



(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) 
1-0022842

(51)⁷ **C08J 3/09, 11/28, C11D 7/22**

(13) **B**

(21)	1-2012-00941	(22)	06.10.2010		
(86)	PCT/US2010/051643	06.10.2010	(87)	WO2011/044245	14.04.2011
(30)	61/249,859	08.10.2009	US		
(45)	27.01.2020	382	(43)	27.08.2012	293
(73)	ALBEMARLE CORPORATION (US) 451 Florida Street, Baton Rouge, LA 70801-1765, United States of America				
(72)	MIWA, Hisashi (JP)				
(74)	Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)				

(54) **HỆ DUNG MÔI VÀ QUY TRÌNH LÀM SẠCH BỘT POLYURETAN RA KHỎI VẬT NỀN**

(57) Sáng chế đề cập đến hệ dung môi được sử dụng để làm sạch bột xốp ở vôi, hệ dung môi này được tạo ra bằng cách kết hợp ít nhất hợp chất đã được brom hóa, rượu và chất làm ổn định với lượng sao cho hệ dung môi này không có điểm cháy. Sáng chế cũng đề cập đến quy trình làm sạch bột polyuretan ra khỏi vật nền bằng cách sử dụng hệ dung môi này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hệ dung môi được sử dụng để làm sạch bọt xốp ở vòi. Ngoài ra, sáng chế còn cập đến quy trình làm sạch bọt polyuretan ra khỏi bề mặt và/hoặc vật nền.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Quy trình công nghiệp để sản xuất bọt xốp polyuretan, đặc biệt là bọt xốp polyuretan cứng, bao gồm bước phun các polyol và các isoxyanat đa chức cùng với các chất hóa rắn và các chất tạo bọt bằng cách sử dụng vòi phun kép. Vòi này và phần bên trong của ống vòi được làm sạch ngay lập tức sau mỗi lần vận hành để ngăn không cho polyuretan liên kết ngang bị tắc lại trên vòi và bề mặt ống. Các dung môi clo hóa hoặc các dung môi hydrocacbon thường được sử dụng trong quá trình làm sạch này. Tuy nhiên, trong quá trình sử dụng các dung môi này, các dung dịch gel được tạo ra do các phản ứng tạo liên kết ngang giữa các polyol và các isoxyanat đa chức trong dung dịch. Các dung dịch gel này không thể được quay vòng để sử dụng lại.

Các rượu, đặc biệt là các rượu bậc nhất, đã được biết là hữu dụng để ngăn ngừa sự hình thành gel trong các dung môi này. Trong các ứng dụng của bọt xốp polyuretan cứng, nhóm (-OH) của rượu dễ phản ứng với dư lượng isoxyanat (-NCO) và, do đó, ngăn không cho phản ứng tạo liên kết ngang xảy ra. Tuy nhiên, hầu hết các chế phẩm chứa rượu đều có điểm cháy (nhiệt độ cháy) thấp và do đó không được ưa dùng trong điều kiện nhà xưởng.

Trên thị trường hiện sẵn có các dung môi làm sạch đã được phân loại là không-DG (không có điểm cháy) có thể loại bỏ bọt xốp polyuretan cứng trên các vòi phun mà không tạo ra gel trong dung dịch. Metylen clorua thường được sử dụng trong các dung môi này, nhưng dung môi đã sử dụng phải được loại bỏ.

Do đó, có nhu cầu về các hệ dung môi thích hợp để loại bỏ bọt xốp polyuretan cứng ra khỏi thiết bị xử lý, mà các hệ dung môi đó cần có khả năng hòa tan tốt và tạo ra các phụ phẩm không là gel, là thích hợp để quay vòng/sử dụng lại, và về mặt khác là thích hợp để sử dụng trong công nghiệp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đáp ứng nhu cầu nêu trên bằng cách đề xuất các hệ dung môi được tạo ra, hoặc đã được tạo ra, bằng cách kết hợp ít nhất: (a) hợp chất đã được brom hóa với lượng nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng, (b) rượu, gồm rượu bậc nhất hoặc rượu bậc hai, với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 80% trọng lượng, và (c) chất làm ổn định với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 6,0% trọng lượng, trong đó lượng hợp chất đã được brom hóa, rượu, và chất làm ổn định được lựa chọn sao cho hệ dung môi này không có điểm cháy. Sáng chế còn đề xuất các quy trình loại bỏ bột xốp polyuretan cứng ra khỏi các bề mặt và/hoặc các vật nền, trong đó các quy trình này bao gồm các bước: (i) cho bột xốp polyuretan tiếp xúc với hệ dung môi được tạo ra, hoặc đã được tạo ra, bằng cách kết hợp: (a) hợp chất đã được brom hóa với lượng nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng, (b) rượu, gồm rượu bậc nhất hoặc rượu bậc hai, với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 80% trọng lượng, và (c) chất làm ổn định với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 6,0% trọng lượng, trong đó lượng hợp chất đã được brom hóa, rượu, và chất làm ổn định được lựa chọn sao cho hệ dung môi này không có điểm cháy; và (ii) bằng cách đó tạo ra dung môi đã sử dụng, trong đó hầu như không tạo ra gel trong dung môi đã sử dụng. Trong các quy trình theo sáng chế, dung môi đã sử dụng có thể bay hơi khỏi bề mặt hoặc vật nền.

Các tác giả sáng chế phát hiện một bất ngờ rằng các hệ dung môi theo sáng chế được tạo ra bằng cách kết hợp ít nhất hợp chất đã được brom hóa, chất làm ổn định, và rượu với lượng đến 80% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của hệ dung môi này, không chỉ có độ hòa tan cao đối với polyuretan và không tạo ra gel trong dung dịch, mà còn không có điểm cháy.

Mô tả chi tiết sáng chế

Hợp chất đã được brom hóa

Các hợp chất đã được brom hóa thích hợp để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các hydrocacbon đã được brom hóa có từ 2 đến 14 nguyên tử cacbon, hoặc từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, hoặc từ 3 đến 8 nguyên tử cacbon. Các ví dụ không giới hạn phạm vi sáng chế về các hydrocacbon đã được brom

hóa thích hợp để sử dụng trong các hệ dung môi theo sáng chế bao gồm 1,2-đibromoetan, 1,2-đibromoetylen, n-propyl bromua (còn được gọi là 1-bromopropan), 1,2-đibromopropan, 1,3-đibromopropan, 1,2-đibromobutan, 1,3-đibromobutan, 1,2-đibromohexan, 1,6-đibromohexan, 1-bromododecan, và 1-bromotetradecan. Hợp chất đã được brom hóa có thể bao gồm 2 hoặc nhiều hợp chất đã được brom hóa thích hợp như vậy. Trong bản mô tả này, tất cả các khoảng trị số đều bao gồm cả khoảng bất kỳ nằm trong đó.

Khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng, hoặc khoảng từ 20 đến 89,05% trọng lượng, hợp chất đã được brom hóa có thể được sử dụng để tạo ra các hệ dung môi theo sáng chế, tính theo tổng trọng lượng của hệ dung môi này. Nếu n-propyl bromua được sử dụng để tạo ra các hệ dung môi theo sáng chế, thì n-propyl bromua được sử dụng có thể có độ tinh khiết ít nhất là 98%. N-propyl bromua đặc biệt thích hợp là n-propyl bromua từ 99% trọng lượng trở lên. N-propyl bromua có thể do Albemarle Corporation, Baton Rouge, Louisiana, cung cấp trên thị trường.

Rượu

Các rượu thích hợp để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các rượu bậc nhất như metanol, etanol, 1-propanol, 1-butanol, isobutanol, 1-pentanol, 1-hexanol, và các rượu bậc hai như 2-butanol, 2-propanol, 2-hexanol, và rượu isopropylic. Rượu có thể bao gồm 2 hoặc nhiều rượu thích hợp như vậy.

Khoảng từ 10% trọng lượng đến 80% trọng lượng, hoặc khoảng từ 10% trọng lượng đến 79,05% trọng lượng, rượu gồm rượu bậc nhất hoặc rượu bậc hai có thể được sử dụng để tạo ra các hệ dung môi theo sáng chế, tính theo tổng trọng lượng của hệ dung môi này. Ví dụ, rượu có thể chứa 15% trọng lượng hoặc 20% trọng lượng hoặc 25% trọng lượng hoặc 30% trọng lượng 1-propanol.

Chất làm ổn định

Các chất làm ổn định thích hợp để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các epoxit và các nitroalkan. Đối với một số ứng dụng nhất định, mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này cần phải biết, chất làm ổn định có thể chứa các ete.

Các ví dụ không giới hạn phạm vi sáng chế về các epoxit thích hợp bao gồm 1,2-epoxybutan, epiclohydrin, propylen oxit, butylen oxit, xyclohexen oxit, glyxiđyl metyl ete, glyxiđyl metacrylat, penten oxit, xyclopenten oxit và xyclohexen oxit. Chúng có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc ở dạng hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều epoxit trong số này.

Các ví dụ không giới hạn phạm vi sáng chế về các nitroalkan có thể được sử dụng theo sáng chế bao gồm nitrometan, nitroetan, 1-nitropropan, 2-nitropropan và nitrobenzen. Chúng có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc ở dạng hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều nitroalkan.

Các ví dụ không giới hạn phạm vi sáng chế về các ete thích hợp bao gồm 1,2-dimetoxyetan, 1,4-dioxan, 1,3-dioxolan, dietyl ete, diisopropyl ete, đibutyl ete, trioxan, alkyl xenlosolve, trong đó nhóm alkyl có 1 đến 10 nguyên tử cacbon như metyl xenlosolve, etyl xenlosolve và isopropyl xenlosolve, dimetyl axetal, butyrolacton, metyl t-butyl ete, tetrahydrofuran và N-metylpiprol. Chúng có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc ở dạng hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều ete.

Khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 6,0% trọng lượng chất làm ổn định có thể được sử dụng để tạo ra các hệ dung môi theo sáng chế, tính theo tổng trọng lượng của hệ dung môi này. Trong chế phẩm theo sáng chế, chất làm ổn định có thể gồm epoxit với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 3,0% trọng lượng và/hoặc nitroalkan với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 3,0% trọng lượng. Ví dụ, chất làm ổn định có thể chứa 0,1% trọng lượng hoặc 0,25% trọng lượng hoặc 0,5% trọng lượng hoặc 0,75% trọng lượng hoặc 1% trọng lượng hoặc 2% trọng lượng 1,2-epoxybutan và/hoặc 0,1% trọng lượng hoặc 0,25% trọng lượng hoặc 0,5% trọng lượng hoặc 0,75% trọng lượng hoặc 1% trọng lượng hoặc 2% trọng lượng nitroetan và/hoặc nitrometan.

Sáng chế là đặc biệt có ưu điểm vì nó đề xuất các dung môi làm sạch có thể loại bỏ thậm chí cả bột xốp polyuretan cứng ra khỏi các vòi phun mà không tạo ra gel trong dung dịch và có khả năng hòa tan tốt, và không có điểm cháy như xác định được theo phương pháp thử nghiệm chuẩn về điểm cháy bằng máy thử dạng chén đáy kín ghi dấu (Tag Closed Cup Tester - TCC) (ASTM D56-05; JIS K 2265-1), cho dù có rượu.

Ví dụ, sáng chế đề xuất các hệ dung môi đã được phân loại là không-DG (không có điểm cháy) chứa n-propyl bromua và 1-propanol hoặc 2-butanol. Các hệ dung môi này là hữu dụng trong việc hòa tan bột xốp polyuretan còn lại trên thiết bị như vòi phun, ống phun và bình phun, và còn là hữu dụng trong các thao tác làm sạch như làm sạch nguội và tẩy nhờn bằng hơi.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau minh họa các dấu hiệu của sáng chế. Cần phải hiểu rằng sáng chế không bị giới hạn ở phương án cụ thể bất kỳ nào được minh họa trong bản mô tả này, cho dù trong phần các ví dụ hoặc phần còn lại của bản mô tả này.

Ví dụ 1

Một vài hệ dung môi theo sáng chế được thử nghiệm. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1. Kết quả thử nghiệm điểm cháy theo TCC

Hàm lượng 1-propanol (% trọng lượng) trong n-propyl bromua đã được làm ổn định	Điểm cháy, độ C
30	Không phát hiện được hiện tượng bắt cháy
40	Không phát hiện được hiện tượng bắt cháy
50	Không phát hiện được hiện tượng bắt cháy
80	Không phát hiện được hiện tượng bắt cháy

Tất cả các mẫu được thử nghiệm từ 0°C đến 70°C (điểm sôi)

Từ các kết quả nêu trong Bảng 1, có thể thấy rằng các hệ dung môi theo sáng chế có hàm lượng 1-propanol đến 80% trọng lượng trong hỗn hợp n-propyl bromua đã được làm ổn định không có điểm cháy.

Ví dụ 2 – Hòa tan polyuretan cứng

Các thử nghiệm hòa tan được thực hiện trong các điều kiện đã quy định. Sự hình thành gel cũng được theo dõi trong từng dung dịch sau 30 ngày. Dữ liệu được thể hiện trong Bảng 2.

Các hệ dung môi:

Nhóm A: n-propyl bromua đã được làm ổn định (80% trọng lượng) và 1-propanol (20% trọng lượng)

Nhóm B: n-propyl bromua đã được làm ổn định (70% trọng lượng) và 1-propanol (30% trọng lượng)

Nhóm C: n-propyl bromua đã được làm ổn định (60% trọng lượng) và 1-propanol (40% trọng lượng)

Hàm lượng cơ chất (polyuretan được tạo ra bằng cách phun các monome đã biết):

Nhóm A₁, B₁, C₁ : 10% trọng lượng

Nhóm A₂, B₂, C₂ : 20% trọng lượng

Nhóm A₃, B₃, C₃ : 30% trọng lượng

Bảng 2

Thí nghiệm số	A ₁	A ₂	A ₃	B ₁	B ₂	B ₃	C ₁	C ₂	C ₃
Tình trạng	H	H	H	H	H	H	H	H	H
hàm lượng 1-propanol sau 30 ngày (% trọng lượng)	8,3	7,5	6,2	11,4	11,9	10,5	14,7	12,9	12,1
Tạo ra gel sau 30 ngày	X	X	X	X	X	X	X	X	X

H: hệ đồng nhất

Cần phải hiểu rằng các chất phản ứng và các thành phần được viện dẫn đến theo tên hóa học hoặc công thức hóa học trong bản mô tả này hoặc các điểm yêu cầu bảo hộ dưới đây, dù được viện dẫn đến ở dạng số ít hay số nhiều, đều được xác định như

chúng tồn tại trước khi được kết hợp với hoặc tiếp xúc với chất khác được viện dẫn đến theo tên hóa học hoặc loại hóa chất (ví dụ, chất phản ứng khác, dung môi khác, hoặc v.v.). Điều quan trọng không phải là thay đổi, biến đổi và/hoặc phản ứng hóa học nào, nếu có, xảy ra trong hỗn hợp hoặc dung dịch hoặc môi trường phản ứng tạo thành vì các thay đổi, các biến đổi và/hoặc các phản ứng đó là kết quả tự nhiên của việc tập hợp các chất phản ứng và/hoặc các hợp phần cụ thể với nhau trong các điều kiện được yêu cầu theo bản tả này. Do đó, các chất phản ứng và các hợp phần này được xác định là các thành phần cần được tập hợp với nhau để thực hiện phản ứng hóa học mong muốn hoặc tạo ra hỗn hợp để sử dụng trong việc thực hiện phản ứng mong muốn. Vì vậy, mặc dù các điểm yêu cầu bảo hộ dưới đây có thể đề cập đến các chất, các hợp phần và/hoặc các thành phần ở thời hiện tại ("chứa", "là", v.v.), việc đề cập này áp dụng đối với chất, hợp phần hoặc thành phần tồn tại vào thời điểm ngay trước khi nó được tiếp xúc, kết hợp, trộn lẫn hoặc tạo hỗn hợp cùng với một hoặc nhiều chất, hợp phần và/hoặc thành phần khác theo bản mô tả này. Chuyển hóa bất kỳ nào, nếu có, xảy ra in situ như một phản ứng được thực hiện, mới là điều được dự định bao hàm bởi các điểm yêu cầu bảo hộ. Do đó, việc một chất, hợp phần hoặc thành phần có thể mất đi tên gọi ban đầu của nó thông qua phản ứng hóa học hoặc chuyển hóa hóa học trong quá trình cho tiếp xúc, kết hợp, trộn lẫn hoặc tạo hỗn hợp, nếu được thực hiện theo bản mô tả này và theo cách hiểu thông thường của chuyên gia hóa học, là điều hoàn toàn không quan trọng đối với việc hiểu và đánh giá chính xác nghĩa thực và chất thực theo bản mô tả này và các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Mặc dù sáng chế đã được bộc lộ trong các điều kiện theo một hoặc nhiều phương án được ưu tiên, cần phải hiểu rằng các biến đổi khác có thể được thực hiện mà không trệt khỏi phạm vi của sáng chế, được xác định bởi các điểm yêu cầu bảo hộ dưới đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hệ dung môi, được tạo ra bằng cách kết hợp các thành phần được cấu thành từ: (a) hợp chất đã được brom hóa với lượng nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 89,05% trọng lượng, (b) rượu được cấu thành từ rượu bậc nhất và/hoặc rượu bậc hai, với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 79,05% trọng lượng, và (c) chất làm ổn định được cấu thành từ epoxit, nitroalkan và/hoặc ete, với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 6,0% trọng lượng, trong đó lượng hợp chất đã được brom hóa, rượu, và chất làm ổn định được lựa chọn sao cho hệ dung môi này không có điểm cháy.
2. Hệ dung môi theo điểm 1, trong đó hợp chất đã được brom hóa là n-propyl bromua.
3. Hệ dung môi theo điểm 2, trong đó rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, 1-butanol, 1-pentanol, 2-propanol và/hoặc 2-butanol.
4. Hệ dung môi theo điểm 1, trong đó nitroalkan là nitrometan và/hoặc nitroetan, và epoxit là 1,2-epoxybutan.
5. Hệ dung môi, được tạo ra bằng cách kết hợp các thành phần được cấu thành từ: (a) n-propyl bromua với lượng nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 89,05% trọng lượng, (b) 1-propanol và/hoặc 2-butanol, với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 79,05% trọng lượng, và (c) chất làm ổn định được cấu thành từ (i) 1,2-epoxybutan và (ii) nitrometan và/hoặc nitroetan, với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 6,0% trọng lượng, trong đó hệ dung môi này không có điểm cháy.
6. Quy trình làm sạch bột polyuretan ra khỏi vật nền bao gồm các bước:
 - (i) cho bột xốp polyuretan tiếp xúc với hệ dung môi được tạo ra bằng cách kết hợp các thành phần được cấu thành từ: (a) hợp chất đã được brom hóa với lượng nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 89,05% trọng lượng, (b) rượu, được cấu thành từ rượu bậc nhất và/hoặc rượu bậc hai, với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 79,05% trọng lượng, và (c) chất làm ổn định được cấu thành từ epoxit, nitroalkan và/hoặc ete, với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 6,0%

trọng lượng, trong đó lượng hợp chất đã được brom hóa, rượu, và chất làm ổn định được lựa chọn sao cho hệ dung môi này không có điểm cháy; và

(ii) bằng cách đó tạo ra dung môi đã sử dụng, trong đó hầu như không tạo ra gel trong dung môi đã sử dụng này.

7. Quy trình làm sạch bột polyuretan ra khỏi vật nền theo điểm 6, trong đó hợp chất đã được brom hóa là n-propyl bromua.

8. Quy trình làm sạch bột polyuretan ra khỏi vật nền theo điểm 6, trong đó rượu bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, 1-butanol, 1-pentanol, 2-propanol và/hoặc 2-butanol.

9. Quy trình làm sạch bột polyuretan ra khỏi vật nền theo điểm 6, trong đó nitroalkan là nitrometan và/hoặc nitroetan, và epoxit là 1,2-epoxybutan.

10. Quy trình làm sạch bột polyuretan ra khỏi vật nền theo điểm 6, trong đó vật nền là vôi hoặc ống được sử dụng trong quy trình tạo bột xốp polyuretan.

11. Quy trình làm sạch bột polyuretan ra khỏi vật nền bao gồm các bước:

(i) cho bột xốp polyuretan tiếp xúc với hệ dung môi được tạo ra bằng cách kết hợp các thành phần được cấu thành từ: (a) n-propyl bromua với lượng nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 89,05% trọng lượng, (b) rượu, được cấu thành từ 1-propanol và/hoặc 2-butanol, với lượng nằm trong khoảng từ 10% trọng lượng đến 79,05% trọng lượng, và (c) chất làm ổn định được cấu thành từ (i) 1,2-epoxybutan và (ii) nitrometan và/hoặc nitroetan, với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% trọng lượng đến 6,0% trọng lượng, trong đó hệ dung môi này không có điểm cháy; và

(ii) bằng cách đó tạo ra dung môi đã sử dụng, trong đó hầu như không tạo ra gel trong dung môi đã sử dụng này.