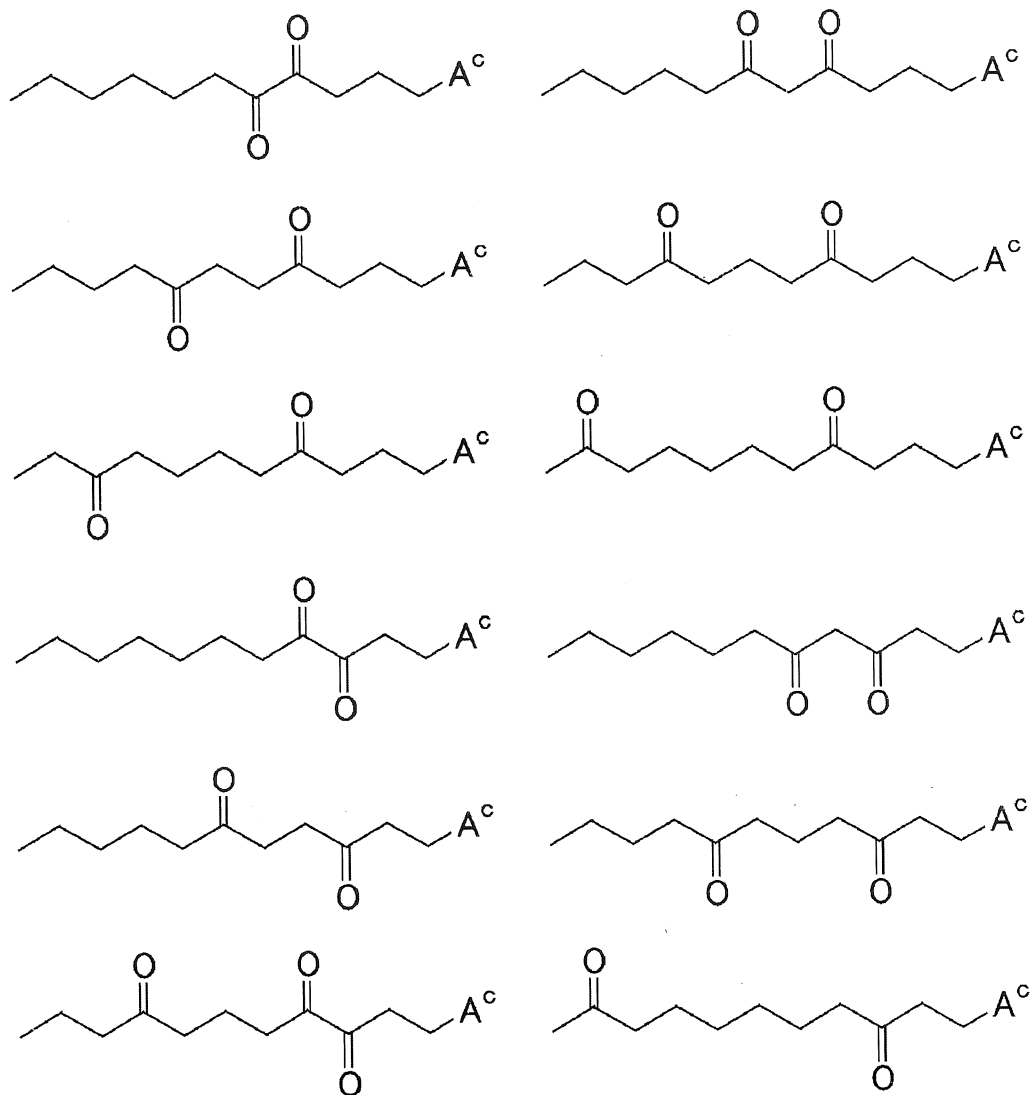
$R^{12c}$  là nhóm alkylen có từ 0 đến 3 nguyên tử cacbon. Số nguyên tử cacbon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 3. Nhóm alkylen có vai trò là  $R^{12c}$  có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Nhóm alkylen có vai trò là  $R^{12c}$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.  $R^{12c}$  tốt hơn nữa là nhóm etylen ( $-C_2H_4-$ ) hoặc nhóm propylen ( $-C_3H_6-$ ). Trong nhóm alkylen có vai trò là  $R^{12c}$ , nguyên tử hydro được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nhóm chức như nhóm hữu cơ hóa trị một chứa nhóm hydroxy (-OH) hoặc liên kết este, nhưng nhóm alkylen tốt hơn là không được thế bằng nhóm chức bất kỳ. Ví dụ về nhóm hữu cơ hóa trị một chứa liên kết este bao gồm nhóm có công thức:  $-O-C(=O)-R^{104c}$ , trong đó  $R^{104c}$  là nhóm alkyl. Trong nhóm alkylen có vai trò là  $R^{12c}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử

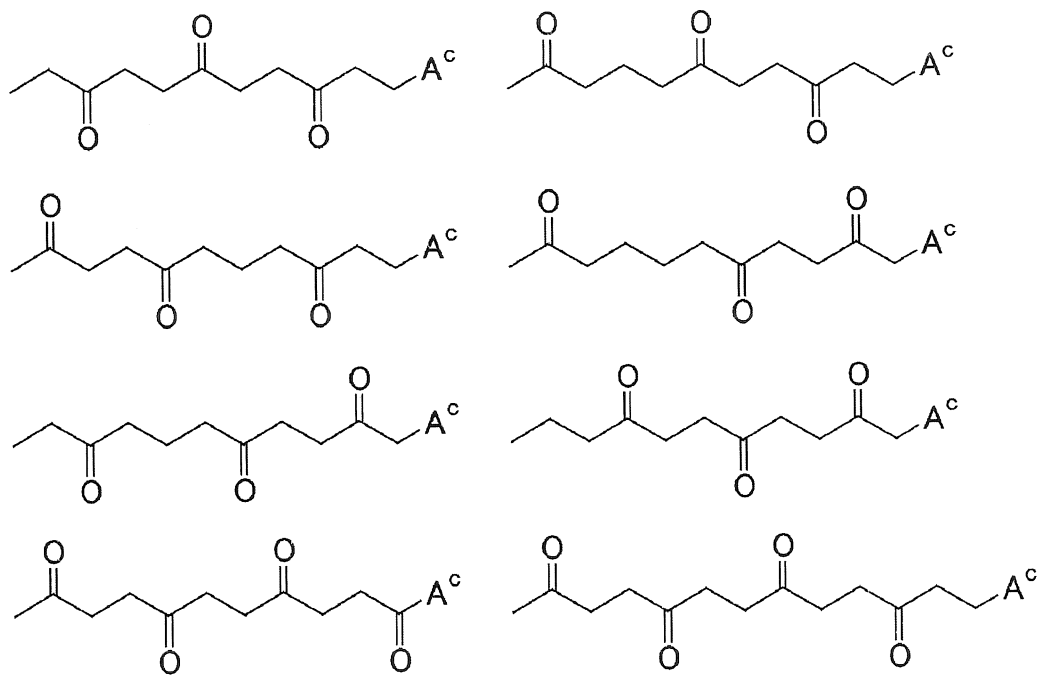
hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkylen tốt hơn là nhóm alkylen không được halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

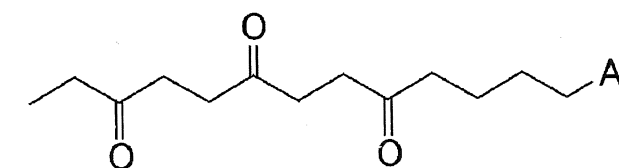
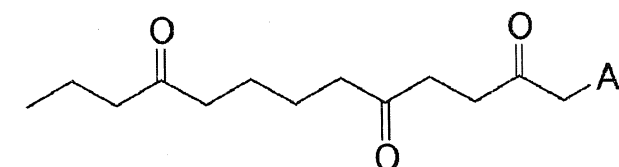
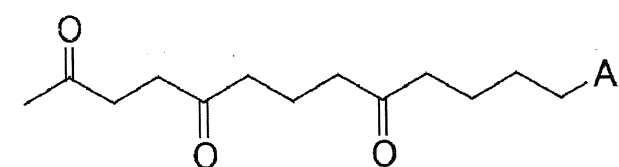
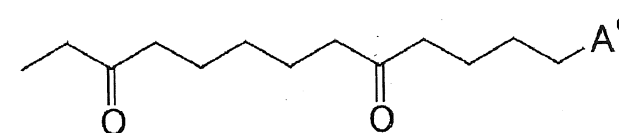
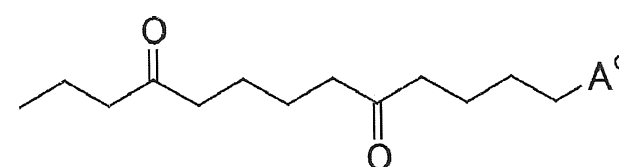
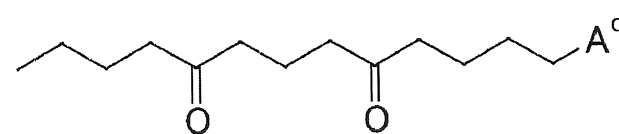
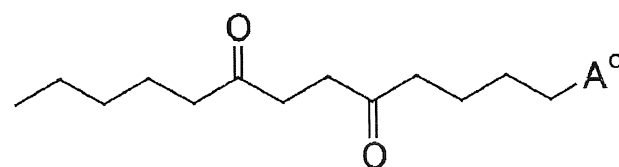
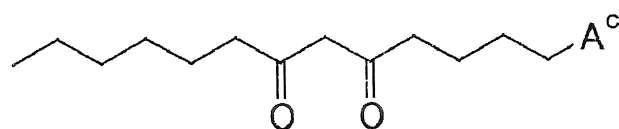
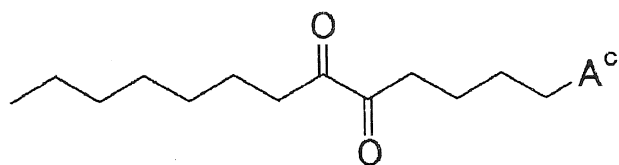
Mỗi  $R^{2c}$  và  $R^{3c}$  độc lập tốt hơn là nhóm alkylen không có nhóm cacbonyl và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là nhóm alkylen không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm etylen ( $-C_2H_4-$ ) hoặc nhóm propylen ( $-C_3H_6-$ ).

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt (c) có thể bao gồm các chất hoạt động bề mặt dưới đây. Trong mỗi công thức,  $A^c$  được xác định như nêu trên.

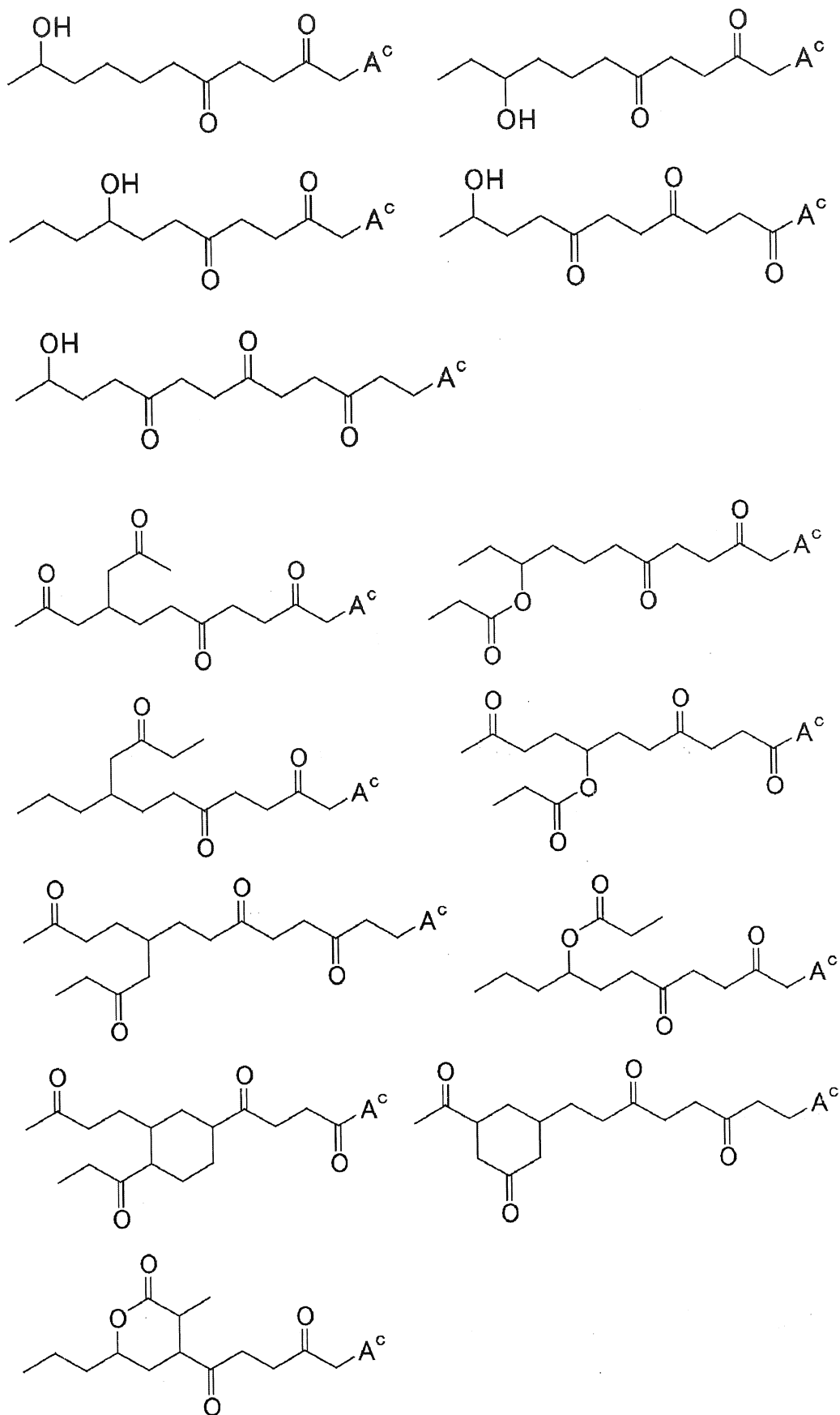


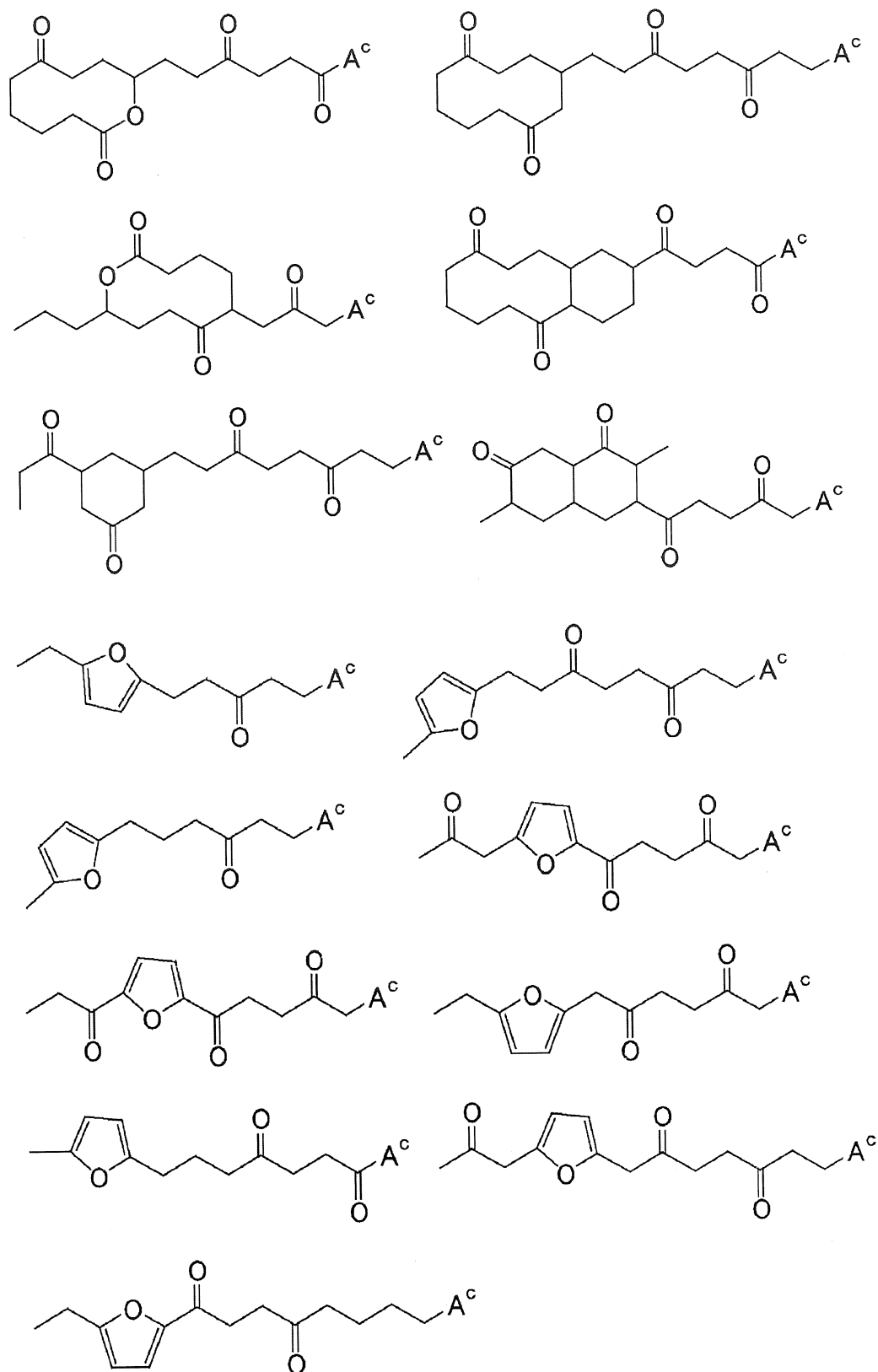






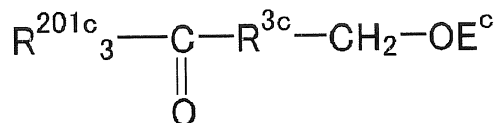




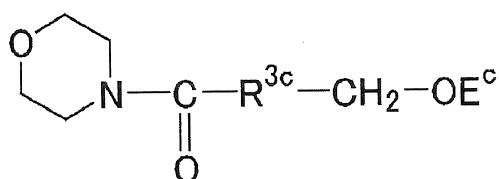


Chất hoạt động bề mặt (c) là hợp chất mới và có thể được tạo ra bằng phương pháp sản xuất dưới đây làm ví dụ.

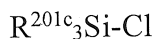
Chất hoạt động bề mặt (c) có thể được tạo ra một cách thích hợp bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (11c) thu hợp chất (11c) có công thức:



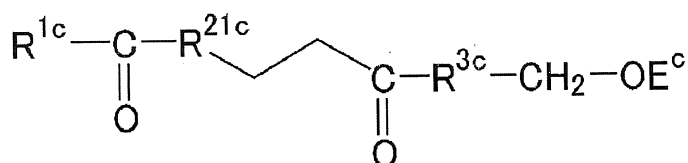
trong đó  $\text{R}^{3\text{c}}$ ,  $\text{R}^{201\text{c}}$ , và  $\text{E}^{\text{c}}$  được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của hợp chất (10c) có công thức:



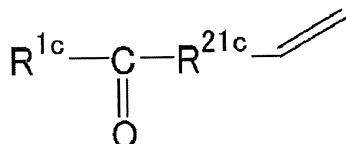
trong đó  $\text{R}^{3\text{c}}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{E}^{\text{c}}$  là nhóm rời chuyển, với lithi và hợp chất closilan có công thức:



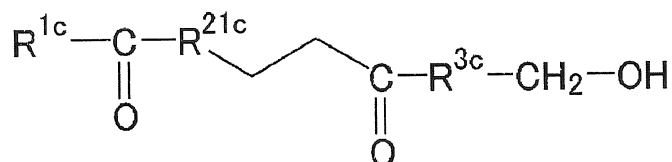
trong đó mỗi  $\text{R}^{201\text{c}}$  độc lập là nhóm alkyl hoặc nhóm aryl; bước (12c) thu hợp chất (12c) có công thức:



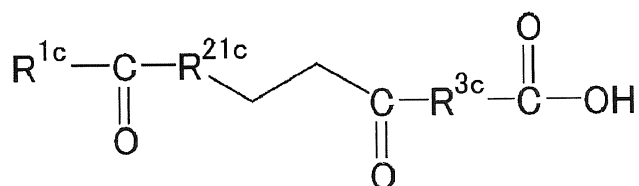
trong đó  $\text{R}^{1\text{c}}$ ,  $\text{R}^{21\text{c}}$ ,  $\text{R}^{3\text{c}}$ , và  $\text{E}^{\text{c}}$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (11c) phản ứng với olefin có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1\text{c}}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{21\text{c}}$  là liên kết đơn hoặc nhóm liên kết hóa trị hai; bước (13c) thu hợp chất (13c) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1c}$ ,  $\text{R}^{21c}$  và  $\text{R}^{3c}$  được xác định như nêu trên bằng cách tách nhóm rời chuyển được chứa trong hợp chất (12c); và bước (14c) thu hợp chất (14c) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1c}$ ,  $\text{R}^{21c}$ , và  $\text{R}^{3c}$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (13c).

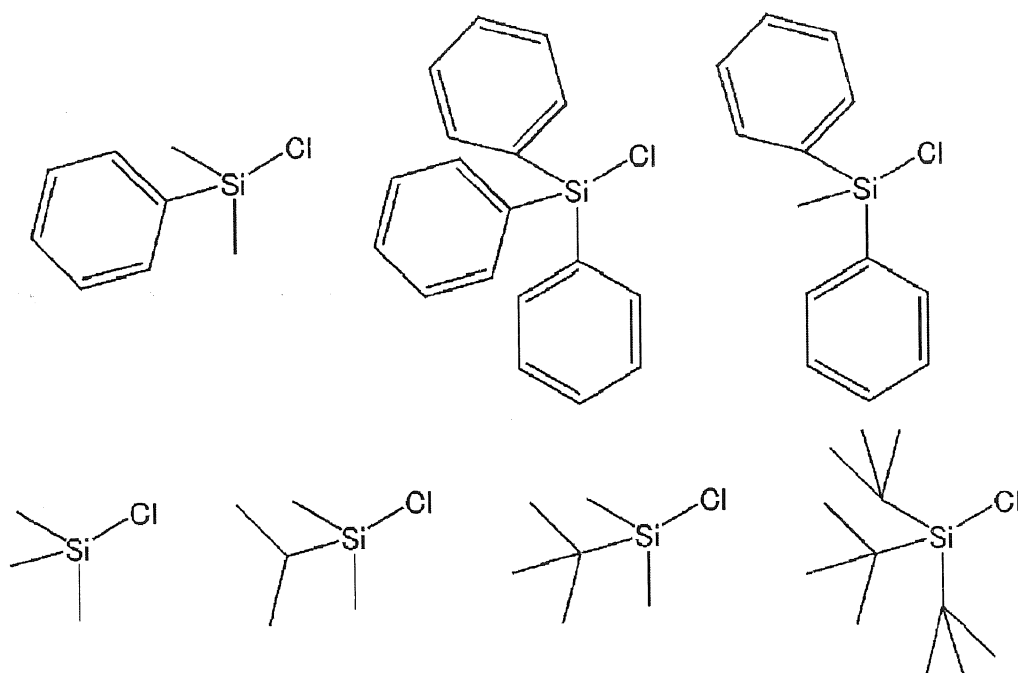
Khi  $\text{R}^{1c}$  chứa vòng furan, thì vòng furan có thể được mở, ví dụ, bằng cách sử dụng axit và chuyển thành dẫn xuất dicarbonyl. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrochloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Trong bước (11c), hợp chất (11c) tốt hơn là thu được bằng cách cho lithi phản ứng với hợp chất closilan trước để thu hợp chất siloxylithi và sau đó cho hợp chất siloxylithi phản ứng với hợp chất (10c).

$\text{E}^c$  là nhóm rời chuyển. Ví dụ về nhóm rời chuyển bao gồm nhóm tert-butyldimethylsilyl (TBS), nhóm triethylsilyl (TES), nhóm triisopropylsilyl (TIPS), nhóm tert-butyldiphenylsilyl (TBDPS), và nhóm benzyl (Bn).

$\text{R}^{21c}$  tốt hơn là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Ví dụ về hợp chất closilan bao gồm:



Tất cả phản ứng trong bước (11c) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete. Ví dụ về ete bao gồm etyl methyl ete, diethyl ete, monoglyme(etylen glycol dimethyl ete), diglyme(dietylen glycol dimethyl ete), triglyme(trietylen glycol dimethyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimethyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và diethyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng của lithi với hợp chất closilan trong bước (11c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ  $-78$  đến  $100^{\circ}\text{C}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $10$  đến  $40^{\circ}\text{C}$ .

Nhiệt độ phản ứng của hợp chất siloxylithi với hợp chất (10c) trong bước (11c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ  $-100$  đến  $0^{\circ}\text{C}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $-80$  đến  $-50^{\circ}\text{C}$ .

Áp suất phản ứng của lithi với hợp chất closilan trong bước (11c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ  $0,1$  đến  $5\text{ MPa}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $0,1$  đến  $1\text{ MPa}$ .

Áp suất phản ứng của hợp chất siloxylithi với hợp chất (10c) trong bước (11c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng của lithi với hợp chất closilan trong bước (11c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 10 giờ.

Thời gian phản ứng của hợp chất siloxylithi với hợp chất (10c) trong bước (11c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (11c) với olefin trong bước (12c), lượng olefin tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (11c), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (12c) có thể được thực hiện trong dung môi với sự có mặt của muối thiazoli và bazơ.

Ví dụ về muối thiazoli bao gồm 3-etyl-5-(2-hydroxyetyl)-4-metylthiazoli bromua và 3-benzyl-5-(2-hydroxyetyl)-4-metylthiazoli clorua.

Ví dụ về bazơ bao gồm 1,8-diazabicyclo[5,4,0]-7-undecen và trietylamin.

Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là rượu hoặc ete.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (12c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40 đến 60°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 55°C.

Áp suất phản ứng trong bước (12c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (12c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 10 giờ.

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (13c) có thể được thực hiện bằng cách sử dụng ion florua hoặc axit. Ví dụ về phương pháp tách nhóm rời chuyển bao gồm phương pháp sử dụng axit hydrofloric, phương pháp sử dụng phức chất amin của hydro florua như pyridin-nHF và trietylamin-nHF, phương pháp sử dụng muối vô cơ như xesi florua, kali florua, lithi boroflorua ( $\text{LiBF}_4$ ), và amoni florua, và phương pháp sử dụng muối hữu cơ như tetrabutylamoni florua (TBAF).

Phản ứng tách nhóm rời chuyển trong bước (13c) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (13c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến  $40^\circ\text{C}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến  $20^\circ\text{C}$ .

Áp suất phản ứng trong bước (13c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (13c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

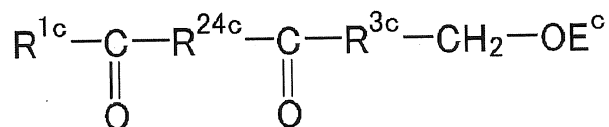
Quá trình oxy hóa trong bước (14c) có thể được thực hiện trong dung môi với sự có mặt của natri clorit.

Ví dụ về dung môi có thể được sử dụng bao gồm nước và rượu như rượu metanol, etanol, 1-propanol, isopropanol, 1-butanol, và tert-butyl. Đệm có thể được sử dụng là dung dịch dinatri hydro phosphat.

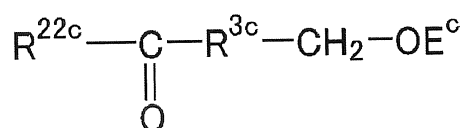
Hợp chất (14c) có thể được đưa vào tiếp xúc với kiềm để chuyển hóa -COOH thành dạng muối. Ví dụ về kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, lithi hydroxit, và amoniac. Việc sử dụng dung dịch chứa nước amoniac được ưu tiên.

Dung môi có thể được chưng tách, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

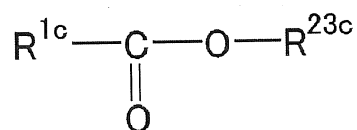
Chất hoạt động bề mặt (c) có thể được tạo ra một cách thích hợp bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (21c) thu hợp chất (21c) có công thức:



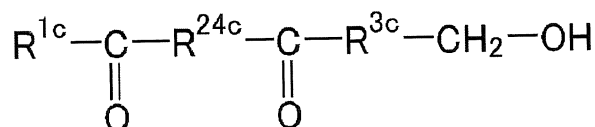
trong đó  $\text{R}^{1c}$ ,  $\text{R}^{3c}$ , và  $\text{E}^c$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{24c}$  là liên kết đơn hoặc nhóm liên kết hóa trị hai, bằng phản ứng của keton có công thức:



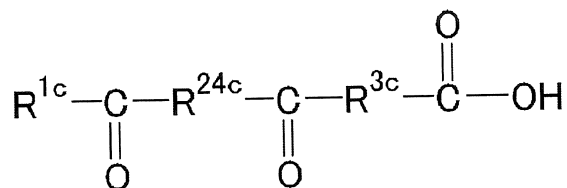
trong đó  $\text{R}^{3c}$  được xác định như nêu trên,  $\text{R}^{22c}$  là nhóm hữu cơ hóa trị một, và  $\text{E}^c$  là nhóm rời chuyển, với este của axit carboxylic có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1c}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{23c}$  là nhóm hữu cơ hóa trị một; bước (22c) thu hợp chất (22c) có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1c}$ ,  $\text{R}^{24c}$ , và  $\text{R}^{3c}$  được xác định như nêu trên, bằng cách tách nhóm rời chuyển được chứa trong hợp chất (21c); và bước (23c) thu hợp chất (23c) có công thức:





trong đó  $R^{1c}$ ,  $R^{24c}$ , và  $R^{3c}$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (22c).

Khi  $R^{1c}$  chứa vòng furan, thì vòng furan có thể được mở, ví dụ, bằng cách sử dụng axit và chuyển thành dẫn xuất dicarbonyl. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrocloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

$E^c$  là nhóm rời chuyển. Ví dụ về nhóm rời chuyển bao gồm nhóm tert-butyl dimethylsilyl (TBS), nhóm triethylsilyl (TES), nhóm triisopropylsilyl (TIPS), nhóm tert-butyl diphenylsilyl (TBDPS), và nhóm benzyl (Bn).

$R^{22c}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là nhóm methyl.

$R^{23c}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là nhóm methyl.

$R^{24c}$  tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là nhóm etylen ( $-CH_2-$ ).

Phản ứng trong bước (21c) có thể được thực hiện trong dung môi với sự có mặt của bazơ.

Ví dụ về bazơ bao gồm natri amit, natri hydrua, natri metoxit, và natri etoxit.

Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là rượu hoặc ete.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về ete bao gồm etyl methyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5, 18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (21c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 20°C.

Áp suất phản ứng trong bước (21c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (21c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (22c) có thể được thực hiện bằng cách sử dụng ion florua hoặc axit. Ví dụ về phương pháp tách nhóm rời chuyển bao gồm phương pháp sử dụng axit hydrofloric, phương pháp sử dụng phức chất amin của hydro florua như pyridin-nHF và trietylamin-nHF, phương pháp sử dụng muối vô cơ như xesi florua, kali florua, lithi boroflorua ( $\text{LiBF}_4$ ), và amoni florua, và phương pháp sử dụng muối hữu cơ như tetrabutylamoni florua (TBAF).

Phản ứng tách nhóm rời chuyển trong bước (22c) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (22c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến  $40^\circ\text{C}$ , tốt hơn nữa là 0 đến  $20^\circ\text{C}$ .

Áp suất phản ứng trong bước (22c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (22c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

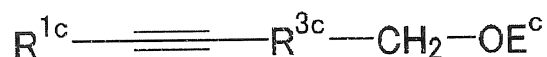
Quá trình oxy hóa trong bước (23c) có thể được thực hiện trong dung môi với sự có mặt của natri clorit.

Ví dụ về dung môi có thể được sử dụng bao gồm rượu và nước. Đệm có thể được sử dụng là dung dịch dinatri hydro phosphat.

Hợp chất (23c) có thể được đưa vào tiếp xúc với kiềm để chuyển hóa -COOH thành dạng muối. Ví dụ về kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, lithi hydroxit, và amoniac. Việc sử dụng dung dịch chứa nước amoniac được ưu tiên.

Dung môi có thể được chưng tách, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

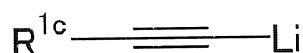
Chất hoạt động bề mặt (c) có thể được tạo ra một cách thích hợp bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (31c) thu hợp chất (31c) có công thức:



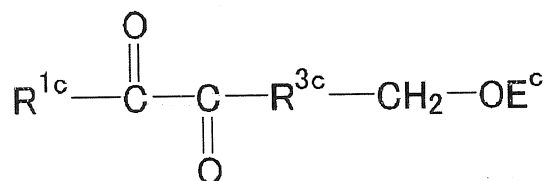
trong đó  $R^{1c}$ ,  $R^{3c}$ , và  $E^c$  được xác định như nêu trên, bằng cách phản ứng alkyl halogenua có công thức:



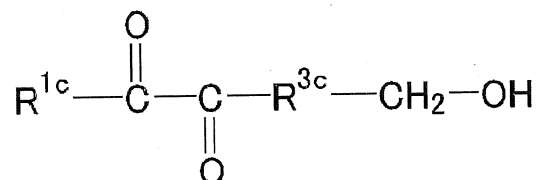
trong đó  $R^{3c}$  được xác định như nêu trên,  $Y^c$  là nguyên tử halogen, và  $E^c$  là nhóm rời chuyển, với lithi axetylua có công thức:



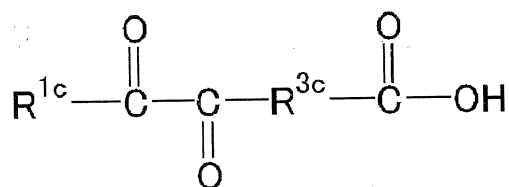
trong đó  $R^{1c}$  được xác định như nêu trên; bước (32c) thu hợp chất (32c) có công thức



trong đó  $R^{1c}$ ,  $R^{3c}$ , và  $E^c$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (31c); bước (33c) thu hợp chất (33c) có công thức:



trong đó  $R^{1c}$  và  $R^{3c}$  được xác định như nêu trên, bằng cách tách nhóm rời chuyển được chứa trong hợp chất (32c); và bước (34c) thu hợp chất (34c) có công thức:



trong đó  $R^{1c}$  và  $R^{3c}$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (33c).

Khi R<sup>1c</sup> chứa vòng furan, thì vòng furan có thể được mở, ví dụ, bằng cách sử dụng axit và chuyển thành dẫn xuất dicarbonyl. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrocloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

E<sup>c</sup> là nhóm rời chuyển. Ví dụ về nhóm rời chuyển bao gồm nhóm tert-butyl dimethylsilyl (TBS), nhóm triethylsilyl (TES), nhóm triisopropylsilyl (TIPS), nhóm tert-butyl diphenylsilyl (TBDPS), và nhóm benzyl (Bn).

Đối với tỷ lệ phản ứng của alkyl halogenua với lithi axetylua trong bước (31c), lượng lithi axetylua tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,2 mol, so với 1 mol alkyl halogenua, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (31c) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là hexan.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (31c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -100 đến -40°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -80 đến -50°C.

Áp suất phản ứng trong bước (31c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (31c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 10 giờ.

Quá trình oxy hóa trong bước (32c) có thể được thực hiện trong dung môi nitril bằng cách sử dụng phức chất được tạo ra bằng cách xử lý [(Cn\*)Ru<sup>III</sup>(CF<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>].H<sub>2</sub>O, trong đó Cn\* là 1,4,7-trimetyl-1,4,7-triazabicyclononan, với (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Ce(NO<sub>3</sub>)<sub>6</sub> và axit trifloaxetic và sau đó bổ sung natri perclorat vào đó.

Sau khi hoàn thành quá trình oxy hóa, phản ứng trung hòa bằng kiềm có thể được thực hiện để chiết hợp chất (32c) bằng cách sử dụng dung môi hữu cơ như ete.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (32c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 90°C.

Áp suất phản ứng trong bước (32c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (32c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (33c) có thể được thực hiện bằng cách sử dụng ion florua hoặc axit. Ví dụ về phương pháp tách nhóm rời chuyển bao gồm phương pháp sử dụng axit hydrofloric, phương pháp sử dụng phức chất amin của hydro florua như pyridin-nHF và trietylamin-nHF, phương pháp sử dụng muối vô cơ như xesi florua, kali florua, lithi boroflorua ( $\text{LiBF}_4$ ), và amoni florua, và phương pháp sử dụng muối hữu cơ như tetrabutylamoni florua (TBAF).

Phản ứng tách của nhóm rời chuyển trong bước (33c) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton, tốt hơn nữa là ete.

Ví dụ về ete bao gồm etyl metyl ete, dietyl ete, monoglyme(etylen glycol dimetyl ete), diglyme(dietylen glycol dimetyl ete), triglyme(trietylen glycol dimetyl ete), tetrahydrofuran, tetraglyme(tetraetylen glycol dimetyl ete), và crao ete (15-crao-5,18-crao-6). Trong số chúng, tetrahydrofuran và dietyl ete có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (33c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến  $40^\circ\text{C}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến  $20^\circ\text{C}$ .

Áp suất phản ứng trong bước (33c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (33c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 8 giờ.

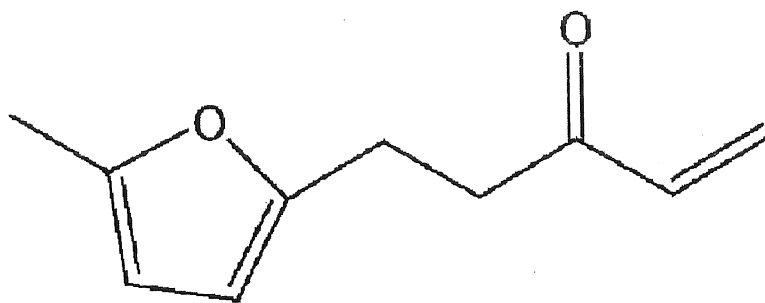
Quá trình oxy hóa trong bước (34c) có thể được thực hiện trong dung môi với sự có mặt của natri clorit.

Ví dụ về dung môi có thể được sử dụng bao gồm rượu và nước. Đệm có thể được sử dụng là dung dịch dinatri hydro phosphat.

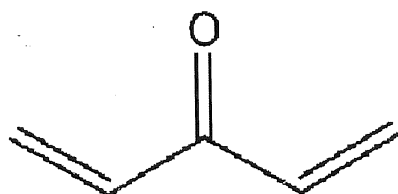
Hợp chất (34c) có thể được đưa vào tiếp xúc với kiềm để chuyển hóa -COOH thành dạng muối. Ví dụ về kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, lithi hydroxit, và amoniac. Việc sử dụng dung dịch chứa nước amoniac được ưu tiên.

Dung môi có thể được chưng tách, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

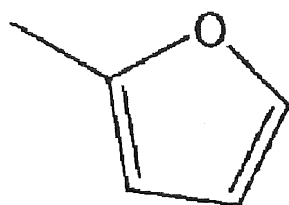
Chất hoạt động bề mặt (c) có thể được tạo ra một cách thích hợp bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (51c) thu hợp chất (51c) có công thức:



bằng cách cho divinyl keton có công thức:

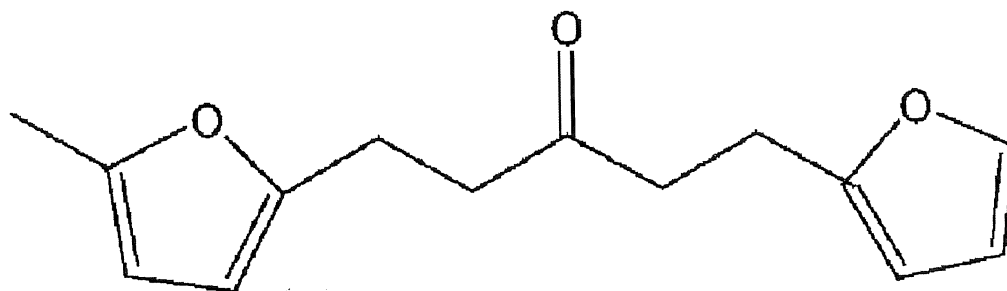


phản ứng với 2-metyl furan có công thức:

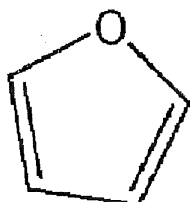


;

bước (52c) thu hợp chất (52c) có công thức:

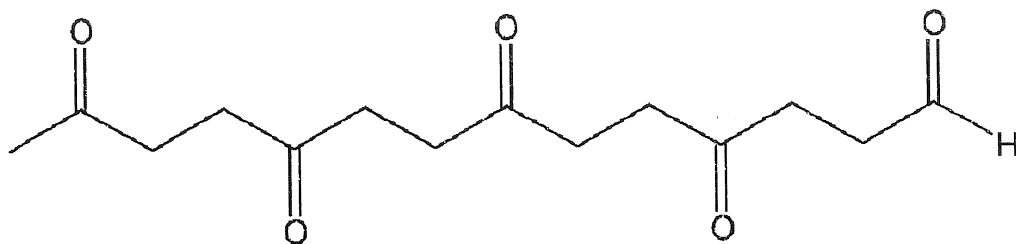


bằng cách cho hợp chất (51c) phản ứng với furan có công thức:

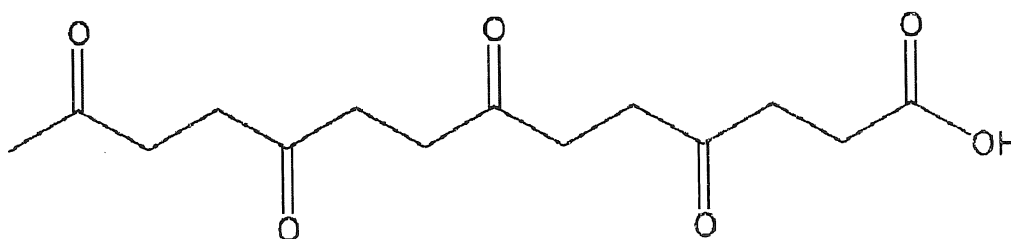


;

bước (53c) thu hợp chất (53c) có công thức:



bằng cách gia nhiệt hợp chất (52c) với sự có mặt của axit; và bước (54c) thu hợp chất (54c) có công thức:



bằng cách oxy hóa hợp chất (53c).

Đối với tỷ lệ phản ứng của divinyl keton với 2-metyl furan trong bước (51c), lượng 2-metyl furan tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,9 mol, so với 1 mol divinyl keton, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (51c) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của axit. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrocloric, và axit p-toluensulfonic. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Lượng axit được sử dụng trong bước (51c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là 0,1 đến 1 mol, so với 1 mol divinyl keton, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (51c) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là nước hoặc axetonitril.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (51c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C.

Áp suất phản ứng trong bước (51c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (51c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4 đến 8 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (51c) với furan trong bước (52c), lượng furan tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (51c), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (52c) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của axit. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrochloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Lượng axit được sử dụng trong bước (52c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 mol, so với 1 mol của hợp chất (51c), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (52c) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là nước.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (52c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C.

Áp suất phản ứng trong bước (52c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (52c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4 đến 8 giờ.

Trong bước (53c), vòng furan được mở bằng cách gia nhiệt hợp chất (52c) với sự có mặt của axit.

Axit tốt hơn là axit hydrochloric hoặc axit sulfuric.

Phản ứng trong bước (53c) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là nước.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (53c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 100°C.

Áp suất phản ứng trong bước (53c) tốt hơn là 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là 0,1 đến 1 MPa.



Thời gian phản ứng trong bước (53c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 12 giờ.

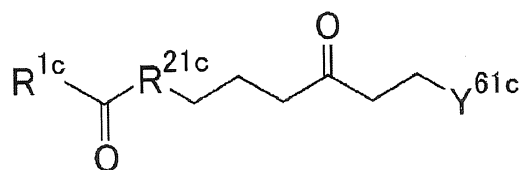
Quá trình oxy hóa trong bước (54c) có thể được thực hiện trong dung môi với sự có mặt của natri clorit.

Ví dụ về dung môi có thể được sử dụng bao gồm rượu tert-butyl và nước. Đệm có thể được sử dụng là dung dịch dinatri hydro phosphat.

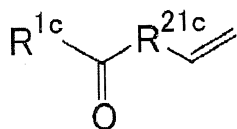
Hợp chất (54c) có thể đưa vào tiếp xúc với kiềm để chuyển hóa -COOH thành dạng muối. Ví dụ về kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, lithi hydroxit, và amoniac. Việc sử dụng dung dịch chứa nước amoniac được ưu tiên.

Dung môi có thể được chưng tách, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

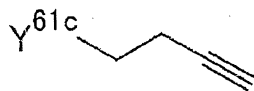
Chất hoạt động bề mặt (c) có thể được tạo ra một cách thích hợp bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (61c) thu hợp chất (61c) có công thức:



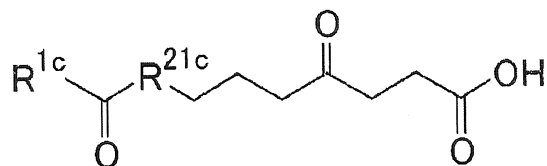
trong đó  $\text{R}^{1c}$ ,  $\text{R}^{21c}$  và  $\text{Y}^{61c}$  được xác định như nêu trên, bằng phản ứng của alken có công thức:



trong đó  $\text{R}^{1c}$  được xác định như nêu trên, và  $\text{R}^{21c}$  là liên kết đơn hoặc nhóm liên kết hóa trị hai, với alkyn có công thức:



trong đó  $\text{Y}^{61c}$  là nhóm alkyl este; và bước (62c) thu hợp chất (62c) có công thức:



trong đó  $R^{1c}$  và  $R^{21c}$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho kiểm hoạt động trên hợp chất (61c) và sau đó cho axit hoạt động trên đó.

Khi  $R^{1c}$  chứa vòng furan, vòng furan có thể được mở, ví dụ, bằng cách sử dụng axit và chuyển thành dẫn xuất dicarbonyl. Ví dụ về axit bao gồm axit axetic, axit hydrochloric, và p-toluen sulfon. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

$R^{21c}$  tốt hơn là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Đối với tỷ lệ phản ứng của alken với alkyn trong bước (61c), lượng alken tốt hơn là 0,5 đến 2 mol, tốt hơn nữa là 0,6 đến 1,2 mol, so với 1 mol alkyn, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (61c) tốt hơn là được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác kim loại. Ví dụ về kim loại bao gồm ruteni.

Lượng chất xúc tác kim loại được sử dụng trong bước (61c) tốt hơn là 0,01 đến 0,4 mol, tốt hơn nữa là 0,05 đến 0,1 mol, so với 1 mol alken, khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (61c) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là nước, axetonitril, dimetylaxetamit, hoặc dimetylformamit.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (61c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 160°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 140°C.

Áp suất phản ứng trong bước (61c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (61c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4 đến 8 giờ.

Đối với tỷ lệ phản ứng của hợp chất (61c) với kiềm trong bước (62c), lượng kiềm tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong

khoảng từ 0,8 đến 1,1 mol, so với 1 mol của hợp chất (61c), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Lượng axit được sử dụng trong bước (62c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 20,0 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (61c), khi xem xét sự cải thiện hiệu suất và giảm chất thải.

Phản ứng trong bước (62c) có thể được thực hiện trong dung môi phân cực. Dung môi tốt hơn là nước.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (62c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 100°C.

Áp suất phản ứng trong bước (62c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (62c) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4 đến 8 giờ.

Hợp chất (62c) có thể đưa vào tiếp xúc với kiềm để chuyển hóa -COOH thành dạng muối. Ví dụ về kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, lithi hydroxit, và amoniac. Việc sử dụng dung dịch chứa nước amoniac được ưu tiên.

Dung môi có thể được chưng tách, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu.

Chất hoạt động bề mặt (d) sẽ được mô tả.

Trong công thức (d),  $R^{1d}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Nhóm alkyl có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc cũng có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Dị vòng tốt hơn là dị vòng chưa no, tốt hơn nữa là dị vòng chưa no chứa oxy, và ví dụ về chúng bao gồm vòng furan. Trong  $R^{1d}$ , dị vòng hóa trị hai có thể được chèn giữa hai nguyên tử cacbon, dị vòng hóa trị hai có thể được nằm ở đầu mút và được gắn với -C(=O)-, hoặc dị vòng hóa trị một có thể được nằm ở đầu mút của nhóm alkyl.

Trong phần mô tả này, "số nguyên tử cacbon" của nhóm alkyl bao gồm số nguyên tử cacbon tạo ra dị vòng.

Phần tử thế tùy ý được chứa trong nhóm alkyl là  $R^{1d}$  tốt hơn là nguyên tử halogen, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm hydroxy, đặc biệt tốt hơn là nhóm methyl hoặc nhóm etyl.

Nhóm alkyl có vai trò là  $R^{1d}$  tốt hơn là không có nhóm carbonyl. Trong nhóm alkyl, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo. Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

$R^{1d}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thế và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm carbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm carbonyl và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, còn tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, đặc biệt tốt hơn là nhóm methyl ( $-CH_3$ ) hoặc nhóm etyl ( $-C_2H_5$ ), tốt nhất là nhóm methyl ( $-CH_3$ ).

Trong công thức (d), mỗi  $R^{2d}$  và  $R^{4d}$  là H hoặc phần tử thế độc lập. Nhiều  $R^{2d}$  và nhiều  $R^{4d}$  có thể là giống hoặc khác nhau.

Mỗi phần tử thế có vai trò là  $R^{2d}$  và  $R^{4d}$  tốt hơn là nguyên tử halogen, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm hydroxy, đặc biệt tốt hơn là nhóm methyl hoặc nhóm etyl.

Mỗi nhóm alkyl có vai trò là  $R^{2d}$  và  $R^{4d}$  tốt hơn là không có nhóm carbonyl.

Trong nhóm alkyl, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có

thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

Mỗi nhóm alkyl có vai trò là  $R^{2d}$  và  $R^{4d}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, đặc biệt tốt hơn là nhóm metyl ( $-CH_3$ ) hoặc nhóm etyl ( $-C_2H_5$ ).

Mỗi  $R^{2d}$  và  $R^{4d}$  độc lập tốt hơn là H hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, còn tốt hơn là H, nhóm metyl ( $-CH_3$ ) hoặc nhóm etyl ( $-C_2H_5$ ), đặc biệt tốt hơn là H.

Trong công thức (d),  $R^{3d}$  là nhóm alkylen tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon. Khi nhiều  $R^{3d}$  có mặt, nhiều  $R^{3d}$  có thể giống hoặc khác nhau.

Nhóm alkylen tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.

Trong nhóm alkylen, 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkylen tốt hơn là không chứa phần tử thế bất kỳ.

Nhóm alkylen tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen vòng tùy ý có phần tử thế và có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 10 nguyên

tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, tốt hơn nữa là nhóm etylen ( $-\text{CH}_2-$ ), nhóm etylen ( $-\text{C}_2\text{H}_4-$ ), nhóm isopropylen ( $-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2-$ ), hoặc nhóm propylen ( $-\text{C}_3\text{H}_6-$ ).

Bất kỳ hai trong số  $\text{R}^{1d}$ ,  $\text{R}^{2d}$ ,  $\text{R}^{3d}$ , và  $\text{R}^{4d}$  có thể được gắn với nhau để tạo ra vòng.

Trong công thức (d), n là số nguyên bằng 1 hoặc cao hơn, tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 40, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 25.

Trong công thức (d), mỗi p và q độc lập là số nguyên bằng 1 hoặc cao hơn. p tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 10, tốt hơn nữa là 0 hoặc 1. Tốt hơn là, q là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 10, tốt hơn nữa là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5.

Tổng của n, p, và q tốt hơn là số nguyên bằng 6 hoặc cao hơn. Tổng của n, p, và q tốt hơn nữa là số nguyên bằng 8 hoặc cao hơn. Tổng của n, p, và q cũng tốt hơn là số nguyên bằng 60 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là số nguyên bằng 50 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là số nguyên bằng 40 hoặc nhỏ hơn.

Trong công thức (d),  $\text{A}^d$  là  $-\text{SO}_3\text{X}^d$  hoặc  $-\text{COOX}^d$  (trong đó  $\text{X}^d$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^{5d}_4$ , imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và mỗi  $\text{R}^{5d}$  là H hoặc nhóm hữu cơ và có thể giống hoặc khác nhau). Mỗi  $\text{R}^{5d}$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Ví dụ về nguyên tử kim loại bao gồm nguyên tử kim loại hóa trị một hoặc hóa trị hai như kim loại kiềm (nhóm 1) và kim loại kiềm thổ (nhóm 2), và nguyên tử kim loại tốt hơn là Na, K, hoặc Li.  $\text{X}^d$  có thể là nguyên tử kim loại hoặc  $\text{NR}^{5d}_4$  (trong đó  $\text{R}^{5d}$  như được nêu ở trên).

$\text{X}^d$  tốt hơn là H, kim loại kiềm (nhóm 1), kim loại kiềm thổ (nhóm 2), hoặc  $\text{NR}^{5d}_4$ , tốt hơn nữa là H, Na, K, Li, hoặc  $\text{NH}_4$  để dễ dàng hòa tan trong nước, tốt hơn nữa là Na, K, hoặc  $\text{NH}_4$  để dễ dàng hòa tan tiếp trong nước, đặc biệt tốt hơn là Na hoặc  $\text{NH}_4$ , tốt nhất là  $\text{NH}_4$  để dễ dàng loại bỏ. Khi  $\text{X}^d$  là  $\text{NH}_4$ , khả năng hòa tan của

chất hoạt động bề mặt thành môi trường chứa nước là tuyệt vời, và thành phần kim loại khó duy trì trong PTFE hoặc sản phẩm cuối cùng.

Trong công thức (d), L là liên kết đơn,  $-\text{CO}_2\text{-B-}^*$ ,  $-\text{OCO-B-}^*$ ,  $-\text{CONR}^{6d}\text{-B-}^*$ ,  $-\text{NR}^{6d}\text{CO-B-}^*$ , hoặc  $-\text{CO-}$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-\text{CO}_2\text{-B-}$ ,  $-\text{OCO-B-}$ ,  $-\text{CONR}^{6d}\text{-B-}$ , và  $-\text{NR}^{6d}\text{CO-B-}$ ), B là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, và  $\text{R}^{6d}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Nhóm alkylen tốt hơn nữa là có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon. Hơn nữa,  $\text{R}^{6d}$  ở trên tốt hơn nữa là H hoặc nhóm methyl. Ký hiệu  $^*$  là bên được gắn với  $\text{A}^d$  trong công thức.

L tốt hơn là liên kết đơn.

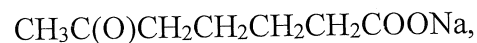
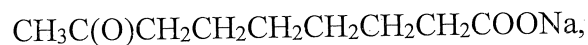
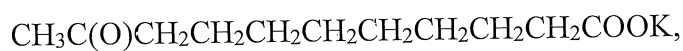
Chất hoạt động bề mặt tốt hơn là có giá trị tích phân của tổng cường độ đỉnh bằng 10 hoặc cao hơn, được quan sát trong vùng chuyển dịch hóa học bằng 2,0 đến 5,0 ppm trong phổ  $^1\text{H-NMR}$ .

Chất hoạt động bề mặt tốt hơn là có giá trị tích phân của tổng cường độ đỉnh nằm trong khoảng nêu trên, được quan sát trong vùng chuyển dịch hóa học bằng 2,0 đến 5,0 ppm trong phổ  $^1\text{H-NMR}$ . Trong trường hợp này, chất hoạt động bề mặt tốt hơn là có cấu trúc keton trong phân tử.

Trong chất hoạt động bề mặt, giá trị tích phân tốt hơn nữa là 15 hoặc cao hơn và tốt hơn là 95 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 80 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 70 hoặc nhỏ hơn.

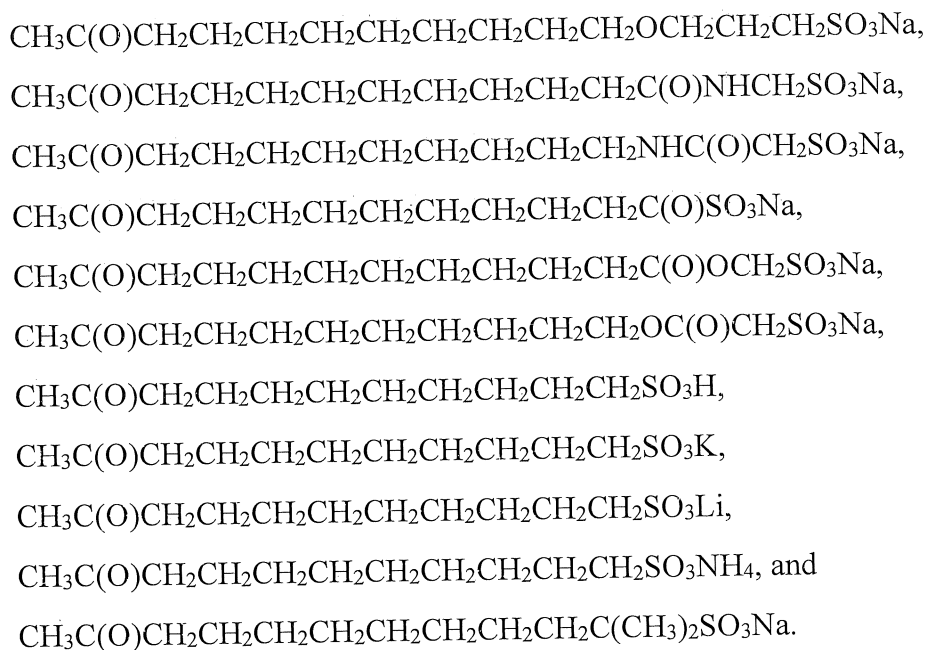
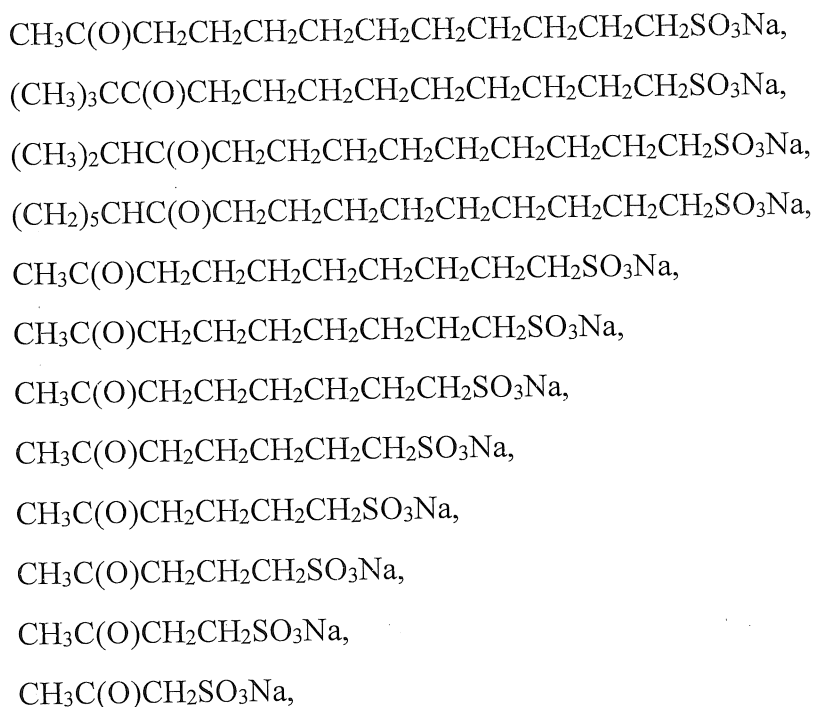
Giá trị tích phân được đo trong dung môi chứa nước nặng ở nhiệt độ trong phòng. Nước nặng được điều chỉnh đến 4,79 ppm.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt (d) bao gồm

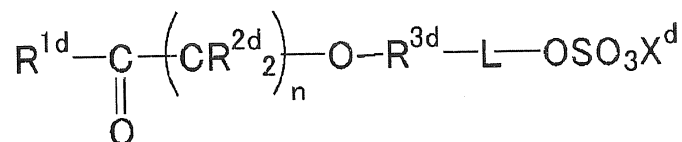




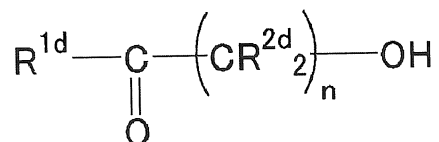




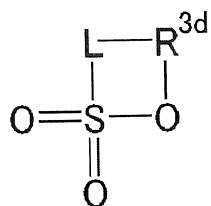
Chất hoạt động bề mặt (d) có thể được tạo ra một cách thích hợp bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (11d) thu hợp chất (11d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{1d}$  đến  $R^{3d}$ ,  $n$ , và  $X^d$  được xác định như nêu trên,  $L$  là liên kết đơn,  $-\text{CO}_2\text{-B-}^*$ ,  $-\text{OCO-B-}^*$ ,  $-\text{CONR}^{6d}\text{-B-}^*$ ,  $-\text{NR}^{6d}\text{CO-B-}^*$ , hoặc  $-\text{CO-}$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-\text{CO}_2\text{-B-}$ ,  $-\text{OCO-B-}$ ,  $-\text{CONR}^{6d}\text{-B-}$ , và  $-\text{NR}^{6d}\text{CO-B-}$ ),  $B$  là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $R^{6d}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và ký hiệu  $*$  là bên được gắn với  $-\text{OSO}_3X^d$  trong công thức, bằng phản ứng của hợp chất (10d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{1d}$ ,  $R^{2d}$ , và  $n$  được xác định như nêu trên, với sulton có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{3d}$  được xác định như nêu trên,  $L$  là liên kết đơn,  $-\text{CO}_2\text{-B-}^*$ ,  $-\text{OCO-B-}^*$ ,  $-\text{CONR}^{6d}\text{-B-}^*$ ,  $-\text{NR}^{6d}\text{CO-B-}^*$ , hoặc  $-\text{CO-}$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-\text{CO}_2\text{-B-}$ ,  $-\text{OCO-B-}$ ,  $-\text{CONR}^{6d}\text{-B-}$ , và  $-\text{NR}^{6d}\text{CO-B-}$ ),  $B$  là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $R^{6d}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và ký hiệu  $*$  là bên được gắn với  $-\text{S(=O)}_2-$  trong công thức.

Phản ứng trong bước (11d) có thể được thực hiện với sự có mặt của bazơ.

Ví dụ về bazơ bao gồm natri hydrua, natri hydroxit, kali hydroxit, và trietylamin. Bazơ có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 mol, so với 1 mol của hợp chất (10d).

Phản ứng trong bước (11d) có thể được thực hiện trong dung môi.

Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, tốt hơn nữa là dung môi phân cực không proton. Ví dụ về dung môi hữu cơ bao gồm ete, hợp chất thơm, nitril, và hydrocacbon được halogen hóa.

Ví dụ về ete bao gồm diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol diethyl ete. Trong số chúng, diethyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen được ưu tiên.

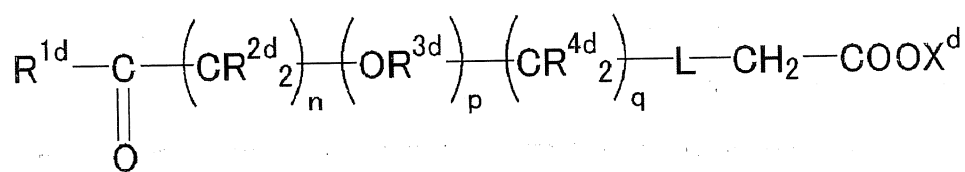
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên. Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (11d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 150°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 100°C.

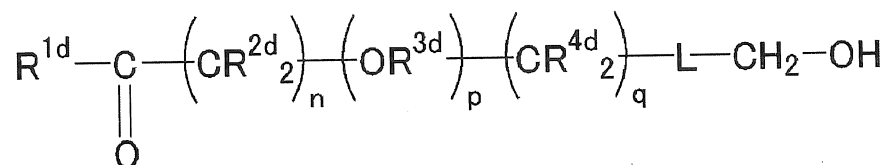
Áp suất phản ứng trong bước (11d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (11d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Chất hoạt động bề mặt (d) có thể được tạo ra một cách thích hợp bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (21d) thu hợp chất (21d) có công thức dưới đây:



trong đó  $\text{R}^{1\text{d}}$  đến  $\text{R}^{4\text{d}}$ ,  $n$ ,  $p$ ,  $q$ , và  $\text{X}^{\text{d}}$  được xác định như nêu trên,  $\text{L}$  là liên kết đơn,  $-\text{CO}_2\text{-B-}^*$ ,  $-\text{OCO-B-}^*$ ,  $-\text{CONR}^{6\text{d}}\text{-B-}^*$ ,  $-\text{NR}^{6\text{d}}\text{CO-B-}^*$ , hoặc  $-\text{CO-}$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-\text{CO}_2\text{-B-}$ ,  $-\text{OCO-B-}$ ,  $-\text{CONR}^{6\text{d}}\text{-B-}$ , và  $-\text{NR}^{6\text{d}}\text{CO-B-}$ ),  $\text{B}$  là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $\text{R}^{6\text{d}}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và ký hiệu  $^*$  là bên được gắn với  $-\text{CH}_2\text{-COOX}^{\text{d}}$  trong công thức, bằng cách oxy hóa hợp chất (20d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{1d}$  đến  $R^{4d}$ ,  $n$ ,  $p$ , và  $q$  được xác định như nêu trên,  $L$  là liên kết đơn,  $-CO_2-B-*$ ,  $-OCO-B-*$ ,  $-CONR^{6d}-B-*$ ,  $-NR^{6d}CO-B-*$ , hoặc  $-CO-$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-CO_2-B-$ ,  $-OCO-B-$ ,  $-CONR^{6d}-B-$ , và  $-NR^{6d}CO-B-$ ),  $B$  là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $R^{6d}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thế và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và ký hiệu  $*$  là bên được gắn với  $-CH_2-OH$  trong công thức.

Quá trình oxy hóa trong bước (21d) có thể được thực hiện bằng cách cho chất nitro hóa hoạt động trên hợp chất (20d).

Ví dụ về chất nitro hóa có thể được sử dụng bao gồm natri nitrit, nitrosyl sulfat, và isoamyl nitrit.

Chất nitro hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 mol, so với 1 mol của hợp chất (20d).

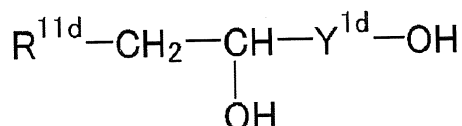
Quá trình oxy hóa trong bước (21d) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi có thể được sử dụng bao gồm axit trifloaxetic và axetonitril.

Nhiệt độ oxy hóa trong bước (21d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ  $-78$  đến  $200^\circ\text{C}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $-20$  đến  $100^\circ\text{C}$ .

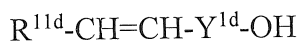
Áp suất oxy hóa trong bước (21d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 1,0 MPa.

Thời gian oxy hóa trong bước (21d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 24 giờ.

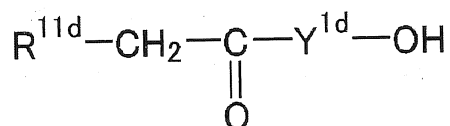
Hợp chất (10d) và hợp chất (20d) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (101d) thu hợp chất (101d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{11d}$  và  $Y^{1d}$  được xác định như nêu trên, bằng cách hydroxyl hóa hợp chất (100d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{11d}$  là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thể và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thể và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn,  $Y^{1d}$  là  $-(CR^{2d})_n-$  hoặc  $-(CR^{2d})_n-(OR^{3d})_p-(CR^{4d})_q-L-CH_2-$ , trong đó  $R^{2d}$  đến  $R^{4d}$ , n, L, p, và q được xác định như nêu trên, L là liên kết đơn,  $-CO_2-B-*$ ,  $-OCO-B-*$ ,  $-CONR^{6d}-B-*$ ,  $-NR^{6d}CO-B-*$ , hoặc  $-CO-$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm carbonyl được chứa trong  $-CO_2-B-$ ,  $-OCO-B-$ ,  $-CONR^{6d}-B-$ , và  $-NR^{6d}CO-B-$ ), B là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $R^{6d}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và ký hiệu \* là bên được gắn với  $-CH_2-$  trong công thức; và bước (102d) thu hợp chất (102d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{11d}$  và  $Y^{1d}$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (101d).

Nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11d}$  tốt hơn là không có nhóm carbonyl.

Trong nhóm alkyl có vai trò là  $R^{11d}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thể bất kỳ.

$R^{11d}$  tốt hơn là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thể và có từ 3 đến 9 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm carbonyl và có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon, hoặc

nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 9 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon và không có phần tử thế, còn tốt hơn là H, nhóm metyl ( $-\text{CH}_3$ ), hoặc nhóm etyl ( $-\text{C}_2\text{H}_5$ ), đặc biệt tốt hơn là H hoặc nhóm metyl ( $-\text{CH}_3$ ), tốt nhất là H.

Quá trình hydroxyl hóa trong bước (101d) có thể được thực hiện, ví dụ, bằng phương pháp (1d) cho phép sắt (II) phtaloxyanin ( $\text{Fe}(\text{Pc})$ ) và natri borohydrua hoạt động trên hợp chất (100d) trong khí oxy, hoặc phương pháp (2d) cho isopinocampheylboran ( $\text{IpcBH}_2$ ) hoạt động trên hợp chất (100d), sau đó oxy hóa hợp chất trung gian (dialkylboran) cần thu.

Trong phương pháp (1d), sắt (II) phtaloxyanin có thể được sử dụng với lượng bằng lượng của chất xúc tác, như lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1,2 mol, so với 1 mol của hợp chất (100d).

Trong phương pháp (1d), natri borohydrua có thể được sử dụng với lượng bằng 0,5 đến 20 mol, so với 1 mol của hợp chất (100d).

Phản ứng trong phương pháp (1d) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, nitril, và hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrrolidon, 2-pyrrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrrolidon có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong phương pháp (1d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong phương pháp (1d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong phương pháp (1d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Trong phương pháp (2d), isopinocampheylboran có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (100d).

Phản ứng của hợp chất (100d) với isopinocampheylboran có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về ete bao gồm diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol diethyl ete. Trong số chúng, diethyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng của hợp chất (100d) với isopinocampheylboran tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

Áp suất phản ứng của hợp chất (100d) với isopinocampheylboran tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng của hợp chất (100d) với isopinocampheylboran tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Quá trình oxy hóa trong phương pháp (2d) có thể được thực hiện bằng cho phép chất oxy hóa hoạt động trên hợp chất trung gian. Ví dụ về chất oxy hóa bao

gồm hydro peroxit. Chất oxy hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,7 đến 10 mol so với 1 mol chất trung gian.

Quá trình oxy hóa trong phương pháp (2d) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi bao gồm nước, metanol, và etanol. Trong số chúng, nước được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong phương pháp (2d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 80°C.

Áp suất oxy hóa trong phương pháp (2d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian oxy hóa trong phương pháp (2d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Ví dụ về phương pháp oxy hóa hợp chất (101d) trong bước (102d) bao gồm phương pháp (a) sử dụng chất phản ứng Jones ( $\text{CrO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (sự oxy hóa Jones), phương pháp (d) sử dụng Dess-Martin Periodinane (DMP) (sự oxy hóa Dess-Martin), phương pháp (c) sử dụng pyridin clochromat (PCC), phương pháp (d) cho phép tẩy trắng (dung dịch chứa nước  $\text{NaOCl}$  nằm trong khoảng từ 5 đến 6%) hoạt động với sự có mặt của hợp chất niken như  $\text{NiCl}_2$ , và phương pháp (e) cho phép thụ thể hydro như aldehyt và keton hoạt động với sự có mặt của chất xúc tác nhôm như  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  và  $\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$  (sự oxy hóa Oppenauer).

Quá trình oxy hóa trong bước (102d) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi là nước và dung môi hữu cơ có thể được ưu tiên, và ví dụ về chúng bao gồm nước, keton, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, và nitril.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.



Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

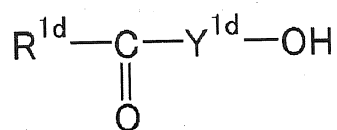
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong bước (102d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

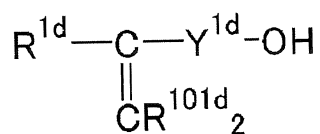
Áp suất oxy hóa trong bước (102d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Thời gian oxy hóa trong bước (102d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Hợp chất (10d) và hợp chất (20d) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (201d) thu hợp chất (201d) có công thức dưới đây:



trong đó  $\text{R}^{1d}$  và  $\text{Y}^{1d}$  được xác định như nêu trên, bằng quá trình oxy hóa bằng ozon của hợp chất (200d) có công thức dưới đây:



trong đó  $\text{R}^{1d}$  và  $\text{Y}^{1d}$  được xác định như nêu trên, và mỗi  $\text{R}^{101d}$  là nhóm hữu cơ. Mỗi  $\text{R}^{101d}$  tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon. Hai  $\text{R}^{101d}$  có thể giống hoặc khác nhau.

Quá trình oxy hóa bằng ozon trong bước (201d) có thể được thực hiện bằng cách cho ozon hoạt động trên hợp chất (200d), sau đó xử lý sau bằng chất khử.

Ozon có thể được tạo ra bằng sự phóng điện không ồ trong khí oxy.

Ví dụ về chất khử được sử dụng để xử lý sau bao gồm kẽm, dimetyl sulfua, thioure, phosphin. Trong số chúng, phosphin có thể được ưu tiên.

Quá trình oxy hóa bằng ozon trong bước (201d) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là nước hoặc dung môi hữu cơ. Ví dụ về chúng bao gồm nước, rượu, axit carboxylic, ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol. Trong số chúng, metanol và etanol có thể được ưu tiên.

Ví dụ về axit carboxylic bao gồm axit axetic và axit propionic. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

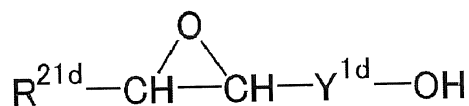
Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa bằng ozon trong bước (201d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C.

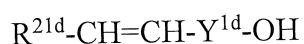
Áp suất oxy hóa bằng ozon trong bước (201d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian oxy hóa bằng ozon trong bước (201d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

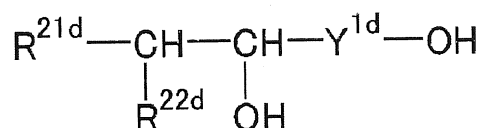
Hợp chất (10d) và hợp chất (20d) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (301d) thu hợp chất (301d) có công thức dưới đây:



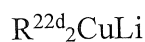
trong đó  $\text{R}^{21\text{d}}$  và  $\text{Y}^{1\text{d}}$  được xác định như nêu trên, bằng cách epoxy hóa hợp chất (300d) có công thức dưới đây:



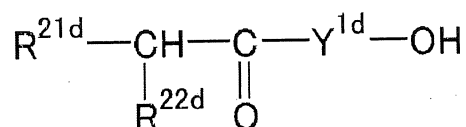
trong đó  $Y^{1d}$  được xác định như nêu trên,  $R^{21d}$  là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thể và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thể và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn; bước (302d) thu hợp chất (302d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{21d}$ ,  $R^{22d}$  và  $Y^{1d}$  được xác định như nêu trên, bằng cách cho hợp chất (301d) phản ứng với dialkyl đồng lithi có công thức:



trong đó mỗi  $R^{22d}$  là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thể và có một nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thể và có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và có thể chứa dị vòng hóa trị một hoặc hóa trị hai hoặc có thể tạo ra vòng, trong trường hợp có ba nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn; và bước (303d) thu hợp chất (303d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{21d}$ ,  $R^{22d}$ , và  $Y^{1d}$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (302d).

Nhóm alkyl có vai trò là  $R^{21d}$  tốt hơn là không có nhóm carbonyl.

Trong nhóm alkyl có vai trò là  $R^{21d}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thể bất kỳ.

$R^{21d}$  tốt hơn là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thể và có từ 3 đến 8 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H, nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 8 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon và không có phần tử thể, đặc biệt tốt hơn là H hoặc nhóm methyl ( $-CH_3$ ), tốt nhất là H.

Mỗi nhóm alkyl có vai trò là  $R^{22d}$  tốt hơn là không có nhóm cacbonyl.

Trong mỗi nhóm alkyl có vai trò là  $R^{22d}$ , 75% nguyên tử hydro hoặc ít hơn được gắn với nguyên tử cacbon có thể được thế bằng nguyên tử halogen, 50% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, hoặc 25% nguyên tử hydro hoặc ít hơn có thể được thế bằng nguyên tử halogen, nhưng nhóm alkyl tốt hơn là nhóm alkyl không halogen hóa không có nguyên tử halogen như nguyên tử flo và nguyên tử clo.

Nhóm alkyl tốt hơn là không chứa phần tử thể bất kỳ.

Mỗi  $R^{22d}$  tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng tùy ý có phần tử thể và có từ 3 đến 9 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không có nhóm cacbonyl và có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl vòng không có nhóm cacbonyl và có từ 3 đến 9 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 9 nguyên tử cacbon và không có phần tử thể, đặc biệt tốt hơn là nhóm methyl ( $-CH_3$ ) hoặc nhóm ethyl ( $-C_2H_5$ ), tốt nhất là nhóm methyl ( $-CH_3$ ).

Hai  $R^{22d}$  có thể giống hoặc khác nhau.

$R^{21d}$  và  $R^{22d}$  tốt hơn là có từ 1 đến 7 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là 1 đến 2, tốt nhất là 1, trong tổng số.

Quá trình epoxy hóa trong bước (301d) có thể được thực hiện bằng cách cho chất epoxy hóa hoạt động trên hợp chất (300d).

Ví dụ về chất epoxy hóa bao gồm peraxit như axit metacloperbenzoic (m-CPBA), axit perbenzoic, hydro peroxit, và tert-butyl hydroperoxit, dimetyldioxiran, và metyltriflometyldioxiran. Trong số chúng, peraxit có thể được ưu tiên, và axit metacloperbenzoic có thể được ưu tiên hơn. Chất epoxy hóa có thể được sử dụng với lượng bằng 0,5 đến 10,0 mol so với 1 mol của hợp chất (300d).

Quá trình epoxy hóa trong bước (301d) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm keton, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, nitril, pyridin, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ, và dimetylsulfoxit. Trong số chúng, diclometan được ưu tiên.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrolidon, 2-pyrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrolidon có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ epoxy hóa trong bước (301d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -40 đến 150°C.

Áp suất epoxy hóa trong bước (301d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian epoxy hóa trong bước (301d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Dialkyl đồng lithi có thể được sử dụng trong bước (302d) với lượng bằng 0,5 đến 10,0 mol so với 1 mol của hợp chất (301d).

Phản ứng trong bước (302d) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi tốt hơn là dung môi hữu cơ, và ví dụ về chúng bao gồm ete, hydrocacbon được halogen hóa, và hydrocacbon thơm.

Ví dụ về ete bao gồm diethyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol diethyl ete. Trong số chúng, diethyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Nhiệt độ phản ứng trong bước (302d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -40 đến 150°C.

Áp suất phản ứng trong bước (302d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 MPa.

Thời gian phản ứng trong bước (302d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Ví dụ về phương pháp oxy hóa hợp chất (302d) trong bước (303d) bao gồm phương pháp (a) sử dụng chất phản ứng Jones ( $\text{CrO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (sự oxy hóa Jones), phương pháp (d) sử dụng Dess-Martin Periodinane (DMP) (sự oxy hóa Dess-Martin), phương pháp (c) sử dụng pyridin clochromat (PCC), phương pháp (d) cho phép tẩy trắng (dung dịch chứa nước  $\text{NaOCl}$  nằm trong khoảng từ 5 đến 6%) hoạt động với sự có mặt của hợp chất niken như  $\text{NiCl}_2$ , và phương pháp (e) cho phép thụ thể hydro như aldehyt và keton hoạt động với sự có mặt của chất xúc tác nhôm như  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  và  $\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$  (sự oxy hóa Oppenauer).

Quá trình oxy hóa trong bước (303d) có thể được thực hiện trong dung môi. Dung môi là nước và dung môi hữu cơ có thể được ưu tiên, và ví dụ về chúng bao gồm nước, keton, rượu, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hydrocacbon thơm, và nitril.

Ví dụ về keton bao gồm axeton, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon, và rượu diaxeton. Trong số chúng, axeton được ưu tiên.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol. Trong số chúng, metanol và etanol có thể được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

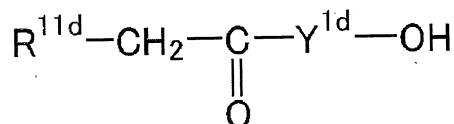
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong bước (303d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

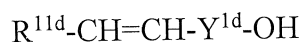
Áp suất oxy hóa trong bước (303d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 5,0 MPa và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Thời gian oxy hóa trong bước (303d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ và có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với phương pháp được dùng.

Hợp chất (10d) và hợp chất (20d) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (401d) thu hợp chất (401d) có công thức dưới đây:



trong đó  $\text{R}^{1d}$  và  $\text{Y}^{1d}$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (100d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{1d}$  và  $Y^{1d}$  được xác định như nêu trên.

Quá trình oxy hóa trong bước (401d) có thể được thực hiện bằng cách cho chất oxy hóa hoạt động trên hợp chất (100d) với sự có mặt của nước và hợp chất paladi.

Ví dụ về chất oxy hóa bao gồm muối đồng hóa trị một hoặc hóa trị hai như đồng clorua, đồng axetat, đồng xyanua, và đồng triflometanthiol, muối sắt như sắt clorua, sắt axetat, sắt xyanua, sắt triflometanthiol, và hexaxyno sắt, benzoquinon như 1,4-benzoquinon, 2,3-diclo-5,6-dixyano-1,4-benzoquinon, tetraclo-1,2-benzoquinon, và tetraclo-1,4-benzoquinon,  $H_2O_2$ ,  $MnO_2$ ,  $KMnO_4$ ,  $RuO_4$ , axit m-cloperbenzoic, và oxy. Trong số chúng, muối đồng, muối sắt, và benzoquinon có thể được ưu tiên, và đồng clorua, sắt clorua, và 1,4-benzoquinon có thể được ưu tiên hơn.

Chất oxy hóa có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 mol, so với 1 mol của hợp chất (100d).

Nước có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1000 mol, so với 1 mol của hợp chất (100d).

Ví dụ về hợp chất paladi bao gồm paladi diclorua. Hợp chất paladi có thể được sử dụng với lượng bằng lượng của chất xúc tác, như lượng nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 1,0 mol, so với 1 mol của hợp chất (100d).

Quá trình oxy hóa trong bước (401d) có thể được thực hiện trong dung môi. Ví dụ về dung môi bao gồm nước, este, hydrocacbon béo, hydrocacbon thơm, rượu, axit carboxylic, ete, hydrocacbon được halogen hóa, hợp chất hữu cơ phân cực chứa nito, nitril, dimetylsulfoxit, và sulfolan.

Ví dụ về este bao gồm etyl axetat, butyl axetat, etylen glycol monometyl ete axetat, và propylen glycol monometyl ete axetat (PGMEA, cũng được biết là 1-metoxi -2-axetoxipropan). Trong số chúng, etyl axetat được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon béo bao gồm hexan, xyclohexan, heptan, octan, nonan, decan, undecan, dodecan, và xăng dầu mỏ. Trong số chúng, xyclohexan và heptan có thể được ưu tiên.



Ví dụ về hydrocacbon thơm bao gồm benzen, toluen, và xylen. Trong số chúng, benzen và toluen có thể được ưu tiên.

Ví dụ về rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, và isopropanol.

Ví dụ về axit carboxylic bao gồm axit axetic và axit propionic. Trong số chúng, axit axetic được ưu tiên.

Ví dụ về ete bao gồm dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan, và dietylen glycol dietyl ete. Trong số chúng, dietyl ete và tetrahydrofuran có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hydrocacbon được halogen hóa bao gồm diclometan, dicloetan, clorofom, clobenzen, và o-diclobenzen. Trong số chúng, diclometan và clorofom có thể được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất hữu cơ phân cực chứa nitơ bao gồm N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, N-metyl-2-pyrrolidon, 2-pyrrolidon, và 1,3-dimetyl-2-imidazolidinon. Trong số chúng, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, và N-metyl-2-pyrrolidon có thể được ưu tiên.

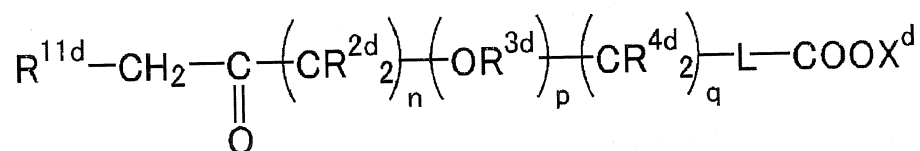
Ví dụ về nitril bao gồm axetonitril, propionitril, butyronitril, isobutyronitril, và benzonitril. Trong số chúng, axetonitril được ưu tiên.

Nhiệt độ oxy hóa trong bước (401d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ -78 đến 200°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 150°C.

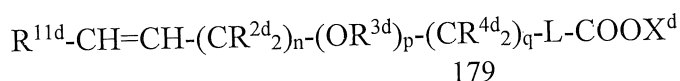
Áp suất oxy hóa trong bước (401d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 MPa.

Thời gian oxy hóa trong bước (401d) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 72 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 48 giờ.

Chất hoạt động bề mặt (d) có thể được tạo ra cũng bằng phương pháp sản xuất bao gồm: bước (31d) thu hợp chất (31d) có công thức dưới đây:



trong đó  $R^{2d}$  đến  $R^{4d}$ , L,  $R^{11d}$ , n, p, q, và  $X^d$  được xác định như nêu trên, bằng cách oxy hóa hợp chất (30d) có công thức dưới đây:



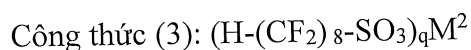
trong đó  $R^{2d}$  đến  $R^{4d}$ ,  $R^{11d}$ ,  $n$ ,  $p$ ,  $q$ , và  $X^d$  được xác định như nêu trên,  $L$  là liên kết đơn,  $-\text{CO}_2\text{-B-}^*$ ,  $-\text{OCO-B-}^*$ ,  $-\text{CONR}^{6d}\text{-B-}^*$ ,  $-\text{NR}^{6d}\text{CO-B-}^*$ , hoặc  $-\text{CO-}$  (tuy nhiên, ngoại trừ nhóm cacbonyl được chứa trong  $-\text{CO}_2\text{-B-}$ ,  $-\text{OCO-B-}$ ,  $-\text{CONR}^{6d}\text{-B-}$ , và  $-\text{NR}^{6d}\text{CO-B-}$ ),  $B$  là liên kết đơn hoặc nhóm alkylen tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,  $R^{6d}$  là H hoặc nhóm alkyl tùy ý có phần tử thể và có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, nhóm alkylen tốt hơn nữa là có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon,  $R^{6d}$  tốt hơn nữa là H hoặc nhóm metyl, và ký hiệu  $*$  là bên được gắn với  $\text{COOX}^d$  trong công thức.

Quá trình oxy hóa trong bước (31d) có thể được thực hiện bằng cách cho chất oxy hóa hoạt động trên hợp chất (30d) với sự có mặt của nước và hợp chất paladi, và điều kiện tương tự như trong quá trình oxy hóa trong bước (401d) có thể được thực hiện.

Theo phương pháp sản xuất bất kỳ nêu trên, dung môi có thể được chưng cất, được làm bay hơi, hoặc tinh chế sau khi hoàn thành mỗi bước, để tăng độ tinh khiết của hợp chất cần thu. Hơn nữa, khi hợp chất cần thu là hợp chất trong đó  $X^d$  là H, như  $-\text{SO}_3\text{H}$  và  $-\text{COOH}$ , thì nhóm này có thể được chuyển thành dạng muối bằng cách tiếp xúc với kiềm như natri cacbonat và amoniac.

Trong phương pháp sản xuất theo sáng chế, hai hoặc nhiều hơn chất hoạt động bề mặt hydrocacbon nêu trên có thể được sử dụng cùng thời điểm.

Sáng chế cũng là hợp phần chứa PTFE và về cơ bản không chứa hợp chất có công thức (3) dưới đây:



trong đó  $\text{M}^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^{54}$  (trong đó các  $\text{R}^5$  tùy chọn là giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thể, pyridin tùy ý có phần tử thể, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thể, và  $q$  là 1 hoặc 2.

Ví dụ về PTFE bao gồm PTFE như homo PTFE và PTFE được cải biến được mô tả trong phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết.

Hợp phần về cơ bản không chứa hợp chất có công thức (3) ở trên và hợp phần chứa lượng hợp chất cụ thể ký hiệu bằng công thức (4), (4'), (5), (5'), (6), (6'),

hoặc (7), sẽ được mô tả dưới đây, tốt hơn là thu được bằng cách flo hóa PTFE thu được bằng phản ứng trùng hợp sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon. Thời gian flo hóa và lượng được bổ sung càng lớn, thì càng giảm các hợp chất có công thức (3), (4), (4'), (5), (5'), (6), (6'), hoặc (7). Quá trình flo hóa tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ cao, và lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn là lớn. Ví dụ, flo hóa tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ trên 100°C, và lượng nguồn gốc flo được bổ sung tốt hơn là 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn trên 100 phần theo khối lượng của PTFE tính theo nguyên tử flo.

Hợp phần của sáng chế về cơ bản là không chứa hợp chất có công thức (3).

Về cơ bản không chứa hợp chất có công thức (3), ví dụ, có thể có nghĩa là chứa hợp chất có công thức (3) với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (3) tốt hơn là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn, so với PTFE. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb.

Khi hợp phần của sáng chế là hệ phân tán trong nước, giới hạn định lượng, được xác định bằng cách đo hàm lượng của hợp chất có công thức (3) theo phương pháp được mô tả sau đây, nằm trong khoảng từ khoảng 10 đến 100 ppb nhưng có thể được làm giảm bởi nồng độ nồng độ. Nồng độ có thể được lặp lại nhiều lần.

Một khía cạnh của sáng chế có thể là hợp phần là hệ phân tán trong nước hoặc hợp phần là bột. Hệ phân tán trong nước có thể là hệ phân tán trong nước sau khi trùng hợp hoặc có thể là hệ phân tán trong nước mà được xử lý sau khi trùng hợp. Ví dụ, chất hoạt động bề mặt không ion hoặc tương tự có thể được bổ sung vào để cho độ ổn định cơ học hoặc độ ổn định bảo quản.

Hệ phân tán trong nước là hệ phân tán bằng cách sử dụng môi trường chứa nước là môi trường phân tán và PTFE là thể phân tán. Môi trường chứa nước không bị giới hạn miễn là nó là chất lỏng chứa nước. Ví dụ, môi trường chứa nước có thể là chất lỏng chứa dung môi hữu cơ như rượu, ete, keton, và sáp parafin ngoài nước.

Khi PTFE được sản xuất bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, hệ phân tán trong nước cần thu có thể chứa hợp chất có công thức (4),

(4'), (5), hoặc (5') dưới đây trong một số trường hợp. Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (4), (4'), (5), hoặc (5') dưới đây ở lượng nằm trong khoảng dưới đây.

Hơn nữa, chất hoạt động bề mặt không ion có thể được bổ sung vào hệ phân tán trong nước để tăng độ ổn định. Chất hoạt động bề mặt không ion không bị giới hạn, và thông thường chất hoạt động bề mặt không ion đã biết có thể được sử dụng.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (4) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE và 1%/PTFE hoặc cao hơn của chất hoạt động bề mặt không ion so với PTFE. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (4) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (4):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_7-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (4') dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE và 1%/PTFE hoặc cao hơn của chất hoạt động bề mặt không ion. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (4') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (4'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_8-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (4) dưới đây và hợp chất có công thức (4') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (4) bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, và hàm lượng của hợp chất có công thức (4') bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE; và chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/PTFE hoặc cao hơn. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (4) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (4) không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb. Hàm lượng của hợp chất có công thức (4') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (4') không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb:

Công thức (4):  $(H-(CF_2)_7-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2; và

Công thức (4'):  $(H-(CF_2)_8-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (5) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE và 1%/PTFE hoặc cao hơn của chất hoạt động bề mặt không ion. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (5) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (5):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{13}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (5') dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE và 1%/PTFE hoặc cao hơn của chất hoạt động bề mặt không ion. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (5') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (5'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{14}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (5) dưới đây và hợp chất có công thức (5') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (5) bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, và hàm lượng của hợp chất có công thức (5') bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE; và

chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/PTFE hoặc cao hơn. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (5) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (5) không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb. Hàm lượng của hợp chất có công thức (5') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (5') không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb:

Công thức (5):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{13}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2; và

Công thức (5'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{14}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (6) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE và 1%/PTFE hoặc cao hơn của chất hoạt động bề mặt không ion. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (6) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (6):  $(H-(CF_2)_{17}-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (6') dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE và 1%/PTFE hoặc cao hơn của chất hoạt động bề mặt không ion. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (6') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (6'):  $(H-(CF_2)_{18}-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa: ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (6) dưới đây và hợp chất có công thức (6') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (6) bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, và hàm lượng của hợp chất có công thức (6') bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE; và chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/PTFE hoặc cao hơn. Ví dụ, giới hạn trên của hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn là 40%/PTFE, tốt hơn nữa là 30%/PTFE, tốt hơn nữa là 20%/PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (6) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (6) không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb. Hàm lượng của hợp chất có công thức (6') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc



nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (6') không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb:

Công thức (6):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{17}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2; và

Công thức (6'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{18}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Khi PTFE được sản xuất bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, thì bột PTFE cần thu có thể chứa hợp chất có công thức (1), (2), (3), (4), (4'), (5), (5'), (6), hoặc (6') dưới đây trong một số trường hợp. Khi hợp phần theo sáng chế là bột, hàm lượng của hợp chất có công thức (1), (2), (3), (4), (4'), (5), (5'), (6), hoặc (6') tốt hơn là nằm trong khoảng dưới đây.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (4) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (4) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (4):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_7-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (4') dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (4') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (4'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_8-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (4) dưới đây và hợp chất có công thức (4') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (4) bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, và hàm lượng của hợp chất có công thức (4') bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (4) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (4) không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb hoặc 1 ppb. Hàm lượng của hợp chất có công thức (4') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (4') không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb:

Công thức (4):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_7-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2; và

Công thức (4'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_8-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (5) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (5) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (5):  $(H-(CF_2)_{13}-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (5') dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (5') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (5'):  $(H-(CF_2)_{14}-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (5) dưới đây và hợp chất có công thức (5') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (5) bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, và hàm lượng của hợp chất có công thức (5') là 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm

lượng của hợp chất có công thức (5) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (5) không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb. Hàm lượng của hợp chất có công thức (5') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (5') không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb:

Công thức (5):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{13}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2; và

Công thức (5'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{14}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (6) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (6) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (6):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{17}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (6') dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (6') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0,1 ppb hoặc 1 ppb:

Công thức (6'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{18}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (6) dưới đây và hợp chất có công thức (6') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (6) bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, và hàm lượng của hợp chất có công thức (6') bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE. Hàm lượng của hợp chất có công thức (6) tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (6) không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb. Hàm lượng của hợp chất có công thức (6') tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới của hàm lượng của hợp chất có công thức (6') không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb:

Công thức (6):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{17}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2; và

Công thức (6'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{18}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (2) dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất khi n là 4 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 5 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 6 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 7 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 8 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 9 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 10 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 11 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 12 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 13 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 14 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 15 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 16 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 17 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 18 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi n là 19 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, và hàm lượng của hợp chất khi n là 20 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE:

Công thức (2):  $(H-(CF_2)_n-SO_3)_qM^2$

trong đó n nằm trong khoảng từ 4 đến 20,  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2.

Hàm lượng của hợp chất khi n nằm trong khoảng từ 4 đến 20 tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc

nhỏ hơn, trong từng trường hợp. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb. Trong hợp phần theo sáng chế, hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có thể là 0 ppb trong trường hợp bất kỳ.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (1) dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất khi m là 3 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 4 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 5 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 6 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 7 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 8 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 9 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 10 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 11 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 12 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 13 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 14 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 15 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 16 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 17 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, hàm lượng của hợp chất khi m là 18 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE, và hàm lượng của hợp chất khi m là 19 bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Hàm lượng của hợp chất khi m nằm trong khoảng từ 3 đến 19 tốt hơn nữa là 500 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 25 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 15 ppb hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn là 10 ppb hoặc

nhỏ hơn, trong từng trường hợp. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb. Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần chứa hợp chất có công thức (1) ở trên của trường hợp bất kỳ.

Hợp phần theo sáng chế có thể còn chứa hợp chất có công thức (7) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với PTFE:

Công thức (7):  $(F-(CF_2)_7-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phân tử thế, pyridin tùy ý có phân tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phân tử thế, và p là 1 hoặc 2.

Hợp phần chứa hợp chất có công thức (7) thu được bằng cách flo hóa PTFE thu được bằng phản ứng trùng hợp sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon. Khi nhiệt độ flo hóa tăng, thì thời gian flo hóa tăng, hoặc lượng nguồn gốc flo bổ sung tăng, hàm lượng của hợp chất có công thức (7) có thể được giảm. Hơn nữa, một bước khác như gia nhiệt có thể được thực hiện sau khi flo hóa. Hợp chất có công thức (7) có thể được giảm cũng bằng cách gia nhiệt hoặc tương tự sau khi flo hóa.

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) tốt hơn là 500 ppm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 100 ppb hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn, đặc biệt tốt hơn là 5 ppb hoặc nhỏ hơn, so với PTFE. Giới hạn dưới không bị giới hạn nhưng có thể bằng 0 ppb, 0,1 ppb, hoặc 1 ppb.

Khoảng hàm lượng của hợp chất có công thức (7) có thể được kết hợp với tất cả các khoảng về lượng được mô tả ở trên đối với hợp chất có công thức (3), (4), (4'), (5), (5'), (6), và (6').

Trong hợp phần theo sáng chế, hàm lượng của hợp chất có công thức (3) có thể là 1000 ppb hoặc nhỏ hơn, hàm lượng của hợp chất có công thức (4) hoặc (4') có thể là 1000 ppb hoặc nhỏ hơn, và hàm lượng của hợp chất có công thức (7) có thể là 1000 ppb hoặc nhỏ hơn, so với PTFE. Tốt hơn là, hàm lượng của hợp chất có công thức (3) bằng 500 ppb hoặc nhỏ hơn, hàm lượng của hợp chất có công thức (4) hoặc (4') bằng 500 ppb hoặc nhỏ hơn, và hợp chất có công thức (7) bằng 500 ppb hoặc nhỏ hơn. Hơn nữa tốt hơn là, hàm lượng của hợp chất có công thức (3) bằng 100



ppb hoặc nhỏ hơn, hàm lượng của hợp chất có công thức (4) hoặc (4') bằng 100 ppb hoặc nhỏ hơn, và hợp chất có công thức (7) bằng 100 ppb hoặc nhỏ hơn. Đặc biệt tốt hơn là, hàm lượng của hợp chất có công thức (3) bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn, hàm lượng của hợp chất có công thức (4) hoặc (4') bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn, và hợp chất có công thức (7) bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn.

Một khía cạnh của sáng chế là hợp phần là bột. Khi hợp phần theo sáng chế là bột, thì cỡ hạt trung bình của bột tốt hơn là 0,5 đến 2000  $\mu\text{m}$ . Giới hạn dưới của cỡ hạt trung bình tốt hơn nữa là 1  $\mu\text{m}$ , và giới hạn trên của cỡ hạt trung bình tốt hơn nữa là 1000  $\mu\text{m}$ , tốt hơn nữa là 800  $\mu\text{m}$ . Trong phần mô tả này, cỡ hạt trung bình là cỡ hạt tương đương với 50% sự tích hợp phân bố cỡ hạt thu được bằng cách đo sự phân bố cỡ hạt ở áp suất bằng 0,1 MPa trong thời gian đo là 3 giây, bằng cách sử dụng thiết bị phân tích sự phân bố cỡ hạt nhiễu xạ laze (được sản xuất bởi Japan Laser Corporation), mà không sử dụng tăng, trong trường hợp khối lượng phân tử PTFE thấp.

Hơn nữa, cỡ hạt trung bình là giá trị được đo theo JIS K6891, trong trường hợp khối lượng phân tử PTFE cao.

Trong bột, cường độ màu  $L^*$  sau khi đốt nóng tốt hơn là 25 hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 50 hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 70 hoặc cao hơn, đặc biệt tốt hơn là 80 hoặc cao hơn.

Mẫu dùng để đo cường độ màu  $L^*$  thu được bằng cách tạo ra 4,0g bột PTFE vào thân đúc PTFE có hình dạng đĩa có đường kính trong bằng 28,6 mm và độ dày bằng khoảng 4 mm.

Cường độ màu  $L^*$  của bột được đo bằng cách sử dụng máy so màu (không gian màu CIELAB) theo JIS Z8781-4.

Việc đốt nóng được thực hiện bằng cách gia nhiệt trong lò điện được gia nhiệt đến nhiệt độ 385°C trong 10 phút.

Hợp phần theo sáng chế là bột, và tỷ lệ thay đổi cường độ màu  $\Delta L^*$  trước và sau khi flo hóa tốt hơn là 70% hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 80% hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 90% hoặc cao hơn.

Tỷ lệ thay đổi cường độ màu  $\Delta L^*$  được xác định bằng công thức dưới đây:

$$\Delta L^*(\%) = (L^*_t - L^*_i) / (L^*_{Std} - L^*_i) \times 100$$

trong đó  $L^*_i$  là cường độ màu ban đầu và là giá trị được đo của  $L^*$  trong không gian CIELAB đối với PTFE trước khi flo hóa,  $L^*_t$  là cường độ màu sau khi xử lý và là giá trị được đo của  $L^*$  trong không gian CIELAB đối với PTFE sau khi flo hóa, và  $L^*_{Std}$  là 87,3.

Quá trình flo hóa được thực hiện bằng cách rót liên tục khí được trộn (flo/nitơ (tỷ lệ thể tích) = 20/80) thu được bằng cách pha loãng khí flo ( $F_2$ ) là nguồn gốc flo bằng khí nitơ trong lò phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ 150°C hoặc cao hơn dưới áp suất khí quyển ở tốc độ dòng bằng khoảng 50 cc/phút trong 480 phút (8 giờ).

Trong công thức (1), (2), (3), (4), (4'), (5), (5'), (6), hoặc (6') ở trên, bốn  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau.  $R^5$  tốt hơn là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Trong hợp phần theo sáng chế, hàm lượng của hợp chất có công thức (1), (2), (3), (4), (4'), (5), (5'), (6), hoặc (6') là giá trị được đo bằng cách sử dụng sắc ký lỏng khối phổ như được mô tả trong ví dụ dưới đây.

Trong hợp phần theo sáng chế, PTFE tốt hơn là thu được bằng phản ứng trùng hợp sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon. Quá trình trùng hợp có thể được thực hiện bằng phương pháp thu hệ phân tán trong nước PTFE nêu đây.

Hợp phần theo sáng chế có thể chứa chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, và ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon như được mô tả ở trên.

Khác PTFE và chất hoạt động bề mặt hydrocacbon, thông thường chất phụ gia đã biết như chất tạo màu và chất độn có thể được bổ sung vào hợp phần. Các chất phụ gia này có thể được sử dụng trong phạm vi không hạn chế hiệu quả của sáng chế.

Hợp phần theo sáng chế có thể được tạo ra bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có nhóm cacbonyl hoặc sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có nhóm cacbonyl kết hợp với chất khơi mào quá trình trùng hợp đặc hiệu.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có nhóm cacbonyl bao gồm carboxylat trong số các chất hoạt động bề mặt hydrocacbon nêu trên.

Ví dụ về chất khơi mào quá trình trùng hợp đặc hiệu bao gồm chất khơi mào quá trình trùng hợp gốc tan trong nước và chất khơi mào phản ứng oxy hóa-khử.

Chất khơi mào quá trình trùng hợp gốc tan trong nước có thể là peroxit tan trong nước đã biết và ví dụ về chúng bao gồm muối amoni như persulfat và percacbonat, muối kali, muối natri, t-butyl permaleat, và t-butyl hydroperoxit. Lượng được sử dụng có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 lần so với peroxit.

Hơn nữa, chất khơi mào phản ứng oxy hóa-khử kết hợp chất oxy hóa với chất khử tốt hơn là được sử dụng làm chất khơi mào quá trình trùng hợp, ví dụ, trong trường hợp quá trình trùng hợp ở nhiệt độ thấp bằng 30°C hoặc nhỏ hơn. Ví dụ về chất oxy hóa bao gồm persulfat, peroxit hữu cơ, kali permanganat, mangan triaxetat, và xesi amoni nitrat.

Ví dụ về chất khử bao gồm bromat, diimin, và axit oxalic. Ví dụ về persulfat bao gồm amoni persulfat và kali persulfat. Muối đồng hoặc muối sắt cũng tốt hơn là được bổ sung vào tổ hợp của chất khơi mào phản ứng oxy hóa-khử để làm tăng tốc độ phân hủy của chất khơi mào. Ví dụ về muối đồng bao gồm đồng (II) sulfat, và ví dụ về muối sắt bao gồm sắt (II) sulfat.

Ví dụ về chất khơi mào phản ứng oxy hóa-khử bao gồm kali permanganat/axit oxalic, mangan triaxetat/axit oxalic, xesi amoni nitrat/axit oxalic, và bromat. Kali permanganat/ axit oxalic được ưu tiên. Trong trường hợp sử dụng chất khơi mào phản ứng oxy hóa-khử, quá trình trùng hợp có thể được bắt đầu bằng cách đưa chất oxy hóa hoặc chất khử vào bể trùng hợp trước và sau đó bổ sung chất còn lại vào đó liên tục hoặc không liên tục. Ví dụ, trong trường hợp sử dụng kali permanganat/axit oxalic, được ưu tiên là axit oxalic được đưa vào bể trùng hợp, và sau đó kali permanganat được bổ sung vào đó liên tục.

Hơn nữa, khi thực hiện flo hóa, hợp phần theo sáng chế có thể được tạo ra mà không sử dụng tổ hợp của chất hoạt động bề mặt hydrocacbon có nhóm cacbonyl với chất khơi mào quá trình trùng hợp đặc hiệu.

Hợp phần theo sáng chế có thể thu được bằng cách làm khô PTFE thu được bằng quá trình trùng hợp bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon và sau đó thực hiện bước flo hóa trên đó.

Cụ thể, hợp phần có hàm lượng của hợp chất có công thức (1), (2), (3), (4), (4'), (5), (5'), (6), hoặc (6') bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn có thể thu được bằng phương pháp này.

Sáng chế cũng là thân đúc chứa hợp phần nêu trên. Hơn nữa, thân đúc tốt hơn là thân được kéo căng. Thân đúc và thân được kéo căng theo sáng chế có thể được tạo ra bằng phương pháp sản xuất thân đúc PTFE nêu trên hoặc tương tự. Ví dụ về thân được kéo căng bao gồm sợi, ống, băng, và màng (như màng được kéo căng theo một trục và màng được kéo căng theo hai trục), nhưng không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Thân đúc và thân được kéo căng theo sáng chế được cấu thành từ các hợp phần nêu trên. Trong trường hợp tạo ra thân đúc và thân được kéo căng, cụ thể, thân được kéo căng, hợp phần nêu trên tốt hơn là hợp phần dưới đây (hợp phần PTFE).

Sáng chế cũng đề xuất đến thân ép đùn được cấu thành từ hợp phần PTFE nêu trên. Chất ép đùn PTFE tốt hơn là được thu bằng cách ép đùn bột nhão. Quá trình đúc ép đùn bột nhão tốt hơn là được thực hiện bằng cách trộn bột PTFE với chất hỗ trợ ép đùn. Hình dạng được tạo ra bởi quá trình đúc ép đùn bột nhão không bị giới hạn, nhưng ví dụ về chúng bao gồm hình que, thanh (viên), băng, ống, và phủ lưới. Thân đúc PTFE thu được bằng cách đúc khuôn bột nhão có thể được làm khô để loại bỏ chất hỗ trợ ép đùn. Việc làm khô chất hỗ trợ ép đùn có thể được chọn một cách thích hợp tương ứng với điểm sôi của chất hỗ trợ ép đùn được sử dụng và có thể được thực hiện trong khoảng nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 250°C.

Hợp phần PTFE theo sáng chế có khả năng kéo căng và có khả năng không nóng chảy khi xử lý và cũng hữu dụng làm nguyên liệu thô cho thân được kéo căng (nguyên liệu xốp). Thân được kéo căng tuyệt vời có thể thu được bằng cách kéo căng PTFE theo sáng chế. Ví dụ, thân được kéo căng có thể thu được bằng cách ép đùn bột nhão của bột của hợp phần PTFE theo sáng chế được trộn với chất hỗ trợ ép đùn, sau đó cuộn, khi yêu cầu, loại bỏ chất hỗ trợ ép đùn bằng cách làm khô, và sau

đó kéo căng theo ít nhất một hướng. Hợp phần PTFE theo sáng chế dễ dàng tạo sợi bằng cách kéo căng, nhờ đó tạo ra thân được kéo căng có các nốt và sợi. Thân được kéo căng này cũng là nguyên liệu xốp có độ xốp cao.

Sáng chế cũng đề xuất thân được kéo căng được cấu thành từ hợp phần PTFE nêu trên.

Thân được kéo căng theo sáng chế có thể được tạo ra bằng cách ép đùn bột nhão và cuộn hợp phần PTFE nêu trên, sau đó không đốt nóng hoặc đốt nóng một nửa, và kéo căng theo ít nhất một hướng (tốt hơn là, kéo căng và cuộn theo hướng cuộn và sau đó kéo căng theo hướng chiều rộng bằng cách sử dụng khung căng). Điều kiện kéo căng được dùng tốt hơn là ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 1000%/giây và tỷ lệ kéo căng bằng 500% hoặc cao hơn. PTFE dễ dàng tạo sợi bằng cách kéo căng, nhờ đó tạo ra thân được kéo căng có các nốt và sợi. Độ xốp của thân được kéo căng không bị giới hạn nhưng thường tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 99%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 98%. Thân được kéo căng theo sáng chế có thể chỉ chứa hợp phần PTFE, hoặc có thể chứa hợp phần PTFE và chất tạo màu hoặc chất độn nêu trên, nhưng tốt hơn là chỉ chứa hợp phần PTFE.

Thân được kéo căng theo sáng chế tốt hơn là có hình dạng màng, ống, sợi, hoặc que.

Trong trường hợp là màng (màng kéo căng hoặc màng xốp), thân được kéo căng theo sáng chế có thể được kéo căng bằng phương pháp kéo căng PTFE đã biết.

Tốt hơn là, màng kéo căng theo một trục có thể thu được bằng cách kéo căng và chất ép đùn bột nhão như tấm cuộn hoặc như que theo hướng ép đùn.

Màng kéo căng theo hai trục có thể thu được bằng cách kéo căng nó thêm theo hướng chiều rộng bằng khung căng hoặc tương tự.

Quá trình đốt nóng một nửa cũng tốt hơn là được thực hiện trước khi kéo căng.

Thân được kéo căng theo sáng chế là nguyên liệu xốp có độ xốp cao và có thể được sử dụng thích hợp là môi trường bộ lọc cho nhiều quá trình lọc chính xác như bộ lọc không khí và bộ lọc hóa chất, hoặc bộ phận đỡ cho màng chất điện phân polyme.

Hơn nữa, thân được kéo căng theo sáng chế cũng hữu dụng làm nguyên liệu cho sản phẩm được sử dụng trong lĩnh vực dệt, lĩnh vực y học, lĩnh vực điện hóa, lĩnh vực về nguyên liệu bịt kín, lĩnh vực lọc không khí, lĩnh vực thông gió/điều chỉnh áp suất bên trong, lĩnh vực lọc chất lỏng, và lĩnh vực về nguyên liệu tiêu thụ chung.

Các ứng dụng cụ thể được thể hiện dưới đây làm ví dụ.

#### Lĩnh vực điện hóa

Ví dụ về ứng dụng bao gồm chất tấm trước nguyên liệu điện môi, nguyên liệu chắn EMI, và nguyên liệu truyền nhiệt. Đặc biệt hơn là, ví dụ về chúng bao gồm bảng mạch in, nguyên liệu chắn sóng điện từ, nguyên liệu truyền nhiệt cách điện, và nguyên liệu cách điện.

#### Lĩnh vực về nguyên liệu bịt kín

Ví dụ về các ứng dụng bao gồm miếng đệm, đóng gói, màng bơm, ống bơm, và nguyên liệu bịt kín cho máy bay.

#### Lĩnh vực lọc không khí

Ví dụ về các ứng dụng bao gồm bộ lọc ULPA (để sản xuất chất bán dẫn), bộ lọc HEPA (cho bệnh viện và sản xuất chất bán dẫn), bộ lọc dầu xylanh (sử dụng trong công nghiệp), bộ lọc túi (sử dụng trong công nghiệp), bộ lọc túi chịu nhiệt (để xử lý khí thoát ra), bộ lọc gấp nếp chịu nhiệt (để xử lý khí thoát ra), bộ lọc SINBRAN (sử dụng trong công nghiệp), bộ lọc chất xúc tác (để xử lý khí thoát ra), bộ lọc có hạt hấp phụ (thiết kế trong HDD), bộ lọc có hạt hấp phụ thông gió (thiết kế trong HDD), bộ lọc thông gió (thiết kế trong HDD và các ứng dụng khác), bộ lọc làm sạch chân không (để làm sạch chân không), bộ lọc phốt nhiều lớp mục đích chung, bộ lọc dầu GT (cho sản phẩm tương thích GT), và bộ lọc làm mát (cho vỏ thiết bị điện tử).

#### Lĩnh vực thông gió/điều chỉnh áp suất bên trong

Ví dụ về các ứng dụng bao gồm các nguyên liệu làm đông khô như vật chứa làm đông khô, nguyên liệu thông gió tự động cho mạch và đèn điện tử, ứng dụng vật chứa như nắp vật chứa, ứng dụng thông gió bảo vệ cho thiết bị điện tử bao gồm

thiết bị đầu cuối nhỏ như thiết bị đầu cuối máy tính bảng và thiết bị đầu cuối điện thoại di động, và ứng dụng thông khí trong y học.

#### Lĩnh vực lọc chất lỏng

Ví dụ về các ứng dụng bao gồm bộ lọc chất lỏng bán dẫn (để sản xuất chất bán dẫn), bộ lọc PTFE ưa nước (để sản xuất chất bán dẫn), bộ lọc hóa chất (để xử lý hóa chất), bộ lọc thẳng sản xuất nước tinh khiết (để sản xuất nước tinh khiết), và bộ lọc chất lỏng ngược (để xử lý nước thải công nghiệp).

#### Lĩnh vực về nguyên liệu tiêu thụ chung

Ví dụ về các ứng dụng bao gồm quần áo, ống dẫn cáp (dây có thể di chuyển được cho xe máy), quần áo cho xe máy, ống lót khuôn (bộ đỡ trong y học), bộ lọc làm sạch chân không, kèn túi (nhạc cụ), cáp (như cáp tín hiệu cho ghita), và dây đàn (cho nhạc cụ có dây).

#### Lĩnh vực dệt

Ví dụ về các ứng dụng bao gồm sợi PTFE (nguyên liệu sợi), chỉ dệt (dệt), sợi dệt (dệt), và thùng.

#### Lĩnh vực y học

Ví dụ về các ứng dụng bao gồm mảnh ghép in-vivo (sản phẩm kéo căng), mạch máu nhân tạo, ống thông, thường là phẫu thuật (nguyên liệu gia cường mô), sản phẩm đầu và cổ (thay thế màng cứng), sức khỏe răng miệng (thuốc tái tạo mô), và chỉnh hình (băng).

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Tiếp theo, sáng chế sẽ được mô tả bằng các ví dụ thử nghiệm, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ thử nghiệm này.

Giá trị số trong các ví dụ thử nghiệm được đo bằng các phương pháp dưới đây.

#### Cỡ hạt sơ cấp trung bình (nm)

Hệ phân tán trong nước PTFE được pha loãng bằng nước đến hàm lượng rắn bằng 0,15 % khối lượng, và hệ số truyền ánh sáng được chiếu ở bước sóng 550 nm so với chiều dài đơn vị của mủ cao su được pha loãng được thu và cỡ hạt trung bình

chiều dài dựa trên số được xác định bằng cách đo cỡ hạt dọc theo hướng cụ thể từ vi ảnh truyền điện tử được đo, để vẽ đường chuẩn. Bằng cách sử dụng đường chuẩn, cỡ hạt sơ cấp trung bình của các hạt PTFE trong hệ phân tán trong nước PTFE được xác định từ sự truyền thực tế ánh sáng được chiếu ở bước sóng 550 nm qua từng mẫu.

#### Hàm lượng rắn của PTFE (% khối lượng)

1g hệ phân tán trong nước PTFE được làm khô trong bộ làm khô không khí dưới điều kiện nhiệt độ bằng 150°C và 60 phút, và giá trị biểu diễn tỷ lệ khối lượng của phần cặn gia nhiệt là phần trăm so với khối lượng (1 g) của hệ phân tán trong nước được sử dụng.

#### Trọng lượng riêng chuẩn (SSG)

Bằng cách sử dụng từng mẫu tạo ra theo ASTM D4895-89, trọng lượng riêng chuẩn được đo bằng phương pháp thay thế nước theo ASTM D-792.

#### Hàm lượng của hợp chất cụ thể chứa flo

Hàm lượng của hợp chất cụ thể chứa flo được đo bằng cách sử dụng sắc ký lỏng khối phổ dưới điều kiện dưới đây.

[Phương pháp xác định hàm lượng của hợp chất có công thức (1)]

#### Chiết từ bột

10g (12,6 mL) metanol được bổ sung vào 1g bột, sau đó xử lý siêu âm trong 60 phút, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (1).

#### Chiết từ hệ phân tán trong nước

Hàm lượng rắn của hệ phân tán trong nước được đo, và hệ phân tán trong nước ở lượng tương ứng với 0,5g hàm lượng chất rắn PTFE được cân vào 100-mL ống xoắn. Sau đó, nước và metanol được bổ sung vào đó, sao cho tạo ra 40g (43,14 mL) dung môi chiết bằng nước/metanol = 50/50 % thể tích bao gồm nước được chứa trong hệ phân tán trong nước. Sau đó, dung dịch được lắc kỹ cho đến khi sự đông tụ xảy ra. Lượng chất rắn được loại bỏ, và pha lỏng được ly tâm ở 4000 vòng/phút trong 1 giờ, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (1).

#### Chiết từ thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)



10g (12,6 mL) metanol được bổ sung vào 0,1g thân đực, sau đó xử lý siêu âm trong 60 phút, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (1).

Đo hàm lượng của hợp chất có công thức (1) được chứa trong dịch chiết

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) trong dịch chiết được xác định theo axit perflooctanoic.

Đường chuẩn của axit perflooctanoic

Năm nồng độ của dung dịch chuẩn metanol của axit perflooctanoic có nồng độ đã biết nằm trong khoảng từ 1 ng/mL đến 100 ng/mL được chuẩn bị và được đo bằng cách sử dụng sắc ký lỏng khối phổ kế (LC-MS ACQUITY UPLC/TQD, Waters Corporation). Bằng cách sử dụng biểu thức bậc một, a và b được xác định bằng biểu thức quan hệ (1) giữa nồng độ của mỗi mẫu và giá trị tích phân của đỉnh.

$$A = a \times X + b \quad (1)$$

A: Diện tích đỉnh của axit perflooctanoic

X: Nồng độ của axit perflooctanoic (ng/mL)

Kết cấu thiết bị đo và điều kiện đo LC-MS

[Bảng 1]

|                     |                                                                                                                                                                                                    |
|---------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Phần LC             |                                                                                                                                                                                                    |
| Thiết bị            | Acquity UPLC, được sản xuất bởi Waters Corporation                                                                                                                                                 |
| Cột                 | Acquity UPLC BEH C18 1,7 mm (2,1 × 50 mm), được sản xuất bởi Waters Corporation                                                                                                                    |
| Pha động            | A CH <sub>3</sub> CN<br>B 20mM CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub> /H <sub>2</sub> O<br>A:B=10:90<br>0→1,5 phút<br>1,5→8,5 phút<br>8,5→10 phút<br>A:B=10:90 → A:B=90:10<br>A:B=90:10<br>0,4 mL/phút |
| Tốc độ dòng         | 40 °C                                                                                                                                                                                              |
| Nhiệt độ cột        | 5 µL                                                                                                                                                                                               |
| Thể tích tiêm mẫu   |                                                                                                                                                                                                    |
| Phần MS             |                                                                                                                                                                                                    |
| Thiết bị            | Bộ phát hiện TQ                                                                                                                                                                                    |
| Chế độ đo           | MRM (Giám sát nhiều phản ứng)                                                                                                                                                                      |
| Phương pháp ion hóa | Ion hóa phun điện tử                                                                                                                                                                               |
|                     | Chế độ âm tính                                                                                                                                                                                     |

Thông số đo MRM

[Bảng 2]

| Hợp chất               | Tiền chất | Sản phẩm |
|------------------------|-----------|----------|
| Axit perfluorooctanoic | 413       | 369      |

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) có 4 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và 20 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn trong dịch chiết.

Hợp chất có công thức (1) có 4 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và 20 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn được đo bằng cách sử dụng sắc ký lỏng khối phổ kế. Diện tích đỉnh của hợp chất có công thức (1) với từng số cacbon trong pha lỏng đã chiết được xác định bằng MRM.

Thông số đo MRM

[Bảng 3]

| Hợp chất                                           | Số nguyên tử cacbon | Tiền chất | Sản phẩm |
|----------------------------------------------------|---------------------|-----------|----------|
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - C O O) M   | 4                   | 195       | 131      |
| (II - (C F <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> - C O O) M  | 5                   | 245       | 181      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> - C O O) M   | 6                   | 295       | 231      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> - C O O) M   | 7                   | 345       | 281      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> - C O O) M   | 8                   | 395       | 331      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>8</sub> - C O O) M   | 9                   | 445       | 381      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>9</sub> - C O O) M   | 10                  | 495       | 431      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> - C O O) M  | 11                  | 545       | 481      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>11</sub> - C O O) M  | 12                  | 595       | 531      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>12</sub> - C O O) M  | 13                  | 645       | 581      |
| (II - (C F <sub>2</sub> ) <sub>13</sub> - C O O) M | 14                  | 695       | 631      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>14</sub> - C O O) M  | 15                  | 745       | 681      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>15</sub> - C O O) M  | 16                  | 795       | 731      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> - C O O) M  | 17                  | 845       | 781      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>17</sub> - C O O) M  | 18                  | 895       | 831      |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>18</sub> - C O O) M  | 19                  | 945       | 881      |
| (II - (C F <sub>2</sub> ) <sub>19</sub> - C O O) M | 20                  | 995       | 931      |

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong dịch chiết được tính toán bằng cách sử dụng công thức (3) dưới đây. Trong công thức (3), a và b được xác định từ công thức (1).

$$XC_m = ((AC_m - b)/a) \times ((50 \times m + 45)/413) \quad (3)$$

XC<sub>m</sub>: hàm lượng (ng/mL) của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong dung dịch chiết

ACm: Diện tích đỉnh của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong dung dịch chiết

Giới hạn định lượng trong phép đo này bằng 1 ng/mL.

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong bột

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong bột được xác định bằng công thức (4) dưới đây.

$$YC_m = XC_m \times 12,6 \quad (4)$$

YCm: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong bột

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong hệ phân tán trong nước

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong hệ phân tán trong nước được xác định bằng công thức (5) dưới đây.

$$ZC_m = XC_m \times 86,3 \quad (5)$$

ZCm: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong hệ phân tán trong nước

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)

Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng) được xác định bằng công thức (6) dưới đây.

$$WC_m = XC_m \times 126 \quad (6)$$

WCm: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (1) có (m + 1) nguyên tử cacbon trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)

[Phương pháp đo hàm lượng của hợp chất có công thức (2)]

Chiết từ bột

10g (12,6 mL) metanol được bổ sung vào 1g bột, sau đó xử lý siêu âm trong 60 phút, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (2).

Chiết từ hệ phân tán trong nước

Hàm lượng rắn của hệ phân tán trong nước được đo, và hệ phân tán trong nước ở lượng tương ứng với 0,5g hàm lượng chất rắn PTFE được cân vào 100-mL ống xoắn. Sau đó, nước và metanol được bổ sung vào đó, sao cho tạo ra 40g (43,14 mL) dung môi chiết bằng nước/metanol = 50/50 % thể tích bao gồm nước được chứa trong hệ phân tán trong nước. Sau đó, dung dịch được lắc kỹ cho đến khi sự đông tụ xảy ra. Lượng chất rắn được loại bỏ, và pha lỏng được ly tâm ở 4000 vòng/phút trong 1 giờ, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (2).

Chiết từ thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)

10g (12,6 mL) metanol được bổ sung vào 0,1g thân đúc, sau đó xử lý siêu âm trong 60 phút, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (2).

Đo hàm lượng của hợp chất có công thức (2) trong dịch chiết

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) trong dịch chiết được xác định theo axit perflooctansulfonic.

Đường chuẩn của axit perflooctansulfonic

Năm nồng độ của dung dịch chuẩn metanol của axit perflooctansulfonic có nồng độ đã biết nằm trong khoảng từ 1 ng/mL đến 100 ng/mL được chuẩn bị và được đo bằng cách sử dụng sắc ký lỏng khối phổ kế (LC-MS ACQUITY UPLC/TQD, Waters Corporation). Bằng cách sử dụng biểu thức bậc một, a và b được xác định bằng biểu thức quan hệ (1) từ nồng độ của từng mẫu và giá trị tích phân của đỉnh.

$$A = a \times X + b \quad (1)$$

A: Diện tích đỉnh của axit perflooctansulfonic

X: Nồng độ (ng/mL) của axit perflooctansulfonic

Kết cấu thiết bị đo và điều kiện đo LC-MS

[Bảng 4]

|                     |                                                                                 |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| Phần LC             |                                                                                 |
| Thiết bị            | Acquity UPLC, được sản xuất bởi Waters Corporation                              |
| Cột                 | Acquity UPLC BEH C18 1,7 mm (2,1 × 50 mm), được sản xuất bởi Waters Corporation |
| Pha động            | A CH <sub>3</sub> CN                                                            |
|                     | B 20mM CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub> /H <sub>2</sub> O                     |
|                     | 0→1,5 phút A:B=10:90                                                            |
|                     | 1,5→8,5 phút A:B=10:90 → A:B=90:10                                              |
|                     | 8,5→10 phút A:B=90:10                                                           |
|                     | 0,4 mL/phút                                                                     |
| Tốc độ dòng         |                                                                                 |
| Nhiệt độ cột        | 40 °C                                                                           |
| Thể tích tiêm mẫu   | 5 µL                                                                            |
| Phần MS             |                                                                                 |
| Thiết bị            | Bộ phát hiện TQ                                                                 |
| Chế độ đo           | MRM (Giám sát nhiều phản ứng)                                                   |
| Phương pháp ion hóa | Ion hóa phun điện tử                                                            |
|                     | Chế độ âm tính                                                                  |

Thông số đo MRM

[Bảng 5]

| Hợp chất                 | Tiền chất | Sản phẩm |
|--------------------------|-----------|----------|
| Axit perflooctansulfonic | 499       | 99       |

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có 4 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và 20 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn trong dịch chiết

Hợp chất có công thức (2) có 4 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và 20 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn được đo bằng cách sử dụng sắc ký lỏng khối phổ kế. Diện tích đỉnh của hợp chất có công thức (2) có từng số cacbon trong pha lỏng đã chiết được xác định bằng MRM.

Thông số đo MRM

[Bảng 6]

| Hợp chất                                                       | Số nguyên tử cacbon | Tiền chất | Sản phẩm |
|----------------------------------------------------------------|---------------------|-----------|----------|
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> - S O <sub>3</sub> ) M   | 4                   | 281       | 99       |
| (II - (C F <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 5                   | 331       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> - S O <sub>3</sub> ) M   | 6                   | 381       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> - S O <sub>3</sub> ) M   | 7                   | 431       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>8</sub> - S O <sub>3</sub> ) M   | 8                   | 481       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>9</sub> - S O <sub>3</sub> ) M   | 9                   | 531       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 10                  | 581       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>11</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 11                  | 631       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>12</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 12                  | 681       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>13</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 13                  | 731       | 99       |
| (II - (C F <sub>2</sub> ) <sub>14</sub> - S O <sub>3</sub> ) M | 14                  | 781       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>15</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 15                  | 831       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 16                  | 881       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>17</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 17                  | 931       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>18</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 18                  | 981       | 99       |
| (H - (C F <sub>2</sub> ) <sub>19</sub> - S O <sub>3</sub> ) M  | 19                  | 1031      | 99       |
| (II - (C F <sub>2</sub> ) <sub>20</sub> - S O <sub>3</sub> ) M | 20                  | 1081      | 99       |

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong dịch chiết được tính toán bằng cách sử dụng công thức (3) dưới đây. Trong công thức (3), a và b được xác định từ công thức (1).

$$XSn = ((ASn - b)/a) \times ((50 \times n + 81)/499) \quad (3)$$

XSn: Hàm lượng (ng/mL) của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong dung dịch chiết

AS<sub>n</sub>: Diện tích đỉnh của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong dung dịch chiết

Giới hạn định lượng trong phép đo này bằng 1 ng/mL.

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong bột

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong bột được xác định bằng công thức (4) dưới đây.

$$Y_{Sn} = X_{Sn} \times 12,6 \quad (4)$$

Y<sub>Sn</sub>: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong bột

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong hệ phân tán trong nước

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong hệ phân tán trong nước được xác định bằng công thức (5) dưới đây.

$$Z_{Sn} = X_{Sn} \times 86,3 \quad (5)$$

Z<sub>Sn</sub>: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong hệ phân tán trong nước

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng) được xác định bằng công thức (6) dưới đây.

$$W_{Sn} = X_{Sn} \times 126 \quad (6)$$

W<sub>Sn</sub>: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (2) có n nguyên tử cacbon trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)

[Phương pháp đo hàm lượng của hợp chất có công thức (7)]

Phép đo hàm lượng của hợp chất có công thức (7) được chứa trong dịch chiết

Công thức (7): (F-(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>-COO)M

Chiết từ bột

10g (12,6 mL) metanol được bổ sung vào 1g bột, sau đó xử lý siêu âm trong 60 phút, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (7).

Chiết từ hệ phân tán trong nước



Hàm lượng rắn của hệ phân tán trong nước được đo, và hệ phân tán trong nước trong lượng tương ứng với 0,5g hàm lượng chất rắn PTFE được cân vào 100-mL ống xoắn. Sau đó, nước và metanol được bổ sung vào đó, sao cho tạo ra 40g (43,14 mL) dung môi chiết bằng nước/metanol = 50/50 % thể tích chứa nước được chứa trong hệ phân tán trong nước. Sau đó, dung dịch được lắc kỹ cho đến khi sự đông tụ xảy ra. Lượng chất rắn được loại bỏ, và pha lỏng được ly tâm ở 4000 vòng/phút trong 1 giờ, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (7).

Chiết từ thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)

10g (12,6 mL) metanol được bổ sung vào 0,1g thân đúc, sau đó xử lý siêu âm trong 60 phút, để chiết dịch nổi chứa hợp chất có công thức (7).

Phép đo hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong dịch chiết

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong dịch chiết được xác định theo axit perflooctanoic.

Đường chuẩn của axit perflooctanoic

Năm nồng độ của dung dịch chuẩn metanol của axit perflooctanoic có nồng độ đã biết nằm trong khoảng từ 1 ng/mL đến 100 ng/mL được chuẩn bị và được đo bằng cách sử dụng sắc ký lỏng khối phổ kế (LC-MS ACQUITY UPLC/TQD, Waters Corporation). Bằng cách sử dụng biểu thức bậc một, a và b được xác định bằng biểu thức quan hệ (1) từ nồng độ của từng mẫu và giá trị tích phân của đỉnh.

$$A = a \times X + b \quad (1)$$

A: Diện tích đỉnh của axit perflooctanoic

X: Nồng độ của axit perflooctanoic (ng/mL)

Kết cấu thiết bị đo và điều kiện đo LC-MS

[Bảng 7]

|                     |                                                                                 |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| Phần LC             |                                                                                 |
| Thiết bị Cột        | Acquity UPLC, được sản xuất bởi Waters Corporation                              |
| Pha động            | Acquity UPLC BEH C18 1,7 mm (2,1 × 50 mm), được sản xuất bởi Waters Corporation |
|                     | A CH <sub>3</sub> CN                                                            |
|                     | B 20mM CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub> /H <sub>2</sub> O                     |
|                     | A:B=10:90                                                                       |
|                     | 0→1,5 phút                                                                      |
|                     | 1,5→8,5 phút                                                                    |
|                     | 8,5→10 phút                                                                     |
|                     | A:B=10:90 → A:B=90:10                                                           |
|                     | A:B=90:10                                                                       |
|                     | 0,4 mL/phút                                                                     |
| Tốc độ dòng         |                                                                                 |
| Nhiệt độ cột        | 40 °C                                                                           |
| Thể tích tiêm mẫu   | 5 µL                                                                            |
| Phần MS             |                                                                                 |
| Thiết bị            | Bộ phát hiện TQ                                                                 |
| Chế độ đo           | MRM (Giám sát nhiều phản ứng)                                                   |
| Phương pháp ion hóa | Ion hóa phun điện tử                                                            |
|                     | Chế độ âm tính                                                                  |

Thông số đo MRM

[Bảng 8]

| Hợp chất            | Tiền chất | Sản phẩm |
|---------------------|-----------|----------|
| Axit perflooctanoic | 413       | 369      |

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong dịch chiết

Hợp chất có công thức (7) được đo bằng cách sử dụng sắc ký lỏng khối phổ kế. Diện tích đỉnh của hợp chất có công thức (7) trong pha lỏng đã chiết được xác định bằng MRM.

Thông số đo MRM

[Bảng 9]

| Hợp chất                    | Tiền chất | Sản phẩm |
|-----------------------------|-----------|----------|
| $(F - (C F_2)_7 - C O O) M$ | 413       | 369      |

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong dịch chiết được tính toán bằng cách sử dụng công thức (3) dưới đây. Trong công thức (3), a và b được xác định từ công thức (1).

$$XPFO = (APFO - b)/a \quad (3)$$

XPFO: Hàm lượng (ng/mL) của hợp chất có công thức (7) trong dung dịch chiết

APFO: Diện tích đỉnh của hợp chất có công thức (7) trong dung dịch chiết

Giới hạn định lượng trong phép đo này bằng 1 ng/mL.

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong bột

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong bột được xác định bằng công thức (4) dưới đây.

$$YPFO = XPFO \times 12,6 \quad (4)$$

YPFO: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (7) trong bột

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong hệ phân tán trong nước

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong hệ phân tán trong nước được xác định bằng công thức (5) dưới đây.

$$ZPFO = XPFO \times 86,3 \quad (5)$$

ZPFO: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (7) in hệ phân tán trong nước

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)

Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng) được xác định bằng công thức (6) dưới đây.

$$WPFO = XPFO \times 126 \quad (6)$$

WPFO: Hàm lượng (ppb đến PTFE) của hợp chất có công thức (7) trong thân đúc (như viên ép đùn và viên kéo căng)

Lượng (A) (phần theo khối lượng) của nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE được tính toán theo công thức dưới đây.

$$A = (B/F) \times 100$$

$$B = C \times D \times E$$

$$C = 4,092 \times 10^{-5} \times g \times H$$

A: Lượng (phần theo khối lượng) của nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE

B: Tổng lượng (g) nguồn gốc flo được bổ sung

C: Nồng độ (g/mL) của nguồn gốc flo trong khí được trộn

D: Tốc độ dòng (mL/phút) của khí được trộn

E: Thời gian flo hóa (phút)

F: Lượng (g) của mẫu được nạp

G: Khối lượng phân tử (g/mol) của nguồn gốc flo

H: Tỷ lệ của nguồn gốc flo trong khí được trộn

Hằng số  $[4,092 \times 10^{-5}]$  của C được tính toán dựa trên  $P$  (áp suất: atm)/ $\{R$  (hằng số khí)  $\times T$  (nhiệt độ: K)  $\times 1000\} = 1/\{0,082 \times 298 \times 1000\}$ .

Ví dụ tổng hợp 1

Hỗn hợp của 10-undecen-1-ol (16 g), 1,4-benzoquinon (10,2 g), DMF (160 mL), nước (16 mL), và  $PdCl_2$  (0,34 g) được gia nhiệt và được khuấy ở nhiệt độ  $90^\circ C$  trong 12 giờ.

Sau đó, dung môi được chưng tách dưới áp suất giảm. Cặn thu được được tinh chế bằng quá trình tách chất lỏng và sắc ký cột, để thu 11-hydroxyundecan-2-on (15,4 g).

Số liệu phổ của 11-hydroxyundecan-2-on thu được bằng cách thể hiện dưới đây.

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  ppm: 1,29-1,49 (m, 14H), 2,08 (s, 3H), 2,45 (J = 7,6, t, 2H), 3,51 (J = 6,5, t, 2H)

Hỗn hợp của 11-hydroxyundecan-2-on (13 g), phức chất lưu huỳnh trioxit triethylamin (13,9 g), và tetrahydrofuran (140 mL) được khuấy ở nhiệt độ  $50^\circ\text{C}$  trong 12 giờ. Dung dịch natri metoxit (3,8 g)/metanol (12 mL) được bổ sung từng giọt vào dung dịch phản ứng.

Chất rắn kết tủa được lọc dưới áp suất giảm và được rửa bằng etyl axetat, để thu 10-oxoundexyl natri sulfat (15,5 g) (sẽ được gọi dưới đây là chất hoạt động bề mặt A). Số liệu phổ của 10-oxoundexyl natri sulfat thu được bằng cách thể hiện dưới đây.

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  ppm: 1,08 (J = 6,8, m, 10H), 1,32 (m, 2H), 1,45 (m, 2H), 1,98 (s, 3H), 2,33 (J = 7,6, t, 2H), 3,83 (J = 6,5, t, 2H)

#### Ví dụ tổng hợp 2

3500g nước loại khí khử ion, 100g sáp parafin, 0,122g chất hoạt động bề mặt A được bổ sung vào nồi hấp SUS có thể tích bên trong bằng 6 L, lò phản ứng được đậy kín, và bên trong hệ thống được thổi bằng nitơ để loại oxy. Lò phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ  $70^\circ\text{C}$ , được làm đầy bằng TFE, và được điều chỉnh đến 0,78 MPa. 0,070g amoni persulfat (APS) được đưa vào trong đó làm chất khơi mào quá trình trùng hợp. TFE được đưa vào sao cho áp suất phản ứng là không đổi 0,78 MPa. Trong quá trình phản ứng, chất hoạt động bề mặt A được bổ sung 9 lần trong tổng lượng bằng 1,10 g. Ở thời điểm khi 425g TFE được đưa vào, ngừng khuấy, và lò phản ứng được giảm áp đến áp suất khí quyển. Hệ phân tán trong nước được đưa ra khỏi lò phản ứng, sau đó làm mát. Sau đó, sáp parafin được tách ra, để thu được hệ phân tán trong nước PTFE A.

Hàm lượng rắn của PTFE trong hệ phân tán trong nước PTFE A được thu bằng 10,7 % khối lượng. Cỡ hạt sơ cấp trung bình của hạt PTFE được chứa trong hệ phân tán trong nước PTFE A thu được bằng 178 nm. Hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong hệ phân tán trong nước PTFE A thu được được đo. Bảng 10 dưới đây thể hiện kết quả.

#### Ví dụ thử nghiệm 1

Nước khử ion được bổ sung vào hệ phân tán trong nước PTFE A thu được trong ví dụ tổng hợp 2, để điều chỉnh trọng lượng riêng (25°C) đến 1,080. 2,5 L hệ phân tán trong nước PTFE có trọng lượng riêng đã điều chỉnh được bổ sung vào bể đông tụ thủy tinh được trang bị cánh khuấy loại neo và tấm chắn và có dung tích bên trong bằng 6 L, và nhiệt độ bên trong được điều chỉnh đến nhiệt độ 34°C. Ngay sau khi điều chỉnh, 16g axit nitric (10%) được bổ sung vào đó, và việc khuấy được bắt đầu đồng thời ở tốc độ khuấy bằng 500 vòng/phút. Sau khi bắt đầu khuấy, xác nhận rằng hệ phân tán trong nước ở trạng thái huyền phù đặc để tạo ra bột ướt PTFE, và sau đó việc khuấy còn được tiếp tục trong 1 phút.

Sau đó, bột ướt PTFE được lọc, bột ướt PTFE và 2,5 L nước khử ion được đưa vào bể đông tụ, nhiệt độ được điều chỉnh đến nhiệt độ 25°C, và thực hiện rửa bột polyme ở tốc độ khuấy bằng 500 vòng/phút được lặp lại hai lần. Sau khi rửa, bột ướt PTFE được lọc và để yên trong bộ làm khô tuần hoàn không khí nóng ở nhiệt độ 150°C trong 18 giờ để làm khô, để thu bột PTFE.

SSG của bột PTFE thu được bằng 2,175. Thực tế chứng minh rằng PTFE thu được là PTFE có khối lượng phân tử cao.

Hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong bột PTFE thu được được đo. Bảng 10 thể hiện kết quả.

#### Ví dụ thử nghiệm 2

30g bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 1 được đưa vào lò phản ứng. Lò phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ 150°C và được thổi nitơ trong 1 giờ để loại không khí trong lò phản ứng. Nhiệt độ được duy trì ở 150°C, khí được trộn (flo/nitơ (tỷ lệ thể tích) = 20/80) thu được bằng cách pha loãng khí flo (F<sub>2</sub>) là nguồn gốc flo bằng khí nitơ được rót liên tục ở tốc độ dòng bằng khoảng 50 mL/phút trong 480

phút (8 giờ) với lượng nguồn gốc flo được bổ sung (nghĩa là, lượng khí flo) bằng 7,5 g. Sau khi hoàn thành phản ứng, bên trong hệ thống được thổi ngay bằng khí nitơ trong 1 giờ để loại khí flo. Xác nhận rằng không có khí flo trong khí trơ bằng cách kiểm tra có hoặc không có chất chỉ thị chuyển màu bằng kiểm tra bằng tinh bột/iodua. Vật chứa phản ứng được làm mát đến nhiệt độ trong phòng, và hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong bột PTFE thu được được đo. Bảng 10 thể hiện kết quả.

#### Ví dụ thử nghiệm 3

Sự vận hành tương tự như trong ví dụ thử nghiệm 2 được thực hiện trừ nhiệt độ phản ứng được thay đổi đến nhiệt độ 200°C trong ví dụ thử nghiệm 2, và hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong bột PTFE thu được được đo. Bảng 10 dưới đây thể hiện kết quả.

[Bảng 10]

| [Đang lưu]                              |      | Ví dụ tổng hợp 2            |                             |                             | Ví dụ thử nghiệm 1 |                             | Ví dụ thử nghiệm 2          |                             | Ví dụ thử nghiệm 3 |  |
|-----------------------------------------|------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|--------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|--------------------|--|
|                                         |      | Hệ phân tán trong nước PTFE |                             | Bột PTFE                    |                    | Bột PTFE                    |                             | Bột PTFE                    |                    |  |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) | n=4  | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | 3,8E+01                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | n=6  | ppb/PTFE                    | 5,5E+02                     | 5,3E+02                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | n=8  | ppb/PTFE                    | 6,5E+02                     | 6,5E+02                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | n=10 | ppb/PTFE                    | 5,2E+02                     | 4,9E+02                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | n=12 | ppb/PTFE                    | 2,5E+02                     | 2,2E+02                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | n=14 | ppb/PTFE                    | 1,0E+02                     | 9,5E+01                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | n=16 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | n=18 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | n=20 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | Tổng | ppb/PTFE                    | 2,1E+03                     | 2,0E+03                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | m=3  | ppb/PTFE                    | 9,6E+03                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) | m=5  | ppb/PTFE                    | 1,7E+04                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | m=7  | ppb/PTFE                    | 4,7E+04                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | m=9  | ppb/PTFE                    | 2,6E+04                     | 3,6E+02                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | m=11 | ppb/PTFE                    | 6,2E+03                     | 1,6E+03                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | m=13 | ppb/PTFE                    | 5,7E+03                     | 2,0E+03                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | m=15 | ppb/PTFE                    | 7,4E+03                     | 3,5E+03                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | m=17 | ppb/PTFE                    | 6,6E+03                     | 5,0E+03                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | m=19 | ppb/PTFE                    | 5,3E+03                     | 1,3E+03                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |
|                                         | Tổng | ppb/PTFE                    | 1,3E+05                     | 1,4E+04                     |                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |                    |  |



Các đỉnh khi n bằng 5, 7, 9, 11, 13, 15, 17, và 19 và khi m bằng 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, và 18 nhỏ hơn giới hạn định lượng.

Giới hạn định lượng bằng 86 ppb trong trường hợp hệ phân tán trong nước và bằng 13 ppb trong trường hợp bột.

#### Ví dụ tổng hợp 3

Axit 10-oxoundecan (1,8 g) được bổ sung vào dung dịch 1,0 M KOH, và nước được chưng tách, để thu kali 10-oxoundecanoat (2,2 g).

Số liệu phổ của kali 10-oxoundecanoat (sẽ được gọi dưới đây là chất hoạt động bề mặt B) thu được bằng cách thể hiện dưới đây.

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  ppm: 1,04 (m, 8H), 1,30-1,32 (m, 4H), 1,89-2,01 (m, 5H), 2,27-2,33 (t,  $J = 7,6$ , 4H)

#### Ví dụ tổng hợp 4

550g nước loại khí khử ion, 30g sáp parafin, và 0,0145g chất hoạt động bề mặt B được bổ sung vào nồi hấp thủy tinh có thể tích bên trong bằng 1 L. Lò phản ứng được đậy kín, và bên trong hệ thống được thổi bằng nitơ để loại oxy. Lò phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ  $70^\circ\text{C}$ , được làm đầy bằng TFE, và được điều chỉnh đến 0,78 MPa. 0,110g amoni persulfat (APS) được đưa vào trong đó làm chất khơi mào quá trình trùng hợp. TFE được đưa vào sao cho áp suất phản ứng là không đổi 0,78 MPa. Ở thời điểm khi 50g TFE được đưa vào, ngừng khuấy, và lò phản ứng được giảm áp đến áp suất khí quyển. Hệ phân tán trong nước được đưa ra khỏi lò phản ứng, sau đó làm mát. Sau đó, sáp parafin được tách ra, để thu được hệ phân tán trong nước PTFE B. Cỡ hạt trung bình của các hạt được chứa trong hệ phân tán trong nước PTFE B thu được bằng 216 nm. Hơn nữa, hàm lượng rắn của hệ phân tán trong nước PTFE B thu được bằng 8,2 % khối lượng.

Hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong hệ phân tán trong nước PTFE B thu được được đo. Bảng 11 dưới đây thể hiện kết quả.

#### Ví dụ thử nghiệm 4

Nước khử ion được bổ sung vào hệ phân tán trong nước PTFE B thu được trong ví dụ tổng hợp 4, để điều chỉnh trọng lượng riêng ( $25^\circ\text{C}$ ) đến 1,080. 2,5 L hệ

phân tán trong nước PTFE có trọng lượng riêng đã điều chỉnh được bổ sung vào bể đông tụ thủy tinh được trang bị cánh khuấy loại neo và tấm chắn và có dung tích bên trong bằng 6 L, và nhiệt độ bên trong được điều chỉnh đến nhiệt độ 34°C. Ngay sau khi điều chỉnh, 16g axit nitric (10%) được bổ sung vào đó, và việc khuấy được bắt đầu ở tốc độ khuấy bằng 500 vòng/phút, đồng thời. Sau khi bắt đầu khuấy, xác nhận rằng hệ phân tán trong nước ở trạng thái huyền phù đặc để tạo ra bột ướt PTFE, và sau đó việc khuấy còn được tiếp tục trong 1 phút.

Sau đó, bột ướt PTFE được lọc, bột ướt PTFE và 2,5 L nước khử ion được đưa vào bể đông tụ, nhiệt độ được điều chỉnh đến nhiệt độ 25°C, và thực hiện rửa bột polyme ở tốc độ khuấy bằng 500 vòng/phút được lặp lại hai lần. Sau khi rửa, bột ướt PTFE được lọc và để yên trong bộ làm khô tuần hoàn không khí nóng ở nhiệt độ 150°C trong 18 giờ để làm khô, để thu bột PTFE.

SSG của bột PTFE thu được bằng 2,261. Thực tế chứng minh rằng PTFE thu được là PTFE có khối lượng phân tử cao.

Hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong bột PTFE thu được được đo. Bảng 11 dưới đây thể hiện kết quả.

#### Ví dụ thử nghiệm 5

Quá trình flo hóa được thực hiện dưới điều kiện tương tự như trong ví dụ thử nghiệm 3 trừ 30g bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 4 được đưa vào lò phản ứng, và hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong bột PTFE thu được được đo. Bảng 11 dưới đây thể hiện kết quả.

[Bảng 11]

|                                         |      | Ví dụ tổng hợp 4            | Ví dụ thử nghiệm 4          | Ví dụ thử nghiệm 5          |
|-----------------------------------------|------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
|                                         |      | Hệ phân tán trong nước PTFE | Bột PTFE                    | Bột PTFE                    |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) | n=4  | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=6  | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=8  | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=10 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=12 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=14 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=16 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=18 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=20 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | Tổng | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) | m=3  | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | m=5  | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | m=7  | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | m=9  | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | m=11 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | m=13 | ppb/PTFE                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | m=15 | ppb/PTFE                    | 1,7E+01                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | m=17 | ppb/PTFE                    | 3,9E+02                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | m=19 | ppb/PTFE                    | 4,1E+02                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | Tổng | ppb/PTFE                    | 8,2E+02                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |

Các đỉnh khi n bằng 5, 7, 9, 11, 13, 15, 17, và 19 và khi m bằng 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, và 18 nhỏ hơn giới hạn định lượng.

Giới hạn định lượng bằng 86 ppb trong trường hợp hệ phân tán trong nước và bằng 13 ppb trong trường hợp bột.

Ví dụ thử nghiệm từ 6 đến 20

Mỗi phản ứng được thực hiện theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 2 trừ nhiệt độ bên trong lò phản ứng và lượng khí flo ( $F_2$ ) là nguồn gốc flo đã bổ sung được thay đổi như được thể hiện trong bảng 12 đến 14. Sau khi hoàn thành phản ứng, bên trong hệ thống được thổi ngay bằng khí nitơ trong 1 giờ để loại khí flo. Xác nhận rằng không có khí flo trong khí trơ bằng cách kiểm tra có hoặc không có chất chỉ thị chuyển màu bằng kiểm tra bằng tinh bột/iodua. Vật chứa phản ứng được làm mát đến nhiệt độ trong phòng, và hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1), (2), và (7) trong bột PTFE thu được được đo. Bảng 12 đến 14 dưới đây thể hiện kết quả.

[Bảng 12]

|                                                                         | Ví dụ thử<br>nghiệm 6<br>Bột PTFE | Ví dụ thử<br>nghiệm 7<br>Bột PTFE | Ví dụ thử<br>nghiệm 8<br>Bột PTFE | Ví dụ thử<br>nghiệm 9<br>Bột PTFE | Ví dụ thử<br>nghiệm 10<br>Bột PTFE | Ví dụ thử<br>nghiệm 11<br>Bột PTFE |
|-------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
|                                                                         | 80                                | 80                                | 100                               | 100                               | 100                                | 100                                |
| Nhiệt độ                                                                | °C                                | 80                                | 100                               | 100                               | 100                                | 100                                |
| Thời gian                                                               | phút                              | 120                               | 15                                | 30                                | 120                                | 480                                |
| Lượng nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE | 1,6                               | 6,3                               | 0,8                               | 1,6                               | 6,3                                | 24,9                               |
| n=4                                                                     | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| n=6                                                                     | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| n=8                                                                     | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| n=10                                                                    | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| n=12                                                                    | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| n=14                                                                    | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| n=16                                                                    | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| n=18                                                                    | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| n=20                                                                    | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| Tổng                                                                    | ppb/PTFE                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |

Hàm lượng của hợp chất có công thức (2)

|                                     |          |                             |                             |                             |                             |                             |
|-------------------------------------|----------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| m=3                                 | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=5                                 | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=7                                 | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=9                                 | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=11                                | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=13                                | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=15                                | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=17                                | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=19                                | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| Tổng                                | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức | ppb/PtFE | 1,1.E+03                    | 5,8.E+02                    | 1,2.E+03                    | 1,1.E+03                    | 6,2.E+02                    |
| (7)                                 |          |                             |                             |                             |                             |                             |

[Bảng 13]

|                                         |                                                                         | Ví dụ thử nghiệm<br>12<br>Bột PTFE | Ví dụ thử nghiệm<br>13<br>Bột PTFE | Ví dụ thử nghiệm<br>14<br>Bột PTFE | Ví dụ thử nghiệm<br>15<br>Bột PTFE |
|-----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) | Nhiệt độ                                                                | °C                                 | 120                                | 120                                | 120                                |
|                                         | Thời gian                                                               | phút                               | 30                                 | 240                                | 480                                |
|                                         | Lượng nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE | phần theo khối lượng               | 1,6                                | 6,3                                | 24,9                               |
|                                         | n=4                                                                     | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | n=6                                                                     | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | n=8                                                                     | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | n=10                                                                    | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | n=12                                                                    | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | n=14                                                                    | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | n=16                                                                    | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) | n=18                                                                    | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | n=20                                                                    | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | Tổng                                                                    | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |
|                                         | m=3                                                                     | ppb/PTFE                           | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng        |

|                                         |          |                             |                             |                             |                             |                             |
|-----------------------------------------|----------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
|                                         |          | định lượng                  | định lượng                  | định lượng                  | định lượng                  | định lượng                  |
| m=5                                     | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=7                                     | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=9                                     | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=11                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=13                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=15                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=17                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=19                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| Tổng                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) |          | 3,0.E+02                    | 3,7.E+02                    | 3,3.E+02                    | 1,8.E+02                    |                             |



[Bảng 14]

|                                                                                           |          | Ví dụ thử nghiệm<br>16<br>Bột PTFE | Ví dụ thử nghiệm<br>17<br>Bột PTFE | Ví dụ thử nghiệm<br>18<br>Bột PTFE | Ví dụ thử nghiệm<br>19<br>Bột PTFE | Ví dụ thử nghiệm<br>20<br>Bột PTFE |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|----------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| Nhiệt độ                                                                                  | °C       | 150                                | 150                                | 200                                | 200                                | 200                                |
| Thời gian                                                                                 | phút     | 120                                | 240                                | 30                                 | 120                                | 480                                |
| Lượng nguồn gốc flo được bổ sung trên phần theo khối<br>100 phần theo khối lượng của PTFE | lượng    | 6,3                                | 12,6                               | 1,6                                | 6,3                                | 24,9                               |
| n=4                                                                                       | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| n=6                                                                                       | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| n=8                                                                                       | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| n=10                                                                                      | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| n=12                                                                                      | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| n=14                                                                                      | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| n=16                                                                                      | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| n=18                                                                                      | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| n=20                                                                                      | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |
| Tổng                                                                                      | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng     |

Hàm lượng của hợp chất cơ công thức (2)

|                                         |          |                                |                                |                                |                                |
|-----------------------------------------|----------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| m=3                                     | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| m=5                                     | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| m=7                                     | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| m=9                                     | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| m=11                                    | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| m=13                                    | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| m=15                                    | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| m=17                                    | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| m=19                                    | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| Tổng                                    | ppb/PtFE | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng | Nhỏ hơn giới hạn<br>định lượng |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) |          | 5,0E+01                        | 6,0E+01                        |                                |                                |

#### Ví dụ thử nghiệm 21

Bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 1 được đưa vào khuôn ép đùn bột nhão theo phương pháp được mô tả trong Đơn sáng chế Nhật số 2002-201217, để thu viên ép đùn.

Nghĩa là, 100g bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 1 được để yên ở nhiệt độ trong phòng trong 2 giờ hoặc cao hơn, và sau đó 21,7g chất làm trơn (ISOPAR H, được sản xuất bởi Exxon Mobil Corporation) là chất hỗ trợ ép đùn được trộn vào đó trong 3 phút để thu hỗn hợp của bột PTFE.

Hỗn hợp của bột PTFE thu được bằng cách để yên trong bể ổn nhiệt ở nhiệt độ 25°C trong 2 giờ và sau đó được đưa vào khuôn ép đùn bột nhão dưới điều kiện bằng 25°C, Tỷ lệ giảm 100 (RR100, đường kính xy lạnh: 25 mm, đường kính lỗ: 2,5 mm, chiều dài lỗ: 1,1 mm, và góc đưa vào: 30°), và tốc độ ép đùn 51 cm/phút, để thu viên PTFE ép đùn chứa chất làm trơn.

Sau đó, viên PTFE ép đùn chứa chất làm trơn thu được bằng cách làm khô ở nhiệt độ 230°C trong 30 phút, để loại bỏ chất làm trơn, nhờ đó tạo ra viên PTFE được ép đùn khô.

#### Ví dụ thử nghiệm 22

10g viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 21 được flo hóa theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 3 trừ khí được trộn (flo/nitơ (tỷ lệ thể tích) = 20/80) thu được bằng cách pha loãng khí flo (F<sub>2</sub>) là nguồn gốc flo bằng khí nitơ được rót liên tục ở tốc độ dòng bằng khoảng 50 mL/phút trong 162 phút, để thu viên PTFE ép đùn được flo hóa.

#### Ví dụ 23

Viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 21 được kéo căng theo phương pháp được mô tả trong Đơn sáng chế Nhật số 2002-201217, để thu viên PTFE được kéo căng.

Nghĩa là, viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 21 được cắt thành chiều dài thích hợp, và mỗi đầu được cố định sao cho khoảng cách

giữa các kẹp bằng 5,1 cm, sau đó gia nhiệt ở nhiệt độ 300°C trong lò tuần hoàn không khí.

Sau đó, các viên được kéo căng ở tốc độ kéo căng bằng 1000%/giây sao cho tổng chiều dài kéo căng (chiều dài kéo căng) giữa các kẹp bằng 2400%, để thu viên PTFE được kéo căng.

#### Ví dụ thử nghiệm 24

0,5g viên PTFE được kéo căng sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 23 được flo hóa theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 3 trừ khí được trộn (flo/nitơ (tỷ lệ thể tích) = 20/80) thu được bằng cách pha loãng khí flo ( $F_2$ ) là nguồn gốc flo bằng khí nitơ được rót liên tục ở tốc độ dòng bằng khoảng 50 mL/phút trong 7,2 phút, để thu viên PTFE kéo căng được flo hóa.

Hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1), (2), và (7) trong viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 21, viên PTFE ép đùn được flo hóa thu được trong ví dụ thử nghiệm 22, viên PTFE được kéo căng thu được trong ví dụ thử nghiệm 23, và viên PTFE kéo căng được flo hóa thu được trong ví dụ thử nghiệm 24 được đo. Bảng 15 thể hiện kết quả.

[Bảng 15]

| Điều kiện<br>thử nghiệm                                                 | Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) | phần theo khối lượng | Ví dụ thử nghiệm 21<br>Viên PTFE được ép đùn khô | Ví dụ thử nghiệm 22<br>Viên PTFE ép đùn được flo hóa | Ví dụ thử nghiệm 23<br>Viên PTFE được kéo căng | Ví dụ thử nghiệm 24<br>Viên PTFE kéo căng được flo hóa |
|-------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|----------------------|--------------------------------------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|
|                                                                         |                                         |                      |                                                  |                                                      |                                                |                                                        |
| Lượng nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE |                                         | phần theo khối lượng |                                                  | 25,2                                                 |                                                | 22,4                                                   |
| n=4                                                                     |                                         | ppb/PTFE             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| n=6                                                                     |                                         | ppb/PTFE             | 5,9.E+02                                         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | 3,8.E+02                                       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| n=8                                                                     |                                         | ppb/PTFE             | 9,9.E+02                                         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | 7,1.E+02                                       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| n=10                                                                    |                                         | ppb/PTFE             | 6,9.E+02                                         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | 6,1.E+02                                       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| n=12                                                                    |                                         | ppb/PTFE             | 2,8.E+02                                         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | 4,3.E+02                                       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| n=14                                                                    |                                         | ppb/PTFE             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| n=16                                                                    |                                         | ppb/PTFE             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| n=18                                                                    |                                         | ppb/PTFE             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| n=20                                                                    |                                         | ppb/PTFE             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |
| Tổng                                                                    |                                         | ppb/PTFE             | 2,5.E+03                                         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                          | 2,1.E+03                                       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            |

|                                         |          |                             |                             |                             |                             |                             |
|-----------------------------------------|----------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) |          |                             |                             |                             |                             |                             |
| m=3                                     | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=5                                     | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=7                                     | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=9                                     | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=11                                    | ppb/PTFE | 2,0.E+02                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | 1,4.E+02                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=13                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=15                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=17                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| m=19                                    | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| Tổng                                    | ppb/PTFE | 2,0.E+02                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | 1,4.E+02                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) |          |                             |                             |                             |                             |                             |
|                                         | ppb/PTFE | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |

Giới hạn định lượng bằng  $1,3 \times 10^2$  ppb trong trường hợp thân đúc. Tương tự áp dụng cho phần mô tả dưới đây.

#### Ví dụ thử nghiệm 25

Bột PTFE flo hóa thu được trong ví dụ thử nghiệm 3 được đưa vào khuôn ép đùn bột nhão và làm khô theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 21, để thu viên PTFE được ép đùn khô.

#### Ví dụ thử nghiệm 26

Viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 25 (viên PTFE ép đùn được đưa đến khuôn ép đùn bột nhão bằng cách sử dụng bột được flo hóa) được kéo căng theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 23, để thu viên PTFE được kéo căng.

#### Ví dụ thử nghiệm 27

Viên PTFE ép đùn được flo hóa thu được trong ví dụ thử nghiệm 22 được kéo căng theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 23, để thu viên PTFE được kéo căng.

#### Ví dụ thử nghiệm 28

Bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 1 được để yên trong bộ làm khô tuần hoàn không khí nóng ở nhiệt độ  $240^{\circ}\text{C}$  trong 3 giờ để gia nhiệt, để thu bột PTFE được gia nhiệt lần nữa.

#### Ví dụ thử nghiệm 29

Viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 21 được để yên trong bộ làm khô tuần hoàn không khí nóng ở nhiệt độ  $240^{\circ}\text{C}$  trong 3 giờ để gia nhiệt, để thu viên PTFE ép đùn được gia nhiệt lần nữa.

#### Ví dụ thử nghiệm 30

Viên PTFE được kéo căng thu được trong ví dụ thử nghiệm 23 được để yên trong bộ làm khô tuần hoàn không khí nóng ở nhiệt độ  $240^{\circ}\text{C}$  trong 3 giờ để gia nhiệt, để thu viên PTFE kéo căng được gia nhiệt lần nữa.

#### Ví dụ thử nghiệm 31

Bột PTFE được thu theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 1 trừ nhiệt độ làm khô của bột ướt PTFE được thay đổi đến nhiệt độ 240°C.

Hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1), (2), và (7) trong viên PTFE được ép đùn khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 25, viên PTFE được kéo căng thu được trong ví dụ thử nghiệm 26, viên PTFE được kéo căng thu được trong ví dụ thử nghiệm 27, bột PTFE được gia nhiệt lần nữa thu được trong ví dụ thử nghiệm 28, viên PTFE ép đùn được gia nhiệt lần nữa thu được trong ví dụ thử nghiệm 29, viên PTFE kéo căng được gia nhiệt lần nữa thu được trong ví dụ thử nghiệm 30, và bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 31 được đo. Bảng 16 thể hiện kết quả.



[Bảng 16]

| Điều kiện flo hóa                       | Lượng nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE | Ví dụ thử nghiệm 25<br>Viên PTFE được ép đùn khô | Ví dụ thử nghiệm 26<br>Viên PTFE được kéo căng | Ví dụ thử nghiệm 27<br>Viên PTFE được kéo căng | Ví dụ thử nghiệm 28<br>Bột PTFE được gia nhiệt lần nữa | Ví dụ thử nghiệm 29<br>Viên PTFE ép đùn được gia nhiệt lần nữa | Ví dụ thử nghiệm 30<br>Viên PTFE kéo căng được gia nhiệt lần nữa | Ví dụ thử nghiệm 31<br>Bột PTFE |
|-----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|---------------------------------|
|                                         |                                                                         |                                                  |                                                |                                                |                                                        |                                                                |                                                                  |                                 |
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) | n=4<br>ppb/PTFE                                                         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | 3,4E+01                                                | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                                      | 3,6E+01                         |
|                                         | n=6<br>ppb/PTFE                                                         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | 5,3E+02                                                | 5,3E+02                                                        | 3,3E+02                                                          | 5,3E+02                         |
|                                         | n=8<br>ppb/PTFE                                                         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | 6,4E+02                                                | 8,4E+02                                                        | 6,4E+02                                                          | 6,4E+02                         |
|                                         | n=10<br>ppb./PTFE                                                       | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | 4,9E+02                                                | 5,9E+02                                                        | 5,9E+02                                                          | 4,9E+02                         |
|                                         | n=12<br>ppb/PTFE                                                        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | 2,1E+02                                                | 2,2E+02                                                        | 3,1E+02                                                          | 2,2E+02                         |
|                                         | n=14<br>ppb/PTFE                                                        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | 8,3E+01                                                | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                                      | 8,8E+01                         |
|                                         | n=16<br>ppb/PTFE                                                        | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                            | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                                    | Nhỏ hơn giới hạn định lượng                                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng     |
|                                         |                                                                         |                                                  |                                                |                                                |                                                        |                                                                |                                                                  |                                 |



#### Ví dụ thử nghiệm 32

Bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 4 được đưa vào khuôn ép đùn bột nhão và làm khô theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 21, để thu viên PTFE được ép đùn khô.

#### Ví dụ thử nghiệm 33

Viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 32 được flo hóa theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 22, để thu viên PTFE ép đùn được flo hóa.

#### Ví dụ thử nghiệm 34

Bột PTFE flo hóa thu được trong ví dụ thử nghiệm 5 được đưa vào khuôn ép đùn bột nhão và làm khô theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 21, để thu viên PTFE được ép đùn khô.

#### Ví dụ thử nghiệm 35

Bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 4 được để yên trong bộ làm khô tuần hoàn không khí nóng ở nhiệt độ 240°C trong 3 giờ để gia nhiệt, để thu bột PTFE được gia nhiệt lần nữa.

#### Ví dụ thử nghiệm 36

Bột PTFE được gia nhiệt lần nữa thu được trong ví dụ thử nghiệm 35 được đưa vào khuôn ép đùn bột nhão và làm khô theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 21, để thu viên PTFE được ép đùn khô.

#### Ví dụ thử nghiệm 37

Viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 32 được để yên trong bộ làm khô tuần hoàn không khí nóng ở nhiệt độ 240°C trong 3 giờ để gia nhiệt, để thu viên PTFE ép đùn được gia nhiệt lần nữa.

#### Ví dụ thử nghiệm 38

Bột PTFE được thu theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 4 trừ nhiệt độ làm khô của bột ướt PTFE được thay đổi đến nhiệt độ 240°C.

#### Ví dụ thử nghiệm 39

Bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 38 được đưa vào khuôn ép đùn bột nhão và làm khô theo cùng cách như trong ví dụ thử nghiệm 21, để thu viên PTFE được ép đùn khô.

Hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1), (2), và (7) trong viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 32, viên PTFE ép đùn được flo hóa thu được trong ví dụ thử nghiệm 33, viên PTFE ép đùn thu được trong ví dụ thử nghiệm 34, bột PTFE được gia nhiệt lần nữa thu được trong ví dụ thử nghiệm 35, viên PTFE ép đùn thu được trong ví dụ thử nghiệm 36, viên PTFE ép đùn được gia nhiệt lần nữa thu được trong ví dụ thử nghiệm 37, bột PTFE thu được trong ví dụ thử nghiệm 38, và viên PTFE ép đùn sau khi khô thu được trong ví dụ thử nghiệm 39 được đo. Bảng 17 thể hiện kết quả.

[Bảng 17]

| Điều kiện flo hóa | Hàm lượng của hợp chất có công thức (2) | n   | Nguồn gốc flo được bổ sung trên 100 phần theo khối lượng của PTFE | phần theo khối lượng | Ví dụ thử nghiệm 32         | Ví dụ thử nghiệm 33           | Ví dụ thử nghiệm 34         | Ví dụ thử nghiệm 35             | Ví dụ thử nghiệm 36         | Ví dụ thử nghiệm 37              | Ví dụ thử nghiệm 38         | Ví dụ thử nghiệm 39         |
|-------------------|-----------------------------------------|-----|-------------------------------------------------------------------|----------------------|-----------------------------|-------------------------------|-----------------------------|---------------------------------|-----------------------------|----------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
|                   |                                         |     |                                                                   |                      | Viên PTFE được ép đùn khô   | Viên PTFE được ép đùn flo hóa | Viên PTFE được ép đùn khô   | Bột PTFE được gia nhiệt lần nữa | Viên PTFE được ép đùn khô   | Viên PTFE được gia nhiệt lần nữa | Bột PTFE                    | Viên PTFE được ép đùn khô   |
|                   |                                         | n=4 |                                                                   | ppb/PTFE             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng   | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                   |                                         | n=6 |                                                                   |                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng   | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                   |                                         | n=8 |                                                                   |                      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng   | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng      | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |

|      |          |                              |                              |                              |                              |                              |                              |                              |                              |
|------|----------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
|      |          | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng |
|      |          | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   |
| n=10 | ppb/PTFE | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng |
| n=12 | ppb/PTFE | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   |
| n=14 | ppb/PTFE | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng |
| n=16 | ppb/PTFE | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   | Nhỏ<br>hơn                   |
| n=18 | ppb/PTFE | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng |

|                                         |      |          |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |
|-----------------------------------------|------|----------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Hàm lượng của hợp chất có công thức (1) |      |          | giới hạn định lượng         | giới hạn định lượng         | giới hạn định lượng         | giới hạn định lượng         | giới hạn định lượng         | giới hạn định lượng         | giới hạn định lượng         | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         |      |          | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                         | n=20 | ppb/PTFE |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |
|                                         | Tổng | ppb/PTFE |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |
|                                         | m=3  | ppb/PTFE |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |
|                                         | m=5  |          |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |
|                                         | m=7  | ppb/PTFE |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                             |

[illegible]



|  |                                         |  |                              |                                            |                                            |                                            |                                            |                                            |                                            |                                            |                                            |
|--|-----------------------------------------|--|------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|
|  |                                         |  | giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng               | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | giới<br>hạn<br>định<br>lượng               | giới<br>hạn<br>định<br>lượng               | giới<br>hạn<br>định<br>lượng               | giới<br>hạn<br>định<br>lượng               | giới<br>hạn<br>định<br>lượng               |
|  | m=19                                    |  | ppb/PTFE                     | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng |
|  | Tổng                                    |  | ppb/PTFE                     | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng |
|  | Hàm lượng của hợp chất có công thức (7) |  | ppb/PTFE                     | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng | Nhỏ<br>hơn<br>giới<br>hạn<br>định<br>lượng |

Khử hợp chất có công thức (1) hoặc (2) bằng quá trình trao đổi ion

Hàm lượng PTFE (P) trong hệ phân tán trong nước PTFE chứa chất hoạt động bề mặt không ion

Hàm lượng PTFE (P) được xác định, dựa trên phần cặn gia nhiệt (Z) thu được bằng cách đưa 1g mẫu (X) vào cốc nhôm có đường kính bằng 5 cm, sau đó làm khô ở nhiệt độ 110°C trong 1 giờ và còn làm khô ở nhiệt độ 300°C trong 1 giờ, bằng công thức:  $P = Z/X \times 100$  (% khối lượng).

Hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion (N) so với PTFE trong hệ phân tán trong nước PTFE chứa chất hoạt động bề mặt không ion

Hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion (N) được tính toán, dựa trên phần cặn gia nhiệt (Y g) thu được bằng cách đưa 1g mẫu (X g) vào cốc nhôm có đường kính bằng 5 cm, sau đó làm khô ở nhiệt độ 100°C trong 1 giờ và phần cặn gia nhiệt (Z g) thu được bằng bước gia nhiệt thêm phần cặn gia nhiệt (Y g) ở nhiệt độ 300°C trong 1 giờ, bằng công thức:  $N = [(Y-Z)/Z] \times 100$  (%/PTFE).

#### Ví dụ tổng hợp 5

588,6g nước khử ion và 70,0g chất hoạt động bề mặt được bổ sung vào lò phản ứng thủy tinh có thể tích bên trong bằng 1 L và được trang bị bộ khuấy, lò phản ứng được đậy kín, và bên trong hệ thống được thổi bằng nitơ để loại oxy. Lò phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ 90°C và tạo áp đến 0,4 MPa bằng nitơ. 41,4g amoni persulfat (APS) được đưa vào đó, sau đó khuấy trong 3 giờ. Sau khi ngừng khuấy, lò phản ứng được giảm áp đến áp suất khí quyển, sau đó làm mát, để thu dung dịch chứa nước chất hoạt động bề mặt C.

#### Ví dụ tổng hợp 6

3600g nước loại khí khử ion, 180g sáp parafin, và 0,540g chất hoạt động bề mặt A được bổ sung vào lò phản ứng SUS có thể tích bên trong bằng 6 L và được trang bị bộ khuấy, lò phản ứng được đậy kín, và bên trong hệ thống được thổi bằng nitơ để loại oxy. Lò phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ 90°C, được làm đầy bằng TFE, và được điều chỉnh đến 2,70 MPa. Là chất khơi mào quá trình trùng hợp, 0,031g amoni persulfat (APS) và 1,488g axit disuxinic peroxit (DSP) được đưa vào

đó. TFE được đưa vào sao cho áp suất phản ứng là không đổi 2,70 MPa. Đồng thời với việc đưa TFE vào, thì việc đưa liên tục dung dịch chứa nước chất hoạt động bề mặt C vào được bắt đầu. Ở thời điểm khi 1650g TFE được đưa vào, ngừng khuấy, và lò phản ứng được giảm áp đến áp suất khí quyển. 139g dung dịch chứa nước chất hoạt động bề mặt C được đưa vào khi kết thúc phản ứng. Một lượng được lấy ra khỏi lò phản ứng, sau đó làm mát. Sau đó, sáp parafin được tách ra, để thu được hệ phân tán trong nước PTFE C.

Hàm lượng rắn của hệ phân tán trong nước PTFE C thu được bằng 31,7 % khối lượng, và cỡ hạt sơ cấp trung bình bằng 357 nm.

Ví dụ thử nghiệm 40: Ví dụ điều chế hệ phân tán trong nước PTFE chứa chất hoạt động bề mặt không ion

Chất hoạt động bề mặt không ion (T-Det A138, được sản xuất bởi Harcros Chemicals Inc.) được bổ sung vào hệ phân tán trong nước PTFE thu được trong ví dụ tổng hợp 6 ở lượng tương ứng với 10% so với PTFE và được phân tán từ từ bằng que nhựa, để thu được hệ phân tán trong nước PTFE D chứa chất hoạt động bề mặt không ion.

Ví dụ thử nghiệm 41

100g hệ phân tán trong nước PTFE D thu được trong ví dụ thử nghiệm 40 được đưa vào cốc mỏ 200-mL, và 18g nhựa trao đổi anion (Amberjet IRA4002OH, được sản xuất bởi Rohm and Haas Company) được bổ sung vào đó, sau đó khuấy trong 30 phút bằng cách sử dụng bộ khuấy đủ mạnh sao cho sự kết tụ không xảy ra. Sau khi để yên trong 3 giờ, nhựa trao đổi ion được loại bằng cách sử dụng rây, để thu hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết.

Ví dụ thử nghiệm 42

Nhựa trao đổi anion, Amberjet IRA4002OH, còn được bổ sung vào hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết thu được trong ví dụ thử nghiệm 41 ở cùng tỷ lệ như trong ví dụ thử nghiệm 41, và sự vận hành tương tự được thực hiện, để thu hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết.

Ví dụ thử nghiệm 43

Chất hoạt động bề mặt không ion (T-Det A138, được sản xuất bởi Harcros Chemicals Inc.) được bổ sung vào hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết thu được trong ví dụ thử nghiệm 41 với lượng bằng 15%/PTFE, sau đó để cố định ở nhiệt độ 48°C trong 4 giờ. Sau đó, hỗn hợp được tách ra thành hai pha gồm pha dịch nổi về cơ bản không chứa PTFE và pha ngưng tụ. Pha dịch nổi được loại bỏ, để thu pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết).

#### Ví dụ thử nghiệm 44

Sự vận hành tương tự như trong ví dụ thử nghiệm 43 được thực hiện đối với hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết thu được trong ví dụ thử nghiệm 42, để thu pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết).

#### Ví dụ thử nghiệm 45

Sau khi chất hoạt động bề mặt không ion và nước được bổ sung vào pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết) thu được trong ví dụ thử nghiệm 43, hàm lượng PTFE được điều chỉnh đến 25 % khối lượng, và hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion được điều chỉnh đến 15%/PTFE, sau đó để cố định ở nhiệt độ 44°C trong 4 giờ. Sau đó, hỗn hợp được tách ra thành hai pha gồm pha dịch nổi về cơ bản không chứa PTFE và pha ngưng tụ. Pha dịch nổi được loại bỏ để thu pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết).

#### Ví dụ thử nghiệm 46

Sự vận hành tương tự như trong ví dụ thử nghiệm 45 được thực hiện trên pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết) thu được trong ví dụ thử nghiệm 44, để thu pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết).

#### Ví dụ thử nghiệm 47

Sự vận hành tương tự như trong ví dụ thử nghiệm 43 được thực hiện trừ hệ phân tán trong nước PTFE D thu được trong ví dụ thử nghiệm 40 được điều chỉnh đến độ pH 10 bằng cách sử dụng nước amoniac, để thu pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết).

#### Ví dụ thử nghiệm 48

Sự vận hành tương tự như trong ví dụ thử nghiệm 45 được thực hiện trên pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết) thu được trong ví dụ thử nghiệm 47, để thu pha ngưng tụ (hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết).

Đối với hệ phân tán trong nước PTFE D thu được trong ví dụ thử nghiệm 40 và hệ phân tán trong nước của PTFE tinh khiết thu được trong ví dụ thử nghiệm từ 41 đến 48, hàm lượng PTFE (P) trong mỗi hệ phân tán trong nước PTFE chứa chất hoạt động bề mặt không ion, hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion (N) trong mỗi hệ phân tán trong nước PTFE chứa chất hoạt động bề mặt không ion, và hàm lượng của mỗi hợp chất có công thức (1) và (2) trong mỗi hệ phân tán trong nước PTFE được đo. Bảng 18 thể hiện kết quả đo.

[Bảng 18]

|                                                                                                                          |              | Ví dụ thử nghiệm 40 | Ví dụ thử nghiệm 41         | Ví dụ thử nghiệm 42         | Ví dụ thử nghiệm 43         | Ví dụ thử nghiệm 44         | Ví dụ thử nghiệm 45         | Ví dụ thử nghiệm 46         | Ví dụ thử nghiệm 47 | Ví dụ thử nghiệm 48         |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|---------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Hàm lượng PTFE (P) của hệ phân tán trong nước PTFE chứa chất hoạt động bề mặt không ion                                  | % khối lượng | 26,5                | 26,8                        | 26,2                        | 69,1                        | 66,8                        | 67,2                        | 67,1                        | 66,6                | 65,0                        |
|                                                                                                                          |              |                     |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                     |                             |
| Hàm lượng của chất hoạt động bề mặt không ion (N) trong hệ phân tán trong nước PTFE chứa chất hoạt động bề mặt không ion | %/PTFE       | 10,0                | 10,0                        | 10,0                        | 2,3                         | 2,7                         | 3,0                         | 2,9                         | 2,8                 | 3,0                         |
|                                                                                                                          |              |                     |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                     |                             |
| (2) trong hệ phân tán trong nước PTFE                                                                                    | n=4          | 2,8E+03             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | 7,9E+02             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng |
|                                                                                                                          | n=6          | 1,0E+04             | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | 2,1E+02             | 2,1E+02                     |
|                                                                                                                          | n=8          | 4,8E+03             | 5,8E+02                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | 1,8E+02                     | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | Nhỏ hơn giới hạn định lượng | 1,8E+03             | 8,9E+02                     |
|                                                                                                                          | n=10         | 3,1E+03             | 2,3E+03                     | 6,7E+02                     | 1,2E+03                     | 3,2E+02                     | 1,0E+03                     | 1,7E+02                     | 1,1E+03             | 8,5E+02                     |
|                                                                                                                          | n=12         | 1,1E+03             | 5,4E+02                     | 4,5E+02                     | 2,0E+02                     | 2,0E+02                     | 1,8E+02                     | 1,5E+02                     | 1,3E+02             | Nhỏ hơn                     |
|                                                                                                                          |              |                     |                             |                             |                             |                             |                             |                             |                     |                             |



250



## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen tinh khiết, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) dưới đây khỏi hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen thu được bằng phương pháp sản xuất bao gồm bước thực hiện trùng hợp nhũ tương của tetrafloetylen trong môi trường chứa nước với sự có mặt của chất hoạt động bề mặt hydrocacbon anion:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

2. Phương pháp sản xuất hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen tinh khiết theo điểm 1, trong đó việc loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) ở trên bao gồm việc trao đổi ion và/hoặc cô hệ phân tán trong nước của polytetrafloetylen.

3. Phương pháp sản xuất bột polytetrafloetylen tinh chế, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) dưới đây khỏi bột polytetrafloetylen có khả năng tạo sợi và có khả năng không nóng chảy khi xử lý thu được bằng phương pháp sản xuất bao gồm bước thực hiện trùng hợp nhũ tương của tetrafloetylen trong môi trường chứa nước với sự có mặt của chất hoạt động bề mặt hydrocacbon anion,

trong đó việc loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) bao gồm bước gia nhiệt bột polytetrafloetylen ở nhiệt độ bằng 200°C hoặc cao hơn:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^{5_4}$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

4. Phương pháp sản xuất thân đúc polytetrafloetylen từ polytetrafloetylen có khả năng tạo sợi và có khả năng không nóng chảy khi xử lý được sản xuất bằng phương pháp sản xuất bao gồm bước thực hiện trùng hợp nhũ tương của tetrafloetylen trong môi trường chứa nước với sự có mặt của chất hoạt động bề mặt hydrocacbon anion, trong đó phương pháp này bao gồm bước:

loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) dưới đây,

trong đó việc loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) bao gồm việc gia nhiệt ở nhiệt độ bằng 200°C hoặc cao hơn:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

5. Phương pháp sản xuất polytetrafloetylen tinh chế, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) dưới đây bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc với polytetrafloetylen có khả năng tạo sợi và có khả năng không nóng chảy khi xử lý ở nhiệt độ trên 100°C mà thu được bằng phương pháp sản xuất bao gồm bước thực hiện trùng hợp nhũ tương của tetrafloetylen trong môi trường chứa nước với sự có mặt của chất hoạt động bề mặt hydrocacbon anion:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

6. Phương pháp sản xuất polytetrafloetylen, trong đó phương pháp này bao gồm bước: loại bỏ hoặc khử hợp chất có công thức (1) dưới đây bằng cách đưa nguồn gốc flo vào tiếp xúc với polytetrafloetylen có khả năng tạo sợi và có khả năng không nóng chảy khi xử lý thu được bằng phương pháp sản xuất bao gồm bước thực hiện trùng hợp nhũ tương của tetrafloetylen trong môi trường chứa nước với sự có

mặt của chất hoạt động bề mặt hydrocacbon anion, trong đó lượng nguồn gốc flo được bổ sung bằng 0,5 phần theo khối lượng hoặc cao hơn trên 100 phần theo khối lượng của polytetrafloetylen tính theo nguyên tử flo:

Công thức (1):  $(H-(CF_2)_m-COO)_pM^1$

trong đó m nằm trong khoảng từ 3 đến 19,  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

7. Hợp phần bao gồm: polytetrafloetylen và hợp chất có công thức (5) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen; và chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/polytetrafloetylen hoặc cao hơn,

trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (3) dưới đây là nhỏ hơn hoặc bằng 1000 ppb so với polytetrafloetylen:

Công thức (3):  $(H-(CF_2)_8-SO_3)_qM^2$

trong đó  $M^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2;

Công thức (5):  $(H-(CF_2)_{13}-COO)_pM^1$

trong đó  $M^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $NR^5_4$  (trong đó các  $R^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $R^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

8. Hợp phần bao gồm: polytetrafloetylen và ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (5) dưới đây và hợp chất có công thức (5') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (5) dưới đây bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (5') dưới đây bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen; và

chất hoạt động bề mặt không ion với lượng bằng 1%/polytetrafloetylen hoặc cao hơn,

trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (3) dưới đây là nhỏ hơn hoặc bằng 1000 ppb so với polytetrafloetylen:

Công thức (3):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_8-\text{SO}_3)_q\text{M}^2$

trong đó  $\text{M}^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $q$  là 1 hoặc 2;

Công thức (5):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{13}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2; và

Công thức (5'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{14}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và  $p$  là 1 hoặc 2.

9. Hợp phần theo điểm 7 hoặc điểm 8, trong đó hợp phần là hệ phân tán trong nước.

10. Hợp phần bao gồm: polytetrafloetylen có khả năng tạo sợi và có khả năng không nóng chảy khi xử lý và hợp chất có công thức (5) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen,

trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (3) dưới đây là nhỏ hơn hoặc bằng 1000 ppb so với polytetrafloetylen:

Công thức (3):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_8-\text{SO}_3)_q\text{M}^2$

trong đó  $\text{M}^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon),

imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2;

Công thức (5):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{13}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

11. Hợp phần bao gồm: polytetrafloetylen có khả năng tạo sợi và có khả năng không nóng chảy khi xử lý và

ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (5) dưới đây và hợp chất có công thức (5') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (5) dưới đây bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (5') dưới đây bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen,

trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (3) dưới đây là nhỏ hơn hoặc bằng 1000 ppb so với polytetrafloetylen:

Công thức (3):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_8-\text{SO}_3)_q\text{M}^2$

trong đó  $\text{M}^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2;

Công thức (5):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{13}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2; và

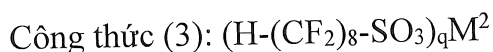
Công thức (5'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{14}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon),

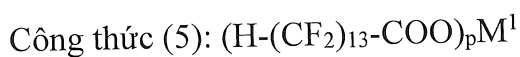
imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

12. Hợp phần bao gồm: polytetrafloetylen có khả năng tạo sợi và có khả năng không nóng chảy khi xử lý và hợp chất có công thức (5) dưới đây với lượng bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen,

trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (3) dưới đây là nhỏ hơn hoặc bằng 1000 ppb so với polytetrafloetylen:



trong đó  $\text{M}^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2;

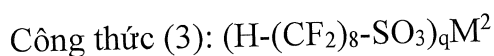


trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

13. Hợp phần bao gồm: polytetrafloetylen có khả năng tạo sợi và có khả năng không nóng chảy khi xử lý và

ít nhất một hợp chất bất kỳ có công thức (5) dưới đây và hợp chất có công thức (5') dưới đây, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (5) dưới đây bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen, và hàm lượng của hợp chất có công thức (5') dưới đây bằng 25 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen,

trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (3) dưới đây là nhỏ hơn hoặc bằng 1000 ppb so với polytetrafloetylen:



trong đó  $\text{M}^2$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon),

imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và q là 1 hoặc 2;

Công thức (5):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{13}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2; và

Công thức (5'):  $(\text{H}-(\text{CF}_2)_{14}-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

14. Hợp phần theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 13, trong đó hợp phần này còn bao gồm hợp chất có công thức (7) dưới đây với lượng bằng 1000 ppb hoặc nhỏ hơn so với polytetrafloetylen:

Công thức (7):  $(\text{F}-(\text{CF}_2)_7-\text{COO})_p\text{M}^1$

trong đó  $\text{M}^1$  là H, nguyên tử kim loại,  $\text{NR}^5_4$  (trong đó các  $\text{R}^5$  có thể giống hoặc khác nhau và mỗi  $\text{R}^5$  là H hoặc nhóm hữu cơ có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon), imidazol tùy ý có phần tử thế, pyridin tùy ý có phần tử thế, hoặc phosphoni tùy ý có phần tử thế, và p là 1 hoặc 2.

15. Hợp phần theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 14, trong đó hàm lượng của hợp chất có công thức (3) là nhỏ hơn hoặc bằng 25 ppb so với polytetrafloetylen.

16. Hợp phần theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 15, trong đó polytetrafloetylen thu được bằng phản ứng trùng hợp sử dụng chất hoạt động bề mặt hydrocacbon anion.

17. Hợp phần theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 16, trong đó hợp phần là bột.

18. Thân đúc chứa hợp phần theo điểm 17.

19. Thân đúc theo điểm 18, trong đó thân đúc là thân được kéo căng.