



(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)



1-0027157

(51)⁷ C07C 2/10; C07C 7/04; C07B 61/00;
C07C 11/02

(13) B

(21) 1-2013-04094

(22) 06/06/2012

(86) PCT/JP2012/064590 06/06/2012

(87) WO 2013/002000 A1 03/01/2013

(30) 2011-144900 29/06/2011 JP

(45) 25/01/2021 394

(43) 25/03/2014 312A

(73) IDEMITSU KOSAN CO., LTD. (JP)

1-1, Marunouchi 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8321, Japan

(72) YAMAKAWA, Fumio (JP); TATESAKI, Kei (JP); NAKAGAWA, Takashi (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT ĐIISOBUTYLEN SỬ DỤNG PHẦN CẮT HỖN HỢP C4
LÀM NGUYÊN LIỆU THÔ

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất điisobutylen có độ tinh khiết cao với khả năng lựa chọn phản ứng cao trong đó phần cắt hỗn hợp C4 được tiếp xúc với chất xúc tác polyme hóa để tiến hành polyme hóa isobuten ở một giai đoạn. Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất điisobutylen bằng cách cho phần cắt hỗn hợp C4 dưới dạng nguyên liệu thô tiếp xúc với chất xúc tác axit rắn, quy trình này bao gồm các bước (a) polyme hóa isobuten; (b) tiến hành chưng cất các sản phẩm phản ứng thu được để tách phần cắt chưa được phản ứng C4 và phần cắt oligome bao gồm phần cắt C8 được sản xuất ra khỏi nhau; và (c) tinh chế điisobutylen từ phần cắt C8 bằng cách chưng cất, trong đó sự biến đổi của isobuten có trong phần cắt hỗn hợp C4 khi thực hiện bước (a) được điều chỉnh tới phạm vi từ 60 đến 95%.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất điisobutylen sử dụng phần cắt hỗn hợp C4 làm nguyên liệu thô, và cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất điisobutylen có độ tinh khiết cao có giá trị bổ sung cao với khả năng lựa chọn phản ứng cao trong đó phần cắt hỗn hợp C4 được tiếp xúc với các chất xúc tác axit rắn, tốt hơn là chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit để tiến hành polyme hóa isobuten ở một giai đoạn, và sau đó các sản phẩm phản ứng thu được được xử lý chung cất.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết rằng điisobutylen là đime của isobuten (sau đây được gọi đơn giản là "DIB") có thể được dùng làm nguyên liệu thô đối với các oxoalcohol, axit isononanoic, p-octyl phenol, các chất dính cao su, các hoạt chất bề mặt, các phụ gia gazolin, các hóa chất cao su hoặc các chất tương tự.

Điisobutylen có thể được sản xuất bằng phương pháp trong đó isobuten được dẫn xuất từ phần cắt C4 được tạo ra trong nhà máy FCC (Fluid Catalytic Cracking - Cracking xúc tác tầng sôi) hoặc nhà máy sản xuất etylen được phản ứng chọn lọc với axit sulfuric để thu được isobutyl sulfat và tách sản phẩm thu được khỏi 1-buten, 2-buten, butan, v.v., và sau đó isobutyl sulfat thu được này được cracking bằng nhiệt để nhờ đó thu được điisobutylen theo mục đích. Ngoài ra, điisobutylen có thể được sản xuất bằng phương pháp trong đó MTBE (metyl tert-butyl ete) hoặc TBA (rượu tert-butylic) thu được từ isobuten được dẫn xuất từ phần cắt C4, và sau đó MTBE hoặc TBA thu được này được cracking hoặc nhĩ trùng hóa để sản xuất điisobutylen theo mục đích.

Trong phương pháp sản xuất đã biết, có xu hướng nảy sinh các vấn đề là một lượng lớn các oligome như các trime và các tetrame hoặc các polyme cao

hơn chẳng hạn được sản xuất bổ sung ngoài diisobutylen theo mục đích, dẫn đến khả năng chọn lựa phản ứng thấp của DIB, và các vật liệu chống gỉ đất được yêu cầu. Hơn nữa, trong cả hai phương pháp sản xuất, có xu hướng nảy sinh vấn đề là phải cần đến một lượng lớn các bước phản ứng phức tạp.

Mặt khác, tài liệu sáng chế 1 bộc lộ phương pháp polyme hóa isobuten sử dụng nhựa trao đổi ion axit có nhóm sulfonic trong đó các proton của bộ trao đổi ion axit được thay thế một phần bằng ion kim loại. Trong phương pháp này, diisobutylen có độ tinh khiết cao được sản xuất từ phần cất hỗn hợp C4 làm nguyên liệu thô. Tuy nhiên, sự biến đổi của isobuten trong phương pháp này là thấp, và chất xúc tác polyme hóa được sử dụng ở đó là hơi khác với chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit.

Ngoài ra, tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp polyme hóa các olefin trong đó các nhiên liệu, ví dụ, gasolin và/hoặc kerosen/dầu khí nhẹ (diezel) có thể được sản xuất bằng cách sử dụng chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit. Trong phương pháp này, phần cất hỗn hợp C4 làm nguyên liệu thô được polyme hóa với sự biến đổi của isobuten là 90% hoặc lớn hơn, hoặc với sự biến đổi của 1-buten là khoảng 90% và sự biến đổi của 2-buten là khoảng 80%. Tuy nhiên, sản phẩm theo mục đích của phương pháp nêu trên là các sản phẩm polyme là C5 hoặc cao hơn (không mô tả về độ tinh khiết của diisobutylen). Ngoài ra, trong các ví dụ của tài liệu sáng chế 2, đã được mô tả rằng sự biến đổi của isobuten nằm trong khoảng từ 97 đến 100%, tức là, isobuten được phản ứng trong vùng mà ở đó sự biến đổi của nó là cực kỳ cao.

Các tài liệu liên quan đến giải pháp kỹ thuật đã biết

Các tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A 2004-123714

Tài liệu sáng chế 2: JP-A 2006-28519

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết bởi sáng chế

Sáng chế đã được hoàn thành nhằm khắc phục các nhược điểm của giải pháp đã biết, và mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất DIB độ tinh khiết cao với khả năng lựa chọn phản ứng cao trong đó phần cắt hỗn hợp C4 được tiếp xúc với chất xúc tác polyme hóa để tiến hành polyme hóa isobuten ở một giai đoạn.

Cách thức giải quyết vấn đề

Như kết quả của các nghiên cứu chuyên sâu để đạt được mục đích nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng khi phần cắt hỗn hợp C4 được tiếp xúc với chất xúc tác axit rắn, tốt hơn là chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit, như chất xúc tác polyme hóa trong khi điều chỉnh sự biến đổi của isobuten trong phần cắt hỗn hợp C4 tới phạm vi mong muốn, có thể sản xuất DIB với khả năng lựa chọn phản ứng cao, và hơn nữa khi sản phẩm phản ứng thu được được xử lý chung cất riêng biệt, thì có thể thu được DIB có độ tinh khiết cao.

Sáng chế đã được hoàn thành trên cơ sở phát hiện này.

Nghĩa là, sáng chế đề cập đến các đối tượng sau.

[1] Quy trình sản xuất diisobutylen bằng cách cho phần cắt hỗn hợp C4 dưới dạng nguyên liệu thô tiếp xúc với chất xúc tác axit rắn, quy trình bao gồm các bước:

(a) polyme hóa isobuten;

(b) tiến hành chưng cất các sản phẩm phản ứng thu được để tách phần cắt chưa được phản ứng C4 và phần cắt oligome bao gồm phần cắt C8 được sản xuất ra khỏi nhau; và

(c) tinh chế diisobutylen từ phần cắt C8 bằng cách chưng cất,

trong đó sự biến đổi của isobuten có trong phần cắt hỗn hợp C4 khi thực hiện

bước (a) được điều chỉnh tới phạm vi từ 60 đến 95%.

[2] Quy trình sản xuất diisobutylen theo mục [1], trong đó chất xúc tác axit rắn là chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit.

[3] Quy trình sản xuất diisobutylen theo mục [1] hoặc [2], trong đó bước (a) polyme hóa isobuten được tiến hành ở các điều kiện phản ứng bao gồm WHSV (khối lượng của nguyên liệu dựa vào khối lượng của chất xúc tác trên 1 giờ) của phần cất hỗn hợp C4 trên cơ sở chất xúc tác axit rắn từ 0,1 đến 5/giờ, nhiệt độ phản ứng 150°C hoặc thấp hơn, và áp suất phản ứng 0,2 MPa hoặc lớn hơn mà nguyên liệu thô hóa lỏng được ở đó.

[4] Quy trình sản xuất diisobutylen theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó ở bước (c) tinh chế diisobutylen từ phần cất C8 bằng cách chưng cất, diisobutylen thu được ở đó có lượng phần cất C4 1% khối lượng hoặc ít hơn và độ tinh khiết 95% khối lượng hoặc lớn hơn.

Hiệu quả của sáng chế

Trong quy trình sản xuất DIB theo sáng chế, bằng cách cho phần cất hỗn hợp C4 tiếp xúc với chất xúc tác axit rắn, tốt hơn là chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit, như chất xúc tác polyme hóa trong khi điều chỉnh sự biến đổi của isobuten trong phần cất hỗn hợp C4 tới phạm vi mong muốn và còn cho sản phẩm phản ứng thu được xử lý chưng cất riêng biệt, có thể sản xuất DIB độ tinh khiết cao với khả năng lựa chọn phản ứng cao theo cách hiệu quả.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình sản xuất DIB theo sáng chế trong đó phần cất hỗn hợp C4 làm nguyên liệu thô được tiếp xúc với chất xúc tác axit rắn, quy trình khác biệt ở chỗ bao gồm các bước:

(a) polyme hóa isobuten;

(b) tiến hành chưng cất các sản phẩm phản ứng thu được để tách phần cất chưa được phản ứng C4 và phần cất oligome bao gồm phần cất C8 được sản xuất ra khỏi nhau; và

(c) tinh chế diisobutylen từ phần cất C8 bằng cách chưng cất,

trong đó sự biến đổi của isobuten có trong phần cất hỗn hợp C4 khi thực hiện bước (a) được điều chỉnh tới phạm vi từ 60 đến 95%.

Phần cất hỗn hợp C4

Trong quy trình sản xuất DIB theo sáng chế, phần cất hỗn hợp C4 được sử dụng làm nguyên liệu thô.

Các ví dụ về phần cất hỗn hợp C4 bao gồm các phần cất olefin thu được trong quy trình FCC, các phần cất olefin thu được bằng cách loại bỏ các hợp chất điện khỏi các phần cất được tạo ra trong thiết bị cracking naphta nhờ sự chiết hoặc sự hydro hóa chọn lựa của nó, và các hỗn hợp thu được bằng cách trộn các phần cất này ở tỷ lệ tùy chọn. Hơn nữa, đối với phần cất hỗn hợp C4, cũng có thể sử dụng các phần cất được tạo ra bằng cách tăng hoặc giảm các lượng hợp phần cụ thể bất kỳ trong các phần cất này bằng các phương pháp đã biết như chưng cất chẳng hạn. Ví dụ, có thể sử dụng chất lỏng tinh chế thu được bằng cách chiết butadien từ phần cất C4 được tạo ra trong thiết bị cracking naphta, và phần cất isobuten-isobutan có nồng độ isobuten cao mà thu được bằng cách chưng cất (hoặc chưng cất phản ứng) phần cất C4 được tạo ra trong quy trình FCC để loại bỏ các n-buten hoặc các n-butan khỏi đó.

Phần cất hỗn hợp C4 thường chứa các hợp phần khác nhau như 1-buten, trans-2-buten, cis-2-buten, isobuten, n-butan, isobutan và butadien chẳng hạn.

Xử lý sơ bộ phần cất hỗn hợp C4

Trong quy trình sản xuất DIB theo sáng chế, phần cất hỗn hợp C4 làm nguyên liệu thô của nó tốt hơn là được tiến hành các bước xử lý sơ bộ từ (1) đến

(3) dưới đây để loại bỏ tạp chất và tinh chế nguyên liệu thô.

(1) Các dien như butadien trong phần cất hỗn hợp C4 chẳng hạn có xu hướng gây khử hoạt tính trong hoạt động xúc tác hoặc làm giảm độ tinh khiết của diisobutylen có thể được loại bỏ bằng cách sử dụng phương pháp chiết bởi dung môi như N,N-đimetyl formamit và axetonitril chẳng hạn. Hơn nữa, hàm lượng các dien trong phần cất hỗn hợp C4 cũng có thể được giảm bởi sự hydro hóa chọn lựa sử dụng chất xúc tác hydro hóa như Pd hoặc Ni chẳng hạn, nếu cần. Nói chung, hàm lượng các dien trong phần cất được điều chỉnh thích hợp tới 1000 ppm tính theo khối lượng hoặc ít hơn.

(2) Các hợp chất lưu huỳnh và/hoặc các hợp chất nitơ bazơ có xu hướng gây khử hoạt tính trong hoạt động xúc tác có thể được loại bỏ bằng cách rửa bằng nước, xử lý bằng các chất hút như nhôm ôxit hoạt hóa, cacbon hoạt hóa và/hoặc các rây phân tử chẳng hạn.

(3) Phần cất C3 có xu hướng gây giảm độ tinh khiết của diisobutylen có thể được khử bằng cách chưng cất từ đỉnh của cột chưng cất.

(a) Bước polyme hóa isobuten

Trong quy trình sản xuất DIB bằng cách tiếp xúc phần cất hỗn hợp C4 làm nguyên liệu thô của nó tốt hơn là được tiến hành các xử lý sơ bộ nêu trên với chất xúc tác axit rắn theo sáng chế, sự biến đổi của isobuten trong phần cất hỗn hợp C4 khi thực hiện bước (a) polyme hóa isobuten được điều chỉnh tới phạm vi từ 60 đến 95%.

Khi sự biến đổi của isobuten trong phần cất hỗn hợp C4 lớn hơn 95%, không chỉ 2,4,4-trimetyl-1-penten và 2,4,4-trimetyl-2-penten là diisobutylen theo mục đích mà còn các hợp chất nặng như các chất đồng phân C8 chẳng hạn thu được bởi sự phản ứng của 1-buten hoặc 2-buten cũng như các trime hoặc các tetrame của nó được sản xuất với lượng tăng, vì vậy quy trình chưng cất sau đó có thể không tạo ra diisobutylen có độ tinh khiết cao. Khi sự biến đổi của

isobuten trong phần cất hỗn hợp C4 là ít hơn 60%, thì lượng nguyên liệu thô chưa được phản ứng trong diisobutylene thu được có xu hướng được tăng, vì vậy có thể khó tạo ra diisobutylene với năng suất cao. Từ các quan điểm ở trên, sự biến đổi của isobuten tốt hơn là từ 65 đến 90% và tốt hơn nữa là từ 70 đến 90%.

Trong khi đó, phương pháp điều chỉnh sự biến đổi của isobuten sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

Chất xúc tác axit rắn

Các ví dụ về chất xúc tác axit rắn được sử dụng làm chất xúc tác polyme hóa trong quy trình sản xuất DIB theo sáng chế bao gồm silic oxit-nhôm oxit, silic oxit-magie oxit, silic oxit-bo oxit, nhôm oxit-bo oxit, nhôm oxit được clo hóa, nhôm oxit được flo hóa, các hợp phần này thu được bằng cách trộn axit clohydric, axit sulfuric, axit phosphoric hoặc BF_3 lên silicagel hoặc gel nhôm oxit, các nhựa trao đổi cation, các zeolit tổng hợp, các axit dị đa, các oxit kim loại hỗn hợp gốc ziricon oxit như oxit molipđen/ziricon oxit và vonfram oxit/ziricon oxit, chẳng hạn và các khoáng chất đất sét như đất sét axit, bentonit, cao lanh và monmorilonit chẳng hạn. Các chất xúc tác axit rắn này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp hai hoặc nhiều chất xúc tác axit rắn. Trong số các chất xúc tác axit rắn này, silic oxit-nhôm oxit là đặc biệt được ưu tiên sử dụng.

Chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit có thể được sản xuất bằng phương pháp kết tủa trong đó nhôm được kết tủa trên silicagel sử dụng dung dịch $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ và NH_4OH , hoặc phương pháp lắng tách trong đó dung dịch silicat kiềm (thủy tinh lỏng) được bổ sung vào dung dịch $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. Khi nung gel thu được này ở nhiệt độ khoảng 550°C , có thể thu được chất xúc tác có hoạt tính cực cao.

Đối với chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit, có thể thường sử dụng các chất xúc tác có các đặc tính sau:

- Tỷ lệ khối lượng của $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$: từ 2 đến 20;

- Đường kính lỗ trung bình như được đo bằng phương pháp hấp thụ nitơ: 2 đến 10 nm;
- Tổng dung tích lỗ như được đo bằng phương pháp hấp thụ nitơ: 0,2 đến 1 mL/g; và
- Diện tích bề mặt riêng BET: 200 đến 600 m²/g.

(Phương pháp kiểm soát sự biến đổi của isobuten)

Sự biến đổi của isobuten có thể được kiểm soát ở các điều kiện phản ứng sau.

- (1) WHSV (khối lượng của nguyên liệu dựa vào khối lượng của chất xúc tác trên 1 giờ) của phân cắt hỗn hợp C4 trên cơ sở chất xúc tác axit rắn tốt hơn là từ 0,1 đến 5/giờ và tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 2/giờ. Khi WHSV là 0,1/giờ hoặc nhiều hơn, thì có thể duy trì sự biến đổi của isobuten 95% hoặc ít hơn. Mặt khác, khi WHSV là 5/giờ hoặc ít hơn, thì có thể duy trì sự biến đổi của isobuten 60% hoặc nhiều hơn.
- (2) Nhiệt độ phản ứng tốt hơn là 150°C hoặc thấp hơn và tốt hơn nữa là từ 25 đến 100°C. Khi nhiệt độ phản ứng là 25°C hoặc cao hơn, thì có thể đạt được tốc độ phản ứng phù hợp mà không sử dụng một lượng lớn chất xúc tác. Mặt khác, khi nhiệt độ phản ứng là 150°C hoặc thấp hơn, thì có thể ngăn chặn làm giảm khả năng chọn lọc phản ứng của DIB, vì vậy có thể thu được DIB có độ tinh khiết cao.
- (3) Áp suất phản ứng tốt hơn là 0,2 MPa hoặc lớn hơn miễn là nguyên liệu thô có thể được hóa lỏng ở đó.
- (4) Phản ứng có thể được tiến hành sử dụng bình phản ứng đoạn nhiệt, bình phản ứng nhiều ống hoặc bình phản ứng tương tự. Để điều chỉnh nhiệt độ phản ứng (loại bỏ nhiệt), các sản phẩm phản ứng có thể được tái chế tới bình phản ứng (cung cấp ở dạng hỗn hợp với nguyên liệu thô), hoặc nguyên liệu thô có thể

được pha loãng với chất pha loãng thích hợp bất kỳ. Khi tái chế các sản phẩm phản ứng tới bình phản ứng, lượng sản phẩm phản ứng được tái chế tốt hơn là từ 0 đến 4 lần tính theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 0 đến 3 lần tính theo khối lượng lượng nguyên liệu thô được cấp tới bình phản ứng. Khi lượng sản phẩm phản ứng được tái chế là 4 lần tính theo khối lượng hoặc ít hơn, thì có thể ngăn chặn làm giảm tốc độ phản ứng do giảm nồng độ của nguyên liệu thô, vì vậy không cần phải sử dụng một lượng lớn chất xúc tác.

Trong khi đó, bình phản ứng và phương pháp phản ứng được sử dụng khi phản ứng polyme hóa của isobuten không bị giới hạn một cách cụ thể, và có thể thừa nhận các phương pháp kiểu liên tục, kiểu bán liên tục và kiểu dòng chảy liên tục sử dụng lò phản ứng kiểu bể, phương pháp phản ứng kiểu dòng chảy liên tục sử dụng bình phản ứng chuỗi tầng cố định, tầng sôi hoặc tầng di động, v.v..

Quy trình sản xuất DIB theo sáng chế còn bao gồm bước (b) tiến hành chưng cất các sản phẩm phản ứng thu được để tách phần cất chưa được phản ứng C4 và phần cất oligome bao gồm phần cất C8 được sản xuất ra khỏi nhau, và bước (c) tinh chế DIB từ phần cất C8 bằng cách chưng cất.

Bước (b)

Bước (b) là bước mà trong đó các sản phẩm phản ứng thu được trong phản ứng polyme hóa được chưng cất để tách phần cất chưa được phản ứng C4 và phần cất oligome bao gồm phần cất C8 được tạo ra mà được chứa trong các sản phẩm phản ứng ra khỏi nhau.

Ở bước (b), các sản phẩm phản ứng được cấp tới cột chưng cất, và được chưng cất trong khi điều chỉnh các điều kiện chưng cất (như hệ số hồi lưu (R/D), áp suất, v.v. chẳng hạn) sao cho lượng phần cất C4 trong các đáy là 1% khối lượng hoặc ít hơn. Kết quả là, phần cất C4 làm nguyên liệu thô chưa được phản ứng được loại bỏ khỏi đỉnh của cột, trong khi thu được các oligome bao gồm

điisobutylen trong phân cắt C8 như các đây.

Bước (c)

Bước (c) là bước mà trong đó điisobutylen trong phân cắt C8 thu được ở bước (b) được tinh chế bằng cách chưng cất. Ở bước (c), các đáy bao gồm điisobutylen mà thu được ở bước (b) được cấp tới cột chưng cất, và phân cắt C8 chủ yếu chứa điisobutylen thu được từ đỉnh của cột, trong khi các hợp phần oligome chủ yếu chứa trime hoặc các oligome cao hơn thu được từ đáy của cột.

Ở bước (c), có thể thu được điisobutylen có hàm lượng phân cắt C4 1% khối lượng hoặc ít hơn và độ tinh khiết 95% khối lượng hoặc lớn hơn.

Sử dụng điisobutylen

Diisobutylen (2,4,4-trimetyl-1-penten và 2,4,4-trimetyl-2-penten) được sản xuất bằng quy trình sản xuất DIB theo sáng chế có thể được sử dụng, ví dụ, trong các ứng dụng bao gồm nguyên liệu thô đối với các oxoalcohol, axit isononanoic, p-octyl phenol, các chất dính cao su, các hoạt chất bề mặt, các phụ gia gazolin, các hóa chất cao su hoặc các hợp chất tương tự.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây dựa vào các ví dụ sau. Tuy nhiên, các ví dụ này chỉ là minh họa và sẽ không làm giới hạn sáng chế.

Các ví dụ từ 1 đến 3 và ví dụ so sánh 1

Hợp phần dien như butadien trong phân cắt hỗn hợp C4 chẳng hạn thu được từ việc cracking naphta được chiết từ đó với dimetyl formandehyt, và sau đó phân cắt C4 còn lại được hydro hóa chọn lựa bằng cách sử dụng chất xúc tác Pd có bán trên thị trường sao cho nồng độ của hợp phần dien trong đó là 10 ppm tính theo khối lượng hoặc ít hơn. Kế tiếp, sản phẩm phản ứng thu được được rửa bằng nước để khử các hợp phần lưu huỳnh (S) và các hợp phần nitơ (N) khỏi đó

cho đến khi nồng độ của các hợp phần tương ứng được giảm xuống 5 ppm tính theo khối lượng hoặc ít hơn. Hơn nữa, sản phẩm đã được rửa như vậy được chưng cất liên tục để loại bỏ các hợp phần C3 khỏi đỉnh của cột và sử dụng các dung dịch phản ứng còn lại chứa phần cất C4 làm nguyên liệu thô để sản xuất diisobutylene (hợp phần của nguyên liệu thô được thể hiện trong bảng 1).

Chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit [tỷ lệ khối lượng $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$: 9; đường kính lỗ trung bình: 6 nm; tổng dung tích lỗ: 0,5 mL/g; diện tích bề mặt riêng BET: 400 m²/g] khi chất xúc tác polyme hóa được nạp vào trong lò phản ứng dạng ống để thực hiện phản ứng liên tục tầng cố định trong đó. Do đó lò phản ứng được nạp chất xúc tác được gia nhiệt bởi thiết bị gia nhiệt dạng vỏ sao cho tầng xúc tác ở đó được kiểm soát trong điều kiện đẳng nhiệt. Các điều kiện phản ứng và các kết quả phản ứng được thể hiện trong bảng 1.

Trong các ví dụ từ 1 đến 3, áp suất phản ứng và WHSV lần lượt được cố định ở các giá trị cụ thể, trong khi nhiệt độ phản ứng được thay đổi, do đó sự biến đổi của isobuten được điều chỉnh xuống ít hơn 95%. Mặt khác, trong ví dụ so sánh 1, áp suất phản ứng và WHSV lần lượt được cố định ở các giá trị cụ thể tương tự với các ví dụ từ 1 đến 3, và nhiệt độ phản ứng được điều chỉnh tới 80°C, nhờ đó sự biến đổi của isobuten được điều chỉnh tới 98%.

Hơn nữa, các sản phẩm phản ứng thu được được chưng cất liên tục dưới các điều kiện bao gồm 18 mức cột chưng cất, hệ số hồi lưu R/D là 0,29 và áp suất đỉnh cột là 0,38 MPa để loại bỏ các hợp chất C4 làm nguyên liệu thô chưa được phản ứng khỏi đó. Kế tiếp, các đáy bao gồm diisobutylene khi chất lỏng cấp được chưng cất liên tục dưới các điều kiện gồm 40 mức cột chưng cất, hệ số hồi lưu R/D là 5 và áp suất đỉnh cột là 0,65 MPa để thu được các hợp chất C8 chứa diisobutylene từ đỉnh của cột. Nồng độ của 2,4,4-trimetyl-1-penten và 2,4,4-trimetyl-2-penten dưới dạng diisobutylene đích trong các hợp chất C8 đã thu được này được thể hiện ở cột dưới cùng của bảng 1.

Bảng 1

		Ví dụ so sánh 1	Các ví dụ		
			1	2	3
Hợp phần của nguyên liệu thô	% mol				
Isobuten		45	45	45	47
Các n-Buten		40	39	38	39
Các butan		14	15	16	13
Các hợp chất C3		0,03	0,03	0,02	0,03
Các dien		0,000	0,000	0,000	0,001
Nhiệt độ phản ứng	°C	80	68	61	37
Áp suất phản ứng	MPa	2	2	2	2
WHSV	/giờ	0,2	0,2	0,2	0,2
Sự biến đổi isobuten	%	98	93	86	74
Sự biến đổi n-Buten	%	13	8	5	2
Hợp phần của chất lỏng sản phẩm phản ứng	% khối lượng				
C8		40	46	54	58
C12		49	47	41	36
C16		9	6	4	4
C20 +		2	2	1	2
Nồng độ của DIB trong các hợp chất C8		66	80	86	93
Nồng độ của DIB sau khi tinh chế bằng cách chưng cất	% khối lượng	90	95	96	97

Từ các kết quả được thể hiện trong bảng 1, người ta xác định rằng trong các ví dụ từ 1 đến 3 trong đó sự biến đổi của isobuten nằm trong khoảng từ 74 đến 93%, có thể thu được sản phẩm độ tinh khiết cao có nồng độ diisobutylen 95% hoặc lớn hơn. Mặt khác, đã được xác nhận rằng trong ví dụ so sánh 1 trong

đó sự biến đổi của isobuten là 98%, diisobutylen thu được ở đó có độ tinh khiết 90%.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Trong quy trình sản xuất DIB theo sáng chế, khi phân cắt hỗn hợp C4 được tiếp xúc với chất xúc tác axit rắn, tốt hơn là chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit để tiến hành polyme hóa isobuten ở một giai đoạn và sau đó các sản phẩm phản ứng thu được được xử lý chưng cất, có thể sản xuất diisobutylen có độ tinh khiết cao có giá trị bổ sung cao với khả năng lựa chọn phản ứng cao.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất diisobutylen bằng cách cho phần cất hỗn hợp C4 dưới dạng nguyên liệu thô tiếp xúc với chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit, quy trình bao gồm các bước:

(a) polyme hóa isobuten;

(b) tiến hành chưng cất các sản phẩm phản ứng thu được để tách phần cất chưa được phản ứng C4 và phần cất oligome bao gồm phần cất C8 được sản xuất ra khỏi nhau; và

(c) tinh chế diisobutylen từ phần cất C8 bằng cách chưng cất,

trong đó sự biến đổi của isobuten có trong phần cất hỗn hợp C4 khi thực hiện bước (a) được điều chỉnh tới phạm vi từ 60 đến 95%.

2. Quy trình sản xuất diisobutylen theo điểm 1, trong đó bước (a) polyme hóa isobuten được tiến hành ở các điều kiện phản ứng bao gồm WHSV (khối lượng của nguyên liệu dựa vào khối lượng của chất xúc tác trên 1 giờ) của phần cất hỗn hợp C4 trên cơ sở chất xúc tác axit rắn từ 0,1 đến 5/giờ, nhiệt độ phản ứng 150°C hoặc thấp hơn, và áp suất phản ứng 0,2 MPa hoặc lớn hơn mà nguyên liệu thô hóa lỏng được ở đó.

3. Quy trình sản xuất diisobutylen theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ở bước (c) tinh chế diisobutylen từ phần cất C8 bằng cách chưng cất, diisobutylen thu được ở đó có lượng phần cất C4 là 1% khối lượng hoặc ít hơn và độ tinh khiết 95% khối lượng hoặc lớn hơn.

4. Quy trình sản xuất diisobutylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chất xúc tác silic oxit-nhôm oxit bao gồm SiO_2 và Al_2O_3 và tỷ lệ khối lượng của $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ là 2 đến 20.