



(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)



1-0023414

(51)⁷ C07D 273/04; C07B 61/00

(13) B

(21) 1-2015-01415

(22) 01/11/2013

(86) PCT/JP2013/079692 01/11/2013

(87) WO2014/069620 08/05/2014

(30) 2012-242898 02/11/2012 JP; 2012-242897 02/11/2012 JP

(45) 27/04/2020 385

(43) 27/07/2015 328A

(73) KAO CORPORATION (JP)

14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8210, Japan

(72) NAGASAWA Koji (JP); KAWAKAMI Hiroyuki (JP); AKINO Yusuke (JP)

(74) Công ty Cổ phần Hỗ trợ phát triển công nghệ Detech (DETECH)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM DẠNG LÔNG CHỨA HỢP CHẤT
TETRAHYDRO-4H-1,3,5-OXADIAZIN-4-ON VÀ DUNG DỊCH LƯU GIỮ CỦA
CHẾ PHẨM DẠNG LÔNG THU ĐƯỢC TỪ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lông có độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 chứa hợp chất tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on và nước bằng cách cho ure phản ứng với formaldehyt trong nước, trong đó tỷ lệ mol của formaldehyt/ure là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,7 và phản ứng giữa ure và formaldehyt được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15°C đến 50°C với sự có mặt của alkyl dietanolamin và ở độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0. Sáng chế cũng đề cập đến dung dịch lưu giữ của chế phẩm dạng lông thu được từ phương pháp sản xuất này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng chứa hợp chất tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on, và dung dịch lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng thu được từ phương pháp sản xuất này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc sản xuất các hợp chất riêng biệt bằng cách cho phản ứng ure và formaldehyt trong nước đã được thực hiện. Ngoài ra, kỹ thuật lưu giữ ổn định của ure hoặc formaldehyt như là nguyên liệu thô và trung gian phản ứng đã được phát triển.

Ví dụ, trong JP-A 55-71689, bộc lộ rằng một số sản phẩm phản ứng giữa ure và formaldehyt được đưa ra, như chế phẩm phân bón, có hiệu lực đáng kể để cung cấp chất dinh dưỡng cho lá của cây trồng. Ngoài ra, là điều kiện để sản xuất, bộc lộ rằng hỗn hợp chứa nước của ure và formaldehyt trong đó, tỷ lệ mol của ure : formaldehyt là vào khoảng 1 : 1 hoặc lớn hơn và khoảng 2 : 1 hoặc thấp hơn được sản xuất, ammonia được bổ sung vào do đó, nó vào khoảng 0,3 đến 6% của ure và formaldehyt, hỗn hợp thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ vào khoảng giữa 75°C và điểm sôi, trong khi pH của hỗn hợp được giữ ở kiềm cao, vào khoảng 8,5 đến 10, cho đến khi ít nhất khoảng 90% của formaldehyt là ở dạng gắn kết và ít nhất khoảng 60% là ở dạng hợp chất metylol, và sao đó tiếp

tục gia nhiệt ở pH 7 đến 8,5 cho đến khi ít nhất 50% nhưng khoảng 80% hoặc nhỏ hơn của formaldehyt là ở dạng metylen. Nó còn được mô tả rằng, sản phẩm phản ứng là dung dịch chứa nước cô đặc chứa khoảng 80% đến 90% của sản phẩm phản ứng một phần của ure và formaldehyt, mà ở dạng trong suốt trong ít nhất khoảng 30 ngày ở nhiệt độ trong phòng và mà không cho "dạng muối", vì vậy, chất kết tủa dạng rắn, ít nhất là 7 ngày ở 0°C.

Ngoài ra, trong công bố JP-A 4-503824, sản phẩm cô đặc ure-formaldehyt gây ra, khi được sử dụng như một loại hóa chất để làm ướt giấy, ít formaldehyt-giải phóng trong quá trình sấy giấy so với sản phẩm cô đặc của lĩnh vực có liên quan mà dựa trên ure và formaldehyt được bộc lộ. Còn được bộc lộ rằng a) ure và trietanolamin bị phản ứng dưới sự phân hủy amoniac ở tỷ lệ mol là 1 đến 6 : 1 và ở nhiệt độ 130 đến 180°C và b) sản phẩm phản ứng thu được từ bước (a) trải qua sự metyl hóa trong môi trường chứa nước trong phạm vi pH cơ bản bằng cách sử dụng formaldehyt.

Tài liệu DE 22 07 921 A1 mô tả phương pháp phản ứng của formaldehyt và ure trong nước để sản xuất nhựa chứa hợp chất loại uron bao gồm chủ yếu là 4- oxotetrahydro-1,3,5-oxadiazin (uron). Steinhof et al. cung cấp tổng quan về phản ứng của formaldehyt và ure bao gồm sự hình thành của uron (Magnetic Resonance in Chemistry, 2014, vol. 52(4), pp. 138- 162). Tomita et al. cũng mô tả phản ứng của formaldehyt và ure để hình thành uron nhưng với các bazơ khác (Journal of Polymer Science, Polymer Chemistry Edition, 1976, vol. 14(2), pp. 387-401). EP 0 013 307 A1 mô tả phản ứng giữa formaldehyt và ure trong nước

với ammonia và khi ammonia bổ sung được thêm vào sản phẩm cuối cùng trước khi lưu giữ. WO 90/11308 A1 mô tả phản ứng khi ure và alkanolamin bị phản ứng ở nhiệt độ 130-180°C và sau đó phản ứng với formaldehyt ở môi trường bazơ trong nước. Dietrich et al. mô tả phản ứng giữa formaldehyt và ure trong nước ở nhiệt độ từ 30 đến 50°C (Angewandte makromolekulare Chemie - Applied macromolecular chemistry and physics, 1979, vol. 83(1), pp. 21-36).

Ngoài ra, liên quan đến sản phẩm của nhựa melamin-ure, JP-A 59-108019 liên quan đến rất nhiều formaldehyt được giải phóng từ nhựa thu được là một vấn đề, và bộc lộ phương pháp sản xuất trong đó 2-dimetyl hoặc 2-dietyl aminoetanol được bổ sung vào hỗn hợp 1,0 mol của melamin, 4,0 đến 4,5 mol của ure, và 5,5 đến 7,5 mol của formaldehyt để kiềm hóa hỗn hợp và để giữ nó dưới dòng ngược ở 75°C hoặc lớn hơn, và việc bổ sung 2-dimetyl hoặc 2-dietyl aminoetanol duy trì pH của dung dịch phản ứng, mà không làm giảm từ 7,5.

Trong JP-A 48-36223, phụ gia chứa hỗn hợp xi măng thủy lực mà chứa sản phẩm cộng tan trong nước được hydroxylat hóa với đơn phân đã được hình thành bởi phản ứng giữa aldehyt và ure được mô tả. Trong số các sản phẩm cộng, sản phẩm cộng được sản xuất như được mô tả trong ví dụ 1: monometylol ure trong đó, 1 mol formaldehyt được ngưng tụ với 1 mol của ure được sản xuất bằng cách hòa tan 50g paraformaldehyt trong 1 L nước và bổ sung 1g trietanolamin và 100g ure sau đó giữ chúng trong 4 ngày.

Ví dụ, trong JP-A 61-136983, chế phẩm phân bón dạng lỏng, chế phẩm phân bón chứa lượng cụ thể của chế phẩm triazon mà tan trong nước, hợp chất

dạng ure, hợp chất dạng metylen diure, hợp chất dạng monometylol ure, hợp chất dạng hexametylenetetramin, và nước được bộc lộ. Ngoài ra, chế phẩm chứa chế phẩm triazon thích hợp để ứng dụng như phân bón, được bộc lộ như là chế phẩm có tính ổn định ngay lập tức tốt sau khi lưu giữ và trong suốt quá trình lưu giữ và tính ổn định lâu dài chống lại sự kết tinh của các thành phần trong chế phẩm hoặc sự kết tủa của nó từ chế phẩm.

Trong JP-A 3-163124, dung dịch dạng nước của formaldehyt-ure mà bao gồm dung dịch thu được bằng cách tiền ngưng tụ theo việc bổ sung ure vào dung dịch formalin chứa nước nồng độ cao và chất ổn định formalin và có thể được lưu giữ ở nhiệt độ trong phòng được bộc lộ.

Ngoài ra, trong JP-A 55-71689, bộc lộ rằng một số dạng sản phẩm phản ứng giữa ure và formaldehyt cho thấy, chế phẩm phân bón, có hiệu lực đáng kể đối với việc cung cấp dinh dưỡng cho lá của cây trồng. Ngoài ra, sản phẩm phản ứng là dung dịch chứa nước cô đặc chứa khoảng 80% khối lượng đến 90% khối lượng của sản phẩm phản ứng một phần giữa ure và formaldehyt, mà ở dạng trong suốt trong ít nhất khoảng 30 ngày ở nhiệt độ trong phòng và không thu được "dạng muối", vì vậy, kết tủa rắn, trong ít nhất 7 ngày ở 0°C.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

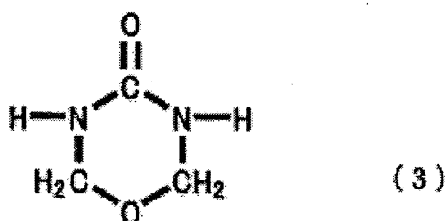
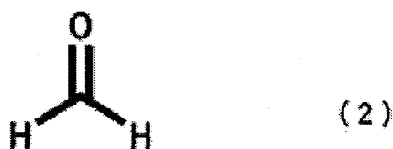
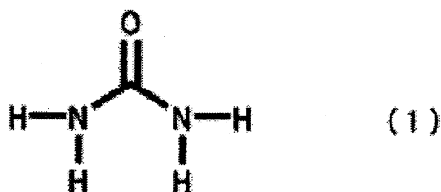
Sáng chế được đề xuất nhằm mục đích khắc phục những vấn đề nêu trên. Để đạt được mục đích này, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng với độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 chứa hợp chất 3 có công thức (3) sau đây và nước, bằng cách cho hợp chất 1 có công thức (1) sau đây phản ứng

với hợp chất 2 có công thức (2) sau đây trong nước, đây là phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng chứa hợp chất tetrahydro-4H-1,3,5,-oxadiazin-4-on, trong đó:

tỷ lệ nạp liệu mol của hợp chất 2 so với hợp chất 1, đó là, hợp chất 2/hợp chất 1, là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,7, và

phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15°C đến 50°C độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 với sự có mặt của alkyl dietanolamin.

Công thức hóa học 1



Sáng chế còn đề cập đến dung dịch lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng thu được bởi phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây, trong đó dung dịch lưu giữ chứa hợp chất 3, alkyl dietanolamin, và nước, trong đó,

lượng nước bằng hoặc lớn hơn 70% khối lượng trong dung dịch lưu giữ và độ pH nằm trong khoảng từ 10,0 đến 12,5.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo JP-A 55-71689 và JP-A 4-503824, phản ứng giữa ure và formaldehyt được thực hiện để sản xuất nhựa. Trong sản phẩm cô đặc thu được ở đây, ngoài đơn phân trong đó, 1 mol đến 2 mol của formaldehyt được ngưng tụ trên mỗi mol của ure, đa phân chứa ít nhất 2 mol của ure được sản xuất. Tuy nhiên, để sử dụng hợp chất thu được bởi sự metyl hóa của ure với formaldehyt đối với sự áp dụng khác ngoài nhựa, ví dụ, chất phụ gia như chất chelat, tốt hơn là lượng đơn phân được tăng lên càng nhiều càng tốt trong khi làm giảm lượng đa phân để tăng số phân tử trên mỗi đơn vị khối và tăng bột chelat trên mỗi phân tử. Từ quan điểm này, đối với sự metyl hóa của ure với formaldehyt, phương pháp sản xuất đơn phân, trong đó, 2 mol của formaldehyt được ngưng tụ trên mỗi mol của ure, ở hiệu suất cao là cần thiết. Trong số chúng, tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on, là hợp chất thu được từ vòng-đóng của dimetylol ure trong đó, 2 mol của formaldehyt được ngưng tụ trên mỗi mol của ure, là hợp chất được mong đợi để được sử dụng như trung gian của hợp chất hữu ích như được hoặc hóa nông, hoặc chất chelat, và vì vậy phương pháp để thu được ở hiệu suất cao là cần thiết.

Ngoài ra, đối với trường hợp khi ure trải qua sự metyl hóa với formaldehyt và dung dịch chứa nước của chất phản ứng thu được ngay lập tức sau khi sự metyl hóa được lưu giữ ở nhiệt độ trong phòng, độ đục hoặc sự kết

tủa của dung dịch chứa nước có thể xảy ra. Mặc dù sản phẩm phản ứng của JP-A 55-71689 có tính ổn định lưu giữ tuyệt vời, nó được tin rằng có rất nhiều ure được chứa trong sản phẩm phản ứng và nhóm metylol trong sản phẩm được giới hạn với ure. Hợp chất có nhóm metylol giới hạn là không thích hợp để dùng như chất chelat. Trong JP-A 48-36223, không có bất kỳ mô tả nào về việc sản xuất tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on ở hiệu suất tốt và cải thiện tính ổn định của dung dịch chứa nước.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on ở hiệu suất cao mà cho tính ổn định lưu giữ tuyệt vời của hợp chất.

Theo sáng chế, phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on [hợp chất 3 có công thức (3)] ở hiệu suất cao cho tính ổn định lưu giữ tuyệt vời của hợp chất được cung cấp.

Để sử dụng hợp chất thu được bởi sự metyl hóa của ure với formaldehyt để dùng ngoài nhựa, ví dụ, chất phụ gia như chất chelat, tốt hơn là lượng đơn phân được tăng càng nhiều càng tốt trong khi giảm lượng đa phân để tăng số phân tử trên mỗi đơn vị khối và tăng bột chelat trên mỗi phân tử. Từ quan điểm này, đối với sự metyl hóa của ure với formaldehyt, kỹ thuật tăng cường tính ổn định của đơn phân, trong đó, 2 mol của formaldehyt được ngưng tụ trên mỗi mol của ure, là cần thiết. Trong số chúng, tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on, là hợp chất thu được từ vòng-đóng của dimetylol ure trong đó, 2 mol của formaldehyt được ngưng tụ trên mỗi mol của ure, là hợp chất được mong đợi là

được sử dụng như trung gian của hợp chất hữu ích như được hoặc hóa nông, hoặc chất chelat, và vì vậy kỹ thuật cho việc lưu giữ ổn định của hợp chất là cần thiết.

Trong JP-A 61-136983, JP-A 3-163124, và JP-A 55-71689, mô tả rằng sản phẩm phản ứng giữa ure và formaldehyt có tính ổn định lưu giữ tuyệt vời. Trong khi đó, lưu ý rằng trong JP-A 61-136983, tính ổn định có thể được tăng cường khi chế phẩm triazon được chứa ở tỷ lệ cao. Còn được mô tả rằng, monometylol ure, dimetylol ure, và các chất tương tự là không ổn định và có đặc tính kết tủa và kết tủa, và lượng của chúng là có giới hạn. Ngoài ra, trong JP-A 3-163124 liên quan đến việc cung cấp dung dịch chứa nước như là nguyên liệu thô của nhựa amino, nó còn được mô tả rằng một lượng nhỏ của polyvinyl formal được bổ sung chất ổn định formalin và metylol ure có khả năng hiện diện một cách ổn định trong formalin được ngưng tụ sơ bộ dưới nhiệt. Vì metylol ure được ngưng tụ sơ bộ, nó được coi là dung dịch chứa nước chứa một số lượng ít của đơn phân (metylol ure). Theo JP-A 55-71689, có rất nhiều ure được chứa trong sản phẩm phản ứng và nhóm metylol trong sản phẩm được giới hạn ure và do đó ở trạng thái ổn định. Hợp chất có nhóm metylol được giới hạn với ure là thích hợp như nguyên liệu thô đối với phân bón hoặc nhựa ure nhưng không thích hợp để dùng như chất chelat. Như vậy, để tiện sử dụng monometylol ure hoặc dimetylol ure là có ích như chất chelat, phương pháp lưu giữ chúng ổn định ở trạng thái lỏng là cần thiết.

Sáng chế đề cập đến phương pháp lưu giữ chế phẩm dạng lỏng chứa hợp

chất tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on có tính ổn định lưu giữ tuyệt vời.

Sau đây, phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo sáng chế được mô tả một cách cụ thể.

Mặc dù lý do đưa ra hiệu lực đã được đề cập ở trên bởi phương pháp sản xuất theo sáng chế là vẫn chưa rõ ràng, lý do được suy xét như sau. Đối với phản ứng giữa ure và formaldehyt trong dung dịch chứa nước, nó được biết rằng có hai phản ứng chính bao gồm phản ứng metylen hóa và phản ứng metyol hóa. Liên quan đến các phản ứng này, phản ứng metylen hóa có sản phẩm cô đặc đa phân ure-formaldehyt trọng lượng phân tử cao là thành phần chính có ảnh hưởng lớn trong dung dịch axit chứa nước. Mặt khác, trong dung dịch kiềm chứa nước, phản ứng metyol hóa có sản phẩm cô đặc ure-formaldehyt trọng lượng phân tử thấp chứa đơn phân là thành phần chính có ảnh hưởng lớn. Theo sáng chế, bằng cách có alkyl dietanolamin, pH thay đổi do phản ứng phụ như phản ứng Cannizzaro của formaldehyt hoặc sự xuất hiện của amoniac gây ra bởi sự phân hủy kiềm của ure bị khử và độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 và nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15°C đến 50°C. Do đó, phản ứng metyol hóa có thể chủ yếu được tiến hành. Theo kết quả, nó được tin rằng chế phẩm dạng lỏng có lượng cao của hợp chất 3 và lượng thấp của đa phân thu được. Nó còn được tin rằng, vì đa phân có nhiều điểm phản ứng gây ra phản ứng liên kết chéo với các đơn đơn phân khác, đa phân gây ra phản ứng liên kết chéo trong suốt quá trình lưu giữ để thu được trọng lượng phân tử cao và các chất kết tủa trắng không tan. Ngoài ra, theo sáng chế, vì chế phẩm dạng lỏng có lượng thấp của đa phân và lượng cao của hợp

chất 3, là hợp chất vòng, có khả năng phản ứng thấp thu được và hợp chất 3 có thể có mặt một cách ổn định như dung dịch chứa nước với pH là 10 hoặc lớn hơn, nó được tin rằng thu được tính ổn định lưu giữ tuyệt vời.

Theo phương pháp sản xuất theo sáng chế, chế phẩm dạng lỏng chứa hợp chất 3 có công thức (3) và nước thu được bằng cách cho phản ứng hợp chất 1 có công thức (1) và hợp chất 2 có công thức (2) trong nước. Theo kết quả phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2, thu được sản phẩm cô đặc của hợp chất 1 và hợp chất 2. Một trong số các sản phẩm cô đặc này là hợp chất 3. Hợp chất 1 có công thức (1) là ure. Hợp chất 2 có công thức (2) là formaldehyt. Hợp chất 3 có công thức (3) là tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on. Phản ứng của hợp chất 1 với hợp chất 2 được thực hiện bằng cách có nước như là dung môi, và dung dịch chứa nước của các nguyên liệu phản ứng có thể còn được sử dụng.

Tỷ lệ nạp liệu mol của hợp chất 2 và hợp chất 1 theo phương pháp sản xuất theo sáng chế, dưới dạng hợp chất 2/hợp chất 1, là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,7. Xét về việc tăng cường hiệu suất của sản phẩm cô đặc giữa hợp chất 2 và hợp chất 1, tốt hơn là 0,5 hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 0,75 hoặc lớn hơn và còn tốt hơn là 1,5 hoặc thấp hơn và tốt hơn nữa là 1,25 hoặc thấp hơn.

Tổng lượng nạp liệu của hợp chất 1 và hợp chất 2, xét về việc tăng cường hiệu suất của sản phẩm cô đặc giữa hợp chất 2 và hợp chất 1, tốt hơn là 3,0 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 6,0 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 11 phần khối lượng hoặc lớn hơn so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của các nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl

dietanolamin, và nước). Ngoài ra, xét về tính tan được của hợp chất 3 trong nước, tốt hơn là 25 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 20 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 14 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Lượng nạp liệu của hợp chất 1, xét về việc tăng cường hiệu suất của sản phẩm cô đặc giữa hợp chất 2 và hợp chất 1, tốt hơn là 1,0 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 5,0 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 8,0 phần khối lượng hoặc lớn hơn so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của các nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước). Ngoài ra, xét về tính tan được của hợp chất 3 trong nước, tốt hơn là 20 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 12 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 9,0 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Lượng nạp liệu của hợp chất 2, xét về việc tăng cường hiệu suất của sản phẩm cô đặc giữa hợp chất 2 và hợp chất 1, tốt hơn là 0,5 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 1,0 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 3,0 phần khối lượng hoặc lớn hơn so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của các nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước). Ngoài ra, xét về tính tan được của hợp chất 3 trong nước, tốt hơn là 10 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 8,0 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 5,0 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Lượng nạp liệu của nước, xét về tính tan được của hợp chất 3 trong nước, tốt hơn là 70 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 75 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 80 phần khối lượng hoặc lớn hơn so với 100

phần khối lượng của các nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước). Ngoài ra, xét về việc tăng hiệu suất của hợp chất 3, tốt hơn là 95 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 90 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 88 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn. Trong khi đó, đối với trường hợp sử dụng nguyên liệu thô khác ngoài nước trong dung dịch chứa nước, lượng nước được bổ sung bởi dung dịch chứa nước nào hệ phản ứng còn được bao gồm trong lượng nước như dung môi phản ứng.

Theo sáng chế, phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 được thực hiện với sự có mặt của alkyl dietanolamin. Do hoạt tính đệm pH của alkyl dietanolamin, pH của chế phẩm dạng lỏng có thể được giữ ở 10,0 hoặc lớn hơn trong suốt quá trình phản ứng hoặc lưu giữ. Xét về việc ngăn chặn pH giảm trong suốt quá trình phản ứng, alkyl dietanolamin có nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon được ưu tiên hơn trong số các alkyl dietanolamin. Alkyl dietanolamin có nhóm alkyl có 1 nguyên tử cacbon, do đó, N-metyl dietanolamin, còn được ưu tiên hơn. Trong số các alkanolamin, alkanolamin không có nhóm alkyl như trietanolamin, dietanolamin, hoặc monoetanolamin có hoạt tính tăng pH thấp, hoạt tính đệm pH thấp, và giảm đáng kể ở pH trong suốt quá trình phản ứng, và do đó, hiệu quả tăng cường hiệu suất của hợp chất 3 hoặc hiệu quả tăng cường tính ổn định lưu giữ của dung dịch chứa nước không thể thu được.

Lượng nạp liệu của alkyl dietanolamin, xét về việc tăng cường hiệu suất của hợp chất 3, tốt hơn là 0,1 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,3

phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,5 phần khối lượng hoặc lớn hơn so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của các nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước). Ngoài ra, từ quan điểm tiết kiệm liên quan đến hoạt tính đệm pH bão hòa, tốt hơn là 5,0 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 1,0 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,6 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Tỷ lệ nạp liệu mol của alkyl dietanolamin so với tổng lượng của hợp chất 1 và hợp chất 2 [alkyl dietanolamin/(tổng của hợp chất 1 và hợp chất 2)], xét về việc tăng cường hiệu suất của hợp chất 3, tốt hơn là 0,005 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,010 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,013 hoặc lớn hơn. Còn tốt hơn là 0,100 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 0,050 hoặc thấp hơn, còn tốt hơn nữa là 0,025 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,018 hoặc thấp hơn.

Nhiệt độ phản ứng đối với phương pháp sản xuất theo sáng chế là 15°C hoặc lớn hơn và 50°C hoặc thấp hơn. Từ quan điểm tăng cường tốc độ phản ứng, tốt hơn là 20°C hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 35°C hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 38°C hoặc lớn hơn. Ngoài ra, xét về việc tăng cường hiệu suất của hợp chất 3, tốt hơn là 45°C hoặc thấp hơn, và tốt hơn nữa là 42°C hoặc thấp hơn.

Độ pH phản ứng của phương pháp sản xuất theo sáng chế cho thấy độ pH từ khi bắt đầu đến khi kết thúc phản ứng. Liên quan đến phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2, có chiều hướng rằng độ pH giảm theo quy trình phản ứng. Khi chất điều chỉnh pH hoặc các chất tương tự không được bổ sung trong suốt quá trình phản ứng đối với phương pháp sản xuất theo sáng chế, có khả năng rằng độ

pH tại thời điểm bắt đầu phản ứng và độ pH tại thời điểm kết thúc phản ứng nằm trong phạm vi theo sáng chế. Khi chất điều chỉnh độ pH hoặc các chất tương tự được bổ sung trong suốt quá trình phản ứng, nó là đủ rằng, ngoài độ pH tại thời điểm bắt đầu phản ứng và độ pH tại thời điểm kết thúc phản ứng, pH trước khi và sau khi bổ sung ngoài chất điều chỉnh độ pH hoặc các chất tương tự nằm trong phạm vi theo sáng chế. Độ pH phản ứng trong phương pháp sản xuất theo sáng chế, xét về việc ngăn chặn phản ứng liên kết chéo gây ra do việc mở vòng của hợp chất 3 và sự giảm tính ổn định lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng, bằng hoặc lớn hơn 10,0. Từ quan điểm tăng cường đặc tính pha trộn tại thời điểm sử dụng chế phẩm dạng lỏng thu được theo sáng chế, độ pH tốt hơn là 13,0 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 12,0 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 11,5 hoặc thấp hơn. Trong khi đó, độ pH phản ứng cho biết độ pH là hệ phản ứng, và nó có thể là độ pH của hỗn hợp chứa nước, hợp chất 1, hợp chất 2, và alkyl dietanolamin. Ngoài ra, liên quan đến phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 mà trải qua phương pháp sản xuất theo sáng chế, có xu hướng rằng độ pH giảm theo quy trình phản ứng. Do đó, theo sáng chế, độ pH tại thời điểm bắt đầu phản ứng tốt hơn là 10,5 hoặc lớn hơn hoặc tốt hơn nữa là 11,0 hoặc lớn hơn và tốt hơn là 13,0 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 12,5 hoặc thấp hơn, còn tốt hơn nữa là 12,0 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 11,5 hoặc thấp hơn. Độ pH sau khi hoàn thành phản ứng tốt hơn là 10 hoặc lớn hơn. Xét về tính ổn định lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng, tốt hơn là 10,5 hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là 11,0 hoặc lớn hơn. Bằng cách thực hiện phản ứng ở nhiệt độ và độ pH được xác định trước

theo sáng chế với sự có mặt của alkyl dietanolamin, chế phẩm dạng lỏng có độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 có thể thu được bởi phương pháp sản xuất theo sáng chế. Nếu cần, chất điều chỉnh độ pH như axit hoặc bazơ có thể được bổ sung vào chế phẩm dạng lỏng. Theo sáng chế, cũng có thể độ pH được điều chỉnh bằng hoặc lớn hơn 10,0 cho đến khi kết thúc phản ứng bằng cách sử dụng chất điều chỉnh độ pH.

Thời gian phản ứng đối với phương pháp sản xuất theo sáng chế, xét về việc tăng cường hiệu suất của sản phẩm cô đặc của hợp chất 2 và hợp chất 1, tốt hơn là 1 giờ hoặc dài hơn. Tốt hơn nữa là, là 1,5 giờ hoặc dài hơn. Còn tốt hơn nữa là 2 giờ hoặc dài hơn. Xét về việc tăng cường hiệu suất của hợp chất 3, thời gian phản ứng tốt hơn là 4,5 giờ hoặc ngắn hơn, và tốt hơn nữa là 3 giờ hoặc ngắn hơn.

Theo sáng chế, tốt hơn là điểm bắt đầu phản ứng là thời điểm mà hợp chất 1 và hợp chất 2 ban đầu được đưa vào tiếp xúc với nhau và điểm phản ứng cuối là thời điểm mà lượng giảm của hợp chất 2 sau 30 phút là 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn liên quan đến tổng lượng của các nguyên liệu ban đầu (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước). Điều này có nghĩa rằng thời điểm mà phản ứng không tiến hành mà không có hợp chất 2 được tiêu thụ có thể được thực hiện như là điểm phản ứng cuối. Định lượng của hợp chất 2 trong mẫu có thể thu được bằng cách phản ứng mẫu này với hydroxylamin hydroclorua tiếp theo bằng cách chuẩn độ với natri hydroxit. Ngoài ra, theo sáng chế, mặc dù sự hoạt động phản ứng có thể chấm dứt ngay lập tức tại điểm phản ứng cuối, sự

hoạt động phản ứng có thể còn được tiếp tục.

Ngoài ra, xét về việc tăng cường hiệu suất của sản phẩm cô đặc của hợp chất 2 và hợp chất 1 bằng cách ngăn chặn sự tiếp xúc của hợp chất 2 với dung dịch kiềm và ngăn chặn phản ứng Cannizzaro và còn tăng cường lượng của hợp chất 3 bằng cách ngăn chặn phản ứng nhanh để tạo đa phân, phương pháp bổ sung hợp chất 2 vào hỗn hợp chứa hợp chất 1, alkyl dietanolamin, và nước, ví dụ, phương pháp trong đó, hợp chất 1, alkyl dietanolamin, và nước được bổ sung vào bình phản ứng và dung dịch chứa nước chứa hợp chất 2 (formalin) được bổ sung từng giọt dưới sự khuấy sau khi điều chỉnh nhiệt độ và pH của hỗn hợp được ưu tiên hơn. Còn được ưu tiên hơn rằng, sau khi hoàn thành việc bổ sung của hợp chất 2, sự lão hóa tốt hơn là được thực hiện bằng cách tiếp tục khuấy trong khi nhiệt độ phản ứng được duy trì. Khi dung dịch chứa nước của hợp chất 2 được bổ sung từng giọt, thời gian cần thiết để bổ sung từng giọt tốt hơn là 1 giờ hoặc dài hơn, và tốt hơn nữa là 1,5 giờ hoặc dài hơn từ quan điểm tăng cường lượng của hợp chất 3 dựa trên phản ứng đồng nhất. Ngoài ra, từ quan điểm ngăn ngừa phản ứng phụ được đề cập ở trên, thời gian cần thiết để bổ sung từng giọt tốt hơn là 3 giờ hoặc ngắn hơn, và tốt hơn nữa là 2 giờ hoặc ngắn hơn. Thời gian của sự lão hóa, xét về việc hoàn thành phản ứng và tính đồng nhất của sản phẩm, tốt hơn là 0,5 giờ hoặc dài hơn và tốt hơn nữa là 1 giờ hoặc dài hơn. Ngoài ra, từ quan điểm ngăn ngừa phản ứng phụ được đề cập ở trên, thời gian cần thiết đối với sự lão hóa tốt hơn là 3 giờ hoặc ngắn hơn, và tốt hơn nữa là 2 giờ hoặc ngắn hơn. Tổng thời gian bổ sung từng giọt và sự lão hóa, từ quan điểm

tăng cường lượng của hợp chất 3, việc hoàn thành phản ứng, và tính đồng nhất của sản phẩm, tốt hơn là 1,5 giờ hoặc dài hơn và tốt hơn nữa là 2 giờ hoặc dài hơn. Xét về việc ngăn ngừa phản ứng phụ, tốt hơn là 4,5 giờ hoặc ngắn hơn và tốt hơn nữa là 3 giờ hoặc ngắn hơn.

Theo sáng chế, dung môi có cực (ví dụ, metanol và etanol) có thể được sử dụng như dung môi phản ứng với sự kết hợp ngoài nước trong phạm vi trong đó, hiệu quả sáng chế không bị hạn chế. Áp suất phản ứng không có giới hạn cụ thể. Nếu cần, phản ứng có thể được thực hiện dưới áp suất tăng hoặc áp suất giảm. Đối với các dạng phản ứng, bất kỳ dạng nào như dạng mẻ, dạng bán mẻ, và dạng liên tục có thể được sử dụng. Ngoài ra, trong phạm vi trong đó, hiệu quả sáng chế không bị hạn chế, chất phụ gia như chất kháng tạo bọt có thể được sử dụng như nguyên liệu thô để tiêm. Tỷ lệ nước trong dung môi phản ứng, từ quan điểm kiểm soát tính bay hơi của dung môi và nhiệt độ trong suốt quá trình phản ứng, tốt hơn là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 70% khối lượng hoặc lớn hơn, 90% khối lượng hoặc lớn hơn, hoặc 100% khối lượng.

Phương pháp sản xuất theo sáng chế có thể còn được thực hiện bằng phương pháp trong đó, dung dịch chứa nước chứa hợp chất 1, hợp chất 2, và nước được điều chế trong bình phản ứng, pH là 10,0 hoặc lớn hơn thu được bằng cách điều chỉnh lượng bổ sung với việc bổ sung của alkyl dietanolamin, và phản ứng được thực hiện dưới sự khuấy ở nhiệt độ là 15°C hoặc lớn hơn và 50°C hoặc thấp hơn.

Theo phương pháp sản xuất theo sáng chế, lượng của hợp chất 3 trong

chế phẩm dạng lỏng thu được, xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 1,4% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 2,0% khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 2,5% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 3,2% khối lượng hoặc lớn hơn. Còn tốt hơn là 30% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 8,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Theo phương pháp sản xuất theo sáng chế, chế phẩm dạng lỏng trong đó, lượng của hợp chất 3 có công thức (3) là cao dưới dạng rắn thu được. Lượng của nguyên liệu rắn trong chế phẩm dạng lỏng, từ quan điểm tăng cường đặc tính pha trộn tại thời điểm sử dụng chế phẩm dạng lỏng, tốt hơn là 5 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 10 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 12 phần khối lượng hoặc lớn hơn so với 100 phần khối lượng của chế phẩm dạng lỏng. Xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 30 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 25 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 20 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn. Lượng nước trong chế phẩm dạng lỏng, từ quan điểm tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 70 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 75 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 80 phần khối lượng hoặc lớn hơn so với 100 phần khối lượng của chế phẩm dạng lỏng. Còn tốt hơn là 95 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 90 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 88 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn. Ngoài ra, lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng, trong sản phẩm cô đặc thu được từ hợp chất 1 và hợp chất 2, tốt hơn là

25% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 35% khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 40% khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 45% khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 55% khối lượng hoặc lớn hơn. Lượng của hợp chất 3 là sản phẩm cô đặc là 100% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và xét về việc dễ dàng sản xuất từ hợp chất 1 và hợp chất 2, tốt hơn là 75% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 60% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp chất 3 bằng cách cho phản ứng hợp chất 1 và hợp chất 2 trong nước với sự có mặt của alkyl dietanolamin, trong đó, tỷ lệ nạp liệu mol của hợp chất 1 đến hợp chất 2, dưới dạng của hợp chất 2/hợp chất 1, nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,7, độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0, và nhiệt độ phản ứng là nằm trong khoảng từ 15°C đến 50°C. Vì phương pháp sản xuất theo sáng chế được thực hiện ở độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 cho đến khi kết thúc phản ứng, sản phẩm phản ứng thu được dưới dạng lỏng chứa hợp chất 3 và nước và có độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0.

Chế phẩm dạng lỏng thu được bởi phương pháp sản xuất theo sáng chế có lượng cao của hợp chất 3 có công thức (3). Ở sự mở vòng, hợp chất 3 trở thành hợp chất có hai nhóm hydroxyl, vì vậy, 1,3-(hydroxymetyl)ure (nó có thể còn được mô tả như N,N'-dimetylol ure). Hợp chất này có thể được sử dụng như chất chelat được trộn trong công thức làm sạch, ví dụ, chất chelat đối với công thức làm sạch thép. Vì chế phẩm dạng lỏng chứa hợp chất 3 là chế phẩm dạng lỏng mà chứa 1,3-(hydroxymetyl)ure ở trạng thái cân bằng, chế phẩm dạng lỏng

thu được bởi phương pháp sản xuất theo sáng chế có thể được sử dụng như chất làm sạch thép, chế phẩm phân bón cho cây trồng, chất phụ gia cho việc sản xuất giấy, chất hoàn thiện đối với vải, chất chống nước, chất phụ gia đối với chế phẩm thủy lực, nguyên liệu thô đối với sơn và mực, nguyên liệu thô đối với sự tổng hợp hữu cơ, nguyên liệu thô đối với nhựa, hoặc các nguyên liệu tương tự.

Vì chế phẩm dạng lỏng chứa hợp chất 3 là chế phẩm dạng lỏng mà chứa 1,3-(hydroxymetyl)ure ở trạng thái cân bằng, nó có thể trực tiếp được sử dụng như như chất chelat của chất làm sạch thép. Các ví dụ của chất làm sạch thép bao gồm chất làm sạch chứa chất kiềm hóa, chất hoạt tính bề mặt, và nước. Các ví dụ của chất kiềm hóa bao gồm hydroxit của kim loại kiềm như natri hydroxit hoặc kali hydroxit. Các ví dụ của chất hoạt tính bề mặt bao gồm chất hoạt tính bề mặt không ion thu được bằng cách bổ sung alkylen oxit vào rượu có 8 đến 22 nguyên tử cacbon. Ngoài ra, các ví dụ của các thành phần khác mà được trộn trong chất làm sạch thép bao gồm chất kháng tạo bọt, chất phân tán như axit polyacrylic, và chất dày. Xét về đặc tính làm sạch dầu như dầu nén dính chặt vào thép, trong chế phẩm dạng lỏng thu được theo sáng chế, hợp chất 3 được trộn để có lượng là 0,01% khối lượng hoặc lớn hơn hoặc 0,1% khối lượng hoặc lớn hơn, và 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn hoặc 5,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn trong chất làm sạch thép. Ngoài ra, xét về đặc tính làm sạch dầu như dầu nén dính chặt vào thép, chất làm sạch thép có pH là 12 hoặc lớn hơn, tốt hơn là 13 hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 14 hoặc lớn hơn ở 20°C.

Quy trình mà chất làm sạch thép sử dụng chế phẩm dạng lỏng thu được

bởi phương pháp sản xuất theo sáng chế được sử dụng là quy trình làm sạch, và các ví dụ của nó bao gồm việc làm sạch liên tục, vì vậy, làm sạch thấm nhuần, làm sạch bằng cách phun, làm sạch bằng cách chải, và làm sạch bằng cách điện phân. Theo quy trình, sự ô nhiễm bởi dầu như ép dầu và sự ô nhiễm rắn như bột sắt có thể được rửa và loại bỏ. Chất làm sạch thép có thể được sử dụng đối với quy trình làm sạch bao gồm làm sạch bằng cách thấm nhuần hoặc điện phân, và tốt hơn là được áp dụng đối với trường hợp khi miếng sắt được ép được trải qua cuộn trong bể làm sạch thấm nhuần kiềm và để làm sạch điện phân kiềm.

Sau đây, các chi tiết về dung dịch lưu giữ theo sáng chế được giải thích.

Mặc dù lý do để cho hiệu quả theo sáng chế là không rõ ràng, nó được suy xét đoán như sau.

Vì dimethylol ure có cấu trúc vòng mở của tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on [sau đây, còn được đề cập như hợp chất 3] có hai nhóm hydroxyl, nó được tin rằng phản ứng liên kết chéo giữa các dimethylol ure hoặc giữa dimethylol ure và sản phẩm cô đặc của ure và aldehyt có thể dễ dàng xảy ra và do đó thu được các sự kết tủa màu trắng không hòa tan do sự polyme hóa trong quá trình lưu giữ. Cấu trúc của hợp chất 3 có cấu trúc vòng trong đó, hai nhóm hydroxyl của dimethylol ure được loại nước và được ngưng tụ với nhau. Như vậy, tính ổn định lưu giữ tuyệt vời thu được do khả năng phản ứng thấp. Trong dung dịch chứa nước, dimethylol ure và hợp chất 3 ở trạng thái cân bằng. Do đó, nó được tin rằng, khi có thể dễ dàng có cấu trúc của hợp chất 3 so với cấu trúc của dimethylol ure trong vùng pH 9,5 hoặc lớn hơn và 12,5 hoặc thấp hơn và sự thay đổi pH của

chế phẩm dạng lỏng được ngăn chặn với hoạt tính đệm pH của alkanolamin, phản ứng liên kết chéo của sản phẩm cô đặc được đề cập ở trên bị ngăn chặn và tính ổn định lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng được tăng cường.

<Chế phẩm dạng lỏng>

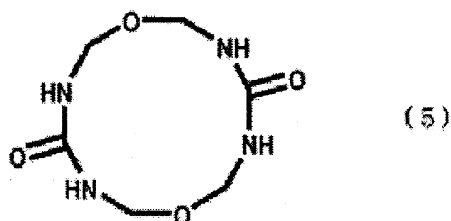
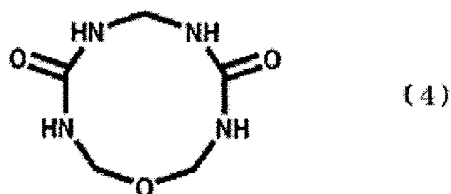
Dung dịch lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng theo theo sáng chế chứa hợp chất tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on (hợp chất 3), alkanolamin, và nước.

Hợp chất 3 có thể thu được như sản phẩm cô đặc của hợp chất 1 có công thức (1) và hợp chất 2 có công thức (2). Hợp chất 3 có công thức (3).

Theo phương pháp lưu giữ chế phẩm dạng lỏng theo sáng chế, sản phẩm cô đặc khác ngoài tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on, của hợp chất có công thức (1) và hợp chất được đại diện bởi công thức (2) có thể được bổ sung vào chế phẩm dạng lỏng.

Ngoài ra, chế phẩm dạng lỏng đối với phương pháp lưu giữ theo sáng chế có thể chứa sản phẩm cô đặc, khác ngoài hợp chất 3, của hợp chất có công thức (1) và hợp chất được đại diện bởi công thức (2). Các ví dụ của sản phẩm cô đặc khác ngoài hợp chất 3 bao gồm hợp chất trong đó, hai phân tử của dimethylol ure được loại nước và ngưng tụ để tạo thành một vòng. Các cấu trúc của các hợp chất được thể hiện bởi công thức chung (4) và (5) sau đây.

Công thức hóa học 2



Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc của hợp chất có công thức (1) và hợp chất được đại diện bởi công thức (2) tốt hơn là 25% khối lượng hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là 30% khối lượng hoặc lớn hơn trong sản phẩm cô đặc xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ. Lượng của hợp chất 3 là 100% khối lượng hoặc nhỏ hơn trong sản phẩm cô đặc, và xét về việc sản xuất dễ dàng từ hợp chất 1 và hợp chất 2, tốt hơn là 75% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 60% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng theo phương pháp lưu giữ theo sáng chế tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây.

Tổng lượng của sản phẩm cô đặc của hợp chất có công thức (1) và hợp chất được đại diện bởi công thức (2) trong chế phẩm dạng lỏng theo phương pháp lưu giữ theo sáng chế, từ quan điểm tăng cường đặc tính pha trộn tại thời điểm sử dụng chế phẩm dạng lỏng, tốt hơn là 2,0% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt

hơn nữa là 5,0% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc lớn hơn. Xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 30% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 20% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Alkanolamin, alkanolamin có hydro hoạt động trong nguyên tử nitơ như monoetanolamin và dietanolamin, và trietanolamin có thể được sử dụng. Ngoài ra, alkanolamin có nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon có thể được sử dụng, và metyl dietanolamin, etyl dietanolamin, propyl dietanolamin, dimetyl etanolamin, hoặc các chất tương tự có thể được sử dụng. Xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng, monoetanolamin, dietanolamin, trietanolamin, và metyl dietanolamin được ưu tiên. Dietanolamin, trietanolamin, và metyl dietanolamin còn được ưu tiên hơn. Từ quan điểm có hoạt tính đệm pH cao và ức chế sự thay đổi pH, metyl dietanolamin còn được ưu tiên hơn nữa.

Lượng alkanolamin trong chế phẩm dạng lỏng theo sáng chế, xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 0,05% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc lớn hơn. Xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 20% khối lượng hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn. Alkanolamin tốt hơn là được sử dụng như chất điều chỉnh pH của chế phẩm dạng lỏng. Ngoài ra, khi alkanolamin được sử dụng để sản xuất sản phẩm cô đặc chứa hợp chất 3 được mô tả dưới đây, tốt hơn là 0,1% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,3% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,5% khối

lượng hoặc lớn hơn. Ngoài ra, tốt hơn là 5,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 1,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,6% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Tỷ lệ khối lượng của alkanolamin so với hợp chất 3 (alkanolamin/hợp chất 3), xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 0,005 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,010 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,013 hoặc lớn hơn. Ngoài ra, tốt hơn là 4,5 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 2,5 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 2,0 hoặc thấp hơn. Ngoài ra, khi alkanolamin được sử dụng để sản xuất sản phẩm cô đặc chứa hợp chất 3 được mô tả dưới đây, tốt hơn là 1,000 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 0,50 hoặc thấp hơn, còn tốt hơn nữa là 0,25 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,18 hoặc thấp hơn.

Lượng nước trong chế phẩm dạng lỏng là 70% khối lượng hoặc lớn hơn, và từ quan điểm tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 75% khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 80% khối lượng hoặc lớn hơn. Ngoài ra, tốt hơn là 95% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 90% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 88% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Lượng chất rắn trong chế phẩm dạng lỏng, từ quan điểm tăng cường đặc tính pha trộn tại thời điểm sử dụng chế phẩm dạng lỏng, tốt hơn là 5% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 12% khối lượng hoặc lớn hơn. Xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ, tốt hơn là 30% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 25% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 20% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Theo sáng chế, từ quan điểm tăng cường tính ổn định lưu giữ bằng cách duy trì pH ở 9,5 hoặc lớn hơn và 12,5 hoặc thấp hơn, pH của chế phẩm dạng lỏng tốt hơn là 10,0 hoặc lớn hơn và tốt hơn là 12,0 hoặc thấp hơn và tốt hơn nữa là 11,5 hoặc thấp hơn. Dung dịch lưu giữ tốt hơn là có pH là 10,0 hoặc lớn hơn ở 20°C.

Trong phạm vi trong đó, hiệu quả sáng chế không bị hạn chế, dung môi có cực (ví dụ, metanol và etanol) khác ngoài nước có thể được chứa trong chế phẩm dạng lỏng. Tỷ lệ nước trong dung môi tốt hơn là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 70% khối lượng hoặc lớn hơn, 90% khối lượng hoặc lớn hơn, hoặc 100% khối lượng. Ngoài ra, trong phạm vi trong đó, hiệu quả sáng chế không bị hạn chế, chất kháng tạo bọt hoặc các chất tương tự có thể được chứa. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo phương pháp lưu giữ theo sáng chế

Liên quan đến chế phẩm dạng lỏng, phương pháp điều chỉnh pH bằng cách trộn metylol ure sẵn có trên thị trường với nước và bổ sung chất điều chỉnh pH có thể được đề cập. Như chất điều chỉnh pH, alkanolamin được sử dụng xét về việc ngăn chặn sự thay đổi pH. Chất điều chỉnh pH, axit vô cơ, axit hữu cơ, kiềm vô cơ, và kiềm hữu cơ khác có thể được sử dụng trong sự kết hợp.

Ngoài ra, chế phẩm dạng lỏng thu được bởi phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng đã được đề cập ở trên. Tuy nhiên, xét về việc ngăn chặn độ pH giảm trong suốt quá trình phản ứng khi sản phẩm cô đặc chứa hợp chất 3 được sản xuất bằng cách cho phản ứng hợp chất 1 và hợp chất 2 sử dụng nước như

dung môi, phương pháp thu được chế phẩm dạng lỏng theo sáng chế bằng cách thực hiện phản ứng ở điều kiện kiềm với sự có mặt của alkanolamin có thể được đề cập.

Tỷ lệ nạp liệu mol của hợp chất 2 so với hợp chất 1 đối với phương pháp sản xuất tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây. Ngoài ra, là 1,7 hoặc thấp hơn dưới dạng của hợp chất 2/hợp chất 1.

Tổng lượng nạp liệu của hợp chất 1 và hợp chất 2 tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây.

Lượng nạp liệu của hợp chất 1 tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây.

Lượng nạp liệu của hợp chất 2 tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây.

Lượng nạp liệu của nước tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây.

Lượng nạp liệu của alkanolamin, xét về việc tăng cường hiệu suất của hợp chất 3, tốt hơn là 0,1 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,3 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,5 phần khối lượng hoặc lớn hơn so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của các nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkanolamin, và nước). Ngoài ra, xét về hoạt tính đệm pH bão hòa, tốt hơn là 5,0 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 1,0 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,6 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Tỷ lệ nạp liệu mol của alkanolamin so với tổng lượng của hợp chất 1 và

hợp chất 2 [alkanolamin/(tổng của hợp chất 1 và hợp chất 2)], xét về việc tăng cường hiệu suất của hợp chất 3, tốt hơn là 0,005 hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,010 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,013 hoặc lớn hơn. Còn tốt hơn là 0,100 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 0,050 hoặc thấp hơn, còn tốt hơn nữa là 0,025 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,018 hoặc thấp hơn.

Nhiệt độ phản ứng tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng như được mô tả trên đây.

Phản ứng pH cho thấy pH từ khi bắt đầu đến khi kết thúc phản ứng. Liên quan đến phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2, có xu hướng rằng pH giảm theo quy trình của phản ứng. Xét về việc ngăn chặn pH giảm bởi hoạt tính đệm pH, tốt hơn là phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 được thực hiện với sự có mặt của alkanolamin. Phản ứng pH đối với phương pháp sản xuất, từ quan điểm tăng cường tính ổn định lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng, tốt hơn là 10,0 hoặc lớn hơn. Từ quan điểm tăng cường đặc tính pha trộn tại thời điểm sử dụng chế phẩm dạng lỏng, pH tốt hơn là 13,0 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 12,0 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 11,5 hoặc thấp hơn. Xét về tính ổn định lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng, tốt hơn là 10,5 hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là 11,0 hoặc lớn hơn. Còn tốt hơn là 13,0 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 12,5 hoặc thấp hơn, còn tốt hơn nữa là 12,0 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 11,5 hoặc thấp hơn. Xét về việc tăng cường tính ổn định lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng, pH được duy trì trong phạm vi được đề cập ở trên trong suốt quá trình phản ứng. Còn được ưu tiên hơn rằng pH tại thời điểm kết thúc phản ứng nằm trong phạm vi

theo sáng chế. Trong khi đó, phản ứng pH cho thấy pH của hệ phản ứng, vì vậy, pH của hỗn hợp chứa nước, hợp chất 1, hợp chất 2, và alkanolamin.

Thời gian phản ứng, xét về việc tăng cường hiệu suất của sản phẩm cô đặc của hợp chất 2 và hợp chất 1, tốt hơn là 1,5 giờ hoặc dài hơn. Tốt hơn nữa là, 2 giờ hoặc dài hơn. Ngoài ra, xét về việc tăng cường hiệu suất của hợp chất 3, thời gian phản ứng tốt hơn là 4,5 giờ hoặc ngắn hơn, và tốt hơn nữa là 3 giờ hoặc ngắn hơn.

Xét về tổng của các nguyên liệu ban đầu (hợp chất 1, hợp chất 2, alkanolamin, và nước), thời điểm để bắt đầu phản ứng và kết thúc phản ứng là tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây.

Xét về alkanolamin, phương pháp để bổ sung hợp chất 2 cũng tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây.

Sử dụng kết hợp của dung môi phản ứng cũng tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng được mô tả trên đây.

Cũng có thể bổ sung ngoài alkanolamin vào hỗn hợp phản ứng thu được như được mô tả trên đây.

Phương pháp lưu giữ chế phẩm dạng lỏng và áp dụng

Liên quan đến phương pháp lưu giữ chế phẩm dạng lỏng, từ quan điểm kéo dài thời gian lưu giữ, nhiệt độ lưu giữ tốt hơn là 60°C hoặc thấp hơn và tốt hơn nữa là 50°C hoặc thấp hơn. Còn tốt hơn là 0°C hoặc lớn hơn. Bình chứa để lưu giữ là không có giới hạn cụ thể, và chúng có thể được làm từ thủy tinh, polypropylen, hoặc các dạng tương tự có thể được sử dụng.

Chế phẩm dạng lỏng thu được bằng phương pháp lưu giữ theo sáng chế chứa hợp chất 3 có công thức (3). ở sự mở vòng, hợp chất 3 trở thành hợp chất có hai nhóm hydroxyl, vì vậy, 1,3-(hydroxymetyl)ure (nó có thể còn được mô tả như N,N'-dimetylol ure). Chế phẩm dạng lỏng thu được bằng phương pháp lưu giữ theo sáng chế có các công dụng tương tự như phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng đã được đề cập ở trên.

Sau đây, các khía cạnh theo sáng chế được minh họa.

<1> Phương pháp sản xuất, bằng cách cho phản ứng hợp chất 1 có công thức (1) sau đây và hợp chất 2 có công thức (2) sau đây trong nước, chế phẩm dạng lỏng với pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 chứa hợp chất 3 có công thức (3) sau đây và nước, mà phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng chứa hợp chất tetrahydro-4H-1,3,5,-oxadiazin-4-on, trong đó

tỷ lệ nạp liệu mol của hợp chất 2 so với hợp chất 1, đó là, hợp chất 2/hợp chất 1, là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,7, và

phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15°C đến 50°C và độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 với sự có mặt của alkyl dietanolamin.

<2> Phương pháp sản xuất được mô tả trong <1>, trong đó, tỷ lệ nạp liệu mol của alkyl dietanolamin so với tổng của hợp chất 1 và hợp chất 2 (alkyl dietanolamin/(tổng của hợp chất 1 và hợp chất 2) là nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,100, tốt hơn nữa là 0,010 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,013 hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,050 hoặc thấp hơn, còn tốt hơn nữa là 0,025

hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,018 hoặc thấp hơn.

<3> Phương pháp sản xuất được mô tả trong <1> hoặc <2>, trong đó, phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 được thực hiện bằng cách bổ sung hợp chất 2 vào hỗn hợp chứa hợp chất 1, alkyl dietanolamin, và nước.

<4> Phương pháp sản xuất được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <3>, trong đó, tổng lượng nạp liệu của hợp chất 1 và hợp chất 2 tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 25 phần khối lượng, tốt hơn nữa là 6,0 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 11 phần khối lượng hoặc lớn hơn và còn tốt hơn nữa là 20 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 14 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước.

<5> Phương pháp sản xuất được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <4>, trong đó, lượng nạp liệu của alkyl dietanolamin tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 phần khối lượng, tốt hơn nữa là 0,3 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,5 phần khối lượng hoặc lớn hơn và còn tốt hơn nữa là 1,0 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn và còn tốt hơn nữa là 0,6 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước.

<6> Phương pháp sản xuất được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <5>, trong đó, lượng nạp liệu của nước tốt hơn là nằm trong khoảng từ 70 đến 95 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 75 phần khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 80 phần khối lượng hoặc lớn hơn và

còn tốt hơn nữa là 90 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 88 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước, và đối với trường hợp sử dụng nguyên liệu thô khác ngoài nước trong dạng dung dịch chứa nước, lượng nước được đưa vào bởi dung dịch chứa nước với hệ phản ứng còn được bao gồm trong lượng nước như dung môi phản ứng.

<7> Phương pháp sản xuất được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <6>, trong đó, thời gian phản ứng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 giờ đến 4,5 giờ, tốt hơn nữa là 1,5 giờ hoặc dài hơn, và còn tốt hơn nữa là 2 giờ hoặc dài hơn và còn tốt hơn nữa là 3 giờ hoặc ngắn hơn.

<8> Phương pháp sản xuất được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <7>, trong đó, lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng thu được tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,4% đến 30% khối lượng, tốt hơn nữa là 2,0% khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 2,5% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 3,2% khối lượng hoặc lớn hơn và còn tốt hơn nữa là 15% khối lượng hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 8,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

<9> Phương pháp sản xuất được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <8>, trong đó, alkyl dietanolamin tốt hơn là alkyl dietanolamin có nhóm alkyl có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là alkyl dietanolamin có nhóm alkyl có 1 nguyên tử cacbon, và còn tốt hơn nữa là N-metyl dietanolamin.

<10> Dung dịch lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng thu được bởi phương pháp sản xuất được mô tả theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <9>, trong đó, hợp chất 3, alkyl dietanolamin, và nước được chứa, lượng nước trong dung dịch lưu giữ tốt hơn là 70% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 75% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 80% khối lượng hoặc lớn hơn và còn tốt hơn là 95% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 90% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 88% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và pH là 10,0 hoặc lớn hơn và 12,5 hoặc thấp hơn, tốt hơn là 12,0 hoặc thấp hơn, và tốt hơn nữa là 11,5 hoặc thấp hơn.

<11> Dung dịch lưu giữ được mô tả trong <10>, trong đó, độ pH ở 20°C bằng hoặc lớn hơn 10,0, hoặc tốt hơn là 10,0 hoặc lớn hơn và 12,5 hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 12,0 hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 11,5 hoặc thấp hơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây được đưa ra để mô tả các phương án theo sáng chế.

Các ví dụ và các ví dụ so sánh đối với phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng

Điều chế chế phẩm A

450 g (7,50 mol) ure (hợp chất 1) và 3588 g nước chung cất được bổ sung vào bình ba cổ với khối lượng là 10 L. Bằng cách sử dụng cánh khuấy (ba cánh, đường kính 70 mm), được trộn trong 10 phút ở 200 vòng trên phút. Sau đó, 27,0 g (0,23 mol) của N-metyl dietanolamin được bổ sung, pH được điều chỉnh tới 11,3, và nhiệt độ được gia nhiệt tới 40°C. Sau đó, 305 g (3,75 mol

formaldehyt (hợp chất 2)) 37% formalin được bổ sung từng giọt trong 90 phút. Sau khi việc bổ sung từng giọt được hoàn thành, nó được lão hóa bằng cách tiếp tục khuấy trong 1 giờ. Sau khi làm mát tới nhiệt độ trong phòng, thu được chế phẩm A ở dạng lỏng với lượng rắn là 13,3% khối lượng. Tại thời điểm này, pH của chế phẩm A là 11,0 và lượng của hợp chất 2 là 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn liên quan đến lượng nạp liệu của nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước; tương tự được áp dụng như sau). Tỷ lệ nạp liệu mol của hợp chất 2 so với hợp chất 1, đó là, hợp chất 2/hợp chất 1, là 0,5, và tổng lượng của hợp chất 1 và hợp chất 2 là 12,87 phần khối lượng, nước là 86,5 phần khối lượng, và N-metyl dietanolamin là 0,63 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của nguyên liệu thô cung cấp. Trong khi đó, pH ở điểm bắt đầu phản ứng được mô tả trong bảng cho thấy pH của hệ phản ứng khi hợp chất 1 và hợp chất 2 ban đầu được đưa vào tiếp xúc với nhau, và pH ở điểm phản ứng cuối cho thấy pH của hệ phản ứng sau khi bổ sung từng giọt trong 90 phút và sự lão hóa trong 1 giờ, tương đương với pH của thể phẩm thu được ở ví dụ này (tương tự như sau). Lượng của hợp chất 2 được đo sau khi lão hóa trong 30 phút và 1 giờ. Lượng của hợp chất 2 là 0,8% khối lượng sau 30 phút và 0,6% khối lượng sau 1 giờ liên quan đến tổng nguyên liệu thô. Nó được xác nhận rằng lượng giảm của hợp chất 2 trong 30 phút là 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn liên quan đến tổng nguyên liệu thô. Nó được xác nhận rằng phản ứng được hoàn thành tại thời điểm của sự lão hóa trong 1 giờ.

Điều chế các chế phẩm B tới D và a tới d

Các chế phẩm được điều chế theo cách tương tự như chế phẩm A ngoại trừ lượng của hợp chất 1, hợp chất 2, và alkyl dietanolamin được thay đổi so với được mô tả trong bảng 1. Trong khi đó, hợp chất D được điều chế bằng cách bổ sung formalin trước vào bình và trộn theo theo cách tương tự như ure (phương pháp cung cấp trong bảng được mô tả như "tổng thể"). Để điều chế chế phẩm D, nó được xác nhận rằng lượng giảm của hợp chất 2 trong 30 phút tại điểm phản ứng cuối là 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn liên quan đến tổng nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước).

Điều chế các chế phẩm E, F và e đến g

Các chế phẩm được điều chế theo cách tương tự như chế phẩm B ngoại trừ nhiệt độ phản ứng được thay đổi so với nhiệt độ trong bảng 2. Trong bảng 2, các điều kiện và kết quả của chế phẩm B còn được mô tả.

Điều chế các chế phẩm h đến j

Các chế phẩm được điều chế theo cách tương tự như hợp chất B ngoại trừ N-metyl dietanolamin được thay đổi so với các hợp chất của bảng 3. Trong bảng 3, các điều kiện và kết quả của chế phẩm B còn được mô tả.

Điều chế chế phẩm k

Bằng cách hòa tan 13,5 g của 1,3-bis(hydroxymetyl)ure (sản phẩm sẵn có trên thị trường, thuốc thử được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) trong dạng bột trong 86,5 g nước chưng cất, chế phẩm Q với lượng rắn là 13,5% khối lượng (pH 7,4 ở 20°C) được sản xuất.

Lượng của hợp chất 3 trong bột sẵn có trên thị trường là 46,4% khối

lượng. Trong khi đó, trong chế phẩm Q, 1,3-bis(hydroxymetyl)ure có mối quan hệ cân bằng với cấu trúc của hợp chất 3.

Các hợp chất sau đây được sử dụng đối với mỗi hợp chất trong các bảng 1 đến 3.

- ure: được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử
- formalin: 37% khối lượng dung dịch chứa nước, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử
- N-metyl dietanolamin: được sản xuất bởi Nippon Nyukazai Co., Ltd., aminoalcohol MDA
- trietanolamin: được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử
- dietanolamin: được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử
- monoetanolamin: được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử

Lượng của sản phẩm cô đặc của hợp chất 2 và hợp chất 1

Theo phương pháp Karl Fisher, lượng nước trong chế phẩm dạng lỏng thu được, và khối lượng của các thành phần khác ngoài nước được xác định như lượng chất rắn. Lượng ure trong chế phẩm dạng lỏng thu được bởi phép sắc ký lỏng. Theo cách tương tự, lượng formaldehyt trong chế phẩm dạng lỏng thu được bởi phép sắc ký lỏng. Sau đó, lượng thu được bằng cách trừ các lượng của ure và formaldehyt từ lượng chất rắn được xác định như lượng sản phẩm cô đặc

của hợp chất 2 và hợp chất 1 trong chế phẩm dạng lỏng.

Xác định lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc

Một phần chế phẩm thu được (khoảng 20 g) được xác định như bột bằng cách sấy đông. Sau đó, bằng cách sử dụng 1% khối lượng dung dịch chứa nước của bột, lượng tetrahydro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-on, là hợp chất 3, trong bột thu được bởi phổ khối sắc ký lỏng (LC/MS). Cụ thể, từ vùng của đỉnh 120,0 (m/z) của hợp chất 3 bởi quang phổ khối lượng và vùng của mỗi đỉnh của phép sắc ký lỏng tương ứng với các đỉnh 192,1, 221,9, 285,9 và 316,0 (m/z) của sản phẩm cô đặc khác ngoài hợp chất 3, lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc thu được. Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc như được mô tả trong các bảng tương ứng với tỷ lệ của đỉnh của đơn phân tới tổng vùng đỉnh của đơn phân và đa phân trong chế phẩm dạng lỏng. Lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng thu được từ lượng chất rắn trong chế phẩm dạng lỏng, lượng của sản phẩm cô đặc trong chất rắn, và lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc.

⊙ Điều kiện đối với sự phân tích khối lượng sắc ký lỏng

Cột: Imtakt Union UK-Amino HT (chiều dài 150 mm và đường kính trong 2 mm) 3 μ

Nhiệt độ cột: 40°C

Pha động: 0,01 mol/L dung dịch chứa nước của amoni axetat, C axetonitril (phương pháp rửa giải gradient)

Thử nghiệm tính ổn định lưu giữ

Chế phẩm thu được được bổ sung vào bình 500 ml polypropylen và được lưu giữ ở 40°C. Một ngày sau, một tuần sau, một tháng sau, hoặc ba tháng sau khi bắt đầu lưu giữ, hình dạng bên ngoài được quan sát bằng mắt thường. Khi không có sự kết tủa hoặc độ đục nào trong chế phẩm, nó được đánh giá như A. Khi có độ đục, nó được đánh giá như B. Khi có sự kết tủa, nó được đánh giá như C.

Bảng 1

	Các ví dụ				Các ví dụ so sánh			
	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm
	A	B	C	D	a	b	c	d
Lượng cung cấp của hợp chất 1 (phần khối lượng)	10,3	8,65	7,45	8,65	12,15	6,36	5,15	4,27
Lượng cung cấp của hợp chất 2 (phần khối lượng)	2,57	4,32	5,60	4,32	0,61	6,36	7,72	8,54
Alkyl	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA
diethanolamin	0,63	0,53	0,45	0,53	0,74	0,78	0,63	0,69
Lượng cung cấp nước (lượng được bổ sung+lượng ban đầu từ các nguyên liệu	86,5	86,5	86,5	86,5	86,5	86,5	86,5	86,5

Điều kiện phản ứng

Độ pH phản ứng lúc bắt đầu	11,3	11,2	11,1	11,2	10,9	11,0	11,0	11,3
Độ pH phản ứng lúc kết thúc	11,0	11,1	10,6	11,1	10,7	9,9	8,9	7,7
Nhiệt độ (°C)	40	40	40	40	40	40	40	40
Phương pháp cung cấp	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Tổng thể	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt
Lượng nguyên liệu rắn so với 100 phần khối lượng của chế phẩm dạng lỏng (phần khối lượng)	13,3	13,1	13,0	12,9	13,1	13,0	13,1	13,0
Lượng sản phẩm cô đặc trong nguyên liệu rắn (% khối lượng)	48,3	92,5	60,3	90,1	11,1	45,8	28,4	18,9
Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc (% khối lượng)	50,2	59,8	47,0	26,0	8,9	26,3	15,6	9,9
Lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng	3,22	7,25	3,68	3,02	0,14	1,57	0,58	0,24

lông (% khối lượng)										
Tinh ổn định lưu giữ (40°C)	Sau 1 ngày	A	A	A	A	A	B	A	A	B
	Sau 1 tuần	A	A	A	A	A	C	B	B	C
	Sau 1 tháng	A	A	A	A	A	c	B	C	C
	Sau 3 tháng	A	A	A	A	A	c	C	C	C

Hợp chất 1: ure

Hợp chất 2: formaldehyt

MDEA: N-metyl dietanolamin

Trong phạm vi trong đó, tỷ lệ mol của của hợp chất 2 so với hợp chất 1, đó là, hợp chất 2/hợp chất 1, là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,7, có thể thấy rằng hợp chất 3 có hiệu suất và tính ổn định lưu giữ tuyệt vời.

Bảng 2

	Các ví dụ			Các ví dụ so sánh		
	Chế phẩm E	Chế phẩm B	Chế phẩm F	Chế phẩm e	Chế phẩm f	Chế phẩm g
Điều kiện phản ứng	Lượng cung cấp của hợp chất 1 (phần khối lượng)	8,65	8,65	8,65	8,65	8,65
	Lượng cung cấp của hợp chất 2 (phần khối lượng)	4,32	4,32	4,32	4,32	4,32
	Alkyl dietanolamin	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA
	Lượng cung cấp (phần khối lượng)	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53
	Lượng cung cấp nước (lượng được bổ sung+ lượng ban đầu từ các nguyên liệu khác) (phần khối lượng)	86,5	86,5	86,5	86,5	86,5
	Tổng lượng cung cấp của các nguyên liệu thô (phần khối lượng)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Tổng lượng cung cấp của hợp chất 1 và hợp chất 2 (phần khối lượng)	12,97	12,97	12,97	12,97	12,97	12,97
Lượng cung cấp của hợp chất 1 (mol)	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50
Lượng cung cấp của hợp chất 2 (mol)	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50
Lượng cung cấp alkyl dietanolamin (mol)	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23
Hợp chất 2/hợp chất 1 (tỷ lệ nạp liệu mol)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Alkyl dietanolamin/(hợp chất 1+hợp chất 2) (tỷ lệ nạp liệu mol)	0,015	0,015	0,015	0,015	0,015	0,015
Độ pH phản ứng lúc bắt đầu	11,2	11,2	11,1	10,8	11,1	11,0
Độ pH phản ứng lúc kết thúc	11,0	11,1	10,5	10,7	7,8	6,5
Nhiệt độ (°C)	20	40	50	5	60	80
Phương pháp cung cấp	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt

Lượng nguyên liệu rắn so với 100 phần khối lượng của chế phẩm dạng lỏng (phần khối lượng)	13,0	13,1	12,8	13,0	13,0	12,9
Lượng của sản phẩm cô đặc trong nguyên liệu rắn (% khối lượng)	88,9	92,5	82,2	10,3	48,7	31,9
Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm ngưng tụ (% khối lượng)	55,5	59,8	30,3	43,3	22,1	7,8
Lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	6,41	7,25	3,18	0,58	1,40	0,32
Tình ổn định lưu giữ (40°C)	Sau 1 ngày	A	A	A	A	B
	Sau 1 tuần	A	A	A	B	C
	Sau 1 tháng	A	A	A	C	C
	Sau 3 tháng	A	A	B	C	C

Hợp chất 1: ure

Hợp chất 2: formaldehyt

MDEA: N-metyl dietanolamin

Trong phạm vi trong đó, nhiệt độ phản ứng là 15°C hoặc lớn hơn và 50°C hoặc thấp hơn, có thể thấy rằng hợp chất 3 có hiệu suất và tính ổn định lưu giữ tuyệt vời.

Bảng 3

	Ví dụ	Các ví dụ so sánh			Ví dụ tham khảo
		Chế phẩm h	Chế phẩm i	Chế phẩm j	
	Chế phẩm B				Chế phẩm k
	8,65	8,56	8,69	4,38	13,5% khối
Lượng cung cấp của hợp chất 1 (phần khối lượng)	4,32	4,29	4,34	8,76	lượng dung
Lượng cung cấp của hợp chất 2 (phần khối lượng)	MDEA	TEA	DEA	MEA	dịch chứa
Loại	0,53	0,65	0,47	0,36	nước của
Lượng cung cấp (phần khối lượng)	86,5	86,5	86,5	86,5	sản phẩm
Lượng cung cấp nước (lượng được bổ sung+ lượng ban đầu từ các nguyên liệu khác) (phần khối lượng)	100,0	100,0	100,0	100,0	sẵn có trên
Tổng lượng cung cấp của các nguyên liệu thô (phần khối lượng)					thị trường
					(bột)

Điều kiện phản ứng

Tổng lượng cung cấp của hợp chất 1 và hợp chất 2 (phần khối lượng)	12,97	12.85	13,03	13,14
Lượng cung cấp của hợp chất 1 (mol)	7,50	7,50	7,50	7,50
Lượng cung cấp của hợp chất 2 (mol)	7,50	7,50	7,50	7,50
Lượng cung cấp alkyl dietanol amin (mol)	0,23	0,23	0,23	0,23
Hợp chất 2/hợp chất 1 (tỷ lệ nạp liệu mol)	1,0	1,0	1,0	1,0
Alkyl dietanolamin/(hợp chất 1 + hợp chất 2) (tỷ lệ nạp liệu mol)	0,015	0,015	0,015	0,015
Độ pH phản ứng lúc bắt đầu	11,2	8.8	10,5	12,0
Độ pH phản ứng lúc kết thúc	11,1	8,6	8,9	8.8
Nhiệt độ (°C)	40	40	40	40
Phương pháp cung cấp	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt	Bổ sung từng giọt

Lượng nguyên liệu rắn so với 100 phần khối lượng của chế phẩm dạng lỏng (phần khối lượng)		13,1	13,0	13,0	13,1	-
Lượng sản phẩm ngưng tụ trong nguyên liệu rắn (% khối lượng)		92,5	78,1	72,3	52,2	-
Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm ngưng tụ (% khối lượng)		59,8	1,3	12,2	22,7	(46,4)* ²
Lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)		7,25	0,13	1,14	1,55	-
Tính ổn định lưu giữ (40°C)	Sau 1 ngày	A	C	A	A	A
	Sau 1 tuần	A	C	B	B	B
	Sau 1 tháng	A	C	C	B	C
	sau 3 tháng	A	C	C	C	C

*1 Các hợp chất khác ngoài alkyl dietanolamin trong các ví dụ so sánh còn được mô tả trong cột,

*2 cho thấy lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm bột sẵn có trên thị trường.

Hợp chất 1: ure

Hợp chất 2: formaldehyt

MDEA: N-metyl dietanolamin

TEA: trietanolamin

DEA: dietanolamin

MEA: monoetanolamin

Có thể thấy rằng hợp chất 3 có hiệu suất và tính ổn định lưu giữ tuyệt vời khi alkyl dietanolamin được sử dụng và pH là 10,0 hoặc lớn hơn tại thời điểm phản ứng.

Có thể thấy rằng lượng của hợp chất 3 như sản phẩm bột sẵn có trên thị trường được mô tả trong ví dụ tham khảo là 46,4% khối lượng và chế phẩm dạng lỏng thu được bằng cách sử dụng sản phẩm bột sẵn có trên thị trường có pH là 7,4 và tính ổn định lưu giữ kém.

Các ví dụ thử nghiệm

Chất làm sạch thép được điều chế bằng cách sử dụng các thành phần được mô tả trong bảng 4, và đặc tính làm sạch thép được đánh giá.

<Điều chế chất làm sạch thép>

(1) Điều chế chất làm sạch A

Dưới dạng tỷ lệ trong chất làm sạch cuối cùng, 1,0% khối lượng polyoxyetylen (được bổ sung 2 mol trung bình)-2-etyl hexyl ete, 5,0% khối lượng natri polyacrylat (trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng là 6000), 13,0% khối lượng của chế phẩm B (tương ứng với 2,0% khối lượng của hợp chất 3), và 61,0% khối lượng nước được trộn với mỗi thành phần để điều chế dung dịch chứa nước. Sau đó, dưới dạng tỷ lệ trong chất làm sạch cuối cùng, 20,0% khối lượng natri hydroxit được bổ sung vào dung dịch chứa nước và được trộn để thu được chất làm sạch A.

(2) Điều chế chất làm sạch so sánh B

Chất làm sạch B được điều chế theo cách tương tự như chất làm sạch A ngoại trừ natri etylenediamin tetraaxetat, được biết đến như chất chelat, được sử dụng với một lượng là 2,0% khối lượng thay vì của chế phẩm B và tỷ lệ nước được đặt ở 72,0% khối lượng.

(3) Điều chế chất làm sạch so sánh C

Chất làm sạch so sánh C được điều chế theo cách tương tự như chất làm sạch A ngoại trừ chế phẩm B và natri etylenediamin tetraaxetat không được bổ sung và tỷ lệ nước được đặt ở 74,0% khối lượng.

<Đánh giá đặc tính làm sạch>

Miếng thép (10 cm × 15 cm) được gắn chặt với đầu ép góc bazơ tổng hợp được rửa bằng cách ngâm trong dung dịch chứa nước của chất làm sạch đã được pha loãng 20 lần (nhiệt độ của dung dịch làm sạch: 60°C, và thời gian ngâm: 1 giây). Sau đó, sau khi hoàn thành sự làm sạch điện phân (nhiệt độ của dung dịch

làm sạch: 60°C, thời gian điện phân: 1 giây (0,5 giây cho mỗi +/-), và mật độ hiện tại 10 A/dm² (điện cực âm ban đầu được sử dụng như sắt để làm sạch)), nó được rửa với một lượng vừa đủ của nước chảy. Sau đó, vùng của bề mặt thép được làm ẩm bằng nước được đo và đặc tính làm sạch được đánh giá. Vùng được làm ẩm bằng nước là gần như 100%, cho thấy đặc tính làm sạch cao hơn.

Bảng 4

			Các ví dụ thử nghiệm		
			Chất làm sạch A	Chất làm sạch so sánh B	Chất làm sạch so sánh
Chất làm sạch thép	Thành phần hợp chất (% khối lượng)	Natri hydroxit	20,0	20,0	20,0
		Polyoxyetylen (được bổ sung 2 mol trung bình)-2-etyl hexyl ete	1,0	1,0	1,0
		Natri polyacrylat	5,0	5,0	5,0
		Chế phẩm B (2,0 như hợp chất 3)	13,0	-	-
		EDTA-4Na	-	2,0	-
		Nước	61,0	72,0	74,0
Đặc tính làm sạch thép (%)			95	89	48

Có thể thấy rằng chất làm sạch A có đặc tính làm sạch tốt hơn so với các

chất làm sạch so sánh B và C, và chế phẩm thu được bởi phương pháp sản xuất theo sáng chế có thể được sử dụng như chất chelat của chất làm sạch.

Ví dụ và ví dụ so sánh liên quan đến phương pháp lưu giữ chế phẩm dạng lỏng

<Điều chế chế phẩm 2b>

Bằng cách hòa tan 13,0 g 1,3-bis(hydroxymetyl)ure (sản phẩm sẵn có trên thị trường, thuốc thử được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) trong dạng bột trong 87,0 g nước chung cất, chế phẩm 2b có lượng rắn là 13,0% khối lượng (pH 7,4 ở 20°C) được sản xuất.

Lượng của hợp chất 3 trong bột sẵn có trên thị trường là 46,4% khối lượng. Trong khi đó, trong chế phẩm 2b, 1,3-bis(hydroxymetyl)ure có mối quan hệ cân bằng với cấu trúc của hợp chất 3.

<Điều chế các chế phẩm 2A đến 2E và 2a>

Việc điều chế được thực hiện theo cách tương tự như chế phẩm 2b ngoại trừ alkanolamin được mô tả trong bảng 6 được sử dụng với một lượng được mô tả trong bảng 6.

<Điều chế chế phẩm 2c>

Chế phẩm dạng lỏng được điều chế bằng cách thực hiện tương tự như việc điều chế chế phẩm 2b tiếp theo bằng cách bổ sung 0,05 g axit axetic.

<Điều chế chế phẩm 2d>

Chế phẩm dạng lỏng được điều chế bằng cách thực hiện tương tự như việc điều chế chế phẩm 2b tiếp theo bằng cách bổ sung 0,02 g của 48% dung

dịch chứa nước natri hydroxit (0,01 g natri hydroxit).

<Điều chế chế phẩm 2I>

450 g (7,50 mol) của ure (hợp chất 1) và 3588 g nước chung cất được bổ sung vào bình ba cổ với khối lượng là 10 L. Bằng cách sử dụng cánh khuấy (ba cánh, đường kính 70 mm), được trộn trong 10 phút ở 200 vòng trên phút. Sau đó, 27,0 g (0,23 mol) N-metyl dietanolamin được bổ sung, pH được điều chỉnh tới 11,3, và nhiệt độ được gia nhiệt tới 40°C. Sau đó, 305 g (3,75 mol formaldehyt (hợp chất 2)) của 37% formalin được bổ sung từng giọt trong 90 phút. Sau khi hoàn thành việc bổ sung từng giọt, nó được lão hóa bằng cách tiếp tục khuấy trong 1 giờ. Sau khi làm mát tới nhiệt độ trong phòng, chế phẩm 2I với lượng rắn là 13,3% khối lượng thu được. Tại thời điểm này, pH của chế phẩm 2I là 11,0 và lượng của hợp chất 2 là 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn liên quan đến lượng nạp liệu của nguyên liệu thô (hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước; tương tự như sau). Tỷ lệ nạp liệu mol của hợp chất 2 so với hợp chất 1, đó là, hợp chất 2/hợp chất 1, là 0,5, tổng lượng của hợp chất 1 và hợp chất 2 là 12,87 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của nguyên liệu thô cung cấp, nước là 86,5 phần khối lượng, và N-metyl dietanolamin là 0,63 phần khối lượng. Trong khi đó, pH tại điểm phản ứng bắt đầu được mô tả trong bảng cho thấy pH của hệ phản ứng khi hợp chất 1 và hợp chất 2 ban đầu được đưa vào tiếp xúc với nhau, và pH tại điểm phản ứng kết thúc cho thấy pH của hệ phản ứng khi lượng của hợp chất 2 là 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn liên quan đến tổng lượng của các nguyên liệu ban đầu, và nó tương ứng với pH của thể phẩm thu được ở ví dụ

này.

<Điều chế các chế phẩm 2F, 2G, 2H, 2J, và 2K>

Việc điều chế được thực hiện theo cách tương tự như chế phẩm 2I ngoại trừ lượng của hợp chất 1, hợp chất 2, và metyl dietanolamin và nhiệt độ phản ứng được thay đổi so với bảng 5. Tuy nhiên, chế phẩm 2F được điều chế bằng cách bổ sung trước formalin vào bình tiếp theo bằng cách trộn theo cách tương tự như ure.

Bảng 5

		Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm
		2F	2G	2H	2I	2J	2K
Lượng cung cấp của hợp chất 1 (phần khối lượng)		8,65	8,65	7,45	10,3	8,65	8,65
Lượng cung cấp của hợp chất 2 (phần khối lượng)		4,32	4,32	5,60	2,57	4,32	4,32
Alkyl dietanolamin	Loại	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA
	Lượng cung cấp (phần khối lượng)	0,53	0,53	0,45	0,63	0,53	0,53
Lượng được bổ sung của nước (lượng được bổ sung + lượng ban đầu từ các nguyên liệu khác) (phần khối lượng)		86,5	86,5	86,5	86,5	86,5	86,5
Tổng lượng cung cấp của nguyên liệu thô (phần khối lượng)		100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Điều kiện phản ứng		12,97	12,97	13,05	12,87	12,97	12,97

lượng)									
Lượng cung cấp của hợp chất 1 (mol)	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50
Lượng cung cấp của hợp chất 2 (mol)	7,50	7,50	11,25	3,75	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50
Lượng cung cấp alkyl dietanolamin (mol)	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23
Hợp chất 2/hợp chất 1 (tỷ lệ nạp liệu mol)	1,0	1,0	1,5	0,5	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Alkyl dietanol amin/(hợp chất 1 + hợp chất 2) (tỷ lệ nạp liệu mol)	0,015	0,015	0,012	0,020	0,015	0,015	0,015	0,015	0,015
Độ pH phản ứng lúc bắt đầu	11,2	11,1	11,1	11,3	11,1	11,2	11,2	11,2	11,2
Độ pH phản ứng lúc kết thúc	11,1	10,5	10,6	11,0	10,5	11,0	11,0	11,1	11,1
Nhiệt độ (°C)	40	50	40	40	50	40	20	40	40
Phương pháp cung cấp	Tổng thể	Bổ sung	Bổ sung	Bổ sung	Bổ sung	Bổ sung	Bổ sung	Bổ sung	Bổ sung
		từng giọt	từng giọt	từng giọt	từng giọt	từng giọt	từng giọt	từng giọt	từng giọt

Chế phẩm lỏng	Lượng nguyên liệu rắn trong chế phẩm dạng lỏng(% khối lượng)	12,9	12,8	13,0	13,3	13,0	13,1
	Lượng sản phẩm cô đặc trong nguyên liệu rắn(% khối lượng)	90,1	82,2	60,3	48,3	88,9	92,5
	Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc(% khối lượng)	26,0	30,3	47,0	50,2	55,5	59,8
	Lượng sản phẩm cô đặc trong chế phẩm dạng lỏng(% khối lượng)	11,6	10,5	7,8	6,4	11,6	12,1
	Lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng(% khối lượng)	3,0	3,2	3,7	3,2	6,4	7,3

Các hợp chất sau đây được sử dụng đối với mỗi hợp chất trong bảng 5.

Hợp chất 1: ure, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử

Hợp chất 2: formalin, 37% khối lượng dung dịch chứa nước, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử

MDEA: N-metyl dietanolamin, được sản xuất bởi Nippon Nyukazai Co., Ltd., aminoalcohol MDA

Việc xác định lượng sản phẩm cô đặc của hợp chất 2 và hợp chất 1, lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc, và các điều kiện đối với sự phân tích khối sắc ký lỏng là tương tự như được mô tả trên đây.

<Các chế phẩm 2L đến 2R và 2f>

Việc điều chế được thực hiện theo cách tương tự như chế phẩm 2b bằng cách sử dụng 1,3-bis(hydroxymetyl)ure (sản phẩm sẵn có trên thị trường, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử) trong dạng bột với lượng được mô tả trong bảng 8, metyl dietanolamin, và nước chưng cất.

Thử nghiệm tính ổn định lưu giữ được thực hiện theo cách tương tự như trên. Tuy nhiên, thử nghiệm sau ba tháng không được thực hiện.

Bảng 6

	Các ví dụ								Các ví dụ so sánh			
	Chế phẩm 2A	Chế phẩm 2B	Chế phẩm 2C	Chế phẩm 2D	Chế phẩm 2E	Chế phẩm 2a	Chế phẩm 2b	Chế phẩm 2c	Chế phẩm 2d			
Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm ngưng tụ (% khối lượng)	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0			
Lượng của sản phẩm cô đặc khác trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0			
Tổng lượng của sản phẩm cô đặc trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0			
Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc (% khối lượng)	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4			

Chế phẩm

Chất điều chỉnh độ pH như amin	Loại	MDEA	TEA	DEA	MEA	MDEA	-	Axit axetic	NaOH
	Lượng trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,01	-	0,05	0,01
Nước (% khối lượng)		87,0	87,0	87,0	87,0	87,0	86,5	87,0	87,0
Tỷ lệ khối lượng của alkanol amin/hợp chất 3		0,02	0,02	0,02	0,02	0,002	-	-	-
Độ pH		10,8	10,3	10,9	11,2	9,1	7,4	5,2	12,2
Tính ổn định lưu giữ (40°C)	Sau 1 ngày	A	A	A	A	A	A	C	A
	Sau 1 tuần	A	A	A	A	A	B	C	A
	Sau 1 tháng	A	A	A	B	C	C	c	C

MDEA: N-metyl dietanolamin, được sản xuất bởi Nippon Nyukazai Co., Ltd., aminoalcohol MDA

TEA: trietanolamin, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử

DEA: dietanolamin, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử

MEA: monoetanolamin, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử

Axetic axit: được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử

NaOH: natri hydroxit, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., thuốc thử

Bảng 7

	Các ví dụ					
	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm
	2F	20	2H	21	2J	2K
Lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	3,0	3,2	3,7	3,2	6,4	7,3
Lượng của sản phẩm cô đặc khác trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	8,6	7,3	4,1	3,2	5,2	4,8
Tổng lượng của sản phẩm cô đặc trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	11,6	10,5	7,8	6,4	11,6	12,1
Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc (% khối lượng)	26,0	30,3	47,0	50,2	55,5	59,8
Chất điều chỉnh độ pH như alkanol	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA
Loại						
Chế phẩm	0,5	0,5	0,5	0,6	0,5	0,5

Tính ổn định lưu giữ (40 °C)	amin								
	Nước (% khối lượng)	87,2	87,1	87,0	86,7	87,0	86,9		
	Tổng tỷ lệ của alkanol amin/hợp chất 3	0,17	0,16	0,14	0,19	0,08	0,07		
	Độ pH	11,1	10,5	10,6	11,0	11,0	11,1		
	Sau 1 ngày	A	A	A	A	A	A		
	Sau 1 tuần	A	A	A	A	A	A		
	Sau 1 tháng	B	A	A	A	A	A		

MDEA: N-metyl dietanolamin, được sản xuất bởi Nippon Nyukazai Co.,
Ltd., aminoalcohol MDA

Bảng 8

	Các ví dụ							Ví dụ so sánh
	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	Chế phẩm	
	2 L	2M	2N	2O	2P	2Q	2R	2f
Lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	1,4	2,8	6,0	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6
Lượng của sản phẩm cô đặc khác trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	1,6	3,2	7,0	6,4	6,4	6,4	6,4	6,4
Tổng lượng sản phẩm cô đặc trong chế phẩm dạng lỏng (% khối lượng)	3,0	6,0	13,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0
Lượng của hợp chất 3 trong sản phẩm cô đặc (% khối lượng)	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4	46,4

Chế phẩm

Chất điều chỉnh	Loại	độ pH	như	Lượng trong chế phẩm dạng	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA	MDEA
Tinh ổn định lưu giữ	(40°C)	alkanol amin	lỏng (% khối lượng)	Nước (% khối lượng)	91,0	88,0	86,4	85,0	82,0	76,0	73,0	64,0	24,0
Tỷ lệ khối lượng của alkanol amin/hợp chất 3	Độ pH	11,2	11,2	10,8	11,1	1,2	1,3	2,14	2,68	4,29	11,1	B	C
Sau 1 ngày	Sau 1 tuần	Sau 1 tháng	A	B	A	A	A	A	A	A	A	A	A

MDEA: N-metyl dietanolamin, được sản xuất bởi Nippon Nyukazai Co., Ltd., aminoalcohol MDA

Từ bảng 6 đến bảng 8, có thể thấy rằng, khi alkanolamin được chứa, lượng nước trong sản phẩm cô đặc là 70% khối lượng hoặc lớn hơn, và pH là 9,5 hoặc lớn hơn và 12,5 hoặc thấp hơn, cho thấy tính ổn định lưu giữ tuyệt vời.

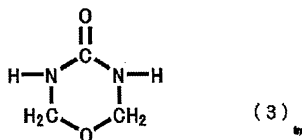
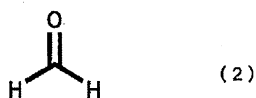
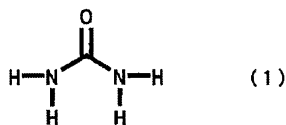
Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng có độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 và chứa hợp chất 3 có công thức (3) dưới đây và nước, bằng cách cho hợp chất 1 có công thức (1) dưới đây phản ứng với hợp chất 2 có công thức (2) dưới đây trong nước, trong đó phương pháp này là phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng chứa hợp chất tetrahydro-4H-1,3,5,-oxadiazin-4-on, trong đó:

tỷ lệ nạp liệu mol của hợp chất 2 so với hợp chất 1, đó là, hợp chất 2/hợp chất 1, nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,7, và

phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15°C đến 50°C và độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 với sự có mặt của alkyl dietanolamin.

[Công thức hóa học 1]



2. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm 1, trong đó tỷ lệ nạp liệu mol của alkyl dietanolamin so với tổng lượng của hợp chất 1 và hợp chất 2, alkyl dietanolamin/(tổng của hợp chất 1 và hợp chất 2), là nằm trong khoảng từ

0,005 đến 0,10.

3. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm 1 hoặc 2, trong đó phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 được thực hiện bằng cách bổ sung hợp chất 2 vào hỗn hợp chứa hợp chất 1, alkyl dietanolamin, và nước.

4. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó tổng lượng nạp liệu của hợp chất 1 và hợp chất 2 là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 25 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước.

5. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó lượng nạp liệu của alkyl dietanolamin là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước.

6. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó lượng nạp liệu của nước là nằm trong khoảng từ 70 đến 95 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của tổng lượng của hợp chất 1, hợp chất 2, alkyl dietanolamin, và nước.

7. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó thời gian phản ứng là nằm trong khoảng từ 1 giờ đến 4,5 giờ.

8. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó lượng của hợp chất 3 trong chế phẩm dạng lỏng thu được là nằm trong khoảng từ 1,4% đến 30% khối lượng.

9. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó alkyl dietanolamin là N-metyl dietanolamin.
10. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó phản ứng giữa hợp chất 1 và hợp chất 2 được thực hiện ở độ pH bằng hoặc thấp hơn 13,0.
11. Dung dịch lưu giữ của chế phẩm dạng lỏng thu được bởi phương pháp sản xuất chế phẩm dạng lỏng theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó dung dịch lưu giữ chứa hợp chất 3, alkyl dietanolamin, và nước, trong đó lượng nước trong dung dịch lưu giữ bằng hoặc lớn hơn 70% khối lượng, và độ pH nằm trong khoảng từ 10,0 đến 12,5.
12. Dung dịch lưu giữ theo điểm 11, trong đó độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0 ở 20°C.