(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) **1-0030733**

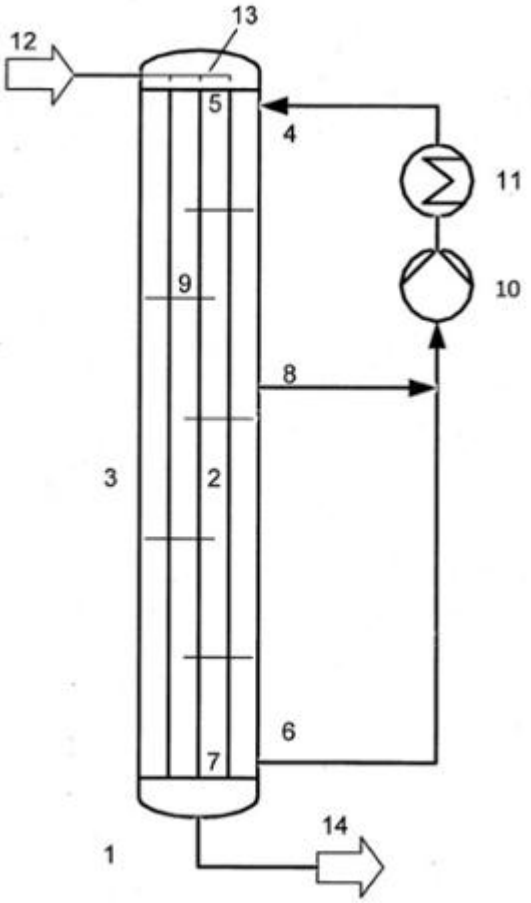
(51)[8] **C07D 301/12**; C07D 303/04

(13) **B**

(21) 1-2018-02189
(22) 01/11/2016
(86) PCT/EP2016/076273 01/11/2016
(87) WO2017/089076 01/06/2017
(30) 15196549.8 26/11/2015 EP
(45) 25/01/2022 406
(43) 25/09/2018 366A
(73) 1. EVONIK OPERATIONS GMBH (DE)
Rellinghauser Strasse 1-11, 45128 Essen, Germany
2. THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG (DE)
ThyssenKrupp Allee 1, 45143 Essen, Germany
(72) BRENDEL, Marc (DE); BÄRZ, Manfred (DE); KOWOLL, Johannes (DE); BOLZ, David (DE); HOFEN, Willi (DE); SCHEMEL, Jürgen (DE); JAEGER, Bernd (DE); BREDEMEYER, Niels (DE); KOLBE, Bärbel (DE); ULLRICH, Norbert (DE); DOPFER, Michael (DE); WÖLL, Wolfgang (DE); PORSCHA, Peter (DE); PFENNING, Dana (DE); BERNHARD, Maik (DE).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH VÀ THIẾT BỊ PHẢN ỨNG KIỂU ỐNG CHÙM DÙNG ĐỂ EPOXY HÓA LIÊN TỤC PROPEN

(57) Sáng chế đề xuất quy trình và thiết bị phản ứng kiểu ống chùm dùng để epoxy hóa liên tục propen, trong đó propen được cho phản ứng liên tục với hyđro peroxit trong thiết bị phản ứng kiểu ống chùm gồm các ống phản ứng song song với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit được bố trí dưới dạng tầng cố định trong các ống phản ứng. Vỏ làm nguội bao ngoài các ống phản ứng, có điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội ở sát với cửa vào của ống phản ứng, điểm tháo dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra của ống phản ứng và ít nhất một điểm tháo bổ sung nằm trước điểm tháo ở sát với cửa ra của ống phản ứng. Môi chất làm nguội được nạp nào điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội, một phần môi chất làm nguội được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung và phần còn lại đi ra ở điểm tháo ở sát với cửa ra của ống phản ứng.


12
13
5
4
11
10
9
8
3
2
6
7
14
1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình epoxy hóa propen bằng hyđro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit kiểu tầng cố định.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Phản ứng epoxy hóa trong pha lỏng propen với hyđro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit là đã biết từ EP 0 100 119 A1. Phản ứng này thường được thực hiện với chất xúc tác kiểu tầng cố định ở áp suất lớn hơn 10 bar (10.10^5Pa) để đạt được nồng độ propen cao trong hỗn hợp phản ứng trong pha lỏng. Phản ứng epoxy hóa này toả nhiệt mạnh và cần đến việc kiểm soát nhiệt độ thích hợp, bởi vì nhiệt độ phản ứng quá cao dẫn đến việc tạo ra sản phẩm phụ gia tăng mà làm giảm độ chọn lọc sản phẩm đối với propen oxit.

EP 0 659 473 A1 mô tả việc epoxy hóa propen bằng chất xúc tác titan silicalit nhờ sử dụng thiết bị phản ứng có một vài tầng cố định đoạn nhiệt, trong đó hỗn hợp phản ứng lỏng đã được tháo ra sau mỗi tầng cố định, được làm nguội trong bộ làm nguội ngoài và quay vòng một phần trở lại vào cửa vào của tầng cố định tương ứng.

EP 1 247 806 A1 mô tả việc epoxy hóa propen bằng chất xúc tác titan silicalit trong thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định được làm nguội nhờ sử dụng môi chất làm nguội có nhiệt độ tối thiểu là 40°C và giới hạn nhiệt độ tối đa của tầng cố định của chất xúc tác là 60°C. Thiết bị phản ứng kiểu ống hoặc kiểu nhiều ống có vỏ làm nguội được sử dụng nhằm mục đích này.

WO 2005/068062 mô tả việc epoxy hóa propen bằng chất xúc tác titan silicalit trong thiết bị phản ứng kiểu ống chùm có nhiều ống phản ứng song song được làm nguội bằng vỏ làm nguội thông thường. Chất xúc tác được bố trí trong các ống và môi chất làm nguội được cho đi qua khoảng trống của vỏ cùng chiều, đi vào ở vị trí sát với cửa vào của các ống nơi mà các nguyên liệu ban đầu được

nạp và ra khỏi khoảng trống của vỏ ở vị trí sát với cửa ra của các ống. Các vách ngăn có thể được bố trí trong khoảng trống của vỏ để dẫn dòng môi chất làm nguội cắt ngang các ống phản ứng nhằm cải thiện sự truyền nhiệt. Khoảng trống của vỏ có thể được chia thành vài vùng và các môi chất làm nguội khác nhau hoặc môi chất có các nhiệt độ khác nhau có thể được sử dụng trong các vùng riêng biệt này. WO 2005/068062 đề xuất việc sử dụng các ống phản ứng dạng xoắn thay cho các ống phản ứng dạng thẳng nhằm đạt được sự rút nhiệt ra khỏi ống đồng đều hơn và nhằm tránh các điểm nóng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Đã phát hiện ra rằng việc làm nguội bằng dòng cùng chiều của môi chất làm nguội trong khoảng trống của vỏ thiết bị phản ứng kiểu ống chùm như được mô tả trong WO 2005/068062 không thể có được nhiệt độ phản ứng không đổi dọc theo chiều dài của ống phản ứng khi thực hiện quy trình epoxy hóa propen với tầng cố định của chất xúc tác titan silicalit được bố trí trong các ống phản ứng. Thường là có profin nhiệt độ dọc theo chiều dài ống có nhiệt độ tối đa ở sát với cửa vào của ống phản ứng và sự giảm nhiệt độ đáng kể theo hướng cửa ra của ống phản ứng.

Cũng đã phát hiện ra rằng có thể đạt được profin nhiệt độ đều hơn dọc theo chiều dài ống với độ chênh nhiệt độ nhỏ hơn bằng cách rút một phần môi chất làm nguội ra khỏi khoảng trống của vỏ ở một hoặc vài điểm dọc theo các ống phản ứng, phần còn lại của môi chất làm nguội ra khỏi khoảng trống của vỏ ở điểm sát với cửa ra của ống phản ứng.

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình epoxy hóa propen bằng cách cho phản ứng liên tục propen với hyđro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit trong thiết bị phản ứng kiểu ống chùm gồm các ống phản ứng song song và vỏ làm nguội bao ngoài các ống phản ứng, vỏ làm nguội này có điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội ở sát với cửa vào của ống phản ứng và điểm tháo dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra của ống phản ứng, trong đó chất xúc tác được bố trí dưới dạng tầng cố định trong các ống phản ứng, hỗn hợp

gồm propen và hyđro peroxit liên tục được đưa vào cửa vào của ống phản ứng và hỗn hợp phản ứng chứa propen oxit đi ra ở cửa ra của ống phản ứng, khác biệt ở chỗ, vỏ làm nguội này có ít nhất một điểm tháo bổ sung để tháo môi chất làm nguội ở trước điểm tháo để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra của ống phản ứng, môi chất làm nguội được nạp nào điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội, một phần môi chất làm nguội đã được nạp vào điểm nạp được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung và phần còn lại đi ra ở điểm tháo ở sát với cửa ra của ống phản ứng.

Sáng chế cũng đề xuất thiết bị phản ứng kiểu ống chùm dùng để epoxy hóa liên tục propen gồm các ống phản ứng song song và vỏ làm nguội bao ngoài các ống phản ứng, vỏ làm nguội này có điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội ở sát với cửa vào của ống phản ứng và điểm tháo dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra của ống phản ứng, khác biệt ở chỗ, vỏ làm nguội này có ít nhất một điểm tháo bổ sung để tháo môi chất làm nguội ở trước điểm tháo để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra của ống phản ứng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ thể hiện thiết bị phản ứng kiểu ống chùm có điểm tháo bổ sung duy nhất để tháo môi chất làm nguội, các vách ngăn được bố trí trong vỏ làm nguội và môi chất làm nguội được tuần hoàn trong vòng làm nguội thứ cấp.

Fig.2 là đồ thị thể hiện các profin nhiệt độ dọc theo ống phản ứng để tháo ra toàn bộ môi chất làm nguội ở điểm ở sát với cửa ra của ống phản ứng (profin A) và để tháo ra 33% môi chất làm nguội ở điểm tháo ra ở vị trí 22% chiều dài của ống phản ứng và phần còn lại ở điểm sát với cửa ra của ống phản ứng (profin B).

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình theo sáng chế được thực hiện trong thiết bị phản ứng kiểu ống chùm theo sáng chế gồm các ống phản ứng song song và vỏ làm nguội bao ngoài các ống phản ứng. Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng kiểu ống chùm này có 5000 tới 20000 ống phản ứng song song, tốt hơn nữa là có 7500 tới 15000 ống phản ứng

song song. Tốt hơn, nếu các ống phản ứng này có mặt cắt ngang tròn với đường kính trong tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 5cm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2,5 đến 4cm. Tốt hơn là, tất cả các ống phản ứng của thiết bị phản ứng kiểu ống chùm này có cùng đường kính trong. Tốt hơn, nếu các ống phản ứng này có độ dài nằm trong khoảng từ 5 đến 18m, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 15m.

Các ống phản ứng song song được bọc bởi vỏ làm nguội có điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội ở sát với cửa vào của ống phản ứng và điểm tháo dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra của ống phản ứng. Tốt hơn, nếu điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội nằm sau với khoảng cách dưới 1m so với cửa vào của ống phản ứng và có thể là ở sát với cửa vào của ống phản ứng tới mức mà điều kiện kỹ thuật cho phép. Có thể có một vài lỗ mở nơi mà môi chất làm nguội đi vào vỏ làm nguội với khoảng cách này tính từ cửa vào của ống phản ứng. Tốt hơn, nếu điểm tháo để tháo môi chất làm nguội nằm trước với khoảng cách dưới 1m so với cửa ra của ống phản ứng và có thể là ở sát với cửa ra của ống phản ứng tới mức mà điều kiện kỹ thuật cho phép. Có thể có một vài lỗ mở nơi mà môi chất làm nguội được tháo ra khỏi vỏ làm nguội với khoảng cách này tính từ cửa ra của ống phản ứng. Tốt hơn, nếu vỏ làm nguội có các tấm đỡ ống ở cửa vào của ống phản ứng và ở cửa ra của ống phản ứng, ngăn cách khoảng trống của cửa vào thiết bị phản ứng nối với cửa vào của tất cả các ống phản ứng song song với vỏ làm nguội và ngăn cách khoảng trống của cửa ra của thiết bị phản ứng nối với cửa ra của tất cả các ống phản ứng song song với vỏ làm nguội. Vỏ làm nguội này có ít nhất một điểm tháo bổ sung để tháo môi chất làm nguội ở trước điểm tháo để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra của ống phản ứng. Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng kiểu ống chùm này có 1 tới 3 điểm tháo bổ sung để tháo môi chất làm nguội, tốt hơn nữa là 1 hoặc 2 điểm tháo bổ sung để tháo môi chất làm nguội và tốt nhất là một điểm tháo bổ sung duy nhất để tháo môi chất làm nguội. Tốt hơn, nếu ít nhất một điểm tháo bổ sung ở vị trí nằm trong khoảng từ 15 tới 70% chiều dài của ống phản ứng, tốt hơn nữa là ở vị trí nằm trong khoảng từ 18 tới 50% chiều dài, chiều dài này được tính từ cửa vào của ống phản ứng tới cửa ra của ống phản ứng.

Khi thiết bị phản ứng kiểu ống chùm có một vài điểm tháo bổ sung để tháo môi chất làm nguội, thì tốt hơn nếu chúng nằm ở các vị trí với các chiều dài khác nhau dọc theo các ống phản ứng.

Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng kiểu ống chùm theo sáng chế có các vách ngăn được bố trí trong vỏ làm nguội vuông góc với các ống phản ứng đi qua một phần mặt cắt ngang của vỏ làm nguội dùng để dẫn môi chất làm nguội vuông góc với các ống phản ứng. Tốt hơn, nếu mỗi vách ngăn này chặn từ 10 tới 30% mặt cắt ngang của vỏ làm nguội và tốt hơn, nếu các vách ngăn liền kề được bố trí lệch nhau để dẫn môi chất làm nguội vuông góc với các ống phản ứng. Tốt hơn, nếu khoảng cách giữa các vách ngăn dọc theo chiều dài của ống phản ứng bằng từ 10 tới 40% đường kính trung bình của vỏ làm nguội. Tốt hơn, nếu các vách ngăn này có các lỗ mở ở sát với hoặc liền kề với thành trong của vỏ làm nguội hoặc khe hở giữa vách ngăn và thành trong của vỏ làm nguội. Tốt hơn, nếu số lượng và kích thước của các lỗ mở này hoặc bề rộng của khe hở được chọn để tạo ra lưu lượng nhỏ nhất trong trong toàn bộ thể tích của vỏ làm nguội và để tránh có các vùng ứ đọng môi chất làm nguội ẩn náu giữa vách ngăn và vỏ làm nguội.

Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng kiểu ống chùm theo sáng chế có vòng làm nguội thứ cấp có ít nhất một bơm tuần hoàn và ít nhất một bộ trao đổi nhiệt dùng để làm nguội môi chất làm nguội bằng tác nhân làm nguội sơ cấp. Bộ trao đổi nhiệt này có thể là bộ trao đổi nhiệt lỏng lỏng dùng để làm nguội bằng tác nhân làm nguội sơ cấp là nước sông hoặc nước biển hoặc bộ làm nguội bằng không khí dùng để làm nguội bằng tác nhân làm nguội sơ cấp là không khí. Bộ trao đổi nhiệt này cũng có thể là bộ làm nguội bằng không khí ướt nhờ việc làm bay hơi nước vào không khí dùng để làm nguội môi chất làm nguội.

Theo một phương được ưu tiên, thiết bị phản ứng theo sáng chế có các ống phản ứng được bố trí theo phương thẳng đứng và có ít nhất một bộ phận phân phối nằm bên trên cửa vào của ống phản ứng, có các lỗ mở dùng để nạp chất lỏng vào từng ống phản ứng. Tốt hơn, nếu bộ phận phân phối này có các lỗ mở tách biệt dùng để nạp một cách tách biệt hai chất lỏng vào từng ống phản ứng, cụ thể là để nạp một cách tách biệt dòng cấp propen và dòng cấp hyđro peroxit vào từng ống

phản ứng. Các bộ phận phân phối thích hợp là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ từ WO 2005/025716. Phương án này về thiết bị phản ứng là thích hợp cho việc vận hành quy trình theo sáng chế với dòng nhỏ giọt của chất lỏng trong tầng cố định của chất xúc tác.

Thiết bị phản ứng theo sáng chế có thể còn có bộ tách pha nằm sau cửa ra của ống phản ứng để tách các pha lỏng của hỗn hợp phản ứng giồm nhiều pha đi ra ở cửa ra của ống phản ứng. Các bộ tách pha thích hợp là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ từ WO 2008/141734.

Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng theo sáng chế có các cảm biến nhiệt độ được bố trí ở chính tâm của các ống phản ứng. Tốt hơn là, có từ 1 tới 50 cảm biến nhiệt độ được sử dụng. Các cảm biến nhiệt độ này có thể được bố trí thành một hoặc nhiều hàng tương ứng với số lượng ống phản ứng. Tuy nhiên, được ưu tiên nếu sử dụng các cảm biến nhiệt độ tách biệt tương ứng với số lượng ống phản ứng. Tốt hơn, nếu cảm biến nhiệt độ được phân bố trong chùm ống để theo dõi tính đồng nhất của sự phân bố nhiệt độ trong chùm ống. Tốt hơn là, một tập hợp các cảm biến nhiệt độ được sử dụng trong một ống phản ứng hoặc trong một vài ống phản ứng ở các vị trí tương đương trong chùm ống có các cảm biến nhiệt độ nằm ở các vị trí với khoảng cách khác nhau dọc theo chiều dài của của tầng cố định của chất xúc tác, tốt hơn là với các khoảng cách thay đổi trong khoảng từ 0,2 tới 1,5m, để giám sát profin nhiệt độ dọc theo chiều dài của tầng cố định của chất xúc tác.

Trong quy trình theo sáng chế, propen được cho phản ứng liên tục với hyđro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit trong thiết bị phản ứng kiểu ống chùm theo sáng chế.

Hỗn hợp gồm propen và hyđro peroxit liên tục được đưa vào cửa vào của ống phản ứng và hỗn hợp phản ứng chứa propen oxit đi ra ở cửa ra của ống phản ứng. Propen này có thể chứa propan, tốt hơn là với tỷ lệ mol giữa propan và propen nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,15 và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,08 đến 0,12. Hyđro peroxit có thể được dùng làm dung dịch nước, tốt hơn là chứa từ 30 tới 75% khối lượng hyđro peroxit và tốt nhất là từ 40 tới 70% khối lượng.

Tốt hơn, nếu phản ứng này được thực hiện trong dung môi metanol để tạo ra hỗn hợp lỏng gồm propen, hyđro peroxit và metanol. Dung môi metanol này có thể là metanol loại kỹ thuật, dòng dung môi được thu hồi trong quá trình xử lý hỗn hợp phản ứng epoxy hóa hoặc hỗn hợp của cả hai. Tốt hơn, nếu dung môi metanol này được dùng với tỷ lệ khối lượng nằm từ 0,5 tới 20 so với lượng dung dịch nước hyđro peroxit.

Phản ứng này được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit được bố trí dưới dạng tầng cố định trong các ống phản ứng. Tốt hơn, nếu chất xúc tác titan silicalit này có cấu trúc tinh thể MFI hoặc MEL. Tốt nhất là chất xúc tác titan silicalit 1 có cấu trúc MFI như đã biết từ EP 0 100 119 A1, được sử dụng. Tốt hơn, nếu chất xúc tác titan silicalit được sử dụng dưới dạng các chất xúc tác đã được tạo hình dưới dạng hạt, sản phẩm ép đùn hoặc thể đã được tạo hình. Để dùng cho quy trình tạo hình, chất xúc tác có thể chứa 1 tới 99% chất kết dính hoặc chất mang, tất cả các chất kết dính và chất mang thích hợp không phản ứng với hyđro peroxit hoặc với propen oxit trong các điều kiện phản ứng được dùng cho việc epoxy hóa, silic oxit là được ưu tiên làm chất kết dính. Sản phẩm ép đùn có đường kính nằm trong khoảng từ 1 đến 5 mm được ưu tiên sử dụng làm các chất xúc tác kiểu tầng cố định.

Tốt hơn, nếu tầng cố định của chất xúc tác kéo dài trên 70% chiều dài của ống phản ứng, tốt hơn nữa là trên 90 tới 98% chiều dài của ống phản ứng. Theo một phương được ưu tiên, chất nhồi trơ được bố trí trong các ống phản ứng nằm trước tầng cố định của chất xúc tác, tốt hơn là với có chiều dài nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,0m. Vật liệu nhồi trơ này có thể có hình dạng giống hoặc khác với hình dạng của chất xúc tác titan silicalit. Vật liệu nhồi trơ được ưu tiên là hạt thuỷ tinh. vật liệu nhồi trơ này tạo ra sự phân phối đều dòng và trộn các dòng lỏng được đưa tách biệt vào các ống phản ứng trước khi hỗn hợp gồm propen và hyđro peroxit đi vào tầng cố định của chất xúc tác.

Tốt hơn, nếu lượng chất xúc tác được dùng và tốc độ mà hỗn hợp gồm propen và hyđro peroxit được đưa vào các ống phản ứng được chọn để tạo ra mức

độ chuyển hoá hyđro peroxit lớn hơn 90%, tốt hơn là ít nhất là 95%, khi hỗn hợp này qua ống phản ứng.

Tốt hơn, nếu phản ứng này được thực hiện ở áp suất ít nhất là 1,9MPa nhờ sử dụng propen với lượng dư so với hyđro peroxit. Tốt hơn, nếu áp suất nằm trong khoảng từ 1,9 đến 5,0MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2,1 đến 3,6MPa và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 2,4 đến 2,8MPa. Tốt hơn, nếu propen được dùng với tỷ lệ mol giữa propen và hyđro peroxit nằm trong khoảng từ 1,1:1 đến 30:1, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2:1 đến 10:1 và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 3:1 đến 5:1. Việc dùng lượng dư của propen ở áp suất cao cho phép có được tốc độ phản ứng và mức độ chuyển hoá hyđro peroxit cao và đồng thời có độ chọn lọc cao đối với propen oxit.

Tốt hơn, nếu hỗn hợp gồm propen và hyđro peroxit được cho đi qua tầng cố định của chất xúc tác theo kiểu dòng chảy xuôi, tốt hơn là với vận tốc mặt nằm trong khoảng từ 1 đến 100 m/giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 50 m/giờ, được ưu tiên nhất là nằm trong khoảng từ 5 đến 30 m/giờ. Vận tốc mặt được xác định là tỷ số của lưu lượng thể tích/mặt cắt của tầng chất xúc tác. Ngoài ra, được ưu tiên nếu chuyển hỗn hợp phản ứng qua tầng chất xúc tác vận tốc không gian tính theo giờ của chất lỏng (LHSV) nằm trong khoảng từ 1 đến 20 giờ$^{-1}$, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,3 đến 15 giờ$^{-1}$. Đặc biệt được ưu tiên nếu bố trí các ống phản ứng song song theo phương thẳng đứng và chuyển hỗn hợp gồm propen, hyđro peroxit và dung môi metanol qua ống phản ứng theo kiểu dòng đi xuống theo chế độ nhỏ giọt. Các điều kiện thích hợp để duy trì chế độ nhỏ giọt trong phản ứng epoxy hóa đã được mô tả trong WO 02/085873 ở trang 8, dòng 23 tới trang 9, dòng 15. Tốt nhất là, phản ứng epoxy hóa được thực hiện với tầng cố định của chất xúc tác được duy trì ở chế độ nhỏ giọt ở áp suất gần với áp suất hơi của propen ở nhiệt độ phản ứng, việc dùng lượng dư của propen tạo ra hỗn hợp gồm propen, hyđro peroxit và dung môi metanol, hỗn hợp này gồm hai pha lỏng, pha thứ nhất giàu propen và pha thứ hai giàu metanol và hyđro peroxit.

Tốt hơn, nếu nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25 đến 60°C. Môi chất làm nguội được cho đi qua vỏ

làm nguội nhằm loại bỏ nhiệt của phản ứng epoxy hóa. Môi chất làm nguội được nạp nào điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội ở sát với cửa vào của ống phản ứng, một phần môi chất làm nguội đã nạp vào điểm nạp được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung và phần còn lại đi ra ở điểm tháo ở sát với cửa ra của ống phản ứng. Nhiệt độ và lượng môi chất làm nguội được nạp vào điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội và phần môi chất làm nguội được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung được điều chỉnh để tạo ra sự phân bố nhiệt độ đều dọc theo chiều dài của tầng cố định của chất xúc tác nằm trong ống phản ứng. Tốt hơn là, sự phân bố nhiệt độ dọc theo chiều dài của tầng cố định của chất xúc tác được điều chỉnh để duy trì nhiệt độ phản ứng dọc theo 70 tới 98%, tốt hơn là dọc theo 80 tới 95%, chiều dài của tầng cố định của chất xúc tác là nhỏ hơn 5°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3°C. Tốt hơn, nếu nhiệt độ của môi chất làm nguội được nạp vào điểm nạp được điều chỉnh tới trị số thấp hơn 3 tới 13°C so với nhiệt độ tối đa trong tầng cố định của chất xúc tác. Tốt hơn, nếu phần môi chất làm nguội được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung chiếm từ 10 tới 70%, tốt hơn nữa là chiếm từ 30 tới 55%, khi môi chất làm nguội được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung. Khi thiết bị phản ứng kiểu ống chùm có vài điểm tháo bổ sung để tháo môi chất làm nguội, thì môi chất làm nguội có thể được tháo ở duy nhất một hoặc ở vài điểm tháo bổ sung đồng thời và môi chất làm nguội có thể được tháo ở các điểm tháo bổ sung khác nhau trong quá trình phản ứng.

Tốt hơn, nếu môi chất làm nguội là nước và tốt hơn nữa là nước được tuần hoàn trong vòng làm nguội thứ cấp. Trong vòng làm nguội thứ cấp, nhiệt độ của môi chất làm nguội được điều chỉnh bởi việc làm nguội với nước hoặc không khí làm tác nhân làm nguội sơ cấp trong bộ trao đổi nhiệt tách biệt. Bộ trao đổi nhiệt tách biệt này cũng có thể là bộ làm nguội bằng không khí ướt nhờ việc làm bay hơi nước vào không khí để làm nguội môi chất làm nguội. Việc sử dụng vòng làm nguội thứ cấp cho phép điều chỉnh nhiệt độ của môi chất làm nguội ngay cả khi nhiệt độ của tác nhân làm nguội sơ cấp thay đổi và cho phép việc sử dụng nước cất làm môi chất làm nguội để làm giảm sự ăn mòn vỏ làm nguội và thành ngoài của ống phản ứng.

Việc nạp môi chất làm nguội vào điểm nạp ở sát với cửa vào của ống phản ứng và tháo môi chất làm nguội xuôi dòng tạo ra việc làm nguội đồng dòng cho phép làm giảm sự truyền nhiệt dọc theo chiều dài của ống phản ứng do sự chênh lệch nhiệt độ giảm giữa môi chất làm nguội và hỗn hợp phản ứng bên trong các ống phản ứng, phù hợp với sự giảm nhiệt sinh ra bởi quá trình epoxy hóa dọc theo chiều dài của ống phản ứng do việc giảm nồng độ hyđro peroxit.

So với giải pháp khoảng trống của vỏ làm nguội chỉ có duy nhất một điểm tháo dùng để tháo môi chất làm nguội, quy trình theo sáng chế cho phép có sự phân bố nhiệt độ đều hơn dọc theo chiều dài của tầng cố định của chất xúc tác trong ống phản ứng và tránh sự hình thành của đốm nóng ở sát với cửa vào tầng chất xúc tác cùng với sự sụt giảm nhiệt độ đáng kể dọc theo tầng cố định của chất xúc tác nằm sau đốm nóng này.

So sánh giữa giải pháp sử dụng khoảng trống của vỏ làm nguội được chia thành vài vùng và giải pháp sử dụng các môi chất làm nguội khác nhau hoặc môi chất làm nguội có nhiệt độ khác nhau như được mô tả trong WO 2005/068062, quy trình theo sáng chế cần ít thiết bị hơn và có thể sử dụng thiết bị phản ứng với cấu trúc đơn giản hơn. Khi vòng làm nguội thứ cấp được sử dụng, quy trình theo sáng chế có thể được vận hành với bơm tuần hoàn đơn và bộ làm nguội đơn hoặc hệ thống làm nguội dùng để làm nguội môi chất làm nguội của vòng làm nguội thứ cấp bằng tác nhân làm nguội sơ cấp, khác hẳn với giải pháp làm nguội đã biết có các môi chất làm nguội khác nhau hoặc môi chất làm nguội có nhiệt độ khác đòi hỏi các bơm tuần hoàn và các bộ trao đổi nhiệt tách biệt đối với tác nhân làm nguội sơ cấp chi từng vùng của vỏ làm nguội được chia thành nhiều vùng.

Tốt hơn là, các vách ngăn nằm trong vỏ làm nguội vuông góc với các ống phản ứng đi qua một phần mặt cắt ngang của vỏ làm nguội, dẫn môi chất làm nguội vuông góc với các ống phản ứng, nhằm cải thiện sự truyền nhiệt từ các ống phản ứng sang môi chất làm nguội. Tốt hơn, nếu các vách ngăn có các lỗ mở ở sát với hoặc liền kề với thành trong của vỏ làm nguội hoặc khe hở giữa vách ngăn và thành trong của vỏ làm nguội nhằm tạo ra lưu lượng nhỏ nhất trong toàn bộ thể

tích của vỏ làm nguội và nhằm tránh các vùng tồn đọng môi chất làm nguội ở các chỗ lõm nằm giữa vách ngăn và vỏ làm nguội.

Chất xúc tác titan silicalit mất dần hoạt tính xúc tác trong quá trình epoxy hóa liên tục propen bằng hyđro peroxit và chất xúc tác kiểu tầng cố định và do đó, quá trình epoxy hóa liên tục sẽ bị gián đoạn theo thời gian cho việc thay thế hoặc tái sinh chất xúc tác titan silicalit. Trong quá trình làm việc của chất xúc tác titan silicalit như vậy, nhiệt độ và lượng môi chất làm nguội được nạp vào điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội và phần môi chất làm nguội được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung được ưu tiên điều chỉnh để làm giảm hoạt tính xúc tác. Tốt hơn là, nhiệt độ phản ứng được tăng lên trong quá trình làm việc của chất xúc tác titan silicalit để duy trì mức độ chuyển hoá thoả đáng của hyđro peroxit không phụ thuộc vào việc giảm hoạt tính xúc tác.

Môi chất làm nguội có thể được tháo ra ở điểm tháo bổ sung trong toàn bộ quá trình vận hành chất xúc tác titan silicalit hoặc trong một phần của quá trình này. Tốt hơn là, môi chất làm nguội vào lúc đầu không được tháo ra ở điểm tháo bổ sung cho đến khi mức độ chuyển hoá của hyđro peroxit giảm đến một trị số đích do sự giảm hoạt tính xúc tác, tiếp đó là tháo ra phần tăng dần của môi chất làm nguội ở điểm tháo bổ sung để duy trì mức độ chuyển hoá gần như không đổi của hyđro peroxit. Trong bản mô tả này, thuật ngữ "hầu như không đổi" có nghĩa là mức độ chuyển hoá hyđro peroxit thay đổi không quá 2% với một liệu nạp hyđro peroxit nhất định. Tuy nhiên, nếu lượng hyđro peroxit được nạp được thay đổi nhằm đạt được một tốc độ phản ứng khác, thì mức độ chuyển hoá hyđro peroxit có thể được thay đổi với giá trị trên 2%, nhưng sau đó sẽ được duy trì trong khoảng 2% của trị số mới này. Mức tháo ra môi chất làm nguội có thể được tăng lên liên tục hoặc theo từng bậc tối đa là 10% lượng môi chất làm nguội đã nạp. Theo một phương được ưu tiên, mức tháo ra môi chất làm nguội ở điểm tháo bổ sung được tăng lên cho đến khi phần môi chất làm nguội được tháo ra ở điểm tháo bổ sung đạt đến trị số đích, và sau đó phần môi chất làm nguội được tháo ra ở điểm tháo bổ sung được duy trì ở mức lớn hơn khoảng 0,8 tới 1,2 lần so với trị số đích và nhiệt độ của môi chất làm nguội được tăng để duy trì mức độ chuyển hoá

gần như không đổi của hyđro peroxit. Tốt hơn, nếu trị số đích đối với phần môi chất làm nguội nằm trong khoảng từ 10 đến 70%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30 đến 55%. Nhiệt độ của môi chất làm nguội có thể được tăng lên liên tục hoặc theo từng bậc tối đa là 2°C, để duy trì mức độ chuyển hoá hợp chất hyđro peroxit trong khoảng 90%, tốt hơn nữa là trong khoảng 95% của trị số đích. Việc điều chỉnh phần môi chất làm nguội được tháo ra cùng với việc tháo ra bổ sung trong quá trình vận hành của chất xúc tác titan silicalit cho phép duy trì một khoảng hẹp của nhiệt độ phản ứng trong tầng chất xúc tác ngay cả khi hoạt tính xúc tác bắt đầu thay đổi dọc theo chiều dài của tầng chất xúc tác do sự giảm hoạt tính không đều của chất xúc tác dọc theo chiều dài của tầng chất xúc tác.

Khi, do sự giảm hoạt tính xúc tác, mức độ chuyển hóa hợp chất hyđro peroxit giảm xuống dưới mức độ được mong muốn hoặc sự gia tăng về nhiệt độ phản ứng cần thiết để duy trì mức độ chuyển hoá được mong muốn của hyđro peroxit dẫn đến sự tạo ra sản phẩm phụ với mức độ không muốn có, thì tốt hơn quá trình epoxy hóa được dừng cho việc thay thế hoặc tái sinh chất xúc tác titan silicalit. Tốt hơn là, chất xúc tác được tái sinh trong các ống phản ứng. Việc tái sinh trong các ống phản ứng có thể đạt được bằng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, như chuyển dòng khí ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 600°C qua tầng cố định của chất xúc tác, chuyển dòng dung môi qua tầng chất xúc tác hoặc chuyển dung dịch hyđro peroxit qua tầng chất xúc tác khi không có mặt propen.

Tốt hơn, nếu chất xúc tác titan silicalit được tái sinh bằng cách chuyển dung môi metanol qua tầng cố định của chất xúc tác ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 200°C trong khoảng thời gian từ 0,5 đến 48 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 36 giờ và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 20 đến 24 giờ. Tốt hơn, nếu dung môi metanol được dùng cho việc tái sinh chất xúc tác chứa trên 90% metanol và dưới 10% nước và tốt hơn nữa là trên 96% khối lượng metanol và dưới 4% nước. Tốt hơn, nếu dung môi metanol là metanol loại kỹ thuật, dòng dung môi được thu hồi trong quá trình xử lý hỗn hợp phản ứng epoxy hóa hoặc hỗn hợp của cả hai. Tốt hơn, nếu dung môi metanol được cho đi qua tầng cố định

của chất xúc tác theo kiểu dòng chảy xuôi và tốt nhất là lưu lượng được điều chỉnh để duy trì dòng nhỏ giọt trong tầng cố định của chất xúc tác. Việc tái sinh này có thể được thực hiện ở nhiệt độ không đổi hoặc áp dụng chương trình nhiệt độ. Tốt hơn, nếu việc chuyển dung môi metanol qua tầng cố định của chất xúc tác được bắt đầu với nhiệt độ phản ứng của phản ứng epoxy hóa. Sau đó, nhiệt độ này được tăng lên ít nhất là 100°C và được duy trì ở nhiệt độ ít nhất là 100°C trong khoảng thời gian cần thiết để tiến hành việc tái sinh. Sau đó, nhiệt độ được hạ thấp trở lại xuống nhiệt độ được áp dụng cho quá trình epoxy hóa. Cuối cùng, dòng metanol được dừng hoặc quá trình epoxy hóa được bắt đầu bởi việc bắt đầu nạp propen và hyđro peroxit vào thiết bị phản ứng kiểu ống chùm. Với chương trình nhiệt độ như vậy, việc tăng hoặc hạ thấp nhiệt độ được ưu tiên thực hiện với tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 30°C/giờ. Trong công đoạn tái sinh, áp suất được điều chỉnh nhằm duy trì phần chủ yếu của dung môi metanol ở trạng thái lỏng. Áp suất cần thiết có thể đạt được do áp suất hơi tự sinh bằng cách làm bay hơi một phần dung môi metanol hoặc bằng cách nạp khí trơ như nitơ. Ít nhất một phần của dung môi được cho đi qua tầng cố định của chất xúc tác có thể được tái sử dụng cho việc tái sinh chất xúc tác mà không cần tinh chế trước. Tốt hơn là, dung môi metanol được cho đi qua tầng cố định của chất xúc tác mà không cần tái sử dụng trong khoảng thời gian chiếm 2% tới 70% khoảng thời gian được sử dụng cho việc tái chế và sau đó toàn bộ dung môi metanol được cho đi qua tầng cố định của chất xúc tác được đưa trở lại công đoạn tái sinh, tạo một chu trình khép kín cho việc rửa chất xúc tác bằng dung môi metanol cho phần còn lại của khoảng thời gian tái sinh. Điều này làm giảm lượng metanol cần thiết cho việc tái sinh chất xúc tác.

Propen oxit được tạo ra bởi quá trình epoxy hóa propen có thể được tách ra khỏi hỗn hợp phản ứng đi ra ở cửa ra của ống phản ứng bởi phương pháp bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Tốt hơn là, hỗn hợp phản ứng được giảm áp và hơi propen hơi được ra bởi quá trình giảm áp này được nén lại và được làm nguội để thu hồi propen bằng cách làm ngưng tụ. Tốt hơn, nếu hơi propen đã được nén này được nạp vào cột chưng cất propen và tách thành sản phẩm đỉnh bao gồm propen không phản ứng

và sản phẩm đáy chứa các hợp chất có điểm sôi cao hơn điểm sôi của propen, như propen oxit và dung môi metanol. Sản phẩm đỉnh bao gồm propen không phản ứng có thể được tái tuần hoàn vào phản ứng epoxy hóa. Sản phẩm đáy có thể được kết hợp với hỗn hợp lỏng còn lại sau khi giảm áp suất. Tốt hơn, nếu hỗn hợp lỏng còn lại sau khi giảm áp suất được tách bằng cách chưng cất trong cột tách trước để tạo ra sản phẩm đỉnh chứa propen oxit, metanol và propen tồn dư và sản phẩm đáy bao gồm metanol, nước và hyđro peroxit không phản ứng. Tốt hơn, nếu cột tách trước được vận hành để tạo ra sản phẩm đỉnh có 20 tới 60% metanol trong pha lỏng của công đoạn giảm áp suất cuối cùng. Tốt hơn, nếu cột tách trước có 5 tới 20 đĩa tách lý thuyết trong đoạn cất và dưới 3 đĩa tách lý thuyết trong đoạn tinh cất và tốt nhất là được vận hành không có sự hồi lưu và không có đoạn tinh cất để làm giảm đến mức tối thiểu thời gian lưu trú của propen oxit trong cột tách trước. Tốt hơn, nếu cột tách trước được vận hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,16 đến 0,3MPa. Propen oxit và metanol được ngưng tụ từ sản phẩm đỉnh của cột tách trước và tốt hơn nếu propen được cất ra khỏi phần ngưng trong cột cất propen tạo ra dòng đáy chứa propen oxit và metanol hầu như không chứa propen.

Tốt hơn, nếu propen oxit được tách ra khỏi dòng đáy của cột cất propen trong công đoạn cất chiết sử dụng nước làm dung môi chiết. Tốt hơn, nếu việc cất chiết được vận hành cùng với việc nạp bổ sung hoạt chất chứa nhóm NH_2 chưa được thế và có khả năng phản ứng với axetalđehyt trong quá trình cất chiết, như được mô tả trong WO 2004/048335. Việc cất chiết bằng hoạt chất tạo ra propen oxit có độ tinh khiết cao chứa dưới 50ppm của hợp chất carbonyl.

Metanol có thể được thu hồi từ sản phẩm đáy của cột tách trước bằng cách chưng cất. Tốt hơn là, sản phẩm đáy của cột tách trước được hyđro hoá có xúc tác bằng hyđro để loại bỏ hyđro peroxit không phản ứng còn lại từ bước a), như được mô tả trong WO 03/093255, trước khi metanol được tách bởi bộ phận chưng cất. Quá trình hyđro hoá có xúc tác như vậy làm giảm lượng hợp chất carbonyl và axetal trong metanol đã tách ra bằng cách chưng cất, có lợi khi metanol được tái tuần hoàn vào bước phản ứng a). Tốt hơn, nếu sản phẩm đáy của công đoạn cất chiết được kết hợp với sản phẩm đáy của cột tách trước, tốt hơn là trước khi hyđro

hoá, để thu hồi metanol. Khi hyđrazin được dùng làm hoạt chất trong quá trình cất chiết, việc chuyển sản phẩm đáy của quá trình cất chiết vào công đoạn hyđro hoá có xúc tác sẽ làm chuyển hoá hyđrazin chưa phản ứng và các hyđrazon được tạo ra từ các hợp chất carbonyl thành amoniac và amin. Metanol đã được thu hồi có thể được tái tuần hoàn làm dung môi vào phản ứng epoxy hóa. Tốt hơn là, metanol đã được thu hồi hoặc sản phẩm đáy của cột tách trước, tùy ý kết hợp với sản phẩm đáy của công đoạn cất chiết và tốt hơn là sau khi hyđro hoá có xúc tác, được xử lý để loại bỏ các hợp chất nitơ hữu cơ như được mô tả trong WO 2004/048354, tốt hơn nữa là bằng cách xử lý nó bằng xử lý. Tốt nhất là, metanol đã được thu hồi được cho đi qua bộ trao đổi cation ở dạng hyđro trước khi nó được tái tuần hoàn vào phản ứng epoxy hóa. Việc loại bỏ các hợp chất nitơ hữu cơ, cụ thể là các amin, tránh được sự giảm hoạt tính tính của chất xúc tác titan silicalit khi tái tuần hoàn metanol.

Fig.1 thể hiện thiết bị phản ứng kiểu ống chùm có một điểm tháo bổ sung duy nhất để tháo môi chất làm nguội, các vách ngăn được bố trí trong vỏ làm nguội và môi chất làm nguội được tuần hoàn trong vòng làm nguội thứ cấp, nó được ưu tiên sử dụng cho quy trình theo sáng chế.

Thiết bị phản ứng kiểu ống chùm (1) gồm các ống phản ứng song song (2) và vỏ làm nguội (3) bao ngoài các ống phản ứng. Vỏ làm nguội có các tấm đỡ ống ở cửa vào (5) của ống phản ứng và ở cửa ra (7) của ống phản ứng, ngăn cách khoảng trống của cửa vào thiết bị phản ứng nối với cửa vào của tất cả các ống phản ứng song song với vỏ làm nguội và ngăn cách khoảng trống của cửa ra của thiết bị phản ứng nối với cửa ra của tất cả các ống phản ứng song song với vỏ làm nguội. Vỏ làm nguội này còn có điểm nạp (4) dùng để nạp môi chất làm nguội ở sát với cửa vào (5) của ống phản ứng, điểm tháo (6) dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra (7) của ống phản ứng và điểm tháo bổ sung (8) dùng để tháo môi chất làm nguội ở trước điểm tháo (6) dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra (7) của ống phản ứng. Vỏ làm nguội này cũng có các vách ngăn (9) được bố trí vuông góc với các ống phản ứng đi qua một phần mặt cắt ngang của vỏ làm nguội, các vách ngăn này nằm lệc nhau dọc theo chiều dài của ống phản

ứng để dẫn môi chất làm nguội vuông góc với các ống phản ứng. Các vách ngăn này có khe hở giữa vách ngăn và thành trong của vỏ làm nguội nhằm tránh các vùng tồn đọng môi chất làm nguội. Môi chất làm nguội được tuần hoàn bằng bơm tuần hoàn (10) trong vòng làm nguội thứ cấp và được làm nguội bởi bộ trao đổi nhiệt (11) đối với tác nhân làm nguội sơ cấp. Hỗn hợp (10) gồm propen và hyđro peroxit liên tục được đưa vào cửa vào (5) của ống phản ứng qua bộ phận phân phối (13) và hỗn hợp phản ứng (14) chứa propen oxit đi ra ở cửa ra (7) của ống phản ứng.

Các số chỉ dẫn

1 Thiết bị phản ứng kiểu ống chùm
2 Các ống phản ứng
3 Vỏ làm nguội
4 Điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội
5 Cửa vào của ống phản ứng
6 Điểm tháo dùng để tháo môi chất làm nguội
7 Cửa ra của ống phản ứng
8 Điểm tháo bổ sung để tháo môi chất làm nguội
9 Các vách ngăn
10 Bơm tuần hoàn
11 Bộ trao đổi nhiệt cho tác nhân làm nguội sơ cấp
12 Hỗn hợp gồm propen và hyđro peroxit
13 Bộ phận phân phối
14 Hỗn hợp phản ứng chứa propen oxit

Ví dụ thực hiện sáng chế

Propen được epoxy hóa trong thiết bị phản ứng quy mô sản xuất thử nghiệm có các ống phản ứng đơn thẳng đứng dài 13,4m được bọc bởi vỏ làm nguội. Dãy cảm biến nhiệt độ được bố trí ở chính tâm của ống phản ứng cách nhau 0,5m giữa các cảm biến nhiệt độ. Tầng cố định của chất xúc tác gồm chất xúc tác

titan silicalit ép đùn có chiều dài 12,8m được đặt trong các ống phản ứng, bắt đầu từ 0,6m so với cửa vào của ống phản ứng. Áp suất trong thiết bị phản ứng được duy trì ở 26MPa bằng cách đưa khí nitơ vào. Hỗn hợp gồm 40% khối lượng propen, 11% khối lượng dung dịch nước hyđro peroxit 70% khối lượng và 49% khối lượng metanol được nạp vào đỉnh của ống phản ứng và được cho đi qua tầng cố định của chất xúc tác theo chế độ nhỏ giọt. 225 kg/giờ nước làm nguội được đưa vào vỏ làm nguội ở điểm nạp ở sát với cửa vào của ống phản ứng và toàn bộ nước làm nguội ra khỏi vỏ làm nguội ở điểm tháo ra sát với cửa ra của ống phản ứng. Sau khi đạt trạng thái tĩnh, profin nhiệt độ A được thể hiện trên Fig.2 (nhiệt độ, °C. khoảng cách dọc theo các ống phản ứng tính theo mét) được đo bằng các cảm biến nhiệt độ. Nhiệt độ ở chính tâm của tầng cố định của chất xúc tác được đo ở sau ống phản ứng với khoảng cách 1,5m tới cửa ra của ống phản ứng nằm trong khoảng từ 42,4 đến 44,7°C với mức chênh lệch tối đa là 2,3°C.

Sau đó, thử nghiệm này được tiếp tục với việc tháo 75 kg/giờ nước làm nguội ở điểm tháo nằm sau ống phản ứng 3m và phần còn lại 150 kg/giờ ở điểm tháo ở sát với cửa ra của ống phản ứng. Sau khi đạt trạng thái tĩnh, profin nhiệt độ B được thể hiện trên Fig.2 được đo bằng các cảm biến nhiệt độ. Nhiệt độ ở chính tâm của tầng cố định của chất xúc tác được đo ở sau ống phản ứng với khoảng cách 1,5m tới cửa ra của ống phản ứng nằm trong khoảng từ 42,7 đến 43,7°C với mức chênh lệch tối đa là 1,0°C.

Ví dụ này chúng tỏ rằng việc tháo một phần môi chất làm nguội ở điểm tháo bổ sung tạo ra sự phân bố nhiệt độ đều hơn dọc theo chiều dài của tầng cố định của chất xúc tác so với trường hợp tháo toàn bộ môi chất làm nguội ở sát với cửa ra của ống phản ứng.

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình epoxy hóa propen bằng cách cho propen phản ứng liên tục với hyđro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit trong thiết bị phản ứng kiểu ống chùm (1) bao gồm vô số các ống phản ứng song song (2) và vỏ làm nguội (3) bao ngoài các ống phản ứng, vỏ làm nguội này có điểm nạp (4) dùng để nạp môi chất làm nguội ở sát với cửa vào (5) của ống phản ứng và điểm tháo (6) dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra (7) của ống phản ứng, trong đó chất xúc tác được bố trí dưới dạng tầng cố định trong các ống phản ứng, hỗn hợp gồm propen và hyđro peroxit liên tục được đưa vào cửa vào của ống phản ứng và hỗn hợp phản ứng chứa propen oxit đi ra ở cửa ra của ống phản ứng, khác biệt ở chỗ, vỏ làm nguội này có ít nhất một điểm tháo bổ sung (8) dùng để tháo môi chất làm nguội ở trước điểm tháo (6) dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra (7) của ống phản ứng, môi chất làm nguội được nạp vào điểm nạp dùng để nạp môi chất làm nguội, một phần môi chất làm nguội đã được nạp vào điểm nạp được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung và phần còn lại đi ra ở điểm tháo (6) ở sát với cửa ra của ống phản ứng.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó ít nhất một điểm tháo bổ sung ở vị trí nằm trong khoảng từ 15 tới 70% chiều dài của ống phản ứng.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó 10 tới 70% môi chất làm nguội đã được nạp được tháo ra ở ít nhất một điểm tháo bổ sung.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 3, trong đó môi chất làm nguội là nước được tuần hoàn trong vòng làm nguội thứ cấp.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 4, trong đó các vách ngăn (9) nằm trong vỏ làm nguội vuông góc với các ống phản ứng đi qua một phần mặt cắt ngang của vỏ làm nguội, dẫn môi chất làm nguội vuông góc với các ống phản

ứng, các vách ngăn này có các lỗ mở ở sát với hoặc liền kề với thành trong của vỏ làm nguội hoặc khe hở giữa vách ngăn và thành trong của vỏ làm nguội.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 5, trong đó vào lúc đầu môi chất làm nguội không được tháo ra ở điểm tháo bổ sung cho đến khi mức độ chuyển hoá của hyđro peroxit giảm đến một trị số đích do sự giảm hoạt tính xúc tác, tiếp đó là tháo ra phần tăng dần của môi chất làm nguội ở điểm tháo bổ sung để duy trì mức độ chuyển hoá gần như không đổi của hyđro peroxit.

7. Quy trình theo điểm 6, trong đó mức tháo môi chất làm nguội ở điểm tháo bổ sung được gia tăng cho đến khi phần môi chất làm nguội được tháo ra ở điểm tháo bổ sung đạt trị số đích, và sau đó phần môi chất làm nguội được tháo ra ở điểm tháo bổ sung được duy trì trong khoảng bằng 0,8 tới 1,2 lần so với trị số đích và nhiệt độ của môi chất làm nguội được tăng để duy trì mức độ chuyển hoá gần như không đổi của hyđro peroxit.

8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 7, trong đó các ống phản ứng song song được bố trí theo phương thẳng đứng và hỗn hợp gồm propen, hyđro peroxit và dung môi metanol được cho đi qua ống phản ứng theo kiểu dòng đi xuống theo chế độ nhỏ giọt.

9. Quy trình theo điểm 8, trong đó hỗn hợp gồm propen, hyđro peroxit và dung môi metanol gồm hai pha lỏng, pha thứ nhất giàu propen và pha thứ hai giàu metanol và hyđro peroxit.

10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 9, trong đó propen được cho phản ứng với hyđro peroxit ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C và áp suất nằm trong khoảng từ 1,9 đến 5,0MPa.

11. Thiết bị phản ứng kiểu ống chùm (1) dùng để epoxy hóa liên tục propen bao gồm vô số các ống phản ứng song song (2) và vỏ làm nguội (3) bao ngoài các ống phản ứng, vỏ làm nguội này có điểm nạp (4) dùng để nạp môi chất làm nguội ở sát với cửa vào (5) của ống phản ứng và điểm tháo (6) dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra (7) của ống phản ứng, khác biệt ở chỗ, vỏ làm nguội (3) có ít nhất một điểm tháo bổ sung (8) dùng để tháo môi chất làm nguội ở trước điểm tháo (6) dùng để tháo môi chất làm nguội ở sát với cửa ra (7) của ống phản ứng.

12. Thiết bị phản ứng kiểu ống chùm theo điểm 11, khác biệt ở chỗ, ít nhất một điểm tháo bổ sung ở vị trí nằm trong khoảng từ 15 tới 70% chiều dài của ống phản ứng.

13. Thiết bị phản ứng kiểu ống chùm theo điểm 11 hoặc 12, khác biệt ở chỗ, các vách ngăn (9) nằm trong vỏ làm nguội vuông góc với các ống phản ứng đi qua một phần mặt cắt ngang của vỏ làm nguội dùng để dẫn môi chất làm nguội vuông góc với các ống phản ứng, các vách ngăn này có các lỗ mở ở sát với hoặc liền kề với thành trong của vỏ làm nguội hoặc khe hở giữa vách ngăn và thành trong của vỏ làm nguội.

Fig.1

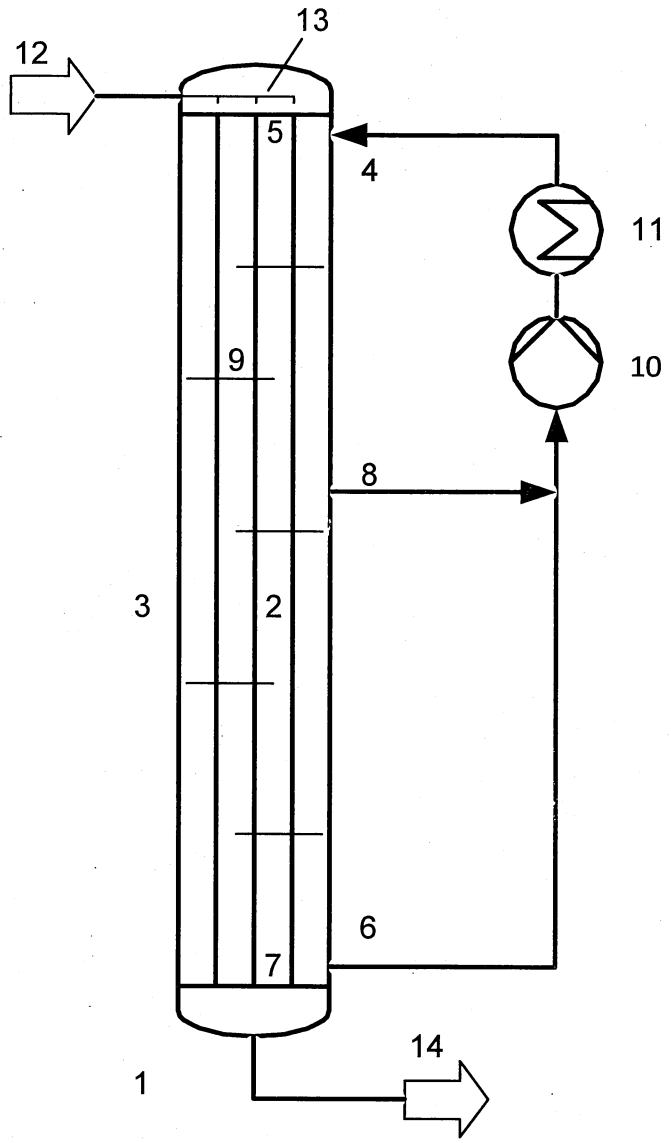
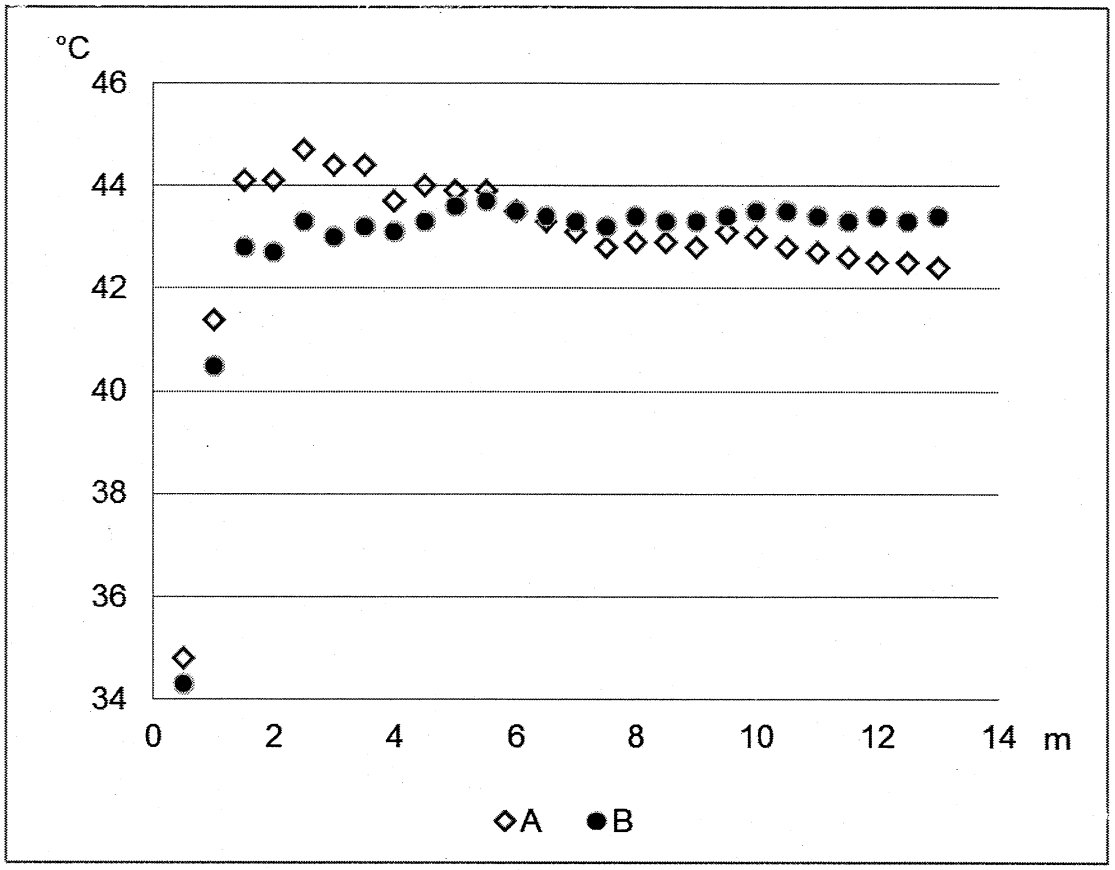



Fig.2