



(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)



1-0051702

(51)^{2020.01} C07C 319/28; C08L 27/06; C08K 5/36; (13) B
C08K 5/57; C07C 323/12; C08K 5/00

(21) 1-2021-01515

(22) 28/08/2019

(86) PCT/US2019/048612 28/08/2019

(87) WO2020/047129 05/03/2020

(30) 62/723,943 28/08/2018 US; 62/878,040 24/07/2019 US

(45) 25/09/2025 450

(43) 26/07/2021 400A

(73) PMC ORGANOMETALLIX, INC. (US)

Suite 401, 1288 Route 73, Mount Laurel, New Jersey 08054, United States of America

(72) ROSS, Kevin John (CA); NORRIS, Gene Kelly (US); DUNLAP, Jeremy (US).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP SỬ DỤNG ESTE 2-MERCAPTOETANOL TỰ DO THẤP

(21) 1-2021-01515

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sử dụng este 2-mercaptoetanol tự do thấp để điều chế chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc cũng như để tăng cường hiệu suất nhiệt của chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc hoặc chất ổn định alkyl thiếc thioglycolat hoặc alkyl thiếc mercaptit đối với các ứng dụng PVC mà mùi trong quá trình tạo hợp chất, xử lý PVC hoặc của vật phẩm PVC thành phẩm đã ngăn cản việc sử dụng rộng rãi chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc, và đề cập đến chế phẩm của chúng. Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp điều chế chất ổn định PVC.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến este 2-mercaptoetanol tự do thấp và chế phẩm của chúng. Đặc biệt hơn, sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế chất ổn định PVC.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

PVC là polyme không ổn định nhiệt ở nhiệt độ xử lý truyền thống và nhiều hệ thống ổn định đã được phát triển nhằm giải quyết sự không ổn định nhiệt vốn có của nó. Những công nghệ này bao gồm chất ổn định hữu cơ, chất ổn định hỗn hợp kim loại và chất ổn định gốc thiếc. Các chất ổn định gốc thiếc nói chung thuộc hai công nghệ chính: axit thioglycolic (TGA) hoặc este đảo ngược (RE). Chất ổn định gốc TGA hoặc 2-ethylhexyl metacrylat (EHMA) đã được sử dụng thành công từ những năm 1950 trong khi chất ổn định este đảo ngược RE, đã được giới thiệu vào những năm 1970. Phần lớn chất ổn định nhiệt PVC gốc thiếc chứa cả thành phần monoalkyl và dialkyl. Loại chất ổn định này cũng đã được sửa đổi để chứa cầu nối lưu huỳnh có thể cải thiện cả hiệu suất và chi phí so với các chất tương ứng không chứa cầu nối của chúng. (xem bằng sáng chế Mỹ số 3,565,931).

Bằng sáng chế Mỹ số 4,062,881 của Kugele chỉ ra rằng hiệu suất của chất ổn định hợp lực xảy ra khi mercaptan tự do được thêm vào mercaptan thiếc. Những phát triển gần đây hơn từ bằng sáng chế Mỹ số 6,846,861 của Herzig và cộng sự chỉ ra rằng các heptonaot thiếc hữu cơ mercaptoalkyl cung cấp mùi được cải thiện so với các este mercapto truyền thống như 2-mercaptoetyl tallat, 2-mercaptoetyl oleat và những loại khác. Tuy nhiên, cách tiếp cận này bị cản trở vì lý do pháp lý và thương mại và cách tiếp cận này đã không đạt được thành công về mặt thương mại. Việc sử dụng este 2-mercaptoetanol, sau đây được gọi là este 2ME, thường được chấp nhận trong các ứng dụng PVC mà mùi thường không được quan tâm như ống PVC, chất nền vách PVC và chất nền hàng rào PVC. Có những ứng dụng khác như dạng cửa sổ và việc cán láng nơi mà mùi được tạo ra trong quá trình xử lý sau quá trình xử lý như thông qua pha trộn, ép đùn, cán láng, cắt, hàn được cho là không thể chấp nhận được. Các este điển hình gốc 2ME được dùng để sản xuất chất ổn định gốc thiếc có thể chứa tới 3% trọng lượng phần

còn dư hoặc 2ME tự do. Phần 2ME còn dư trong este gốc 2ME có thể là kết quả của 2ME dư được sử dụng để tăng sản lượng este 2ME mong muốn. Ngoài ra, chất ổn định thiếc được sản xuất từ đó cũng có thể chứa tới 2% trọng lượng 2-ME còn dư. Hơn nữa, 2ME bổ sung cũng có thể được thêm vào sau khi được thêm chất ổn định este đảo ngược để cải thiện một số khía cạnh về hiệu suất của chất ổn định este gốc 2ME thành phẩm.

Các Bằng sáng chế Mỹ sau đây được kết hợp trong tài liệu này bằng cách tham chiếu:

Bằng sáng chế Mỹ số 4,062,881 của Kugele; và

Bằng sáng chế Mỹ số 6,846,861 của Herzig và cộng sự.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm ổn định cho polyme chứa halogen. Gần đây, người ta nhận thấy rằng mùi của este 2ME, và các chất ổn định gốc thiếc thu được từ đó, có thể được cải thiện đáng kể bằng cách giảm đáng kể 2-mercaptoetanol còn dư từ este. Tác dụng này có thể đạt được theo một số cách bao gồm các bước nhưng không giới hạn ở: rửa bằng nước, loại bỏ dưới điều kiện nhiệt và chân không, sử dụng thêm nước để hỗ trợ loại bỏ nó dưới điều kiện nhiệt độ và chân không, sàng phân tử hoặc công nghệ tách màng.

Cũng cần lưu ý là thường được công nhận rằng hiệu suất của chất ổn định gốc thiếc đối với các polyme chứa halogen có liên quan trực tiếp đến hàm lượng thiếc của chất ổn định thiếc. Tuy nhiên, chất ổn định được kéo dài este 2ME cung cấp hiệu suất đáng ngạc nhiên vì hiệu suất nhiệt của chúng phù hợp với chất ổn định có hàm lượng thiếc cao hơn, do đó cho thấy tính hiệu quả của hiệu suất nhiệt cao hơn những gì được mong đợi chỉ dựa trên hàm lượng thiếc.

Các este gốc 2ME khi được sử dụng làm chất thúc đẩy cho chất ổn định gốc thiếc mang lại lợi ích về chi phí so với các phương pháp tiếp cận khác, chẳng hạn như dầu đậu nành được epoxit hóa, thường được gọi là ESO. ESO đã được sử dụng trong cả các ứng dụng PVC dẻo và cứng trong nhiều năm như một chất đồng ổn định để tăng hiệu suất của cả hệ thống ổn định gốc Ca/Zn và gốc thiếc. ESO thường được sử dụng do mùi thấp cùng

với chi phí thấp so với chất ổn định gốc thiếc. Sự tiến triển màu sắc như được nêu trong Bảng 1 chỉ ra rằng este 2-mercaptoetanol tự do thấp (LFMEE) mang lại hiệu suất tương tự như ESO nhưng việc sử dụng LFMEE cũng tránh được các vấn đề về độ ổn định bảo quản thường thấy với chất ổn định gốc thiếc ESO.

Bảng 1: CÔNG THỨC HỢP CHẤT PVC

THÀNH PHẦN	PHR	
	1	2
Nhựa PVC (SE-750) hoặc chất tương đương	100,0	100,0
Mẫu 1	2,00	
Mẫu 2		2,00
Canxi stearat	1,2	1,2
Parafin 165	0,8	0,8
Polyetylen được oxy hóa E-14	0,1	0,1
Chất điều chỉnh polyme acrylic K400	6,0	6,0
Chất điều chỉnh polyme acrylic K175	1,0	1,0
Chất độn CaCO ₃ - UFT	5,0	5,0
Sắc tố TiO ₂	1,0	1,0

Điều kiện thử nghiệm: Hợp chất PVC được pha trộn theo thứ tự bổ sung phụ gia tiêu chuẩn và nhiệt độ. Độ bền màu của mỗi hợp chất được đánh giá bằng cách sử dụng thiết bị Brabender chạy ở nhiệt độ 190 độ C/60 vòng/phút với các mẫu được lấy trong khoảng thời gian 2 phút. Màu sắc của mỗi mảnh được đo tương ứng với một ô màu trắng tiêu chuẩn và “Giá trị L” được báo cáo trong Bảng 2 bên dưới.

Bảng 2: Giá trị màu

Thời gian (Phút)	Giá trị màu (Giá trị L)	
	Mẫu 1	Mẫu 2
2	90,75	91,01
4	88,98	90,37
6	88,1	89,58
8	86,41	87,79
10	86,25	88,25
14	85,49	86,07
18	80,03	79,04
22	65,78	66,15

Mẫu 1	85 % trọng lượng ADVASTAB® TM-181FS/15 % trọng lượng LFMEE
Mẫu 2	85 % trọng lượng ADVASTAB® TM-181FS/15 % trọng lượng Dầu đậu nành được oxy hóa

Các mẫu trên được điều chế với nhãn hiệu ADVASTAB® TM-181FS; tuy nhiên, được mong đợi rằng các kết quả tương tự sẽ thu được với một hợp chất chung của chế phẩm tương tự.

Sáng chế cũng đề xuất lợi ích của việc khai thác nguồn axit béo có thể tái tạo để sản xuất este 2-mercaptoethyl. Ngược lại, các chất ổn định gốc TGA hoặc EHMA hoàn toàn dựa trên các chất trung gian có nguồn gốc từ dầu mỏ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Tất cả các thử nghiệm để loại bỏ 2-mercaptoetanol còn lại sử dụng este 2-mercaptoethyl tiêu chuẩn được điều chế trong thiết bị được bán tại PMC Organometallix. Quy trình bao gồm bước cho 2-mercaptoetanol phản ứng với axit béo C16 - C18 sử dụng chất xúc tác axit. Như các phương pháp ví dụ để điều chế, ba phương pháp sau để sản xuất LFMEE sẽ được thảo luận chi tiết:

Tổng hợp este 2-mercaptoethyl tiêu chuẩn:

Trong các thí nghiệm sau đây, este 2-mercaptoethyl được điều chế bằng cách cho đương lượng axit béo phản ứng với 1,18 mol 2-mercaptoetanol với sự có mặt của chất xúc tác axit, đun nóng từ từ đến 80-85 độ C trong chân không. Nước của quá trình este hóa được loại bỏ để thúc đẩy phản ứng. Hỗn hợp phản ứng này sau đó được rửa bằng nước để loại bỏ chất xúc tác axit, tách nước rửa, và sau đó lớp hữu cơ được làm khô trong chân không và làm nóng.

Phương pháp điều chế este 2-ME tiêu chuẩn bất kỳ được chấp nhận khác cũng có thể được sử dụng.

Thử nghiệm A: 300 gam este 2-mercaptoetyl tiêu chuẩn được rửa 10 lần với 100 gam nước. Quá trình rửa trong phễu tách 500 ml và để lắng trong 30 phút. Nước (pha dưới cùng) được rút hết và phần nước tiếp theo được thêm vào. Sau khi rửa xong, pha hữu cơ được làm khô bằng cách áp dụng chân không và làm nóng đến 110°C.

Thử nghiệm B: 100 gam este 2-mercaptoetyl tiêu chuẩn được xử lý 4 x 2,5 gam nước. Este 2-mercaptoetyl tiêu chuẩn được làm nóng đến 70°C sau đó thêm phần nước 2,5 gam. Nước được loại bỏ bằng cách áp dụng chân không và làm nóng đến 70°C. Khi nhiệt độ đã đạt được, phần nước 2,5 gam tiếp theo được thêm vào. Điều này được lặp lại cho cả 4 phần nước.

Thử nghiệm C: 450 gam este 2-mercaptoetyl tiêu chuẩn được xử lý với 112 gam nước, và nước sau đó được loại bỏ trong chân không và được làm nóng đến 85°C.

% 2-mercaptoetanol được loại bỏ được xác định bằng cách xác định % mercapto lưu huỳnh giảm so với este 2-mercaptoetyl tiêu chuẩn ban đầu.

Bảng 3: Loại bỏ 2ME khỏi este 2ME

Thử nghiệm	% Mercapto lưu huỳnh ban đầu	% sắp xỉ của 2-ME	% Mercapto lưu huỳnh cuối cùng	% 2-ME được loại bỏ	% Xấp xỉ 2-ME	% Xấp xỉ loại bỏ 2-ME
A	9,12	2,8	8,18	2,22	0,6	80
B	9,09	2,8	8,02	2,52	0,3	90
C	9,09	2,8	7,94	2,70	0,1	>95

Các thử nghiệm A, B và C cung cấp mức độ loại bỏ 2-ME tự do cao. Các este 2-ME tự do thấp hơn thu được đã được sử dụng trong nghiên cứu tiếp theo để xác định hiệu quả của chúng như là chất đồng ổn định và/hoặc được kết hợp như một loại liên kết trong chất ổn định gốc thiếc nhưng không có mùi khó chịu truyền thống do sử dụng chất ổn định este 2-ME tự do cao hơn.

Các phương pháp được chấp nhận khác để loại bỏ 2-ME khỏi este 2-ME để tạo ra LFMEE mới theo sáng chế cũng có thể được sử dụng.

Mô tả quá trình điều chế chất ổn định

ADVASTAB® TM-181FS được điều chế theo quy trình sau:

1,03 đương lượng (eq) của 2-ethylhexyl thioglycolat, được phản ứng với hỗn hợp nước của monometyl thiếc trichlorua (25% trọng lượng) và dimetyl thiếc diclorua (75% trọng lượng) đại diện cho 1,0 đương lượng clorua sử dụng dung dịch nước natri hydroxit để chuyển hóa clorua thành mercaptit. Hỗn hợp này được để lắng trong 60 phút để tách các pha hữu cơ và pha nước. Lớp hữu cơ dưới cùng đã loại bỏ được làm khô trong điều kiện chân không và làm nóng. Lớp này sau đó được lọc để thu được chất lỏng trong suốt.

Bảng 4: ADVASTAB® TM-181FS * được pha trộn với % LFMEE được chỉ rõ như được chỉ định dưới đây

MẪU #	ADVASTAB® TM-181FS	LFMEE%	PHR	PHR Thiếc
1	100%	0%	2,0	0,38
2	95%	5%	2,0	0,361
3	90%	10%	2,0	0,342
4	85%	15%	2,0	0,323
5	80%	20%	2,0	0,304
6	75%	25%	2,0	0,285

Bảng 5: Các mẫu này được tạo hợp chất thành công thức PVC như được thể hiện

Thành phần	PHR					
	1	2	3	4	5	6
PVC (SE-750) hoặc tương đương	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Mẫu 1	2,00					
Mẫu 2		2,00				
Mẫu 3			2,00			
Mẫu 4				2,00		
Mẫu 5					2,00	
Mẫu 6						2,00
Canxi Stearat	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Chất bôi trơn CS-2054	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Chất bôi trơn E-14	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Chất điều chỉnh Acrylic K400	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
Chất điều chỉnh Acrylic K175	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Chất độn CaCO ₃ - UFT	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Sắc tố TiO ₂	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

Bảng 6: Giá trị màu đối với hỗn hợp TM181FS và LFMEE

Thời gian (Phút)	Giá trị màu (Giá trị L)						
	Mẫu 1	Mẫu 2	Mẫu 3	Mẫu 4	Mẫu 5	Mẫu 6	
2	90,77	92,39	93,91	91,80	93,01	92,79	
4	90,84	92,1	93,07	90,66	92,46	93,05	
6	91,2	91,85	93,33	89,74	91,71	92,43	
8	91,48	92,77	94,04	90,23	92,12	93,4	
10	91,78	93,06	94,3	90,15	93,35	93,64	
14	92,9	91,94	92,7	94,49	93,27	93,02	

* ADVASTAB® TM-181FS được cung cấp bởi PMC Organometallix, Inc. Đây là tiêu chuẩn công nghiệp cho nhiều ứng dụng PVC. Có thể sử dụng các chất ổn định thích hợp khác. Các chế phẩm chất ổn định được ưu tiên có thể bao gồm các chế phẩm tương tự như chế phẩm chung của ADVASTAB® TM-181FS được thể hiện dưới đây:

Loại nhóm alkyl	Loại phối tử	% trọng lượng Mono	% trọng lượng Thiếc
Metyl	2-EHMA	27	19,0

Các hỗn hợp PVC sử dụng các thành phần ổn định trong Bảng 5 đã trải qua thử nghiệm hiệu suất của máy nghiền 2 cuộn và dữ liệu màu tương ứng (giá trị L) được nêu trong Bảng 6. Như đã chỉ ra trong Bảng 6, hỗn hợp chất ổn định thiếc có LFMEE lên đến 25% trọng lượng cung cấp hiệu suất tương tự như chất ổn định đối chứng. Cần lưu ý thêm rằng hiệu suất của, ví dụ, Mẫu 5 và 6 đạt được với hàm lượng thiếc thấp hơn đáng kể.

Quy trình tổng hợp chất ổn định A và B:

Trong quá trình điều chế hỗn hợp PVC đối với các phân tích, người ta đã quan sát thấy mùi của hỗn hợp ADVASTAB® TM-181FS và LFMEE có mùi tương tự như mùi của ADVASTAB® TM-181FS chưa biến tính. Mùi của ADVASTAB® TM-181FS với este 2-mercaptoethyl tiêu chuẩn, tức là este có 2-ME tự do >2% trọng lượng, có mùi khó chịu, nồng hơn đáng kể. Mong đợi rằng các kết quả tương tự sẽ đạt được với một chất ổn định chung có thành phần tương tự.

Công dụng của các LFMEE trong việc tổng hợp chất ổn định cũng đã được nghiên cứu. Hiệu suất của chất ổn định monoethyl thiếc cao gốc LFMEE được so sánh với chất tương tự 2-EHMA của nó, Thermolite 895 có bán trên thị trường. Theo nội dung của nghiên cứu này, monoethyl thiếc cao đề cập đến chất ổn định gốc thiếc có hàm lượng mono lớn hơn 75% với hàm lượng di tương ứng nhỏ hơn 25% và các ví dụ dưới đây dựa trên vật liệu có hàm lượng mono lớn hơn 90%. LFMEE gốc monoethyl thiếc cao được điều chế từ monoethyl clorua cao theo cách thông thường như được trình bày chi tiết trong phần thí nghiệm. Hàm lượng thiếc hướng đến chất ổn định monoethyl thiếc LFMEE cao, có chứa hàm lượng thiếc để cho phép so sánh các chất ổn định trong phạm vi tỷ lệ phần trăm trọng lượng thiếc nhỏ hơn, cho phép so sánh các chất ổn định khác nhau ở hàm lượng thiếc bằng nhau và từ đó có mức nạp tương tự. Cách tiếp cận này làm giảm hoặc loại bỏ ảnh hưởng bất kỳ đến hiệu suất từ các mức nạp khác nhau của chất ổn định nhiệt. Do đó, phiên bản sulfua của LFMEE monoethyl thiếc cao ban đầu đã được sản xuất bằng phương pháp quen thuộc với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực sản xuất chất ổn định thông qua việc sử dụng monoethyl thiếc clorua cao, LFMEE và natri sulfua (xem ví dụ để biết chi tiết). Vật liệu này được mô tả là monoethyl LFMEE sulfua cao và sẽ được

gọi là chất ổn định A. Ban đầu, các chất ổn định này được so sánh trên cơ sở thiếc bằng nhau và được đánh giá trong thử nghiệm độ ổn định của máy nghiền 2 cuộn. Các kết quả được tóm tắt ở bảng 8.

Mô tả quá trình điều chế chất ổn định

THERMOLITE® 895 và chất ổn định A được điều chế theo quy trình sau:

1,02 eq của este chứa mercapto lưu huỳnh (đối với THERMOLITE® 895 thì đây là 2-ethylhexyl thioglycolat, đối với chất ổn định A, đây là sự kết hợp của LFMEE và dinatri sulfua) được phản ứng với hỗn hợp monooctyl thiếc trichlorua (95% trọng lượng) và dioctyl thiếc dichlorua (5% trọng lượng) tương ứng với 1,0 đương lượng clorua sử dụng dung dịch nước natri hydroxit để chuyển hóa clorua thành mercaptit. Hỗn hợp này được để lắng trong 60 phút cho phép tách các pha hữu cơ và pha nước. Lớp nước ở đáy được loại bỏ và pha hữu cơ còn lại được làm khô trong điều kiện chân không và làm nóng. Lớp này sau đó được lọc để thu được chất lỏng trong suốt. Có thể sử dụng các sản phẩm tương đương chung của THERMOLITE® 895. Dự kiến rằng các kết quả tương tự sẽ xuất hiện với đương lượng chung của THERMOLITE® 895.

Những chất ổn định này đã được đánh giá về ảnh hưởng của chúng đối với quá trình xử lý PVC, đặc biệt là tác động của chúng đối với sự tiến triển màu sắc theo chức năng của nhiệt và thời gian. Các chất ổn định này được kết hợp trong công thức PVC được trình bày trong Bảng 7.

Bảng 7: Công thức PVC của chất ổn định

Thành phần	PHR	
	Mẫu 1	Mẫu 2
Nhựa PVC Shintech® SE-750	100,0	100,0
THERMOLITE® 895	1,15	
Chất ổn định A		1,16
Canxi stearat	0,2	0,2
Chất bôi trơn CS-2054	0,7	0,7
Arkema® P-530 (chất điều chỉnh polyme)	1,0	1,0
Arkema® P-770 (chất điều chỉnh polyme)	1,0	1,0

Arkema® C-859 (chất điều chỉnh polyme)	8,0	8,0
Chất độn Omya® UFT CaCO ₃	5,0	5,0
Sắc tố Chemours® 960 TiO ₂	0,5	0,5

Có thể sử dụng các thành phần tương đương chung có tên nhãn hiệu này. Dự kiến rằng các kết quả tương tự sẽ xuất hiện khi sử dụng các đương lượng chung của các thành phần có tên nhãn hiệu.

Bảng 8: Kiểm tra độ ổn định của các chất ổn định

Thời gian (Phút)	Giá trị màu (Giá trị L)	
	Mẫu 1	Mẫu 2
2	90,30	91,94
4	90,63	91,56
6	88,70	92,11
8	88,28	92,95
10	84,03	93,09
12		87,86

MẪU	MÔ TẢ	PHR	% THIẾC	PHR Thiếc
1	THERMOLITE® 895	1,15	13,6	
2	Chất ổn định A	1,16	13,5	

Như được thể hiện bởi các giá trị L trong Bảng 8, có thể thấy rõ rằng chất ổn định A cung cấp màu sắc ban đầu hơn, tiến triển màu tốt hơn và ổn định có thời hạn so với đối chứng, T895, là chất ổn định gốc EHMA truyền thống.

Để hiểu rõ hơn hiệu suất được cải thiện của chất ổn định gốc LFMEE có thể được mở rộng đến các chất ổn định mono thấp hơn hay không, chất ổn định gốc LFMEE đã được điều chế từ nguyên liệu ban đầu 25% mono/75% di để so sánh với sản phẩm thương mại có sẵn là T890F, có tỷ lệ mono/di tương tự. T895 và T890F đều được sử dụng cho nhiều ứng dụng PVC cứng nhưng được sử dụng cụ thể trong các ứng dụng màng mỏng và tấm. Hiệu suất của các vật liệu này được so sánh ở hàm lượng thiếc bằng nhau trên máy nghiền 2 cuộn để đánh giá sự tiến triển màu sắc, độ ổn định có thời hạn và mùi

tương đối và độ dính cuộn và kết quả được tóm tắt trong Bảng 10 và Bảng 11.

Những chất ổn định này đã được đánh giá về ảnh hưởng của chúng đối với quá trình xử lý PVC, đặc biệt là tác động của chúng đối với sự tiến triển màu sắc theo chức năng của nhiệt và thời gian. Các chất ổn định này được kết hợp trong công thức PVC được trình bày trong Bảng 9.

Bảng 9: Chế phẩm chất ổn định

THÀNH PHẦN	PHR	
	Mẫu 1	Mẫu 2
Nhựa PVC Shintech® SE-750	100,0	100,0
THERMOLITE® 890F	1,00	
Chất ổn định B		1,05
Canxi Stearat	0,2	0,2
Chất bôi trơn CS-2054	0,7	0,7
Arkema® P-530 (chất điều chỉnh polyme)	1,0	1,0
Arkema® P-770 (chất điều chỉnh polyme)	1,0	1,0
Arkema® C-859 (chất điều chỉnh polyme)	8,0	8,0
Omya® UFT CaCO ₃	5,0	5,0
Chemours® 960 TiO ₂	0,5	0,5

Có thể sử dụng các thành phần tương đương chung có tên nhãn sản phẩm này. Dự kiến rằng các kết quả tương tự sẽ xuất hiện khi sử dụng các đương lượng chung của các thành phần có tên nhãn sản phẩm này.

Bảng 10. Dữ liệu giá trị L

Thời gian (Phút)	Giá trị màu (Giá trị L)	
	Mẫu 1	Mẫu 2
2	89,03	88,30
4	88,36	88,62
6	86,89	87,04
8	84,45	86,21
10	74,42	83,22

MẪU	MÔ TẢ	PHR	% THIẾC	Phr Thiếc
1	THERMOLITE® 890F	1,0		
2	Chất ổn định B	1,05		

Có thể sử dụng các thành phần tương đương chung của tên nhãn hiệu này. Dự kiến rằng các kết quả tương tự sẽ xuất hiện khi sử dụng các đương lượng chung của các thành phần của nhãn hiệu.

Như có thể thấy trong Bảng 10, hiệu suất của chất ổn định B vượt trội hơn so với Thermolite® 890F về khả năng tiến triển màu sắc, điều này cho thấy rằng hiệu suất được cải thiện của chất ổn định gốc LFMEE có thể được thấy trên nhiều loại mono/di.

Bảng 11: Mùi chủ quan tương đối và độ dính cuộn trong quá trình xử lý

	T890F	T895	Chất ổn định A
Mùi	Mùi khó chịu	Mùi khó chịu	Bớt khó chịu
Độ dính	Cao	Cao	Thấp

Có thể sử dụng các thành phần tương đương chung có tên nhãn hiệu này. Dự kiến rằng các kết quả tương tự sẽ xuất hiện khi sử dụng các đương lượng chung của các thành phần có tên nhãn hiệu này.

Ở các mức nạp tương tự, chất ổn định A cung cấp độ ổn định màu và độ ổn định có thời hạn được cải thiện so với T890F và T895. Ngoài ra, nó còn cải thiện độ dính cuộn và mùi trong quá trình xử lý. Những đặc tính hiệu suất này cực kỳ quan trọng đối với màng được sản xuất theo lịch mà là quy trình đòi hỏi giải phóng nhựa nóng chảy từ các cuộn xử lý nóng để tạo ra tấm hoặc màng. Một diện tích bề mặt lớn và nóng được tạo ra trong quá trình xử lý theo nên việc cải thiện mùi cũng có thể mang lại lợi ích cho môi trường sản xuất.

Các công việc tiếp theo được hướng đến việc khảo sát hiệu quả tương đối của chất ổn định A so với chất đối chứng gốc EHMA của nó, T895. Các mẫu được điều chế để nghiên cứu với máy nghiền 2 cuộn trong thử nghiệm độ ổn định, sử dụng chế phẩm PVC được mô tả được sử dụng để tạo ra dữ liệu trong Bảng 8 nêu trên. Kết quả chỉ ra được tóm tắt trong Bảng 12.

Bảng 12: Giá trị màu (giá trị L) T895 và Chất ổn định A khi giảm nạp

Thời gian (Phút)	Giá trị màu (Giá trị L)			
	Mẫu 1	Mẫu 2	Mẫu 3	Mẫu 4
2	90,07	89,72	91,87	89,69
4	91,21	89,26	92,03	89,18
6	90,54	88,67	92,35	89,41
8	90,48	90,60	92,93	90,55
10	83,53	90,40	91,73	90,09
12		86,12		

Bảng 13: Mô tả mẫu

MẪU	MÔ TẢ	PHR
1	THERMOLITE® 895	1,15
2	CHẤT ỔN ĐỊNH A	1,16
3	CHẤT ỔN ĐỊNH A	1,08
4	CHẤT ỔN ĐỊNH A	1,00

Có thể sử dụng các thành phần tương đương chung có tên nhãn hiệu này. Dự kiến rằng các kết quả tương tự sẽ xuất hiện khi sử dụng các đương lượng chung của các thành phần có tên nhãn hiệu.

Bảng 12 chỉ ra rằng ở mức nạp thấp hơn của chất ổn định A cung cấp sự tiến triển màu tốt hơn mà T895 với độ ổn định có thời hạn tương tự. Tất cả những điều kiện khác đều bằng nhau, có thể kết luận rằng chất ổn định A sẽ cung cấp dung dịch chất ổn định hiệu quả về chi phí hơn so với chất tương tự gốc EHMA của nó cùng với quá trình xử lý được cải thiện.

Mùi khó chịu của 2-mercaptoetanol cũng có thể được giải quyết bằng cách cho nó phản ứng như một phối tử với chất trung gian alkyl thiếc halogenua. Việc chuyển hóa 2-mercaptoetanol này thành phối tử mercaptoetanol liên kết với thiếc sẽ làm giảm độ bay hơi và cải thiện đặc điểm về mùi. Tuy nhiên, con đường tiềm năng này phải chịu sự kiểm soát chính xác của phép tính hệ số tỷ lệ, nếu không được kiểm soát, có thể dẫn đến

các sản phẩm phụ không mong muốn.

Một phương tiện thay thế khác để phản ứng không chỉ với 2-mercaptoetanol dư mà còn với nhóm mercaptan hoạt động bất kỳ khác là sử dụng thêm alkyl thiếc oxit có khả năng loại bỏ mercaptan thông qua phản ứng với mercaptan để tạo thành alkyl thiếc mercaptit. Ví dụ về alkyl thiếc oxit bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dioctyl thiếc oxit, dibutyl thiếc oxit, axit thiếc (IV) butyl và axit thiếc (IV) octyl.

Trong sáng chế này, este 2-mercaptoetanol tự do thấp (LFMEE) thu được thông qua việc loại bỏ 2-mercaptoetyletanol khỏi este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn, trong đó LFMEE thu được có 2-mercaptoetanol còn dư dưới 1,0% trọng lượng.

Theo một số phương án nhất định, LFMEE tạo thành có thể có 2-mercaptoetanol còn dư dưới 0,7% trọng lượng.

Theo một số phương án nhất định, LFMEE tạo thành có 2-mercaptoetanol còn dư dưới 0,5% trọng lượng.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sử dụng LFMEE nêu trên để tăng cường hiệu suất nhiệt của chất ổn định este alkyl thiếc thioglycolat.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sử dụng LFMEE nêu trên để tăng cường hiệu suất nhiệt của chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sử dụng LFMEE nêu trên để tăng cường hiệu suất nhiệt của chất ổn định alkyl thiếc mercaptit.

Theo một số phương án, mercaptit có thể là dodexylmercaptan hoặc cacboxylat.

Theo một số phương án, mercaptit có thể là maleat.

Theo một số phương án nhất định của sáng chế, chất ổn định còn bao gồm cầu nối sulfua cho các nhóm alkyl có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon.

Theo một số phương án nhất định của sáng chế, thành phần mono và di của nhóm alkyl thiếc có tỷ lệ nằm trong khoảng từ 100% di đến 100% mono và tất cả các kết hợp nằm trong khoảng đó.

Theo một số phương án của sáng chế, lượng LFMEE có thể nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 75% trọng lượng.

Theo một số phương án nhất định của sáng chế, lượng LFMEE có thể nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 40% trọng lượng.

Theo một số phương án nhất định của sáng chế, chất ổn định thu được còn bao gồm chất tăng cường gốc Ca/Zn, chất ổn định gốc hữu cơ và/hoặc chất tăng hiệu suất truyền thống khác như BHT, polyol, muối kim loại hoặc chất đồng ổn định khác.

Sáng chế có thể đề cập đến chế phẩm bao gồm:

(a) chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc; và

(b) LFMEE theo điểm từ 1 đến 3;

trong đó tỷ lệ của chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc:LFMEE nằm trong khoảng từ 95 % trọng lượng:5 % trọng lượng đến 25 % trọng lượng:75% trọng lượng.

Theo sáng chế, chế phẩm có thể bao gồm tỷ lệ chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc: LFMEE nằm trong khoảng từ 85 % trọng lượng:15 % trọng lượng đến 60 % trọng lượng:40% trọng lượng.

Sáng chế có thể đề cập đến phương pháp sử dụng LFMEE thu được thông qua việc loại bỏ 2-mercaptoetyletanol khỏi este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn, trong đó LFMEE thu được có 2-mercaptoetanol còn dư dưới 1,0% trọng lượng, dưới dạng phối tử với 2-EHMA, cacboxylat, lauryl mercaptan, 2-mercaptotanol, axit thioglycolic, alkoxit hoặc sulfua.

Sáng chế có thể đề cập đến phương pháp trong đó LFMEE nêu trên được sử dụng cùng với các phối tử khác ở dạng kết hợp với 2-EHMA, cacboxylat, lauryl mercaptan, 2-mercaptotanol, axit thioglycolic, alkoxit hoặc sulfua.

Sáng chế có thể đề cập đến phương pháp điều chế chất ổn định PVC, phương pháp này bao gồm:

(a) cho 1,02 đương lượng của LFMEE thu được thông qua việc loại bỏ 2-

mercaptoetyletanol khỏi este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn, trong đó LFMEE thu được có 2-mercaptoetanol còn dư dưới 1,0% trọng lượng và dinatri sulfua, phản ứng với hỗn hợp gồm monoctyl thiếc triclorea (95% trọng lượng) và dioctyl thiếc diclorua (5% trọng lượng) tương ứng với 1,0 đương lượng clorua sử dụng dung dịch chứa nước natri hydroxit;

(b) để lắng hỗn hợp;

(c) loại bỏ lớp nước dưới cùng;

(d) làm khô pha hữu cơ còn lại; và

(e) lọc pha hữu cơ đã làm khô.

Sáng chế có thể đề cập đến phương pháp đã đề cập trên, trong đó bước làm khô (d) được thực hiện trong chân không.

Sáng chế có thể đề cập đến phương pháp đã đề cập trên, trong đó bước làm khô (d) được thực hiện dưới điều kiện làm nóng.

Sáng chế có thể đề cập đến phương pháp đã đề cập trên, trong đó bước làm khô (d) được thực hiện trong điều kiện chân không và điều kiện làm nóng.

Sáng chế có thể đề cập đến phương pháp đã đề cập trên, trong đó bước (e) được thực hiện cho đến khi tạo ra chất lỏng trong suốt.

Danh sách các từ viết tắt

2ME	2-mercaptoetanol
EHMA	2-ethylhexyl metacrylat
ESO	Dầu đậu nành được epoxit hóa
LFMEE	este 2-mercaptoetanol tự do thấp
PHR	phần trăm nhựa
PVC	polyvinyl clorua

RE	este đảo ngược
RPM	vòng/phút
TGA	axit thioglycolic

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sử dụng este 2-mercaptoetanol tự do thấp (LFMEE) mà thu được thông qua việc loại bỏ 2-mercaptoetyletanol khỏi este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn, trong đó LFMEE thu được có 2-mercaptoetanol còn dư dưới 1,0% trọng lượng để tăng cường hiệu suất nhiệt của chất ổn định este alkyl thiếc thioglycolat, trong đó este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn được tạo thành bởi phản ứng của 2-mercaptoetanol với axit béo C16-C18, phương pháp này bao gồm các bước sau đây:

pha trộn LFMEE với chất ổn định este alkyl thiếc thioglycolat,

trong đó LFMEE và chất ổn định được kết hợp theo tỉ lệ nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng LFMEE:95% trọng lượng chất ổn định đến 25% trọng lượng LFMEE:75% trọng lượng chất ổn định.

2. Phương pháp sử dụng este 2-mercaptoetanol tự do thấp (LFMEE) mà thu được thông qua việc loại bỏ 2-mercaptoetyletanol khỏi este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn, trong đó LFMEE thu được có 2-mercaptoetanol còn dư dưới 1,0% trọng lượng để tăng cường hiệu suất nhiệt của chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc, trong đó este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn được tạo thành bởi phản ứng của 2-mercaptoetanol với axit béo C16-C18, phương pháp này bao gồm các bước sau đây:

pha trộn LFMEE với chất ổn định este đảo ngược alkyl thiếc,

trong đó LFMEE và chất ổn định được kết hợp theo tỉ lệ nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng LFMEE:95% trọng lượng chất ổn định đến 25% trọng lượng LFMEE:75% trọng lượng chất ổn định.

3. Phương pháp sử dụng este 2-mercaptoetanol tự do thấp (LFMEE) mà thu được thông qua việc loại bỏ 2-mercaptoetyletanol khỏi este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn, trong đó LFMEE thu được có 2-mercaptoetanol còn dư dưới 1,0% trọng lượng để tăng cường hiệu suất nhiệt của chất ổn định alkyl thiếc mercaptit và cacboxylat, trong đó este 2-mercaptoetanol tiêu chuẩn được tạo thành bởi phản ứng của 2-mercaptoetanol với axit béo C16-C18, phương pháp này bao gồm các bước sau đây:

kết hợp LFMEE với chất ổn định alkyl thiếc mercaptit và cacboxylat,

trong đó LFMEE và chất ổn định được kết hợp theo tỉ lệ nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng LFMEE:95% trọng lượng chất ổn định đến 25% trọng lượng LFMEE:75% trọng lượng chất ổn định.

4. Phương pháp theo điểm 3 trong đó mercaptit được chọn từ nhóm gồm dodexylmercaptan hoặc cacboxylat.

5. Phương pháp theo điểm 3 trong đó cacboxylat là maleat.

6. Phương pháp theo điểm 3 trong đó chất ổn định còn bao gồm cầu nối sulfua cho các nhóm alkyl có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon.

7. Phương pháp theo điểm 3 trong đó chất ổn định alkyl thiếc bao gồm nhóm alkyl thiếc, và nhóm alkyl thiếc có thể bao gồm thành phần monoctyl thiếc và dioctyl thiếc, trong đó thành phần monoctyl thiếc và dioctyl thiếc của nhóm alkyl thiếc nằm trong khoảng từ 0% trọng lượng đến 100% trọng lượng dioctyl thiếc và 0% trọng lượng đến 100% trọng lượng monoctyl thiếc và tất cả các kết hợp nằm trong khoảng đó.

8. Phương pháp theo điểm 1 trong đó chế phẩm chất ổn định thu được còn bao gồm chất tăng cường, chất tăng cường được chọn từ nhóm gồm: chất tăng cường gốc Ca/Zn, chất ổn định gốc hữu cơ, BHT, polyol, muối kim loại hoặc chất đồng ổn định khác.

9. Phương pháp theo điểm 1 trong đó LFMEE và chất ổn định được kết hợp theo tỉ lệ nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng LFMEE:90% trọng lượng chất ổn định đến 15% trọng lượng LFMEE:85% trọng lượng chất ổn định.

10. Phương pháp theo điểm 3 trong đó LFMEE và chất ổn định được kết hợp theo tỉ lệ nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng LFMEE:90% trọng lượng chất ổn định đến 15% trọng lượng LFMEE:85% trọng lượng chất ổn định.