



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

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

(11)



1-0023662

(51)⁷ **C02F 1/68**; C08C 19/22; C08F 16/00; (13) **B**
C08F 18/22; C08F 20/34; C08F 20/42;
C08L 43/00; C08F 22/22; C08F 220/56;
C08F 26/00; C08F 8/30; C08F 8/44;
C08L 39/00; C08L 41/00; B03D 1/001;
C08F 20/56

(21) 1-2013-01906

(22) 19/12/2011

(86) PCT/US2011/065718 19/12/2011

(87) WO2012/087862 28/06/2012

(30) 61/425.555 21/12/2010 US

(45) 25/05/2020 386

(43) 25/09/2013 306A

(73) CYTEC TECHNOLOGY CORP. (US)

300 Delaware Avenue, Wilmington, Delaware 19801, United State of America

(72) Morris LEWELLYN (US); Alan, S. ROTHENBERG (US); Haunn-Lin, Tony CHEN (US); Lino, G. MAGLIOCCO (US); Thomas, P. SASSI (US)

(74) Công ty TNHH Tư vấn Phạm Anh Nguyên (ANPHAMCO CO.,LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỆ VI PHÂN TÁN POLYME HYDROXAMAT

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hệ vi phân tán chứa polyme đã hydroxamat bằng cách cho phản ứng các vi phân tán nước trong dầu có polyme vinyl chứa một hoặc nhiều nhóm bên phản ứng với hydroxylamin, với hydroxamin dạng bazơ tự do về cơ bản không chứa muối vô cơ và chứa ít hơn 500ppm hydrazin.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hệ vi phân tán polyme hydroxamat và phương pháp sản xuất chúng, đồng thời, sáng chế cũng đề cập đến việc sử dụng chúng như chất kết tụ, cụ thể là trong quy trình Bayer.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Polyme chứa nhóm hydroxamat đã được biết đến là đặc biệt hữu ích cho quá trình keo tụ bùn đỏ sinh ra trong quy trình Bayer, xem US 4767540. US 6020418 bộc lộ phương pháp sản xuất polyme hydroxamat như là hệ vi phân tán nước trong dầu. Hệ vi phân tán polyme hydroxamat là polyme có trọng lượng phân tử cao trong đó nhóm chức hydroxamat được sinh ra bởi phản ứng của nhóm chức có hoạt tính phù hợp trong polyme, thường là một amit từ mỗi đơn vị monome acrylamit trong polyme, với muối hydroxylamin, thường là hydroxylamin sulfat, ở pH cao. Đã biết quy trình này đòi hỏi việc sử dụng một bazơ để chuyển muối hydroxylamin thành hydroxylamin tự do phản ứng với nhóm chức có hoạt tính trong polyme và nước vừa đủ để hòa tan sản phẩm phụ là muối vô cơ, hệ vi phân tán polyme hydroxamat thu được được pha loãng hoàn toàn so với hệ phân tán polyme chính ban đầu. Nhu cầu sản xuất hệ phân tán polyme hydroxamat nồng độ cao hơn, điều này dẫn đến một quy trình sản xuất hiệu quả cao hơn với năng suất cao hơn cho các polyme. Điều này cũng có nghĩa là sẽ ít hơn các nguyên liệu cần phải xử lý và vận chuyển cho các polyme cần thiết trong ứng dụng này. Một vấn đề tồn tại khác khác đối với công nghệ hiện tại sử dụng muối hydroxylamin là hệ phân tán có chứa một lượng đáng kể sản phẩm phụ là muối, thường là natri sulfat hoặc natri clorua. Thật vậy, với mỗi nhóm hydroxamat có mặt trong polyme, một đương lượng muối vô cơ được tạo thành. Các muối vô cơ là các tạp chất không mong muốn trong quy trình Bayer gây ra vấn đề đóng cặn trong các nhà máy và gây ra sự ăn mòn chất lỏng ngưng Bayer. Các tạp chất này tích tụ do chất lỏng ngưng được hồi lưu và có thể làm chậm quá trình thu hồi nhôm từ dung dịch, đóng vai trò như các mẫu cho sự kết tinh alumin silicat đồng kết tủa với alumin trihydrat, gây ra sự lắng đọng cặn trên thiết bị (đặc biệt là trong thiết bị nhiệt làm giảm hiệu quả bay hơi), tất cả điều này dẫn đến yêu cầu tăng kích thước nhà máy để phù hợp với sự tuần hoàn tăng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất hệ vi phân tán polyme hydroxamat và hệ vi phân tán polyme hydroxamat khắc phục các vấn đề tồn tại này.

Các tác giả nhận thấy rằng những vấn đề hạn chế này có thể được loại bỏ bằng cách sử dụng hydroxylamin dạng bazơ tự do thay cho muối hydroxylamin. Hydroxylamin dạng bazơ tự do là $\text{NH}_2\text{-OH}$. Hydroxylamin dạng bazơ sẵn có trên thị trường, ví dụ là một dung dịch nước 50%, nhưng cũng có thể được sản xuất từ muối bằng phương pháp trao đổi ion. Tuy nhiên, các tác giả nhận thấy rằng khi hệ vi phân tán nước trong dầu polyacrylamit phản ứng với hydroxylamin dạng bazơ tự do có trên thị trường, polyme hydroxamat thu được có độ nhớt dung dịch trong nước thấp, làm cho polyme hydroxamat không hiệu quả khi làm chất kết tụ trong quy trình Bayer. Điều quan trọng đối với hiệu suất tốt trong quá trình keo tụ bùn đỏ trong quy trình Bayer là polyme hydroxamat có trọng lượng phân tử cao mà không cần phân nhánh hoặc liên kết ngang đáng kể cho khả năng hòa tan tốt và mở rộng mạch trong dung dịch, được đặc trưng bởi độ nhớt dung dịch cao. Các tác giả phát hiện ra rằng tạp chất hydrazin có trong dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do có trên thị trường là nguyên nhân tạo ra độ nhớt dung dịch polyme hydroxamat giảm. Phân tích các lô khác nhau các dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do 50% cho thấy hàm lượng hydrazin nằm trong khoảng 500-1200 ppm trong dung dịch hoặc 1000-2400 ppm tính theo hydroxylamin. Không muốn bị ràng buộc bởi bất kỳ lý thuyết nào, các tác giả khẳng định rằng dưới các điều kiện của phản ứng hydroxamat, hydrazin cũng phản ứng với nhóm chức amit và dẫn đến độ nhớt dung dịch giảm, do sự liên kết ngang.

Do đó, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hệ vi phân tán có ít nhất một polyme hydroxamat, bao gồm phản ứng a) hệ vi phân tán nước trong dầu bao gồm một pha liên tục của một loại dầu, một chất nhũ hóa và một pha nước không liên tục gồm polyme vinyl có chứa một hoặc nhiều nhóm bên phản ứng với hydroxylamin, với b) hydroxylamin dạng bazơ tự do về cơ bản không có sản phẩm phụ là muối và chứa ít hơn 500 ppm hydrazin tính theo hydroxylamin.

Phương pháp theo sáng chế cho phép thu được hệ vi phân tán chứa polyme hydroxamat về cơ bản không có sản phẩm phụ là muối. Do đó, sáng chế đề cập đến hệ vi phân tán bao gồm ít nhất một polyme vinyl hydroxamat và ít hơn 1 đương lượng sản

phẩm phụ là muối trên mỗi đương lượng của nhóm hydroxamat có mặt trong polyme và đề cập đến các ứng dụng khác nhau và phương pháp sử dụng hệ vi phân tán này.

Sáng chế đề cập đến quá trình loại bỏ các chất rắn lơ lửng khỏi quá trình thu hồi nhôm trong đó hệ vi phân tán polyme hydroxamat theo sáng chế này, hoặc thu được theo phương pháp của sáng chế này được sử dụng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Ví dụ về polyme vinyl hữu ích trong sáng chế này là polyme chứa các nhóm bên phản ứng với hydroxylamin, ví dụ polyme này được sản xuất từ monome vinyl như axit không bão hòa như acrylic, metacrylic, axit crotonic, v.v.; este axit như metyl acrylat, etyl acrylat, t-butyl acrylat, và este metacrylat tương ứng; dimethylaminoethyl metacrylat; acrylat dimethylaminoethyl và các muối bậc bốn của chúng; metyl crotonat; polyme anhydrit maleic và các este của chúng, và các chất tương tự; polyme nitril như polyme được sản xuất từ acrylonitril, v.v.; polyme amit được sản xuất từ acrylamit, metacrylamit và các chất tương tự. Các monome vinyl ở trên cũng có thể được đồng trùng hợp với nhau hoặc với bất kỳ anion, monome cation hoặc không ion, hoặc hỗn hợp của chúng.

Polyme vinyl thích hợp là (co)polyme của acrylamit, metacrylamit, axit acrylic, axit metacrylic, este acrylic và/hoặc este metacrylic. Thuật ngữ (co)polyme có nghĩa là để chỉ polyme đồng nhất cũng như đồng trùng hợp các monome đề cập ở trên cũng như đồng trùng hợp với các monome khác không chứa nhóm bên sẽ phản ứng với hydroxylamin, cho ví dụ như styren. Đồng trùng hợp thích hợp nhất là (co)polyme của acrylamit, axit acrylic và/hoặc este acrylic. Đặc biệt thích hợp là (co)polyme acrylamit. Polyme chứa các nhóm este thích hợp cho hydroxamat cũng có thể được tạo ra bằng cách este hóa các nhóm axit carboxylic bằng các tác nhân alkyl hóa như dimetyl sulfat hoặc metyl clorua. Ví dụ, este acrylic có thể được tạo ra bằng cách đồng trùng hợp hoặc este hóa sau trùng hợp các phần còn lại của axit acrylic.

Polyme vinyl hữu ích trong quá trình theo sáng chế thường có trọng lượng phân tử cao. Tốt hơn là polyme vinyl có trọng lượng phân tử trung bình ít nhất là 1×10^6 , tốt hơn ít nhất là 5×10^6 và tốt nhất ít nhất là 10×10^6 .

Thuật ngữ hệ vi phân tán được sử dụng trong sáng chế này bao gồm các dạng bất kỳ như vi nhũ tương, nhũ tương, vi huyền phù (các hạt nhỏ lơ lửng trong nước).

Bất kỳ chất nhũ hóa nào có hiệu quả như để cung cấp đường kính trung bình thích hợp của monome có chứa các giọt siêu nhỏ và để ngăn chặn polyme vinyl thu được có chứa các giọt siêu nhỏ, thường có kích thước đường kính trung bình khoảng từ 0,02 đến khoảng 50 micron, tốt hơn là từ khoảng 0,1 đến khoảng 10 micron, và tốt nhất là từ 0,2 đến khoảng 5 micron, không bị kết tụ có thể được sử dụng trong quá trình theo sáng chế. Các chất nhũ hóa là hệ vi phân tán của polyme vinyl hydroxamat vẫn còn là dòng chảy tự do tức là chảy không có sự kết tụ của các dung dịch chứa các giọt siêu nhỏ của polyme đã gel hóa sao cho nó không có khả năng chảy, ví dụ trong trường hợp xấu nhất, hóa rắn một khối gel.

Các chất nhũ hóa thích hợp cho mục đích điều chế hệ vi phân tán nước trong dầu của các polyme vinyl được hydroxamat chứa các amin béo etoxylat; các alkanolamit của các axit béo, các sản phẩm phản ứng axit béo imidazol, các sản phẩm ngưng tụ axit béo alkanolamin; các este béo sorbitan, và những chất tương tự. Chất nhũ hóa thích hợp được chọn để tạo ra và duy trì các polyme chứa các giọt siêu nhỏ khác nhau, kích thước từ khoảng 0,02 đến khoảng 50 micron.

Có thể bổ sung một lượng chất nhũ hóa giống và khác nhau để nhũ tương được hydroxamat để duy trì tính toàn vẹn của nhũ tương trong suốt quá trình hydroxamat, tức là nhũ tương phải được giữ ổn định và không bị gel trong và sau phản ứng hydroxamat.

Bất kỳ loại dầu hydrocacbon đã biết nào có thể được sử dụng trong việc tạo ra hệ vi phân tán của polyme được hydroxamat bao gồm isoparafinic, hydrocacbon thường hoặc vòng như benzen, xylen, toluen, dầu nhiên liệu, dầu hỏa, nhiên liệu lỏng chứa khoáng sản không mùi, và hỗn hợp của chúng.

Tỷ lệ pha nước với pha hydrocacbon trong hệ vi phân tán tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến khoảng 3,5:1, và tốt hơn nữa là xấp xỉ 2,5:1.

Quy trình sản xuất tiền chất hệ vi phân tán polyme vinyl được biết đến rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này và có thể được lấy từ bất kỳ Patent nào của Hoa Kỳ như 4521317 và 4147681, các sáng chế này đã chỉ ra quy trình sản xuất các hệ vi phân tán.

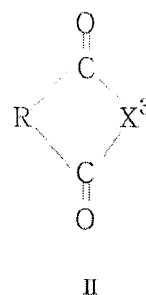
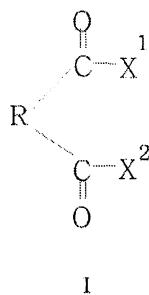
Trong phương pháp sản xuất hệ vi phân tán chứa ít nhất một polyme hydroxamat, hydroxylamin dạng bazơ tự do thường chứa ít hơn 500 ppm hydrazin, tốt hơn là ít hơn 200 ppm, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 100 ppm và tốt nhất là nhỏ hơn 20 ppm.

Đặc biệt ưu tiên là hydroxylamin chứa một lượng không đáng kể hydrazin. Lượng hydrazin được tính dựa trên tổng lượng hydroxylamin.

Hydroxylamin dạng bazơ tự do được sử dụng trong sáng chế thường được sử dụng dưới dạng dung dịch, thường chứa khoảng 50% trọng lượng hoặc ít hơn hydroxylamin dạng bazơ tự do.

Hydroxylamin dạng bazơ tự do không có sản phẩm phụ là muối. Bởi sản phẩm phụ muối có nghĩa là chỉ định bất kỳ loại muối nào có được từ sự trung hòa các muối hydroxylamin, chẳng hạn như hydroxylamin sunfat, sulfit, photphat, clorua, axetat, propionat và các chất tương tự, với một bazơ như natri hydroxit. hydroxylamin dạng bazơ tự do thường chứa ít hơn 0,5% trọng lượng, tốt hơn là ít hơn 0,1% trọng lượng của muối. Do đó dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do có chứa hydroxylamin dạng bazơ tự do thu được từ quá trình trung hòa các muối hydroxylamin, chẳng hạn như hydroxylamin sulfat hoặc hydroxylamin clorua, với một bazơ như natri hydroxit, và trong đó các muối được tạo thành bởi quá trình trung hòa này vẫn có mặt trong dung dịch không mong muốn thu được từ sáng chế.

Hydroxylamin dạng bazơ tự do được sử dụng trong quá trình theo sáng chế có thể thu được hoặc được điều chế bằng bất kỳ cách nào. Theo phương án đầu tiên của sáng chế, hydroxylamin dạng bazơ tự do được sử dụng mà thu được bằng cách xử lý hydroxylamin dạng bazơ tự do chứa hydrazin với chất làm sạch cho thấy tính chọn lọc đáng kể đối với hydrazin khi có lượng lớn hydroxylamin. Chất làm sạch được chọn tốt nhất trong số những thuốc thử mà các sản phẩm phản ứng của thuốc thử chất làm sạch và hydrazin là ổn định dưới các điều kiện xử lý tiếp theo của hydroxylamin sao cho hydrazin không được giải phóng ra trong quá trình tiếp theo. Chất làm sạch tốt hơn được lựa chọn từ các hợp chất có công thức I và / hoặc II.



trong đó:

X^1 , X^2 , độc lập, là H, OH, NR''_2 , OR''' , SH, halogen hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế, với điều kiện là cả X^1 và X^2 không cùng là nhóm OH, trong đó mỗi R'' , độc lập, là H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế, R''' là nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế trong đó hai nhóm R''' có thể tạo thành hệ vòng tùy ý được thế, hoặc R''' là một kim loại kiềm (ưu tiên Na) hoặc NR^V_4 trong đó mỗi R^V , độc lập, là H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế;

X^3 là O, NR' , S, hoặc PR' trong đó R' là H, OH, kim loại kiềm (ưu tiên Na hoặc K), NR^{IV}_2 hoặc alkyl, trong đó mỗi R^{IV} , độc lập, là H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế;

R là CR^1R^2 trong đó R^1 và R^2 , độc lập, là H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế, trong đó R^1 và R^2 cũng có thể tạo ra một vòng tùy ý được thế, hoặc R là $R^3C = CR^4$ trong đó R^3 và R^4 tạo thành một vòng tùy ý được thế, tốt nhất là một vòng thơm tùy ý được thế, hoặc R là $R^5R^6C-CR^7R^8$ trong đó R^5 và R^7 tạo thành một vòng tùy ý được thế, và R^6 và R^8 , độc lập, là H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế, với điều kiện là R^1 có thể tạo ra một hệ vòng với X^1 ;

X^1 và X^2 , độc lập, tốt hơn là nhóm alkyl có 1 đến 6 các nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là methyl hoặc etyl, hoặc OR''' trong đó R''' là nhóm alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là methyl hoặc etyl, hoặc hai nhóm R''' tạo thành một vòng, hoặc NR''_2 trong đó mỗi R'' , độc lập là H hoặc nhóm alkyl có 1 đến 6, tốt hơn là 1 đến 4 nhóm cacbon;

X^3 tốt hơn là O, NH hoặc N-OH;

R tốt hơn là CR^1R^2 trong đó R^1 và R^2 , độc lập, là H hoặc nhóm alkyl; hoặc $R^3C = CR^4$ trong đó R^3 và R^4 tạo thành một hệ vòng thơm tùy ý được thế;

R^1 , R^2 , R^6 và R^8 , độc lập, tốt hơn là H hoặc nhóm alkyl có 1 đến 6, tốt hơn nữa là có 1 đến 4 nhóm cacbon, ưu tiên là methyl và etyl;

R^3 và R^4 tạo thành một hệ vòng thơm tùy ý được thế. Các chất thế vào vòng thơm có thể được chọn từ nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, nhóm nitro và nhóm imit.

Hydrocarbyl là gốc hóa trị một có nguồn gốc từ một hydrocacbon, tức là các hợp chất chứa cacbon và hydro, và chứa hydrocacbon béo như alkyl, alkenyl, cũng

như các hợp chất vòng, như hợp chất alixylic và hợp chất thơm, cũng như sự kết hợp của chúng. Được thay thế có nghĩa là để chỉ định trong sáng chế, nhóm hidrocarbonyl trong đó một hoặc nhiều hydro hoặc một hoặc nhiều nguyên tử cacbon được thay thế bằng một nguyên tử khác hoặc nhóm khác, chẳng hạn như halogen, một nhóm nitro, một nhóm imit, một nhóm hydroxyl, một nguyên tử oxy, một nguyên tử lưu huỳnh, một nhóm carboxyl, một nhóm ete, v.v.. Bằng cách thế tùy ý có nghĩa là để chỉ định cả các nhóm chức năng không được thế và được thế.

Hợp chất có công thức II tốt hơn là hợp chất trong đó R là $R^3C=CR^4$.

Thuốc thử làm sạch được chọn từ nhóm phthalimit; phthalimit được thế mang một hoặc nhiều nhóm trên vòng thơm, chẳng hạn như 4-metyl phthalimit và 4 nitrophthamit; phthalimit được thế mang một alkyl hoặc nhóm hydroxy trên nguyên tử N, chẳng hạn như N-hydroxy phthalimit, hoặc muối của phthalimit như muối kali hoặc natri; 1,3 dixeton, chẳng hạn như axetylaxeton; 1,3 dixeton với alkyl thế vào 2 cacbon, chẳng hạn như 3-metyl-2, 4 pentandion; 1,3 xetoeste tùy chọn trong 2 vị trí, chẳng hạn như axetoaxetat etyl và etyl 2-metylaxetoaxetat; diimitpyromellitic, alhydrit phthalic, clorua phtaloy và axit phthalmic. Thuốc thử làm sạch tốt hơn được chọn từ nhóm phthalimit; phthalimit được thế mang một hoặc nhiều nhóm cho điện tử trên các vòng thơm, chẳng hạn như 4-metyl phthalimit; phthalimit thế N, chẳng hạn như N-hydroxy phthalimit; 1,3 dixeton với sự thế alkyl trên 2 cacbon, chẳng hạn như 3-metyl-2,4-pentandion; diimitpyromellitic. Thích hợp nhất là phthalimit, 4-metyl phthalimit, N-hydroxy phthalimit, 3-metyl-2,4-pentandion và diimitpyromellitic.

Theo một phương án khác của sáng chế, hydroxylamin dạng bazơ tự do được sử dụng thu được bằng quá trình mà trong đó sự tạo thành hydrazin được ngăn chặn hoặc được hạn chế.

Theo phương án khác của sáng chế, hydroxylamin dạng bazơ tự do được sử dụng thu được bằng việc xử lý hydroxylamin dạng bazơ tự do theo bất kỳ cách nào để loại trừ hydrazin.

Trong một phương án theo sáng chế, hydroxylamin dạng bazơ tự do tốt nhất nên sử dụng kết hợp với một bazơ, chẳng hạn như kali hydroxit, natri hydroxit, amoniac, v.v., hoặc bất kỳ hỗn hợp nào của chúng. Bazơ thích hợp là natri hydroxit. Lượng bazơ được sử dụng tốt nhất là ít nhất một đương lượng (trên một phân tử gam

bazơ) cần thiết để trung hòa các nhóm axit hydroxamic có mặt trong polyme hydroxamat. Tốt hơn nữa là bazơ được sử dụng vượt quá lượng cần thiết để trung hòa các nhóm axit hydroxamic thu được. Tốt hơn nữa là vượt quá khoảng 5% so với yêu cầu tối thiểu để trung hòa các nhóm axit hydroxamic được sử dụng.

Phản ứng hydroxamat có thể được tiến hành ở nhiệt độ từ khoảng 5°C đến khoảng 90°C, tốt nhất là trong khoảng từ 15°C đến khoảng 60°C, tốt hơn nữa là khoảng 15°C đến 40°C.

Mức độ hydroxamat, nghĩa là nồng độ của các đơn vị hydroxamat trong các polyme hữu ích ở đây, có thể dao động từ khoảng 1 đến 100 %mol, tốt hơn là từ 5 đến 75 %mol, và tốt nhất từ khoảng 10 đến khoảng 65 %mol dựa trên tổng các đơn vị monome. Phần còn lại của các nhóm chức có thể phản ứng với hydroxylamin có mặt trên polyme vinyl có thể không được phản ứng hoặc có thể trải qua phản ứng tiếp theo, ví dụ với một bazơ. Khi (đồng) trùng hợp của acrylamit được sử dụng, sự dư thừa bazơ dẫn đến quá trình thủy phân ít nhất một phần các nhóm amit để các nhóm carboxylat được tạo ra.

Trong một phương án ưu tiên của phương pháp theo sáng chế, chất ổn định phù hợp để ổn định polyme vinyl chống lại sự thoái hóa do sự có mặt của hydroxylamin được thêm vào hydroxylamin dạng bazơ tự do. Chất ổn định thích hợp chứa kim loại kiềm hòa tan trong nước, kim loại kiềm thổ hoặc amoni thiosulfat; 2-mercaptothiazol; 2 mercaptothiazolin; thiuram đisulfua; thioure; mercaptoalkanol.

Trong một phương án theo sáng chế, hydroxylamin dạng bazơ tự do, bazơ dư và, tốt hơn là, chất ổn định được thêm vào và phản ứng với tiền chất hệ vi phân tán polyme vinyl ở dạng dung dịch hoặc nhũ tương. Tốt hơn, các hợp chất được sử dụng ở dạng dung dịch. Nhũ tương có thể được tạo thành bằng cách thêm dung dịch các hợp chất vào bất kỳ loại dầu nào được mô tả ở trên với sự có mặt của chất nhũ hóa như các chất đã được bộc lộ ở trên. Chất nhũ hóa cũng được sử dụng để tạo thành hệ vi phân tán polyme vinyl được hydroxamat có thể được sử dụng trong sự tạo thành vật mang nhũ tương hydroxylamin. Một chất nhũ hóa khác hoặc hỗn hợp các chất nhũ hóa cũng có thể được sử dụng. Tuy nhiên, ưu tiên là kết quả của sự có mặt của các chất nhũ hóa là dung dịch hydroxylamin đi vào pha nước của tiền chất hệ vi phân tán và hệ phân tán polyme vinyl hydroxamat cuối cùng là ổn định và không tạo gel. Đồng hóa dung dịch

với dầu và chất nhũ hóa được ưu tiên, tuy nhiên, một nhũ tương thô hữu ích có thể đạt được bằng cách chỉ khuấy các thành phần đã nói. Ngoài ra, hydroxylamin, bazơ dư và chất ổn định có thể được bổ sung trực tiếp vào tiền chất hệ vi phân tán polyme vinyl có thể được thêm vào, dầu và chất nhũ hóa thêm vào, khuấy đều miễn là các tiêu chuẩn nêu trên được đáp ứng. Hơn nữa, mỗi thành phần riêng biệt, tức là hydroxylamin, bazơ dư và chất ổn định, có thể được tạo ra trong nhũ tương riêng lẻ và thêm như vậy vào tiền chất hệ vi phân tán polyme vinyl.

Mức độ hydroxamat được kiểm soát bằng tỷ lệ thuốc thử hydroxylamin được thêm vào các nhóm phản ứng mạch chính của polyme vinyl, như được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này. Phương pháp này ngay lập tức dẫn đến sự chuyển đổi rất cao của hydroxylamin. Mức độ hydroxamat có thể được xác định bằng phương pháp quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân cacbon 13 và được trích dẫn trong sáng chế này theo phần trăm mol.

Trọng lượng phân tử tương đối của polyme vinyl hydroxamat có thể được xác định bằng cách xác định độ nhớt của dung dịch polyme pha loãng trong một mol natri clorua. Độ nhớt dung dịch (SV), được sử dụng trong sáng chế này, được xác định trên 0,1%, dựa trên tiền chất polyme, dung dịch polyme trong NaCl 1M ở 25°C sử dụng nhớt kế Brookfield với bộ chuyển đổi UL ở 60 vòng/phút. Bộ chuyển đổi UL là bộ chuyển đổi được sử dụng với nhớt kế LV Brookfield cho chất lỏng có độ nhớt thấp (<20 mPa.s), bộ chuyển đổi này chứa một cốc và trục quay vừa với cốc chỉ có khoảng hở khoảng 1 mm để đo độ nhớt. Giới hạn để đo độ nhớt ở 60 vòng/phút là 10 mPa.s. Đối với những polyme có SV lớn hơn 10, phép đo được thực hiện ở 30 vòng/phút và giá trị thu được được chuyển đổi thành 60 vòng/phút bằng cách sử dụng mối tương quan sau đây: $SV = \exp \{ \ln 30 \text{ vòng/phút độ nhớt} - 0,162 \}$. Đơn vị của SV là mPa.s. Độ nhớt dung dịch là một phép đo có liên quan đến trọng lượng phân tử của polyme đã hydroxamat. Mối tương quan giữa độ nhớt dung dịch và trọng lượng phân tử của polyme có thể được xác định bằng phương pháp sắc ký loại trừ kích thước, tán xạ ánh sáng, và các kỹ thuật khác đã được biết đến đối với những người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Phương pháp theo sáng chế cho phép thu được các hệ vi phân tán polyme vinyl hydroxamat nước trong dầu có độ nhớt dung dịch lớn hơn khoảng 2,0 mPa.s, đặc biệt nhỏ nhất 10 mPa.s. Đã biết rằng polyme này là các chất kết tụ rất hiệu

quả, đặc biệt trong quy trình Bayer. Các polyme này cũng có thể được sử dụng cho một số ứng dụng khác.

Phương pháp theo sáng chế thu được hệ vi phân tán polyme vinyl hydroxamat nước trong dầu có hàm lượng muối thấp, đặc biệt là ít hơn 1 đương lượng muối sản phẩm phụ trên đương lượng nhóm hydroxamat có mặt trong polyme. Phương pháp theo sáng chế thu được hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl có hàm lượng muối thấp, cụ thể là dưới 0,5% trọng lượng, ví dụ như, nhỏ hơn 0,1% trọng lượng, của sản phẩm phụ muối. Các hệ vi phân tán nước trong dầu không có sản phẩm phụ muối như được xác định ở trên đây.

Phương pháp theo sáng chế thu được hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat có nồng độ cao hơn hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật này, các hệ vi phân tán này được điều chế từ các muối hydroxylamin.

Do đó, sáng chế còn đề cập đến hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat có thể thu được và thu được bằng phương pháp theo sáng chế được mô tả trên đây.

Do đó, sáng chế đề cập đến hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat chứa ít nhất một polyme vinyl hydroxamat và ít hơn 1 đương lượng sản phẩm phụ muối trên đương lượng của nhóm hydroxamat có mặt trên các polyme. Hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl thường chứa ít hơn 0,5% trọng lượng, ví dụ như, ít hơn 0,1% trọng lượng, của sản phẩm phụ muối. Hệ vi phân tán nước trong dầu tốt hơn là không có sản phẩm phụ muối như theo quy định trên đây.

Do đó, sáng chế đề cập đến hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat chứa ít nhất 18% trọng lượng, tốt hơn là ít nhất 20% theo trọng lượng của polyme, tính trên cơ sở polyme vinyl trước quá trình hydroxamat. Phần trăm theo trọng lượng của polyme trong hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat được tính toán dựa trên trọng lượng của polyme vinyl được sử dụng trong tổng hợp và tổng trọng lượng của tất cả các chất phản ứng khác, các hợp chất, dầu và nước thêm vào hỗn hợp phản ứng.

Nhìn chung, hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat theo sáng chế có độ nhớt dung dịch khoảng trên 2,0 mPa.s, cụ thể ít nhất là 10 mPa.s.

Nhìn chung, hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat theo sáng chế ổn định, hệ vi phân tán nước trong dầu không tạo gel chứa 1) một pha liên tục dầu hydrocacbon và chất nhũ hóa có hiệu quả để ngăn chặn sự kết tụ bất lợi của polyme vi giọt và 2) một pha phân tán chứa các vi giọt chứa polyme vinyl hydroxamat.

Các đặc tính khác của các hệ vi phân tán được mô tả ở trên đây liên quan đến phương pháp của sáng chế. Các polyme vinyl hydroxamat tốt hơn là đồng trùng hợp của acrylamit, tốt hơn là có trọng lượng phân tử trên khoảng 1000000. Hàm lượng nhóm hydroxamat của polyme tốt hơn ít nhất là 5% mol dựa trên các phần tử monome trong polyme. Hàm lượng nhóm hydroxamat là tốt hơn từ 5 đến 75% mol và, tốt nhất, từ khoảng 10 đến khoảng 65%.

Các hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat của sáng chế này có thể được hòa tan trực tiếp trong nước để tạo thành dung dịch có thể sử dụng như chất kết tụ. Ngoài ra, chất phá nhũ tương có thể được thêm vào hệ vi phân tán hoặc nước pha loãng mà hệ vi phân tán được thêm vào giúp nghịch chuyển hệ vi phân tán hoặc do đó cải thiện đặc tính pha loãng, nếu cần hoặc mong muốn. Ngoài ra, polyme vinyl hydroxamat có thể được tách từ hệ vi phân tán ở dạng bột khô, chẳng hạn như bằng cách kết tủa trong điều kiện không có dung môi hoặc bằng cách sấy. Các hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat của sáng chế cũng có thể được sử dụng để điều chế các hệ vi phân tán nước trong dầu trong nước như được mô tả trong WO2006/093588.

Hệ vi phân tán nước trong dầu polyme vinyl hydroxamat của sáng chế là đặc biệt hữu ích khi được sử dụng làm chất kết tụ, đặc biệt là trong quy trình Bayer. Sáng chế cũng đề cập đến quá trình kết tụ và tách các chất rắn lơ lửng ra khỏi dòng chất đang sản xuất chứa các chất rắn lơ lửng, trong đó hệ vi phân tán polyme hydroxamat theo sáng chế hoặc thu được theo phương pháp của sáng chế được sử dụng. Hệ vi phân tán polyme hydroxamat có thể được thêm một cách trực tiếp vào dòng chất đang sản xuất, hoặc đầu tiên có thể được pha loãng hoặc hòa tan trong nước trước khi được thêm vào dòng chất đang sản xuất. Ngoài ra hệ vi phân tán nước trong dầu trong nước như được mô tả trong WO2006/093588 có thể được tạo thành và được thêm vào dòng chất đang sản xuất. Dòng chất đang sản xuất trong công nghiệp có thể là bất kỳ dòng chất nào mà từ đó các chất rắn cần phải được tách ra. Tốt nhất là dòng chất đang sản

xuất là một dòng chất đang sản xuất trong quy trình Bayer, ví dụ như: hoặc chứa bunion đỏ hoặc các chất rắn trihydrat nhôm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây chứng minh rằng các tính chất riêng biệt của sáng chế. Trong các ví dụ dưới đây các phương pháp phân tích sau đây được sử dụng:

Hàm lượng hydrazin trong hydroxylamin dạng bazơ tự do được xác định bằng phương pháp G.W.Wat và J. D. Chrisp, hóa phân tích, 24, 2006 (1952). Thuốc thử màu có thành phần sau đây: p-dimetylaminobenzaldehyt, 0,4 g; etanol, 20,0 ml; và axit clohydric đậm đặc, 2,0 ml. Dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do 50% nói chung được pha loãng 1:10 cho phân tích. Cho vào trong bình định mức 10 ml, 2ml thuốc thử màu và 50 μ l dung dịch hydroxylamin ở dạng bazơ tự do đã pha loãng, và nước khử ion tới điểm định mức. Lắc bình định mức và để ít nhất 10 phút để đảm bảo rằng sự tạo màu là hoàn toàn. Khả năng hút được đo ở độ dài bước sóng 454 nm và nồng độ hydrazin được tính toán dựa trên đường cong hiệu chuẩn. Để thu được giới hạn dưới là nồng độ hydrazin khoảng 1 ppm, 25 μ l mẫu chưa pha loãng được sử dụng với 4 ml thuốc thử màu. Quan trọng là p-dimetylaminobenzaldehyt đủ sử dụng để phản ứng với cả hydrazin và hydroxylamin trong mẫu để thu được phản ứng màu.

Mức độ hydroxamat có thể được xác định bằng phương pháp quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân cacbon-13 và được trích dẫn ở đây dưới dạng phần trăm mol.

Ví dụ 1: Điều chế hydroxylamin dạng bazơ tự do

1,0 g axit phthalamic (độ tinh khiết 97%, Alrich) được thêm vào 20 g dung dịch nước chứa 50% hydroxylamin ở dạng bazơ tự do (thương mại từ Aldrich) chứa 650 ppm hydrazin (đó là 1300 ppm tính theo hydroxylamin HA). Dung dịch được khuấy ở 60°C trong 4 giờ. Sau khi xử lý, mức hydrazin trong dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do được xác định gần 0 ppm.

Ví dụ 2: Điều chế hệ vi phân tán hydroxamat polyacryamit sử dụng hydroxylamin dạng bazơ tự do đã xử lý trước với axit phthalamic.

Trọng lượng phân tử siêu cao (≥ 15000) của hệ vi phân tán nghịch chuyển polyacrylamit nước trong dầu với 31,83% các polyme dạng rắn được điều chế theo hướng dẫn trong US 4587306 (Vio). Hệ vi phân tán này được sử dụng cho điều chế hệ

vi phân tán polyme hydroxamat như mô tả sau đây: 263,2 g hệ vi phân tán polyacrylamit, 31,5 g dầu parafin, và 1,75 g chất nhũ hóa etoxylat amin béo được cho vào lò phản ứng. hệ vi phân tán được khuấy mạnh cho tới khi đạt tới sự phân tán đồng nhất. Trong khi đó, dung dịch để hydroxamat polyme được điều chế trong bình chứa tách biệt bằng cách trộn 16,65 g dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do đã xử lý trước như đã thu được trong ví dụ 1, 1,0 g nước đã khử ion và 9,3 g natri thiosulfat. Đối với dung dịch này, 86,43 g dung dịch natri hydroxit 50% được đưa một cách từ từ đồng thời khuấy. Nhiệt độ được điều khiển bên dưới 30°C trong suốt quá trình thêm natri hydroxit. Đối với thực hiện quá trình hydroxamat, dung dịch hydroxamat được thêm một cách từ từ vào trong hệ vi phân tán polyacrylamit trong lò phản ứng trên 16 phút, 15 phút sau khi đưa vào dung dịch hydroxamat, 3,4 g chất hoạt động bề mặt etoxylat nonylphenol được đưa vào. 30 phút sau đó 2,5 g dung dịch natri hydro sulfua 30% được thêm vào và hệ vi phân tán được khuấy mạnh thêm trong một giờ để kết thúc phản ứng. Sản phẩm hydroxamat polyacrylamit có 20,15% trọng lượng các polyme rắn (được tính toán dựa trên polyacrylamit). Hệ vi phân tán không có gel ổn định thu được có độ nhớt dung dịch (SV) là 11,1 mPa.s sau một ngày và 9,5 mPa.s sau 1 tuần.

Ví dụ này chứng minh rằng hệ vi phân tán polyme hydroxamat trọng lượng phân tử cao ổn định lớn hơn 20 % trọng lượng polyme rắn có thể được điều chế bằng việc sử dụng dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do đã xử lý axit phthalamic. Điều này cao hơn đáng kể các hệ phân tán polyme hydroxamat được mô tả trong trình độ kỹ thuật đã biết. Phần trình độ kỹ thuật ví dụ 3 của sáng chế US 6020418 đã mô phỏng: hệ phân tán polyme hydroxamat có 16% polyme rắn (được tính toán dựa trên polyacrylamit).

Ví dụ so sánh 3

Quá trình tương tự như trong ví dụ 2 được thực hiện để điều chế ví dụ so sánh này. Chỉ khác ở chỗ là, dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do chưa xử lý được sử dụng thay cho dung dịch hydroxylamin đã xử lý trước. hệ vi phân tán không có gel ổn định thu được có độ nhớt dung dịch là 2,5 mPa.s sau 1 ngày và 2,8 mPa.s sau 1 tuần. Ví dụ này cho thấy, không xử lý hydroxylamin dạng bazơ tự do với chất làm sạch hydrazin hiệu quả vi phân tán polyacrylamit hydroxamat sinh ra có độ nhớt dung dịch thấp hơn đáng kể.

Ví dụ 4

Dung dịch nước chứa hydroxylamin dạng bazơ tự do 50% chứa khoảng 688 ppm hydrazin (1376 ppm dựa trên HA) được xử lý với 0,1 g pyromellitic diimide ở nhiệt độ phòng cùng với khuấy. Sau 1 giờ 15 phút, hàm lượng hydrazin trong dung dịch là 100 ppm (200 ppm tính theo hydroxylamin).

Ví dụ 5 và 6

20 g dung dịch chứa 50% hydroxylamin dạng bazơ tự do (HA) chứa khoảng 955 ppm hydrazin (1910 ppm dựa trên HA) được xử lý ở nhiệt độ phòng dưới điều kiện khuấy với các chất phản ứng khác nhau và trong suốt các giai đoạn thời gian khác nhau như được thể hiện trong bảng 1. Sau khi xử lý, lượng hydrazin được đo lại.

Bảng 1

Chất phản ứng	Chất phản ứng (g)	Nhiệt độ °C	Thời gian	Hydrazin ppm trên HA
Benzoyl axeton	1,2	20	7,5 giờ	490
Phtalimit	0,13	20	5,25 giờ	26

Ví dụ 7

15 g hydroxylamin dạng bazơ tự do 50% (thu được từ BASF), chứa 970 ppm hydrazin (1940 ppm dựa trên HA), được xử lý với phtalimit dưới các điều kiện được thể hiện trong bảng 2 để kiểm tra hóa học lượng pháp dựa trên hydrazin, thời gian, và nhiệt độ trên hiệu quả loại bỏ hydrazin. Các kết quả được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2

Phtalimit (g)	Đương lượng trên hydrazin	Nhiệt độ °C	Thời gian, phút	Hydrazin, ppm trên HA
0,2445	3,66	20	15	156
0,2445	3,66	40	15	12
0,0815	1,22	20	45	292
0,0815	1,22	20	15	980
0,2445	3,66	20	45	14
0,0815	1,22	40	15	418
0,0815	1,22	40	45	50
0,2445	3,66	40	45	14

Ví dụ 8 và 9

Ví dụ 7 được lặp lại ngoại trừ phthalimit được thay thế bởi, một cách tương ứng, 3-metyl-2,4-pentadion và axit phthalamic. Các kết quả được thể hiện trong các bảng 3 và 4.

Bảng 3

3-metyl -2-4-pentanedion (g)	Đương lượng trên hydrazin	Nhiệt độ °C	Thời gian, phút	Hydrazin, ppm trên HA
0,190	3,66	20	15	440
0,190	3,66	20	45	172
0,063	1,22	40	15	982
0,190	3,66	40	15	310
0,063	1,22	40	45	1018
0,063	1,22	20	15	1214
0,190	3,66	40	45	310
0,063	1,22	20	45	1010

Bảng 4

Axit phthalamic (g)	Đương lượng trên hydrazin	Nhiệt độ °C	Thời gian, phút	Hydrazin, ppm trên HA
0,4	8	60	4	356
0,4	8	60	2	1170
0,8	16	20	4	1706
0,8	16	20	2	1688
0,4	8	20	4	1740
0,4	8	20	2	1734
0,8	16	60	4	12
0,8	16	60	2	330

Các bảng 1,2, 3 và 4 thể hiện các chất phản ứng được sử dụng là các chất chất làm sạch hiệu quả của hydrazin có mặt trong hydroxylamin dạng bazơ tự do.

Các ví dụ 10 đến 24

Ví dụ 1 được lặp lại ngoại trừ axit phthalamic được thay thế bởi các chất phản

ứng với các điều kiện xử lý được mô tả trong bảng 5. Lượng còn lại của hydrazin được đo sau khi xử lý.

Bảng 5

Ví dụ	Xử lý chất phản ứng	Nồng độ chất phản ứng	Điều kiện xử lý	Hydrazin ppm trên HA
	Không	N/A	N/A	1300
1	Axit phtalamic	4,9%	4 giờ 60°C	<2
10	Cis-1,2,3,6 Tetrahydrophthalimit	6,6%	6 giờ ở 60°C	798
11	Axetylxcyclopentanon	5,6%	6 giờ ở 60°C	826
12	Axetylaxeton	4,5%	4 giờ 60°C	2
13C	Suxinimit	2,8%	2 giờ 60°C	1374
14	Phtalic anhydrit	2,2%	1 giờ 60°C	2
15	Etyl axetoaxetat	5,8%	6 giờ ở 60°C	660
16	Etyl 2-metylaxetoaxetat	6,6%	6 giờ ở 60°C	192
17	Phtalimit	3,0%	3 giờ ở 60°C	0
18	N-Hydroxyphthalimit	6,1%	4 giờ ở 60°C	6
19	4-Metylphthalimit	6,0%	4 giờ ở 60°C	8
20	3-Metyl-2-4-pentanediol	4,3%	4 giờ ở 60°C	38
21C	Axit phtalic	5,0%	4 giờ ở 60°C	1154
22C	2,5 Hexanediol	4,9%	4 giờ ở 60°C	1248
23	Phtaldialdehyt	4,9%	4 giờ ở 60°C	858
24	Phtalimit, muối kali	4,0%	2 giờ ở 60°C	8
25	Phtaloyl clorua	3,6%	2,5 giờ ở 5-60°C	2

Chú ý rằng các ví dụ 13C, 21C và 22C là các ví dụ so sánh.

Ví dụ 26 đến 42 và ví dụ so sánh 43

Ví dụ 26 tới 42 và ví dụ so sánh 43 là các hệ vi phân tán polyacrylamit hydroxamat được điều chế như được mô tả trong ví dụ 2 ngoại trừ dung dịch bazơ hydroxylamin tự do trên thị trường (đầu tiên chứa 650 ppm hydrazin trong dung dịch hoặc 1300 ppm trên hydroxylamin) đã được xử lý trước với các chất phản ứng và dưới các điều kiện như được mô tả trong bảng 6 được sử dụng thay cho bazơ hydroxylamin

tự do của ví dụ 1. Bảng 6 tóm tắt các độ nhớt dung dịch của các hệ vi phân tán polyme đã hydroxamat thu được được đo sau 1 ngày 1 tuần.

Bảng 6

Ví dụ	Xử lý chất phản ứng	Nồng độ chất phản ứng % trọng lượng	Các điều kiện xử lý	Hydrazin ppm trên HA	SV (1 ngày)	SV (1 tuần)
26	Phtalimit	3,0%	3 giờ ở 50°C	<2	12,9	12,2
27C	Maleimit	5,0%	4 giờ ở 60°C	NM	1,7	1,9
28	Cis-1,2,3,6-Tetrahydrophthalimit	6,6%	6 giờ ở 60°C	798	2,6	2,8
29	Axetylxcyclopentanon	5,6%	6 giờ ở 60°C	826	2,4	2,6
30	Axetylaxeton	4,5%	4 giờ ở 60°C	2	7,5	8,1
31C	Suxinimit	2,8%	2 giờ ở 60°C	1374	2,1	2,2
32	Phtalic anhydrit	2,2%	1 giờ ở 60°C	2	7,2	7,2
33	Etyl axetoaxetat	5,8%	6 giờ ở 60°C	660	4,0	4,5
34	Etyl 2-metylaxetoaxetat	6,6%	6 giờ ở 60°C	192	7,7	7,8
35C	Maleic anhydrit	2,6%	16 giờ ở 60°C	NM	3,8	3,4
36	N-Hydroxyphtalimit	6,1%	4 giờ ở 60°C	6	10,4	9,9
37	4-Nitrophtalimit	7,1%	4 giờ ở 60°C	NM	10,3	9,9
38	4-Metylphthalimit	6,0%	4 giờ ở 60°C	8	12,6	12,3
39	3-Metyl-2,4-pentanedion	4,3%	4 giờ ở 60°C	38	12,1	13
40C	Axit phtalic	5,0%	4 giờ ở 60°C	1154	2,3	2,2
41C	2,5-Hexanedion	4,9%	4 giờ ở 60°C	1248	2,3	2,2
42	Phtaldialdehyt	4,9%	4 giờ ở 60°C	858	3,1	3,2
43	Không có	N/A	N/A	1300	1,7	1,8

Chú ý rằng các ví dụ 27C, 30C, 35C, 40C và 41 C là các ví dụ so sánh.

Bảng 6 thể hiện rằng hydroxylamin dạng bazơ tự do xử lý trước với hàm lượng đủ các chất chất làm sạch đã chọn sẽ cho phép nó đạt độ nhớt dung dịch cao (>4 mPa.s, và tốt hơn là > 10 mPa.s. Trong bảng, NM nghĩa là không đo được. Maleimit, suxinimit, và anhydrit maleic ít hoặc không đủ chất chất làm sạch hydrazin và đạt được độ nhớt dung dịch thấp. Nhiều chất chất làm sạch hydrazin khác không được sử dụng với hàm lượng đủ để thu được hàm lượng hydrazin thấp để đưa độ nhớt dung

dịch lớn hơn 10 mPa.s, nhưng thấp hơn hàm lượng hydrazin đủ để đưa độ nhớt dung dịch cao hơn khi không có chất chất làm sạch được sử dụng.

Ví dụ 44

Một hệ vi phân tán polyacrylamit nghịch chuyển nước trong dầu có trọng lượng phân tử cao (≥ 15 nghìn) với 31,83% polyme rắn được điều chế như được mô tả trong ví dụ 2. Trong một bình tách biệt, 15,72 g dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do đã xử lý trước với 1% phtalimit trong 16 giờ, ở nhiệt độ phòng, 1,27 g nước khử ion, và 11,83 g natri thiosulfat được thêm vào. Đối với dung dịch này, 86,43 g dung dịch natri hydroxit 50% được đưa vào từ từ trong khi khuấy, duy trì nhiệt độ bên dưới 30°C. Dung dịch hydroxamat được thêm vào từ từ vào trong hệ vi phân tán polyacrylamit trong lò phản ứng 16 phút. Sau 15 phút khuấy, 3,4 g chất hoạt động bề mặt etoxylat nonylphenol được thêm vào. 30 phút sau, 2,5 g dung dịch natri hydrogen sulfua 30% được thêm vào và hệ vi phân tán được khuấy mạnh thêm một giờ để kết thúc phản ứng. Sản phẩm polyacrylamit đã hydroxamat có 20,19% polyme rắn (được tính toán dựa trên polyacrylamit). Hệ vi phân tán không gel ổn định thu được có độ nhớt dung dịch là 13,3 mPa.s sau một ngày và 12,8 mPa.s sau 3 ngày.

Ví dụ 45

Chất lỏng ngưng của quy trình Bayer tổng hợp được tạo ra bằng việc thêm 256g natri aluminat, 66g natri hydroxit, và 40 g natri cacbonat vào nước để tạo tổng 1000 ml và gia nhiệt tới 100°C. Để kiểm tra lắng, các chất rắn bùn đỏ (thu được từ huyền phù đặc điển hình được tháo vào chất thải ở trong nhà máy thực hiện quy trình Bayer) được trộn với chất lỏng ngưng, nhìn chung đưa một huyền phù đặc chứa khoảng 40g/l các chất rắn lơ lửng. Chất phản ứng pha loãng được trộn vào huyền phù đặc chứa trong ống hình trụ, sử dụng một xi lanh xuyên qua, và thời gian để lắng là một khoảng cách cố định được đo vì thế tốc độ lắng cho các chất rắn đã kết tụ có thể được tính toán. Sau 30 phút, mẫu chất lỏng ngưng nổi trên bề mặt được lấy ra và được lọc; các chất rắn được tập hợp trên thiết bị lọc sau đó được rửa và làm khô để đem ra đo độ tinh khiết của các chất trên bề mặt.

Hệ vi phân tán polyme đã hydroxamat rắn cao được điều chế trong ví dụ 44 được kiểm tra trong huyền phù bùn đỏ tổng hợp và được so sánh với hệ vi phân tán polyme hydroxamat rắn thấp hơn (16,7% polyme rắn dựa trên mảnh chính

polyacrylamit, được điều chế bằng phương pháp Heitner và Ryles, được bộc lộ trong patent US 6608137) cũng chứa 3,35% natri sulfat được sinh ra từ quá trình trung hòa hydroxylamin sulfat với natri hydroxit. Các kết quả được thể hiện trong bảng bên dưới đây:

Bảng 7

Polyme hydroxamat đã sử dụng	Liều (g/t)	Tốc độ lắng (m/giờ)	Các chất rắn chảy tràn (g/l)
So sánh (16,7 %)	32,1	4,9	1,5
	36,4	9,1	1,1
	43,0	14,9	0,8
Ví dụ 44	26,8	6,4	1,0
	30,3	8,9	0,8
	35,7	12,7	0,7

Những kết quả này thể hiện rằng các hệ vi phân tán polyme hydroxamat rắn cao hơn của ví dụ 44 có tỷ lệ cao hơn sản phẩm so sánh rắn thấp hơn.

Ví dụ 46

Trong ví dụ 46 polyacrylamit đã hydroxamat được điều chế như được mô tả trong ví dụ 2 ngoại trừ hệ vi phân tán polyacrylamit nghịch chuyển nước trong dầu có trọng lượng phân tử siêu cao (> 15000) được sử dụng với 36,9% polyme rắn. hệ vi phân tán polyacrylamit này thu được bằng việc trải qua hệ vi phân tán polyacrylamit như được mô tả trong ví dụ 2 để chưng cất chân không ở 45°C trong 5 giờ. Quá trình hydroxamat được thực hiện như được mô tả trong ví dụ 2 ngoại trừ dung dịch hydroxylamin dạng bazơ tự do đã xử lý trước với 0,6% phtalimit trong 2 giờ ở 40°C được sử dụng. Sản phẩm cuối cùng là hệ vi phân tán polyme đã hydroxamat ổn định với 22,5% trọng lượng polyme rắn (được tính toán dựa trên polyacrylamit) và SV là 10,5 mPa.s.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hệ vi phân tán polyme hydroxamat bao gồm ít nhất một polyme hydroxamat, phương pháp này bao gồm các bước:

thu hydroxylamin dạng bazơ tự do bằng cách xử lý hydroxylamin dạng bazơ tự do về cơ bản không chứa muối vô cơ và chứa hydrazin với chất làm sạch (scavenger) có tính chọn lọc cao đối với hydrazin khi xuất hiện một lượng lớn hydroxylamin, và cho

a) hệ vi phân tán nước trong dầu chứa pha dầu liên tục, chất nhũ hóa và pha nước không liên tục chứa polyme vinyl chứa một hoặc nhiều nhóm bên phản ứng với hydroxylamin, phản ứng với

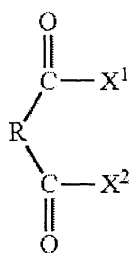
b) hydroxylamin dạng bazơ tự do về cơ bản không chứa muối vô cơ và chứa ít hơn 500 ppm hydrazin tính theo hydroxylamin.

2. Phương pháp sản xuất hệ vi phân tán polyme hydroxamat theo điểm 1, trong đó polyme vinyl được chọn từ (co)polyme của acrylamit, axit acrylic và este acrylic.

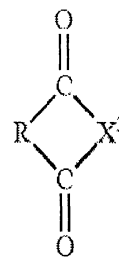
3. Phương pháp sản xuất hệ vi phân tán polyme hydroxamat theo điểm 1, trong đó hydroxylamin dạng bazơ tự do chứa ít hơn 20 ppm hydrazin.

4. Phương pháp sản xuất hệ vi phân tán polyme hydroxamat theo điểm 3, trong đó hydroxylamin dạng bazơ tự do về cơ bản không chứa hydrazin.

5. Phương pháp sản xuất hệ vi phân tán polyme hydroxamat theo điểm 1, trong đó chất làm sạch được chọn từ các hợp chất có công thức I và/hoặc II



I



II

trong đó mỗi X^1 và X^2 độc lập được chọn từ: H, OH, NR''_2 , OR''' , SH, halogen hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế, với điều kiện cả X^1 và X^2 không cùng là nhóm OH, trong đó mỗi R'' độc lập được chọn từ: H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý

được thế; R''' là nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế trong đó hai nhóm R''' cũng có thể tạo thành một hệ vòng tùy ý được thế; hoặc R''' là kim loại kiềm; X^3 là O, NR' , S, hoặc PR' trong đó R' là H, OH, kim loại kiềm, NR''_2 hoặc ankyl, trong đó mỗi R'' độc lập được chọn từ H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế; R được chọn từ: CR^1R^2 trong đó mỗi R^1 và R^2 độc lập được chọn từ: H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế, trong đó R^1 và R^2 cũng có thể tạo thành một vòng tùy ý được thế; $R^3C=CR^4$ trong đó R^3 và R^4 cùng tạo thành một vòng tùy ý được thế; và $R^5R^6C-CR^7R^8$ trong đó R^5 và R^7 cùng tạo thành một vòng tùy ý được thế, và trong đó mỗi R^6 và R^8 độc lập được chọn từ: H hoặc nhóm hydrocarbyl tùy ý được thế, với điều kiện R^1 có thể tạo thành một hệ vòng với X^1 .

6. Phương pháp sản xuất hệ vi phân tán polyme hydroxamat theo điểm 1, trong đó chất làm sạch được chọn từ nhóm phtalimit; phtalimit được thế mang một hoặc nhiều nhóm cho electron trên vòng thơm; phtalimit được thế N; 1,3 dioxeton thế ankyl trên hai cacbon; và pyromelitic diimit.

7. Phương pháp sản xuất hệ vi phân tán polyme hydroxamat theo điểm 1, trong đó hydroxylamin dạng bazơ tự do được sử dụng kết hợp với lượng dư của bazơ được chọn từ kali hydroxit, natri hydroxit, amoniac, và hỗn hợp của chúng.