

(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
 (19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
 CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ 1-0027696
 (51)⁷ C07C 37/20; C07C 39/16; C07B 61/00 (13) B

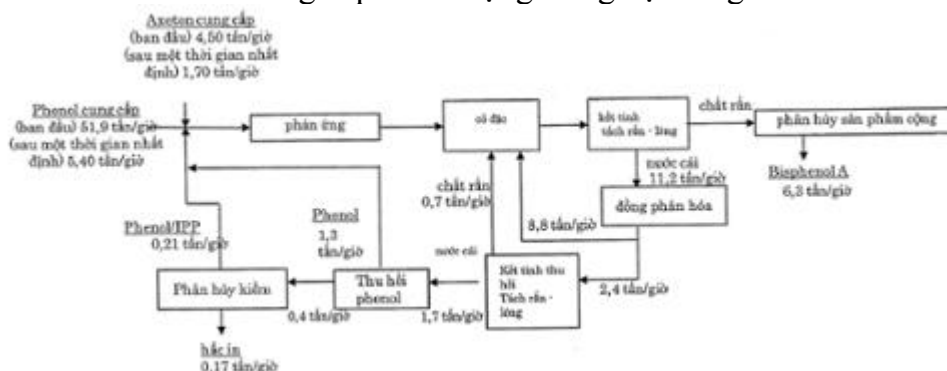


1-0027696

(21) 1-2014-04351 (22) 13/06/2013
(86) PCT/JP2013/066390 13/06/2013 (87) WO 2014/002787 A1 03/01/2014
(30) 2012-145413 28/06/2012 JP
(45) 25/03/2021 396 (43) 25/03/2015 324A
(73) IDEMITSU KOSAN CO., LTD. (JP)
1-1, Marunouchi 3-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8321, Japan
(72) SAITO, Masao (JP); TOYONO, Ayumi (JP); NAKAGAWA, Takashi (JP);
HAYAKAWA, Takashi (JP); KODAMA, Masahiro (JP).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT BISPHENOL A

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất bisphenol A (BPA) bao gồm bước (A) là bước tạo ra BPA trong thiết bị phản ứng, trong đó phenol và axeton dư được phản ứng thông qua phản ứng ngưng tụ với sự có mặt của chất xúc tác axit, bằng cách đó thu được hỗn hợp phản ứng chứa BPA, bước (B) là bước cô đặc hỗn hợp phản ứng để tạo ra chất lỏng cô đặc, bước (C) là bước kết tinh chất lỏng cô đặc, sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn và nước cái, bước (D) là bước đồng phân hóa ít nhất một phần nước cái tồn tại trong hệ thống của nước cái nêu trên, bước (E) là bước kết tinh dung dịch sau khi đồng phân hóa, sau đó xử lý sản phẩm kết tinh để tách rắn - lỏng thành chất rắn và nước cái và bước (F) là bước phân hủy kiềm ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước trước đó, thu hồi phenol và/hoặc IPP và cung cấp chúng cho thiết bị phản ứng ở bước (A), không thông qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp, bisphenol A được sản xuất với chất lượng cao trong khi có thể giảm bớt một cách hiệu quả lượng nguyên liệu khởi đầu cần để cung cấp để sử dụng trong hệ thống.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất bisphenol A (2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan) và chính xác là đề cập đến phương pháp sản xuất bisphenol A từ phenol và axeton.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bisphenol A được biết đến là một hợp chất quan trọng dùng làm nguyên liệu khởi đầu của các chất dẻo kỹ thuật như nhựa polycacbonat, nhựa polyarylat, v.v. hoặc của nhựa epoxy, v.v.; và gần đây, nhu cầu về hợp chất này có xu hướng ngày càng tăng. Bisphenol A chất lượng cao được mong muốn làm nguyên liệu khởi đầu để tạo ra nhựa chất lượng cao.

Nói chung, bisphenol A được sản xuất nhờ phản ứng giữa phenol và axeton dư về mặt hóa học lượng pháp với sự có mặt của chất xúc tác axit. Bisphenol A được thu từ dung dịch sau phản ứng nhờ bước kết tinh/tách lỏng - rắn là sản phẩm cộng của bisphenol A với phenol và thu được ở dạng sản phẩm bằng cách loại phenol ra khỏi sản phẩm cộng. Bằng cách đó, nước cái mà sản phẩm cộng đã được tách ra từ nước cái này sau khi kết tinh được tuần hoàn trở lại quy trình phản ứng hoặc tương tự và được tái sử dụng trong hệ thống.

Liên quan đến phương pháp sản xuất bisphenol A, đã có các phương pháp được đề xuất để sản xuất bisphenol A chất lượng cao một cách hiệu quả.

Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ phương pháp sản xuất có quy trình trong đó, trong khi một phần nước cái thu được nhờ bước tách/phân ly dung dịch phản ứng sau phản ứng giữa phenol và axeton được đưa trở lại thiết bị phản ứng, phần nước cái khác được xử lý thông qua bước đồng phân hóa, bước cô đặc nước cái, bước kết tinh/tách rắn-lỏng để thu được dung dịch thu hồi mà sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol đã được thu hồi từ đó và sau đó

bisphenol A và phenol được thu hồi từ dung dịch thu hồi thông qua bước phân hủy kiềm và bước tái tổ hợp, bằng cách đó đưa hỗn hợp quay trở lại thiết bị phản ứng.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp sản xuất có quy trình trong đó, không luân chuyển nước cái sau khi kết tinh và tách sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol từ hỗn hợp phản ứng sau phản ứng giữa phenol và axeton trở lại thiết bị phản ứng, toàn bộ lượng nước cái được đồng phân hóa và sau đó được tái tuần hoàn cho bước ngưng, bước cô đặc hoặc bước kết tinh/tách rắn-lỏng và để ngăn chặn tạp chất tích lũy trong hệ thống, bisphenol A và phenol được thu hồi từ dịch đồng phân hóa để được xả ra.

Danh sách tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A 2009-242316

Tài liệu sáng chế 2: JP-A 2004-359594

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, phương pháp có quy trình trong đó một phần nước cái của dung dịch phản ứng được đưa trở lại thiết bị phản ứng như trong tài liệu sáng chế 1 còn tồn tại vấn đề là chất lượng của bisphenol A thu được kém vì nước cái có chứa tạp chất.

Theo phương pháp sản xuất được mô tả trong tài liệu sáng chế 2, bisphenol A chất lượng cao có thể thu được, tuy nhiên dung dịch còn lại sau khi đã thu hồi bisphenol A và phenol từ chất lỏng đồng phân hóa vẫn bị loại bỏ. Dung dịch chứa thành phần hữu hiệu có thể là phenol hoặc p-isopropenylphenol làm hợp chất trung gian bisphenol A nhờ sự phân hủy kiềm.

Trong phương pháp sản xuất bisphenol A, mong muốn có thể sử dụng một cách hiệu quả dung dịch mà trước đây được loại bỏ để làm giảm lượng nguyên liệu khởi đầu cần cung cấp và sử dụng.

Sáng chế đã được tiến hành có tính đến các vấn đề nêu trên và mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất bisphenol A, trong đó bisphenol A chất lượng cao có thể được tạo ra và lượng nguyên liệu khởi đầu cần cung cấp và sử dụng có thể được giảm bớt một cách hiệu quả.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, phương pháp sản xuất bisphenol A bao gồm các bước riêng biệt, trong đó nước cái tách ra từ hỗn hợp phản ứng sau phản ứng giữa phenol và axeton không được đưa trở lại thiết bị phản ứng mà ở đó phản ứng được thực hiện, có thể giải quyết được các vấn đề nêu trên và đã hoàn thành sáng chế.

Cụ thể, sáng chế đề xuất các mục từ [1] đến [6] sau.

[1] phương pháp sản xuất bisphenol A, bao gồm các bước từ (A) đến (F) sau:

bước (A): bước tạo ra bisphenol A trong thiết bị phản ứng, trong đó phenol và axeton dư được phản ứng để ngưng tụ với sự có mặt của chất xúc tác axit, bằng cách đó thu được hỗn hợp phản ứng chứa bisphenol A,

bước (B): bước cô hỗn hợp phản ứng thu được ở bước (A) để tạo ra chất lỏng cô đặc,

bước (C): bước kết tinh chất lỏng cô đặc thu được ở bước (B) và sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn chứa sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol và nước cái,

bước (D): bước đồng phân hóa ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (C),

bước (E): bước kết tinh dung dịch sau khi đồng phân hóa ở bước (D)

và sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn và nước cái,

bước (F): bước phân hủy kiềm ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (E), thu hồi phenol và/hoặc p-isopropenylphenol và cung cấp phenol và/hoặc p-isopropenylphenol thu hồi theo cách này cho thiết bị phản ứng ở bước (A), không thông qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp.

[2] Phương pháp sản xuất bisphenol A theo mục [1] nêu trên, trong đó ở bước (D), toàn bộ lượng nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (C) được đồng phân hóa.

[3] Phương pháp sản xuất bisphenol A theo mục [1] hoặc mục [2] nêu trên, trong đó từ 5 đến 30% theo khối lượng của dung dịch sau khi xử lý đồng phân hóa ở bước (D) được cấp cho bước (E) và từ 95 đến 70% theo khối lượng của dung dịch được đưa trở lại bước (B).

[4] Phương pháp sản xuất bisphenol A theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3] nêu trên, trong đó phenol và/hoặc p-isopropenylphenol thu hồi ở bước (F) được cung cấp trực tiếp cho thiết bị phản ứng ở bước (A).

[5] Phương pháp sản xuất bisphenol A theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4] nêu trên, trong đó phenol được thu hồi từ nước cái mà chất rắn đã được loại bỏ khỏi nước cái này thông qua thao tác tách rắn - lỏng ở bước (E) và nước cái sau khi thu hồi phenol được cấp cho bước (F).

[6] Phương pháp sản xuất bisphenol A theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5] nêu trên, trong đó màu sắc (APHA) được đo bằng phép đo màu dựa theo tiêu chuẩn JIS K 4101 của bisphenol A tạo ra cao nhất là 15.

Hiệu quả của sáng chế

Theo phương pháp sản xuất bisphenol A của sáng chế, bisphenol A chất lượng cao có thể được tạo ra và lượng nguyên liệu khởi đầu cần cung cấp

và sử dụng có thể được giảm bớt một cách hữu hiệu.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là biểu đồ quy trình thể hiện một ví dụ về phương pháp sản xuất bisphenol A theo sáng chế.

Fig. 2 là biểu đồ quy trình của phương pháp sản xuất bisphenol A được mô tả trong ví dụ 1.

Fig. 3 là biểu đồ quy trình của phương pháp sản xuất bisphenol A được mô tả trong ví dụ so sánh 1.

Fig. 4 là biểu đồ quy trình của phương pháp sản xuất bisphenol A được mô tả trong ví dụ so sánh 2.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương pháp sản xuất bisphenol A theo sáng chế bao gồm các bước từ (A) đến (F) sau:

bước (A): bước tạo ra bisphenol A trong thiết bị phản ứng, trong đó phenol và axeton dư được phản ứng để ngưng tụ với sự có mặt của chất xúc tác axit, bằng cách đó thu được hỗn hợp phản ứng chứa bisphenol A,

bước (B): bước cô hỗn hợp phản ứng thu được ở bước (A) để tạo ra chất lỏng cô đặc,

bước (C): bước kết tinh chất lỏng cô đặc thu được ở bước (B) và sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn chứa sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol và nước cái,

bước (D): bước đồng phân hóa ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (C),

bước (E): bước kết tinh dung dịch sau khi đồng phân hóa ở bước (D) và sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn và nước cái,

bước (F): bước phân hủy kiềm ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (E), thu hồi phenol và/hoặc p-isopropenylphenol và cung cấp phenol và/hoặc p-isopropenylphenol thu hồi theo cách này cho thiết bị phản ứng ở bước (A), không thông qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp.

Phương pháp sản xuất bisphenol A theo sáng chế là phương pháp sản xuất, trong đó nước cái tách ra từ hỗn hợp phản ứng sau phản ứng giữa phenol và axeton không được đưa trở lại thiết bị phản ứng mà phản ứng được thực hiện ở đó. Như vậy, lượng tạp chất tồn tại trong thiết bị phản ứng có thể được khử và do đó bisphenol A chất lượng cao có thể được tạo ra.

Ngoài ra, ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái mà chất rắn đã được tách ra từ đó được đồng phân hóa ở bước (D), trong đó, thành phần có thể đồng phân hóa duy nhất của tạp chất trong nước cái có thể được chuyển hóa thành bisphenol A và hàm lượng của bisphenol A nhờ đó có thể được tăng lên. Do đó, trong khi một phần nước cái được xả hết ra khỏi hệ thống để ngăn chặn tạp chất tích lũy trong hệ thống, một lượng lớn bisphenol A có thể được thu hồi từ nước cái xả ra và hiệu suất của bisphenol A nhờ đó có thể được tăng lên.

Quá trình đồng phân hóa ở bước (D) là quá trình xử lý chuyển hóa các sản phẩm phụ được tạo ra bởi các quy trình phản ứng thành dạng 4,4'. Sản phẩm phụ bao gồm các chất đồng phân của bisphenol A như dạng 2,4' của nó và dạng tương tự.

Ngoài ra, ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái được sinh ra từ việc loại bỏ chất rắn ra khỏi dung dịch sau khi đồng phân hóa được phân hủy kiềm ở bước (F), trong đó, tạp chất như bisphenol A, 2,4'-bisphenol A, trisphenol và các chất khác tồn tại trong nước cái có thể được phân hủy và phenol và/hoặc p-isopropenylphenol (IPP) mà là hợp chất trung gian của nguyên liệu khởi đầu bisphenol A có thể được thu hồi làm thành phần hoạt

tính.

Khi phenol và/hoặc IPP thu hồi được đưa qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp, thì phenol và IPP sẽ phản ứng với nhau để tạo ra bisphenol A trong thiết bị phản ứng tái tổ hợp; và khi bisphenol A tạo ra được cấp cho thiết bị phản ứng ở bước (A), thì nó sẽ phản ứng thêm với hợp chất trung gian phản ứng IPP có tính phản ứng cao để tạo ra sản phẩm phụ, bằng cách đó chất lượng của bisphenol A cần được sản xuất sẽ giảm xuống.

Do đó, theo sáng chế, phenol và/hoặc IPP thu hồi được cấp cho thiết bị phản ứng ở bước (A) không thông qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp.

Ngoài ra, phenol và/hoặc IPP thu hồi có thể được kết hợp với phenol khởi đầu và có thể được cấp cho thiết bị phản ứng ở bước (A) và do đó, lượng cần cung cấp của các nguyên liệu khởi đầu phenol và axeton có thể được giảm bớt và bisphenol A chất lượng cao với mức độ tương đương như trước đó có thể thu được.

Phương pháp sản xuất bisphenol A theo sáng chế được mô tả dưới đây, tham khảo biểu đồ quy trình của Fig. 1 thể hiện một ví dụ về phương pháp sản xuất bisphenol A theo sáng chế.

Bước (A)

Bước (A) là bước tạo ra bisphenol A trong thiết bị phản ứng, trong đó phenol và axeton dư được phản ứng thông qua phản ứng ngưng tụ với sự có mặt của chất xúc tác axit, bằng cách đó thu được hỗn hợp phản ứng chứa bisphenol A.

Trong bước này, phenol và axeton cung cấp được phản ứng thông qua phản ứng ngưng tụ để tạo ra p-isopropenylphenol (IPP) và sau đó IPP được phản ứng thêm thông qua phản ứng ngưng tụ với phenol để tạo ra bisphenol A.

Chất xúc tác axit để sử dụng ở bước (A) là nhựa trao đổi cation axit mạnh, nhưng tốt hơn là nhựa trao đổi cation loại axit sulfonic theo quan điểm

về hoạt tính xúc tác của nó.

Không được xác định một cách cụ thể, nhựa trao đổi cation loại axit sulfonic có thể là nhựa trao đổi cation axit mạnh bất kỳ có nhóm axit sulfonic, bao gồm, ví dụ, copolyme styren-đivinylbenzen sulfonat hóa, polyme styren liên kết ngang sulfonat hóa, nhựa phenol formaldehyt-axit sulfonic, nhựa benzen formaldehyt-axit sulfonic, v.v. Một hoặc nhiều trong số các nhựa trao đổi cation này có thể được sử dụng ở đây theo cách riêng biệt hoặc kết hợp.

Trong số các nhựa trao đổi cation axit mạnh nêu trên, được ưu tiên là nhựa trao đổi cation mà được trung hòa một phần bằng mercaptan.

Theo sáng chế, mercaptan có nghĩa là hợp chất có nhóm SH tự do trong phân tử của nó. Mercaptan thuộc loại bao gồm, ví dụ, các alkylmercaptan và alkylmercaptan có một hoặc nhiều phần tử thế của nhóm cacboxyl, nhóm amino, nhóm hydroxyl, v.v. Trong số này, được ưu tiên là các mercaptoalkylamin như 2-mercaptoetylamin, 3-mercaptopropylamin, N,N-đimetyl-3-mercaptopropylamin, N,N-di-n-butyl-4-mercaptobutylamin, 2,2-đimetylthiazolidin, v.v.

Hàm lượng của nhóm axit sulfonic trong nhựa trao đổi cation axit mạnh trung hòa bằng mercaptan tốt hơn nằm trong khoảng từ 5 đến 35% mol so với tổng lượng của tất cả các nhóm axit sulfonic trong nhựa trao đổi cation axit mạnh không được trung hòa, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 10 đến 30% mol, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 15 đến 25% mol.

Không được quy định một cách cụ thể, tỷ lệ của phenol đối với axeton cần được cung cấp có thể là tỷ lệ sao cho phenol về mặt hóa học lượng pháp có thể dư so với axeton.

Tuy nhiên, theo quan điểm để dễ dàng tinh chế bisphenol A tạo ra và tiềm năng kinh tế trong xử lý, lượng phenol cần cung cấp tốt hơn nằm trong khoảng từ 3 đến 30mol đối với 1mol axeton, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ

5 đến 20mol.

Để sản xuất bisphenol A trong bước này, việc bổ sung dung môi phản ứng là không đặc biệt cần thiết ngoại trừ trường hợp độ nhớt của dịch phản ứng quá cao hoặc trường hợp phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ thấp mà tại nhiệt độ đó, các chất phản ứng sẽ hóa rắn và thiết bị phản ứng sẽ khó vận hành.

Việc ngưng tụ phenol và axeton trong bước này có thể đạt được nhờ một hệ bất kỳ trong số các hệ xử lý gián đoạn hoặc hệ xử lý liên tục. Tốt hơn là hệ phản ứng liên tục giá cố định, trong đó nguyên liệu khởi đầu được cấp và phản ứng liên tục; và tốt hơn là hệ dòng tầng cố định của hệ dòng ép đùn.

Hệ phản ứng liên tục tầng cố định có thể có một cột phản ứng hoặc có thể là hệ phản ứng liên tục đa giai đoạn tầng cố định có hai hoặc nhiều cột phản ứng được sắp xếp theo dãy.

Trong hệ dòng tầng cố định, tốc độ không gian theo thể tích chất lỏng của nguyên liệu khởi đầu để cung cấp cho thiết bị phản ứng tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 /giờ, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 0,3 đến 15 /giờ, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 /giờ, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 0,7 đến 6 /giờ.

Nhiệt độ phản ứng giữa phenol và axeton tốt hơn nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 55 đến 90°C, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 60 đến 80°C. Khi nhiệt độ phản ứng không thấp hơn 50°C, tốc độ phản ứng có thể đủ cao và độ nhớt của hỗn hợp phản ứng có thể nằm trong khoảng thích hợp, do đó hỗn hợp phản ứng có thể được ngăn chặn không bị hóa rắn. Mặt khác, khi nhiệt độ phản ứng không cao hơn 100°C, phản ứng có thể được kiểm soát tốt và khả năng chọn lọc bisphenol A nhờ đó có thể tốt hơn. Ngoài ra, chất xúc tác có thể được ngăn chặn không bị phân hủy hoặc thoái biến.

Áp suất phản ứng giữa phenol và axeton tốt hơn nằm trong khoảng từ áp suất thường (0,1MPa) đến 1,5MPa, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ áp suất thường (0,1MPa) đến 0,6MPa.

Bước (B)

Bước (B) là bước cô hỗn hợp phản ứng thu được ở bước (A) để tạo ra chất lỏng cô đặc. Trong bước này, các chất có điểm sôi thấp như axeton không phản ứng, phenol không phản ứng, nước chứa sản phẩm phụ và các chất khác có thể được loại bỏ và nồng độ của bisphenol tạo ra có thể được kiểm soát nằm trong phạm vi thích hợp.

Trong bước này, hỗn hợp phản ứng tốt hơn là được cô bằng phương pháp chưng cất áp suất giảm nhờ sử dụng cột chưng cất.

Tương tự, tốt hơn thao tác cô trong bước này được thực hiện theo hai bước bao gồm bước cô thứ nhất chủ yếu để loại bỏ axeton không phản ứng, nước và các chất có điểm sôi thấp khác bằng phương pháp chưng cất và bước cô thứ hai chủ yếu để loại bỏ phenol không phản ứng và các chất khác bằng phương pháp chưng cất và kiểm soát nồng độ của chất lỏng cô đặc.

Về điều kiện chưng cất áp suất giảm trong bước cô thứ nhất, nhiệt độ tốt hơn nằm trong khoảng từ 10 đến 200°C, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 20 đến 190°C, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 30 đến 180°C và áp suất tốt hơn nằm trong khoảng từ 10 đến 90kPa, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 20 đến 80kPa, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 25 đến 70kPa.

Về điều kiện chưng cất áp suất giảm trong bước cô thứ hai, nhiệt độ tốt hơn nằm trong khoảng từ 70 đến 170°C, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 80 đến 140°C, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 85 đến 130°C và áp suất tốt hơn nằm trong khoảng từ 4 đến 70kPa, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 7 đến 50kPa, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 10 đến 30kPa.

Nhiệt độ và áp suất để chưng cất áp suất giảm trong bước cô thứ hai tốt

hơn là được hiệu chỉnh thấp hơn trong bước cô thứ nhất, có tính đến sự gia tăng về điểm sôi của các thành phần.

Nồng độ của bisphenol A trong chất lỏng cô đặc thu được ở bước này tốt hơn nằm trong khoảng từ 20 đến 60% theo khối lượng, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 20 đến 40% theo khối lượng. Khi nồng độ ít nhất là 20% theo khối lượng, thì bisphenol A có thể được thu hồi một cách hiệu quả bằng phương pháp kết tinh. Mặt khác, khi nồng độ cao nhất là 60% theo khối lượng, thì nhiệt độ đông đặc sẽ không quá cao và nguy cơ khó vận chuyển huyền phù đặc sau khi kết tinh có thể được ngăn chặn.

Bước (C)

Bước (C) là bước kết tinh chất lỏng cô đặc thu được ở bước (B) và sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn chứa sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol và nước cái.

Phương pháp kết tinh chất rắn từ dung dịch sau khi cô đặc tốt hơn bao gồm bước làm lạnh chất lỏng cô đặc trước khi kết tinh và ngay sau khi chưng cất áp suất giảm, làm giảm nhiệt độ xuống từ 35 đến 60°C, tốt hơn làm giảm xuống từ 40 đến 55°C bằng cách đó kết tinh chất rắn trong huyền phù đặc.

Trong trường hợp này, bước làm lạnh có thể đạt được nhờ sử dụng bộ trao đổi nhiệt bên ngoài hoặc có thể đạt được bằng phương pháp kết tinh làm lạnh chân không để bổ sung nước vào chất lỏng cô đặc và làm lạnh nó bằng cách sử dụng nhiệt tiềm tàng bay hơi của nước trong điều kiện áp suất giảm.

Tiếp theo, huyền phù chứa chất rắn được kết tinh theo cách này được tách thành chất rắn và nước cái chứa sản phẩm phản ứng phụ theo biện pháp lọc, ly tâm đã biết hoặc biện pháp tương tự. Không được quy định một cách cụ thể, thiết bị để sử dụng trong trường hợp này bao gồm, ví dụ, thiết bị lọc đai ngang, thiết bị lọc thùng quay, thiết bị lọc dạng khay, thiết bị ly tâm, v.v..

Chất rắn mà đã được kết tinh và được xử lý để tách rắn-lỏng có thể

được hòa tan lại, sau đó lại được tái kết tinh và xử lý lặp đi lặp lại để tách lỏng-rắn. Việc lặp lại nhiều giai đoạn của thao tác kết tinh và tách rắn-lỏng khiến cho có thể làm giảm tạp chất có trong tinh thể. Chất lỏng hòa tan lại bao gồm, ví dụ, phenol, nước, hỗn hợp nước-phenol, v.v.. Phenol thu hồi trong hệ thống có thể được sử dụng cho chất lỏng hòa tan lại hoặc phenol bổ sung có thể được cung cấp từ bên ngoài hệ thống.

Chất rắn tách ra có thể được rửa và chuyển sang bước phân hủy sản phẩm cộng tiếp theo, trong đó phenol có thể được loại bỏ ra khỏi sản phẩm cộng chứa trong chất rắn để tạo ra bisphenol A tinh khiết cao.

Trong trường hợp này, chất lỏng rửa được sử dụng bao gồm, ví dụ, phenol, nước, hỗn hợp nước-phenol, v.v.. Phenol thu hồi trong hệ thống có thể được sử dụng cho chất lỏng rửa hoặc phenol bổ sung có thể được cung cấp từ bên ngoài hệ thống.

Lượng chất lỏng rửa được sử dụng tốt hơn gấp từ 0,1 đến 10 lần lượng chất rắn tách ra, theo quan điểm về hiệu suất rửa, về hao tổn trong quá trình hòa tan lại và tuần hoàn, thu hồi và tái sử dụng chất lỏng rửa.

Bước phân hủy sản phẩm cộng

Sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol trong chất rắn thu hồi thông qua quá trình tách rắn-lỏng nêu trên được phân hủy thành bisphenol A và phenol trong bước phân hủy sản phẩm cộng tiếp theo và phenol được loại bỏ để tạo ra bisphenol A tinh khiết cao.

Bước phân hủy sản phẩm cộng tốt hơn bao gồm bước trong đó, chất rắn chứa sản phẩm cộng trước tiên được gia nhiệt và được làm nóng chảy ở nhiệt độ tốt hơn nằm trong khoảng từ 100 đến 160°C để phân hủy sản phẩm cộng thành bisphenol A và phenol, bằng cách đó thu được sản phẩm nóng chảy chứa các hợp chất nêu trên.

Tiếp theo, sản phẩm nóng chảy được chuyển sang cột chưng cất, ở đó

phenol được loại ra khỏi sản phẩm nóng chảy bằng phương pháp chưng cất áp suất giảm hoặc phương pháp tương tự, bằng cách đó thu hồi bisphenol A ở trạng thái nóng chảy. Phương pháp chưng cất áp suất giảm tốt hơn được thực hiện ở điều kiện nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150 đến 190°C và áp suất nằm trong khoảng từ 1 đến 11 kPa.

Tương tự, bisphenol A ở trạng thái nóng chảy thu hồi theo cách này tốt hơn được xử lý thêm để tách rửa bằng hơi nước nhằm loại bỏ phenol còn lại trong đó.

Thông qua quy trình nêu trên, bisphenol A tinh khiết cao có thể thu được.

Bước (D)

Bước (D) là bước đồng phân hóa ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (C).

Thành phần của nước cái thu được ở bước (C) thông thường bao gồm từ 65 đến 85% theo khối lượng của phenol, từ 10 đến 20% theo khối lượng của bisphenol A và từ 5 đến 15% theo khối lượng của tạp chất như chất đồng phân dạng 2,4', v.v. và chứa nhiều tạp chất như các chất đồng phân, v.v..

Theo sáng chế, một phần nước cái thu được ở bước (C) có thể được xả ra khỏi hệ thống, nhưng ít nhất một phần nước cái ít nhất tồn tại trong hệ thống sau khi xả được đồng phân hóa.

Như mô tả ở trên, ít nhất một phần nước cái tồn tại trong hệ thống được đồng phân hóa, bằng cách đó tạp chất trong nước cái có thể được chuyển hóa thành bisphenol A nhiều nhất có thể để gia tăng nồng độ của bisphenol A. Do đó, trong khi một phần nước cái được xả hết ra khỏi hệ thống nhằm mục đích ngăn chặn tạp chất không tích tụ trong hệ thống, có thể thu hồi được nhiều bisphenol A hơn từ nước cái xả ra và tỷ lệ thu hồi của bisphenol A nhờ đó có thể được tăng lên.

Tỷ lệ nước cái cần được đồng phân hóa so với nước cái tồn tại bên trong hệ thống ở bước này tốt hơn nằm trong khoảng từ 50 đến 100% theo khối lượng, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 70 đến 100% theo khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 80 đến 100% theo khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 90 đến 100% theo khối lượng, theo quan điểm để gia tăng tỷ lệ thu hồi bisphenol A. Tốt nhất là toàn bộ lượng nước cái tồn tại trong hệ thống được đồng phân hóa.

Tương tự, theo quan điểm để gia tăng tỷ lệ thu hồi bisphenol A, tốt hơn là, toàn bộ lượng nước cái thu được ở bước (C) được đồng phân hóa.

Chất xúc tác để đồng phân hóa tốt hơn là nhựa trao đổi cation loại axit sulfonic. Nhựa trao đổi cation loại axit sulfonic có thể là nhựa được sử dụng ở bước (A) nêu trên.

Quá trình đồng phân hóa tốt hơn đạt được nhờ hệ dòng tầng cố định của hệ dòng ép đùn liên tục, ở nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C, tốt hơn nằm trong khoảng từ 60 đến 90°C với sự có mặt của nhựa trao đổi cation loại axit sulfonic nêu trên.

Trong trường hợp hệ dòng tầng cố định, tốc độ không gian theo thể tích chất lỏng của dung dịch tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 /giờ, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 0,3 đến 15 /giờ, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10 /giờ.

Trong bước này, các thiết bị phản ứng để đồng phân hóa có thể được bố trí song song. Ví dụ, có thể bố trí hai thiết bị phản ứng gồm thiết bị phản ứng đồng phân hóa để tái tuần hoàn nước cái thu được trong bước (C) đến bước (B) sau khi đồng phân hóa trong đó và thiết bị phản ứng đồng phân hóa để chuyển sang bước (E) để xử lý dung dịch sau khi đồng phân hóa.

Dung dịch sau khi đồng phân hóa được cấp cho bước (E), nhưng tốt hơn là một phần của dung dịch được đưa trở lại bước (B). Việc đưa một phần

dung dịch sau khi đồng phân hóa trở lại bước (B) khiến cho có thể thu hồi bisphenol A được sản xuất sau khi đồng phân hóa và gia tăng tỷ lệ thu hồi bisphenol A. Dung dịch sau khi đồng phân hóa chứa từ 65 đến 85% theo khối lượng của phenol và do đó, nhằm mục đích làm bay hơi một phần phenol để bằng cách đó kiểm soát được nồng độ của bisphenol A thích hợp cho thao tác kết tinh, tốt hơn là tuần hoàn một phần dung dịch trở lại bước (B).

Theo quan điểm nêu trên, dung dịch sau khi đồng phân hóa, lượng dung dịch để cấp cho bước (E) tốt hơn nằm trong khoảng từ 5 đến 30% theo khối lượng, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 10 đến 25% theo khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 13 đến 23% theo khối lượng; và lượng dung dịch để đưa trở lại bước (B) tốt hơn nằm trong khoảng từ 95 đến 70% theo khối lượng, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 90 đến 75% theo khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 87 đến 77% theo khối lượng.

Bước (E)

Bước (E) là bước kết tinh dung dịch sau khi đồng phân hóa ở bước (D) và sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn và nước cái. Trong bước này, chất rắn chứa sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol được kết tinh và nhờ đó được tách ra từ nước cái.

Tốt hơn là một phần phenol được loại bỏ ra khỏi dung dịch sau khi đồng phân hóa để nhờ đó cô đặc dung dịch trước khi kết tinh. Quá trình cô tốt hơn đạt được bằng phương pháp chưng cất áp suất giảm ở điều kiện nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70 đến 140°C, tốt hơn nằm trong khoảng từ 80 đến 125°C, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 90 đến 115°C và áp suất nằm trong khoảng từ 1,5 đến 40kPa, tốt hơn nằm trong khoảng từ 2,0 đến 25kPa, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 3,0 đến 15kPa. Nồng độ của bisphenol A trong dung dịch sau khi cô tốt hơn nằm trong khoảng từ 20 đến 50% theo khối lượng.

Phương pháp kết tinh chất rắn từ dung dịch sau khi cô tốt hơn bao gồm

bước làm lạnh dung dịch ngay sau khi chưng cất áp suất giảm, làm giảm nhiệt độ xuống từ 35 đến 60°C, tốt hơn làm giảm nhiệt độ xuống từ 40 đến 55°C để bằng cách đó kết tinh chất rắn trong huyền phù đặc. Trong trường hợp này, quá trình làm lạnh có thể đạt được bằng phương pháp tương tự như trong bước (C) nêu trên.

Huyền phụ đặc chứa chất rắn có thể được tách thành chất rắn kết tinh và nước cái theo phương pháp tương tự như trong bước (C).

Chất rắn kết tinh theo cách như vậy trong bản mô tả (sau đây có thể được gọi là "tinh thể tập hợp") tốt hơn được đưa trở lại bước (B) hoặc bước (C) nêu trên. Tinh thể tập hợp có thể chứa nhiều tạp chất hơn tinh thể thu được ở bước (C), nhưng nồng độ của tạp chất trong tinh thể tập hợp thấp hơn nồng độ của tạp chất trong hỗn hợp phản ứng thu được ở bước (A). Do đó, bằng cách đưa tinh thể tập hợp trở lại bước (B) hoặc bước (C), nồng độ của tạp chất trong hỗn hợp phản ứng ở bước (A) có thể giảm xuống và do đó tinh thể có thể thu được với độ tinh khiết cao hơn so với trong trường hợp mà tinh thể tập hợp không được đưa trở lại.

Theo sáng chế, tốt hơn là phenol được thu hồi từ nước cái mà chất rắn đã được loại bỏ khỏi nước cái này thông qua thao tác tách rắn - lỏng ở bước (E) và nước cái sau khi thu hồi phenol ra khỏi đó được chuyển sang bước (F).

Thành phần của nước cái thu được ở bước (E) thông thường bao gồm từ 45 đến 70% theo khối lượng của phenol, từ 5 đến 15% theo khối lượng của bisphenol A và từ 20 đến 40% theo khối lượng của tạp chất như chất đồng phân dạng 2,4', v.v.. Nước cái chứa nhiều tạp chất như chất đồng phân dạng 2,4', v.v., nhưng trong nhiều trường hợp, nước cái có thể chứa nhiều phenol hơn các tạp chất này. Do đó, nhằm mục đích thu hồi nhiều phenol từ nước cái trước khi chuyển nước cái sang bước (F), tốt hơn là nước cái mà chất rắn đã được loại bỏ từ đó thông qua thao tác tách rắn - lỏng ở bước (E) được xử lý để thu hồi phenol.

Để thu hồi phenol thông qua quá trình xử lý thu hồi phenol, phương pháp được ưu tiên là phương pháp sử dụng cột chưng cất nhồi hoặc phương pháp tương tự, trong đó phenol được thu hồi từ phần trên của cột trong phương thức chưng cất áp suất giảm và chất lỏng còn lại chứa nhiều sản phẩm phụ, chất màu và các chất khác sau khi thu hồi phenol được xả ra qua phần đáy dưới của cột.

Về điều kiện chưng cất áp suất giảm, nhiệt độ tốt hơn nằm trong khoảng từ 120 đến 180°C, tốt hơn nằm trong khoảng từ 135 đến 170°C và áp suất tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20kPa, tốt hơn nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10kPa. Tương tự, tốt hơn chưng cất áp suất giảm được tiếp tục cho tới khi lượng phenol dư trong chất lỏng còn lại có thể cao nhất là 20% theo khối lượng, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 2 đến 15% theo khối lượng.

Phenol thu hồi theo cách như vậy ở đây có thể được sử dụng, ví dụ làm chất lỏng rửa hoặc chất lỏng hòa tan lại cho chất rắn ở bước kết tinh/tách rắn-lỏng trong bước (C) hoặc (E) hoặc làm nguyên liệu khởi đầu cho phản ứng để sử dụng ở bước (A).

Bước (F)

Bước (F) là bước phân hủy kiểm ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (E), thu hồi phenol và/hoặc p-isopropenylphenol (IPP) và cung cấp phenol và/hoặc IPP thu hồi theo cách này cho thiết bị phản ứng ở bước (A) không thông qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp.

Trong bước này, toàn bộ lượng nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (E) có thể được phân hủy kiểm. Tuy nhiên, tốt hơn nước cái được xử lý để tách rắn-lỏng ở bước (E) và sau đó được xử lý để thu hồi phenol từ đó và nước cái còn lại sau khi thu hồi phenol được phân hủy kiểm.

Như mô tả ở trên, nước cái mà chất rắn đã được loại bỏ khỏi nước cái

này thông qua việc tách nó ở bước (E) chứa bisphenol A và các tạp chất như chất đồng phân dạng 2,4', v.v.. Trong nước cái mà phenol đã được thu hồi từ đó, bisphenol A và các tạp chất như chất đồng phân dạng 2,4' và các tạp chất khác chiếm tỷ lệ lớn. Trong bước này, kiềm được bổ sung vào nước cái chứa nhiều tạp chất và nước cái sau đó được cấp vào bể phản ứng có cột phân hủy kiềm. Bằng cách đó, hệ thống được vận hành trong các điều kiện nhiệt độ cao/áp suất giảm, bằng cách đó tạp chất chứa bisphenol A, chất đồng phân dạng 2,4' và tạp chất khác được phân hủy thành phenol và IPP.

Phenol và IPP này có thể được thu hồi từ đỉnh của cột phản ứng và tạp chất như hợp chất croman và tạp chất khác được chuyển hóa thành tạp chất nặng (các chất có điểm sôi cao) và được lấy ra từ đáy (bể phản ứng) của cột phản ứng ở dạng nhựa hắc ín (phần cặn).

Cả phenol và IPP đều có thể được thu hồi, nhưng cũng có thể thu hồi từng loại riêng biệt.

Sự phân hủy kiềm có thể được thực hiện trong hệ bất kỳ trong số các hệ xử lý liên tục của hệ xử lý gián đoạn.

Theo sáng chế, một phần nước cái thu được ở bước (E) có thể được xả ra khỏi hệ thống, tuy nhiên sau khi xả, ít nhất một phần nước cái ít nhất tồn tại trong hệ thống được phân hủy kiềm.

Như mô tả ở trên, thông qua sự phân hủy kiềm ít nhất một phần nước cái tồn tại trong hệ thống, bisphenol A, 2,4'-bisphenol A, trisphenol và các chất khác tồn tại trong nước cái có thể phân hủy và phenol và/hoặc IPP có thể được thu hồi bằng cách đó. IPP là sản phẩm từ phenol và axeton và là hợp chất trung gian của bisphenol A và do đó phenol và/hoặc IPP thu được ở đây có thể được đưa trở lại bước (A) để bằng cách đó giảm bớt lượng nguyên liệu khởi đầu, phenol và axeton cần cung cấp bổ sung vào hệ thống.

Theo quan điểm về gia tăng tỷ lệ thu hồi phenol và/hoặc IPP và giảm

bớt lượng phenol và axeton cần cung cấp bổ sung vào hệ thống, tổng lượng nước cái thu được ở bước (E) tốt hơn là được phân hủy kiềm.

Kiểm để sử dụng trong phân hủy kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, v.v. và những kiềm này có thể được bổ sung vào hệ thống ở dạng dung dịch nước của nó.

Lượng kiềm cần bổ sung tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0% theo khối lượng so với lượng cung cấp ngoại trừ phenol vào thiết bị phản ứng, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2,0% theo khối lượng.

Để phân hủy kiềm, nhiệt độ của thiết bị phản ứng và cột chưng cất tốt hơn nằm trong khoảng từ 180 đến 350°C, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 190 đến 300°C, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 200 đến 280°C.

Áp suất trong thiết bị phản ứng và cột chưng cất tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,5 đến 50kPa, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 1,5 đến 20kPa, thậm chí tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 3,0 đến 10kPa.

Theo sáng chế, phenol và/hoặc IPP thu hồi từ đỉnh của cột được cô đặc và được hóa lỏng, sau đó kết hợp với nguyên liệu khởi đầu cung cấp, phenol và axeton và sau đó được cấp cho thiết bị phản ứng ở bước (A). Phenol và/hoặc IPP thu hồi ở bước này có thể được cô đặc và hóa lỏng cùng với phenol thu hồi trong và trước bước trước đó.

Trường hợp trong đó phenol và/hoặc IPP thu hồi ở đây được cung cấp cho thiết bị phản ứng ở bước (A) thông qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp, phenol và IPP phản ứng với nhau trong thiết bị phản ứng tái tổ hợp để tạo ra bisphenol A, như mô tả ở trên. Tuy nhiên, khi bisphenol A tạo ra được cấp cho thiết bị phản ứng ở bước (A), thì nó sẽ phản ứng thêm với hợp chất trung gian phản ứng IPP có tính phản ứng cao để tạo ra sản phẩm phụ, do đó chất lượng của bisphenol A được sản xuất ra sẽ thấp hơn.

Do đó, theo sáng chế, phenol và/hoặc IPP thu hồi được cung cấp cho

thiết bị phản ứng ở bước (A), không thông qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp.

Không thông qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp, phenol và IPP thu hồi có thể được cấp cho thiết bị phản ứng ở bước (A) thông qua bước /thiết bị phản ứng khác bất kỳ nằm trong phạm vi không làm giảm hiệu quả có lợi của sáng chế; tuy nhiên, tốt hơn là các hợp chất này được cấp trực tiếp cho thiết bị phản ứng ở bước (A).

Như mô tả ở trên, theo phương pháp sản xuất của sáng chế, bisphenol A không màu, độ tinh khiết cao và chất lượng cao có thể được sản xuất trong khi vẫn có thể giảm thiểu hiệu quả lượng nguyên liệu khởi đầu cần cung cấp trong phương pháp.

Màu sắc (APHA) của bisphenol A thu được bằng phương pháp sản xuất theo sáng chế, được đo bằng phép đo màu dựa theo tiêu chuẩn JIS K 4101, tốt hơn cao nhất là 15, tốt hơn nữa cao nhất là 12, thậm chí tốt hơn nữa cao nhất là 10.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả một cách cụ thể hơn bằng việc tham khảo các ví dụ sau; tuy nhiên, dù thể nào thì sáng chế cũng không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

Trong các ví dụ và ví dụ so sánh sau, phenol, bisphenol A và các hợp chất khác tạo ra trong quá trình sản xuất được định lượng bằng phương pháp HPLC.

Màu sắc (APHA) của bisphenol A được sản xuất được xác định bằng phép đo màu dựa theo tiêu chuẩn JIS K 4101, bằng cách hòa tan 20g bisphenol A trong 20ml etanol và sử dụng quang phổ kế (tên thương mại của nhà cung cấp Hitachi là "Quang phổ kế tự động Model U-3410").

Ví dụ 1

Hình 2 là biểu đồ quy trình của phương pháp sản xuất bisphenol A trong ví dụ 1 này. Bằng việc tham khảo biểu đồ quy trình thể hiện trên hình 2, phương pháp sản xuất bisphenol A trong ví dụ 1 được mô tả dưới đây.

Để làm chất xúc tác, một hợp chất được điều chế bằng cách trung hòa một phần 20% mol nhóm axit sulfonic của nhựa trao đổi ion loại axit sulfonic (tên thương mại của Mitsubishi Chemical là "Diaion-104H") bằng 2-mercaptoethylamin được nạp vào bể phản ứng tầng cố định và hỗn hợp của phenol với tốc độ cung cấp ban đầu là 51,9 tấn/giờ và axeton với tốc độ 4,5 tấn/giờ (lượng phenol cần cung cấp là 7,1mol so với 1mol axeton) được cung cấp liên tục vào đó với tốc độ không gian theo thể tích chất lỏng là 1,0 /giờ trong khi lớp chất xúc tác được duy trì ở nhiệt độ 80°C trong điều kiện áp suất thường (0,1MPa). Như vậy, bisphenol A được sản xuất để thu được hỗn hợp phản ứng chứa bisphenol A (bước (A)).

Axeton không phản ứng và sản phẩm phản ứng của nước và các chất có điểm sôi thấp chủ yếu được loại bỏ bằng phương pháp chưng cất từ hỗn hợp phản ứng trong điều kiện nhiệt độ bằng 150°C và áp suất bằng 40kPa và sau đó phenol chủ yếu được loại bỏ bằng phương pháp chưng cất trong điều kiện nhiệt độ bằng 90°C và áp suất bằng 10kPa, bằng cách đó thu được chất lỏng cô đặc nhờ quá trình cô đặc (bước (B)).

Chất lỏng cô đặc được làm nguội từ 90°C xuống 45°C, bằng cách đó kết tinh chất rắn chứa sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol, sau đó sản phẩm này được tách bằng phương pháp ly tâm thành chất rắn và nước cái với lượng 11,2 tấn/giờ (bước (C)). Chất rắn được rửa và làm tan chảy để phân hủy sản phẩm cộng và sau đó được cấp cho cột chưng cất được vận hành trong điều kiện nhiệt độ bằng 170°C và áp suất bằng 2kPa để thu hồi phenol bằng phương pháp chưng cất. Dung dịch chứa bisphenol A được xả ra ngoài ở phần đáy của cột chưng cất và ngoài ra, phần phenol còn lại được loại bỏ hoàn toàn ra khỏi dung dịch nhờ phương pháp cất phần nhẹ bằng hơi nước để thu được

bisphenol A với lượng 6,3 tấn/giờ.

Mặt khác, tổng lượng nước cái được tách với lượng 11,2 tấn/giờ bằng cách ly tâm được cho tiếp xúc với nhựa trao đổi cation loại axit sulfonic (tên thương mại của Mitsubishi Chemical là "Diaion-104H") để đồng phân hóa, ở nhiệt độ 70°C trong điều kiện tốc độ không gian theo thể tích chất lỏng là 1 /giờ (bước (D)).

Một phần dung dịch đồng phân hóa với lượng 8,8 tấn/giờ được đưa trở lại bước cô ở bước (B) trong khi phần dung dịch còn lại với lượng 2,4 tấn/giờ được cô đặc trong điều kiện nhiệt độ 100°C và áp suất 5kPa và một phần phenol được làm bay hơi; và sau đó phần này được làm mát xuống nhiệt độ 50°C để kết tinh chất rắn chứa sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol. Sau khi được tách bằng ly tâm, chất rắn được rửa để tạo ra sản phẩm rắn với lượng 0,7 tấn/giờ và nước cái với lượng 1,7 tấn/giờ (bước (E)). Sản phẩm rắn được làm tan chảy và sau đó được đưa trở lại bước cô trong bước (B).

Mặt khác, từ nước cái mà chất rắn đã được loại ra từ đó ở bước (E), phenol được làm bay hơi trong điều kiện nhiệt độ 160°C và áp suất 2kPa để thu hồi phenol với lượng 1,3 tấn/giờ và chất lỏng dư (nước cái dư) với lượng 0,4 tấn/giờ.

Chất lỏng dư (nước cái dư) với lượng 0,4 tấn/giờ, sau khi dung dịch nước natri hydroxit 25% với lượng 10kg/giờ đã được bổ sung vào đó, được cấp cho thiết bị phản ứng với cột phân hủy kiềm có thiết bị phản ứng ở đáy cột và được vận hành trong điều kiện nhiệt độ 250°C và áp suất 6,7kPa, bằng cách đó thu được phenol và p-isopropenylphenol (IPP) với lượng 0,21 tấn/giờ qua đỉnh của cột phản ứng và hắc ín (phần cặn) với lượng 0,17 tấn/giờ qua phần đáy của (thiết bị phản ứng) của cột. Phenol và IPP thu được qua đỉnh của cột được trộn với phenol thu hồi ở bước khác và được cung cấp trực tiếp vào bể phản ứng tầng cố định ở bước (A) (bước (F)).

Chu trình của quy trình nêu trên được lặp lại, trong đó phenol và axeton cần cung cấp được kiểm soát sao cho lượng bisphenol A cần sản xuất có thể là không đổi với lượng 6,3 tấn/giờ và sau một khoảng thời gian nhất định, lượng phenol cung cấp là 5,40 tấn/giờ và lượng axeton được cung cấp là 1,70 tấn/giờ. Màu sắc (APHA) của bisphenol A được sản xuất là 10.

Ví dụ so sánh 1

Fig. 3 là biểu đồ quy trình của phương pháp sản xuất bisphenol A trong ví dụ so sánh 1. Theo quy trình thể hiện trên Fig. 3, bisphenol A được sản xuất ở đây.

Một cách cụ thể, quy trình được kiểm soát sao cho ở đây, bisphenol A có thể được tạo ra với lượng 6,3 tấn/giờ theo phương pháp sản xuất tương tự như trong ví dụ 1, chỉ khác ở chỗ là, sau khi phenol được thu hồi từ nước cái mà chất rắn đã được loại ra từ đó ở bước (E) trong ví dụ 1, chất lỏng dư (nước cái dư) với lượng 0,4 tấn/giờ được xả ra không theo bước (F).

Sau một khoảng thời gian nhất định, lượng phenol cung cấp là 5,55 tấn/giờ và lượng axeton được cung cấp là 1,75 tấn/giờ. Màu sắc (APHA) của bisphenol A được sản xuất là 10.

Giống như trong ví dụ 1, bisphenol A được sản xuất có chất lượng cao; nhưng trong phương pháp sản xuất ở ví dụ so sánh 1, lượng phenol được cung cấp nhiều hơn so với lượng cung cấp trong phương pháp sản xuất ở ví dụ 1 khoảng 0,15 tấn/giờ và lượng axeton được cung cấp nhiều hơn khoảng 0,05 tấn/giờ.

Nói cách khác, phương pháp sản xuất ở ví dụ so sánh 1 cần lượng nguyên liệu khởi đầu nhiều hơn so với ở ví dụ 1, cụ thể là cần lượng phenol nhiều hơn khoảng 1200 tấn mỗi năm và cần lượng axeton nhiều hơn khoảng 400 tấn mỗi năm.

Ví dụ so sánh 2

Fig. 4 là biểu đồ quy trình của phương pháp sản xuất bisphenol A trong ví dụ so sánh 2. Theo quy trình thể hiện trên Fig. 4, bisphenol A được sản xuất ở đây.

Một cách cụ thể, quy trình được kiểm soát ở đây, sao cho bisphenol A có thể được sản xuất với lượng 6,3 tấn/giờ theo phương pháp sản xuất tương tự như trong ví dụ 1, chỉ khác là, ở bước (F) trong ví dụ 1, phenol và IPP thu được qua đỉnh của cột chưng cất được trộn kết hợp với phenol thu hồi ở bước khác, phenol và IPP được phản ứng với nhau trong thiết bị phản ứng tái tổ hợp để tạo ra bisphenol A và sản phẩm phản ứng chứa bisphenol A tạo ra trong thiết bị phản ứng tái tổ hợp được cung cấp vào bể phản ứng tầng cố định ở bước (A).

Sau một khoảng thời gian nhất định, lượng phenol cung cấp là 5,40 tấn/giờ và lượng axeton được cung cấp là 1,70 tấn/giờ, giống như trong ví dụ 1. Tuy nhiên, màu sắc (APHA) của bisphenol A được sản xuất là 20 hoặc tức là, chất lượng của nó thấp hơn so với chất lượng của bisphenol A được sản xuất trong ví dụ 1. Điều này có lẽ do bisphenol A tạo ra trong thiết bị phản ứng tái tổ hợp được cung cấp cho thiết bị phản ứng và do đó, ví dụ, IPP tồn tại trong thiết bị phản ứng sẽ phản ứng tiếp với bisphenol A để tạo ra sản phẩm phụ và sản phẩm phụ sẽ nằm lại trong sản phẩm cuối.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Theo phương pháp sản xuất bisphenol A của sáng chế, bisphenol A chất lượng cao có thể được sản xuất, ngoài ra, lượng nguyên liệu khởi đầu cần cung cấp có thể được giảm bớt một cách hữu hiệu. Bisphenol A thu được có thể được sử dụng làm nguyên liệu khởi đầu cho các loại chất dẻo kỹ thuật như nhựa polycacbonat, nhựa polyarylat, v.v..

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất bisphenol A, bao gồm các bước từ (A) đến (F) sau:

bước (A): bước tạo ra bisphenol A trong thiết bị phản ứng, trong đó phenol và axeton dư được phản ứng thông qua phản ứng ngưng tụ với sự có mặt của chất xúc tác axit, bằng cách đó thu được hỗn hợp phản ứng chứa bisphenol A,

bước (B): bước cô hỗn hợp phản ứng thu được ở bước (A) để tạo ra chất lỏng cô đặc,

bước (C): bước kết tinh chất lỏng cô đặc thu được ở bước (B), sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn chứa sản phẩm cộng của bisphenol A và phenol và nước cái,

bước (D): bước đồng phân hóa ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (C),

bước (E): bước kết tinh dung dịch sau khi đồng phân hóa ở bước (D), sau đó xử lý sản phẩm kết tinh này để tách rắn - lỏng thành chất rắn và nước cái,

bước (F): bước phân hủy kiềm ít nhất một phần nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (E), thu hồi phenol và/hoặc p-isopropenylphenol và cung cấp phenol và/hoặc p-isopropenylphenol thu hồi theo cách này cho thiết bị phản ứng ở bước (A), không qua thiết bị phản ứng tái tổ hợp.

2. Phương pháp sản xuất bisphenol A theo điểm 1, trong đó ở bước (D), toàn bộ lượng nước cái có trong hệ thống nước cái thu được ở bước (C) được đồng phân hóa.

3. Phương pháp sản xuất bisphenol A theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó từ 5 đến 30% khối lượng của dung dịch sau khi xử lý đồng phân hóa ở bước (D)

được cấp cho bước (E) và từ 95 đến 70% khối lượng của dung dịch được đưa trở lại bước (B).

4. Phương pháp sản xuất bisphenol A theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó phenol và/hoặc p-isopropenylphenol thu hồi ở bước (F) được cung cấp trực tiếp cho thiết bị phản ứng ở bước (A).

5. Phương pháp sản xuất bisphenol A theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó phenol được thu hồi từ nước cái mà chất rắn đã được loại bỏ khỏi nước cái này thông qua thao tác tách rắn - lỏng ở bước (E) và nước cái sau khi thu hồi phenol được cấp cho bước (F).

6. Phương pháp sản xuất bisphenol A theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó màu sắc (APHA) được đo bằng phép đo màu dựa theo tiêu chuẩn JIS K 4101 của bisphenol A được sản xuất cao nhất là 15.

Fig. 1

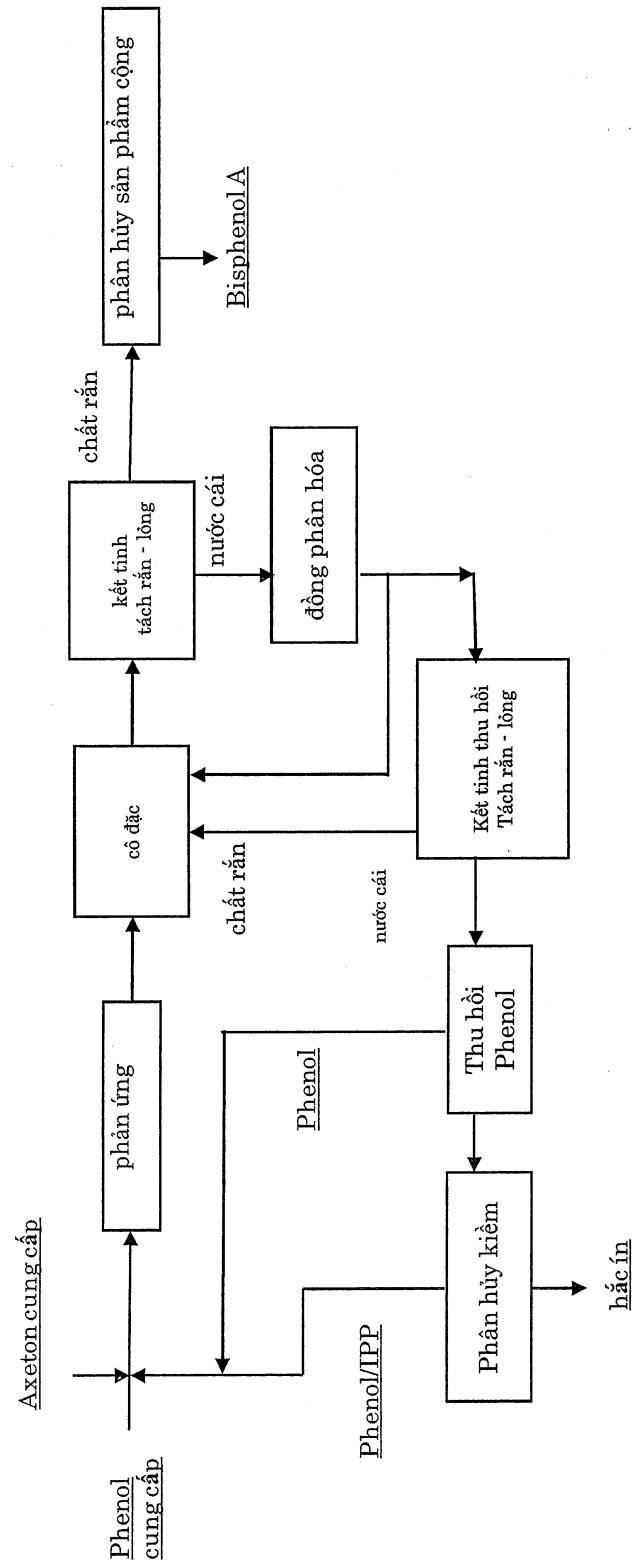


Fig. 2

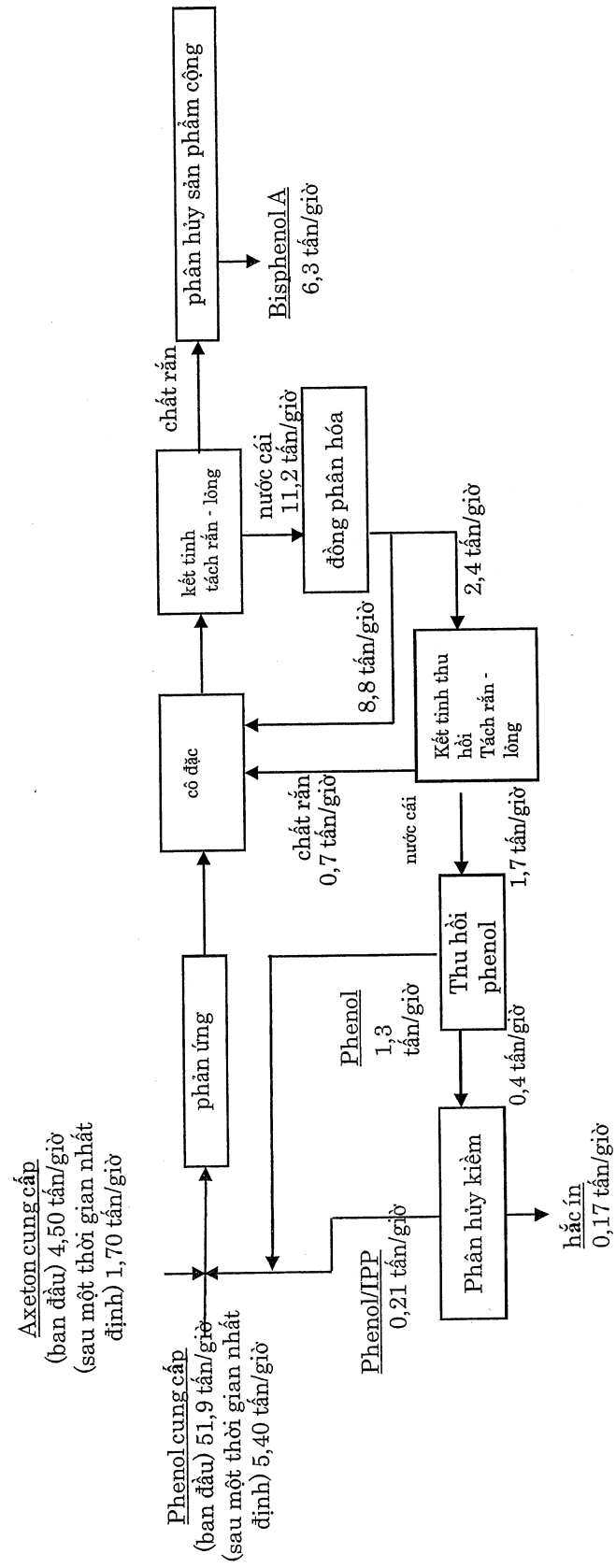


Fig. 3

