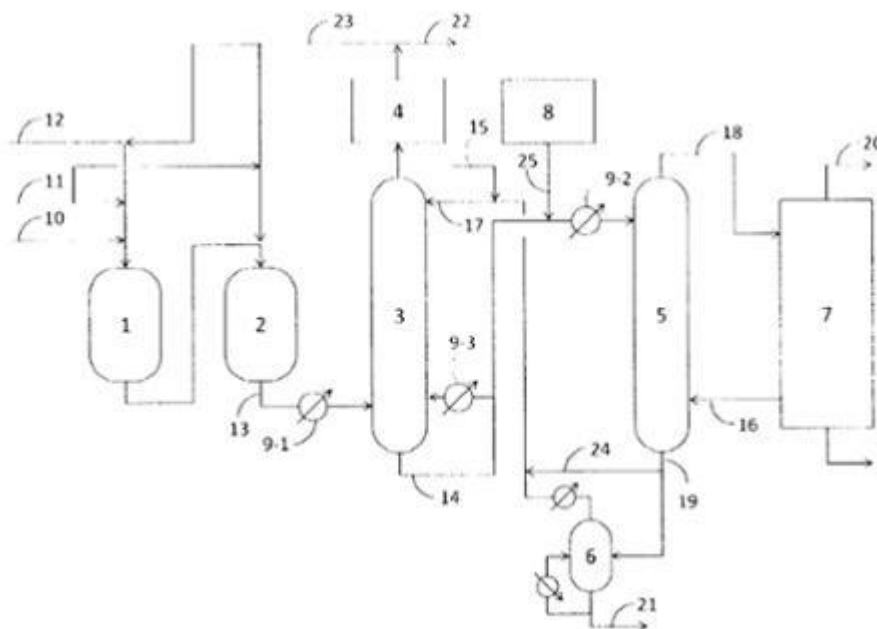


$$(51)^8 \quad \mathbf{C07C\ 51/48; C07C\ 57/07; C07C\ 51/44} \quad (13) \quad \mathbf{B}$$

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT AXIT (MET)ACRYLIC

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất axit (met)acrylic, bao gồm các bước cụ thể. Trong phương pháp này, chất lỏng chứa chất lỏng được xả mà được xả ở ít nhất một bước trong các bước đã nêu được sử dụng làm chất lỏng thu được, chất lỏng thu được được giữ trong thời gian từ 1 đến 60 ngày, và chất lỏng được giữ được nạp vào bước chiết.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất axit (met)acrylic, phương pháp bao gồm quá trình chiết axit (met)acrylic bằng dung môi hữu cơ. Cụ thể hơn là, sáng chế đề cập đến phương pháp để tạo ra một cách ổn định axit (met)acrylic chất lượng cao, bằng cách thực hiện hoạt động thúc đẩy mạnh thu được từ tải nhiệt thấp trong bước chưng cất của quá trình sản xuất axit (met)acrylic, và bằng cách ngăn việc xảy ra trạng thái huyền phù dầu-nước trong bước chiết và giữ quá trình tách nước tốt của bước chiết.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Ở đây, axit (met)acrylic [axit acrylic và/hoặc axit metacrylic] thu được làm khí phản ứng oxy hóa nhờ quá trình oxy hóa xúc tác pha hơi của propylen hoặc propan, mà là hydrocarbon có ba nguyên tử cacbon (C3), hoặc isobutylen, buten hoặc butanol bậc ba, mà là hydrocarbon có bốn nguyên tử cacbon (C4), cùng với không khí làm nguồn oxy và hơi nước hoặc nitơ, sử dụng hai loại xúc tác rắn. Khí phản ứng oxy hóa thu được được làm mát, và sau đó được đưa vào hệ chất lỏng khí tiếp xúc với nước hấp thụ mà chứa chất gây ức chế polyme hóa, trong cột hấp thụ, do đó khí phản ứng oxy hóa được tách ra ở dạng dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic. Khí không được hấp thụ được đưa vào bước xử lý khí thải, cần được hoàn lại vô hại và sau đó được xử lý, mặc dù một phần khí được tái sử dụng trong bước phản ứng oxy hóa.

Dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic thu được từ cột hấp thụ được làm sạch thông thường nhờ quá trình chiết hoặc chưng cất đồng sôi, do đó để tạo ra axit (met)acrylic (Tài liệu không phải sáng chế 1). Theo phương pháp chiết tách, dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic được đưa vào quá trình xử lý chiết trong cột chiết, sử dụng dung môi chiết được chọn trong số các xeton, rượu, ete, este và hydrocarbon, để thu được dung dịch chiết mà là dung dịch hỗn hợp của axit (met)acrylic và dung môi chiết. Dung dịch chiết còn được đưa vào hệ làm sạch axit (met)acrylic, và được đưa vào quá trình làm sạch bằng cách chưng cất, kết tinh hoặc tương tự, để thu được axit (met)acrylic làm sản phẩm.

Trong quá trình sản xuất axit (met)acrylic, chất nhiễm xạ ở dạng sản phẩm polyme hóa và tương tự tích trữ trong thiết bị và ống dẫn, và do đó thiết bị phải được mở và được làm sạch theo định kỳ. Dung dịch được giữ lại trong các phần thiết bị khác nhau được xả một lần và được giữ trong bình chứa như bể. Dung dịch xả còn được tạo ra trong quá trình ngừng xử lý một phần hoặc hoàn toàn, khi xảy ra các vấn đề hoạt động. Các

dung dịch xả này bao gồm lượng lớn là các sản phẩm có giá trị lớn như axit acrylic, nên không mong muốn về việc bỏ chúng đi liên quan đến cường độ sản xuất. Do đó, cần để nạp dung dịch xả nhiều hơn một lần vào quá trình xử lý, sau khi bắt đầu lại các hoạt động xử lý làm sạch một lần được hoàn thành. Trong một số trường hợp dung dịch xả có thể chứa lượng lớn nước. Ở đây nên có đề xuất là nạp dung dịch xả vào bước chiết mà trong đó nước được loại bỏ khỏi axit acrylic. Tuy nhiên, đồng thời, các dung dịch xả này còn bao gồm các thành phần mà ảnh hưởng bất lợi đến việc tách dầu-nước, vì các nguyên nhân không rõ ràng. Do đó, việc liên quan đã xảy ra mà trong đó trong trường hợp có dung dịch xả này được nạp vào bước chiết, việc tách ra có thể bị sai sót do việc tạo ra trạng thái huyền phù dầu-nước, và các vấn đề hoạt động có thể xảy ra, phụ thuộc vào hàm lượng các thành phần mà làm giảm sự tách dầu-nước và phụ thuộc vào các điều kiện hoạt động. Theo lĩnh vực kỹ thuật thông thường, do đó, các dung dịch xả này đã được nạp vào quá trình chung cất (xem Tài liệu sáng chế 1, ví dụ).

Danh sách đối chứng

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Đơn công bố sáng chế Nhật Bản số 2003-292470

Tài liệu sáng chế 2: Đơn công bố sáng chế Nhật Bản số 2013-151455

Tài liệu không phải sáng chế

Tài liệu không phải sáng chế 1: Eizo OMORI, "Acrylic Acid and its Polymers [I]", xuất bản lần thứ ba, Shokodo Co., Ltd., 28 tháng tư năm 1978, từ trang 10 đến 13 (1,4 Các phương pháp làm sạch axit acrylic)

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Như được nêu trên, các thành phần làm nóng tiềm ẩn lớn của quá trình bay hơi, như nước, cũng có trong dung dịch xả mà được xả từ quá trình sản xuất axit (met)acrylic. Khi bổ sung các hoạt động bao gồm trong các phương pháp nêu trên, cần thiết để chấp nhận cách như làm tăng số tấm của cột chưng cất và làm tăng tải nhiệt trong quá trình hoạt động, tất cả là các bất lợi lớn. Việc quan tâm hơn là tần suất của việc mở và làm sạch của thiết bị tăng lên là do sự nhiễm bẩn của các thiết bị làm sôi lại và đường ống rút ra của cột chưng cất, mà phát sinh là do sự tác động của các thành phần như oligome và polyme của axit (met)acrylic, dẫn xuất của axit maleic, nhựa phenolic và tương tự, chứa trong các dung dịch xả.

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp để tạo ra một cách ổn định axit (met)acrylic chất lượng cao, bằng cách thực hiện hoạt động thúc đẩy mạnh thu được từ

tải nhiệt thấp trong bước chưng cất của quá trình sản xuất axit (met)acrylic, và bằng cách ngăn việc xảy ra trạng thái huyền phù dầu-nước trong bước chiết và giữ quá trình tách nước tốt của bước chiết.

Giải quyết vấn đề

Do đó nghiên cứu chuyên sâu được hướng vào để giải quyết vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra là bằng cách nạp vào bước chiết dung dịch xả đã được xả từ quá trình sản xuất axit (met)acrylic, tải nhiệt trong bước chưng cất có thể được làm giảm nhẹ và hoạt động trôi chảy có thể được thực hiện, trong khi sự làm bẩn do dung dịch xả có thể được giảm. Như được nêu trên, các thành phần mà có ảnh hưởng bất lợi đến sự tách dầu-nước có thể trong một số trường hợp có trong các dung dịch xả mà được xả từ quá trình sản xuất axit (met)acrylic. Bằng cách nạp vào bước chiết, các thành phần này có thể làm giảm sự tách dầu-nước trong bước chiết. Nếu sự tách dầu-nước trở nên kém trong bước chiết, nước lưu thông về phía dòng ra được chứa trong dung môi chiết, mà có thể được hiểu là có tải lượng làm sạch lớn hơn và chất lượng sản phẩm kém hơn. Sự tách dầu-nước có thể hiểu được là được thực hiện một cách chắc chắn bằng cách giữ tải lượng chất lỏng không lớn hơn mức đã cho, để ngăn việc xảy ra nêu trên. Tuy nhiên, việc này yêu cầu thể hiện các giới hạn đối với công suất xử lý trong quá trình hoạt động, mà có thể dẫn đến làm giảm công suất sản xuất.

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu thêm hướng vào việc giải quyết vấn đề nêu trên đã phát hiện ra là việc làm giảm sự tách dầu-nước trong bước chiết có thể được ngăn, và axit (met)acrylic chất lượng cao có thể được tạo ra một cách ổn định, bằng cách thực hiện các hoạt động được thiết lập trườwc dưới đây.

(a) Dung dịch chứa dung dịch xả mà được xả từ quá trình tạo ra axit (met)acrylic được giữ làm dung dịch thu được, và dung dịch thu được được giữ được nạp vào bước chiết nêu trên.

(b) Dung dịch thu được được nạp vào cùng vị trí như vị trí mà dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic được cấp vào đó trong bước chiết.

(c) Nồng độ của sản phẩm cộng Michael trong thành phần hỗn hợp của dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic và dung dịch thu được được thiết lập nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,7 % theo trọng lượng.

(d) Dung dịch thu được được chưng cất, và lượng chưng cất thu được sau đó được nạp vào bước chiết.

(e) Dung dịch thu được được đưa vào việc tách dầu-nước, mà sau đó pha dầu được nạp vào bước chiết.

(f) Nhiệt độ chiết trong bước chiết được điều chỉnh trong khoảng từ 30°C đến 90°C.

Các vấn đề nêu trên không được tìm thấy trong lĩnh vực kỹ thuật thông thường. Có nghĩa là, sáng chế đã được phát hiện ra và giải quyết các vấn đề mà hoàn toàn không được biết đến thông thường. Người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật không biết về các vấn đề nêu trên thường không phải chịu trách nhiệm về chi phí, ví dụ, về việc bổ sung, và quá trình sản xuất, bước mới như giữ, chưng cất, sự tách dầu-nước và tương tự của dung dịch thu được, hoặc bổ sung thiết bị kết hợp với các bước này. Ngoài dấu hiệu cơ bản của việc sản xuất liên tục để thiết lập lượng nạp liệu có số lượng không đổi và tỷ lệ nạp liệu trong bước chiết; ngược lại, nạp vào bước chiết dung dịch thu được do các hoạt động như giữ, chưng cất, sự tách dầu-nước và v.v... của dung dịch thu được, có thể làm tăng sự biến động đối với lượng nạp liệu và tỷ lệ nạp liệu nêu trên, và do đó việc nạp này thường không được thực hiện. Trong quá trình sản xuất axit (met)acrylic, cụ thể là, không thường có dung dịch xả đi qua các hoạt động và sau đó là việc nạp dung dịch xả vào bước chiết.

Sáng chế như sau.

1. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic, phương pháp này bao gồm:

bước phản ứng oxy hóa để thu khí phản ứng chứa axit (met)acrylic, qua quá trình oxy hóa xúc tác pha hơi; bước hấp thụ để đưa khí phản ứng vào hệ chất lỏng khí tiếp xúc với nước, nhờ đó tạo ra dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic; bước chiết để đưa dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic và dung môi chiết vào tiếp xúc với nhau, nhờ đó chiết axit (met)acrylic thô; và bước chưng cất để chưng cất axit (met)acrylic từ axit (met)acrylic thô,

trong đó dung dịch chứa dung dịch xả mà được xả từ ít nhất một trong các bước được sử dụng làm dung dịch thu được, dung dịch thu được được giữ trong thời gian từ 1 ngày đến 60 ngày, và dung dịch thu được được giữ được nạp vào bước chiết.

2. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic, phương pháp này bao gồm:

bước phản ứng oxy hóa để thu khí phản ứng chứa axit (met)acrylic, qua quá trình oxy hóa xúc tác pha hơi; bước hấp thụ để đưa khí phản ứng vào hệ chất lỏng khí tiếp xúc với nước, nhờ đó tạo ra dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic; bước chiết để đưa dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic và dung môi chiết vào tiếp xúc với nhau, nhờ đó chiết axit (met)acrylic thô; và bước chưng cất để chưng cất axit (met)acrylic từ axit (met)acrylic thô,

trong đó dung dịch chứa dung dịch xả mà được xả từ ít nhất một trong các bước được sử dụng làm dung dịch thu được, dung dịch thu được được đưa vào quá trình tách nước, và pha dầu thu được từ quá trình tách dầu-nước được nạp vào bước chiết.

3. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic, phương pháp này bao gồm:

bước phản ứng oxy hóa để thu khí phản ứng chứa axit (met)acrylic, qua quá trình oxy hóa xúc tác pha hơi; bước hấp thụ để đưa khí phản ứng vào hệ chất lỏng khí tiếp xúc với nước, nhờ đó tạo ra dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic; bước chiết để đưa dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic và dung môi chiết vào tiếp xúc với nhau, nhờ đó chiết axit (met)acrylic thô; và bước chưng cất để chưng cất axit (met)acrylic từ axit (met)acrylic thô,

trong đó dung dịch chứa dung dịch xả mà được xả từ ít nhất một trong các bước được sử dụng làm dung dịch thu được, dung dịch thu được được chưng cất, và phần chưng cất thu được được nạp vào bước chiết.

4. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo mục bất kỳ trong các mục từ 1 đến 3, trong đó ít nhất một trong các bước, việc cấp sản phẩm phản ứng trong bước này và xả dung dịch xả trong bước này được thực hiện đồng thời.

5. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo mục bất kỳ trong các mục từ 1 đến 4, trong đó dung dịch thu được chứa nước.

6. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo mục bất kỳ trong các mục từ 1 đến 5, trong đó dung dịch thu được mà được nạp vào bước chiết được cấp cùng vị trí như đối với dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic mà được cấp vào đó trong bước chiết.

7. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo mục bất kỳ trong các mục từ 1 đến 6, trong đó nồng độ của sản phẩm cộng Michael trong thành phần hỗn hợp của dung dịch thu được và dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,7 % theo trọng lượng.

8. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo mục bất kỳ trong các mục từ 1 đến 7, trong đó nhiệt độ chiết trong bước chiết nằm trong khoảng từ 30°C đến 90°C.

9. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo mục bất kỳ trong các mục từ 1 đến 8, trong đó dung môi chiết là dung môi có, làm thành phần chính, hợp chất thơm không hòa tan được trong nước có điểm sôi thấp hơn điểm sôi của axit (met)acrylic.

10. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo mục 9, trong đó hợp chất thơm không hòa tan được trong nước là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm benzen, toluen và xylen.

Hiệu quả có lợi của sáng chế

Sáng chế cho phép làm giảm tải nhiệt trong bước chưng cất của quá trình sản xuất axit (met)acrylic, thực hiện hoạt động trôi chảy, và làm giảm sự nhiễm bẩn do các dung dịch xả. Hơn nữa, sáng chế cho phép tạo ra axit (met)acrylic chất lượng cao một cách ổn định, trong khi duy trì hiệu suất loại bỏ nước và các tạp chất khác ở mức cao, bằng cách ngăn sự làm giảm sự tách dầu-nước trong bước chiết.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là sơ đồ hình vẽ minh họa ví dụ về cơ cấu sản xuất axit (met)acrylic theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương án của phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo sáng chế sẽ được giải thích chi tiết.

Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo sáng chế có: bước phản ứng oxy hóa để thu khí phản ứng chứa axit (met)acrylic, qua quá trình oxy hóa xúc tác pha hơi; bước hấp thụ để đưa khí phản ứng vào hệ chất lỏng khí tiếp xúc với nước, nhờ đó tạo ra dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic; bước chiết để đưa dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic và dung môi chiết vào tiếp xúc với nhau, nhờ đó chiết axit (met)acrylic thô; và bước chưng cất để chưng cất axit (met)acrylic từ axit (met)acrylic thô, trong đó các hoạt động được thực hiện theo cách đó là, nếu cần thiết, dung dịch chứa dung dịch xả đã được xả từ ít nhất một trong các bước nêu trên được giữ làm dung dịch thu được, và dung dịch thu được được giữ được nạp vào bước chiết (điều kiện (a) dưới đây), và tốt hơn là, theo cách này mà các điều kiện từ ((b) đến (f)) được thỏa mãn.

(a) Dung dịch chứa dung dịch xả mà được xả từ quá trình tạo ra axit (met)acrylic được giữ làm dung dịch thu được, và dung dịch thu được được giữ được nạp vào bước chiết nêu trên.

(b) Dung dịch thu được được nạp vào cùng vị trí như vị trí mà dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic được cấp vào đó trong bước chiết.

(c) Nồng độ của sản phẩm cộng Michael trong thành phần hỗn hợp của dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic và dung dịch thu được được thiết lập nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,7 % theo trọng lượng.

(d) Dung dịch thu được được chưng cất, và lượng chưng cất thu được sau đó được nạp vào bước chiết.

(e) Dung dịch thu được được đưa vào việc tách dầu-nước, mà sau đó pha dầu được nạp vào bước chiết.

(f) Nhiệt độ chiết trong bước chiết được điều chỉnh trong khoảng từ 30°C đến 90°C.

Như được thiết lập trước theo (a), dấu hiệu khác biệt của sáng chế để sử dụng, là dung dịch thu được, dung dịch chứa dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit (met)acrylic, và giữ dung dịch thu được, thay vì, trong bể chứa. Dung dịch thu được có thể được thu trong quá trình sản xuất và trong quá trình gián đoạn khi sản xuất axit (met)acrylic. Việc cấp sản phẩm phản ứng và xả dung dịch xả trong mỗi bước có thể được thực hiện đồng thời. Qua việc giữ dung dịch thu được, dung dịch xả có các thành phần khác nhau được trộn, nhờ đó các thành phần được đồng nhất, và nồng độ của các thành phần mà làm giảm sự tách dầu-nước được pha loãng. Ngoài ra, hiệu quả khi tạo điều kiện loại bỏ các thành phần làm giảm có thể đạt được nhờ việc thiết lập chất rắn và nhờ sự tách dầu-nước. Theo sáng chế, thuật ngữ dung dịch xả mà được xả từ quá trình tạo ra axit (met)acrylic có thể là dung dịch xả mà được xả từ quá trình trong khi hoạt động không ổn định, ví dụ, sự phục hồi theo định kỳ/các vấn đề làm sạch hoặc thiết bị, và cụ thể là các dung dịch được xả, ví dụ, từ cột hấp thụ, cột chiết, bộ cô đặc, hoặc cột chưng cất. Thuật ngữ giữ theo sáng chế là hoạt động để giữ dung dịch trong bể lưu trữ như bể đệm, bể không đạt tiêu chuẩn hoặc bể chứa sản phẩm, với thời gian giữ được thiết lập trong khoảng thời gian từ 1 ngày đến 60 ngày, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 ngày đến 40 ngày và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 ngày đến 10 ngày. Theo sáng chế, thuật ngữ 1 ngày là 24 giờ. Nếu khoảng thời gian quá ngắn, hiệu quả pha loãng nồng độ của các thành phần là làm giảm sự tách dầu-nước, và hiệu quả của việc làm lắng chất rắn và sự tách dầu-nước không đạt đủ, ngược lại nếu khoảng thời gian nêu trên quá dài, thì khả năng tách dầu-nước bị giảm ngược do việc tạo ra các tạp chất mới như sản phẩm cộng Michael và sản phẩm polyme hóa.

Nếu dung dịch được xả từ quá trình tạo ra axit (met)acrylic được cấp nhanh vào bước chiết mà không trải qua hoạt động giữ, thì sự tách dầu-nước có thể bị làm giảm, và nước có thể lưu thông xuôi dòng chứa trong dung môi chiết, mà có thể hiểu là tải lượng làm sạch xuôi dòng lớn hơn và chất lượng sản phẩm kém hơn.

Như được nêu trên, các thành phần mà làm giảm sự tách dầu-nước được chứa trong dung dịch xả mà được xả từ quá trình tạo ra axit (met)acrylic, có hàm lượng chất mà làm giảm sự tách dầu-nước thay đổi phụ thuộc vào sự điều chỉnh mà ở đó các dung dịch được xả. Việc duy trì nồng độ của các thành phần này nằm trong khoảng thích hợp, trong khi điều chỉnh nồng độ, có thể hiểu được là phương pháp hoạt động có hiệu quả

nhất ở đây, nhưng sự điều chỉnh này khó được xác định, do có nhiều thành phần mà có thể hiểu được là làm giảm sự tách dầu-nước nhưng không được nhận ra rõ ràng.

Do đó, có nghiên cứu thêm để chỉ ra vấn đề này, đã phát hiện ra trong sáng chế là sản phẩm cộng Michael có thể được sử dụng làm chất chỉ thị của sự tách dầu-nước, và mà việc làm giảm sự tách dầu-nước có thể được ngăn bằng cách kiểm soát nồng độ của sản phẩm cộng Michael trong khoảng đã cho. Như được đặt ra trong mục (c), phương pháp kiểm soát khả năng tách dầu-nước tốt hơn là bao gồm việc kiểm soát khả năng tách dầu-nước theo cách này mà nồng độ của sản phẩm cộng Michael trong thành phần hỗn hợp của dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic và dung dịch thu được nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,7 % theo trọng lượng. Nồng độ của sản phẩm cộng Michael tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,6 % theo trọng lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5 % theo trọng lượng. Nếu nồng độ của sản phẩm cộng Michael quá thấp, các điều kiện trong bước phản ứng oxy hóa và bước hấp thụ trở nên bắt buộc, ngược lại nếu nồng độ quá cao, sự tách dầu-nước trong bước chiết bị giảm. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ thành phần hỗn hợp là thành phần của dung dịch hỗn hợp trong trường hợp mà dung dịch thu được được trộn với dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic, trong đường ống, trong khi trong trường hợp mà dung dịch thu được được cấp vào bước chiết qua đường ống tách khỏi dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic, thuật ngữ thành phần hỗn hợp là thành phần theo giả thiết của hỗn hợp thu được, được tính toán trên cơ sở của các thành phần tương ứng và tốc độ lưu thông. Nồng độ của sản phẩm cộng Michael có thể được đo theo các phương pháp đã biết. Ví dụ, nồng độ của sản phẩm cộng Michael có thể được đo bằng sắc ký khí.

Phương pháp có thể hiểu được để duy trì tỷ lệ nồng độ nêu trên bao gồm việc điều chỉnh tốc độ lưu thông của dung dịch thu được, hoặc việc điều chỉnh nồng độ của sản phẩm cộng Michael bằng cách cấp riêng axit acrylic có độ tinh khiết cao. Tuy nhiên, thông lượng xử lý bị giới hạn trong trường hợp này. Do đó, tốt hơn là thực hiện hoạt động chung cất trước khi cấp dung dịch thu được vào bước chiết, như được mô tả trong mục (d). Bằng cách thực hiện hoạt động chung cất và sau đó cấp phần chung cất vào bước chiết nó có thể ngăn việc làm giảm sự tách dầu-nước trong bước chiết. Trong trường hợp mà hoạt động chung cất được thực hiện sử dụng cột chung cất, thuật ngữ chung cất ở đây là sự ngưng tụ các thành phần thu được từ phần trên của cột chung cất. Có thể hiểu là có nhiều thành phần mà làm giảm sự tách dầu-nước trong bước chiết. Mặc dù không được nhận ra rõ ràng, các thành phần này được cho là để bao gồm sản phẩm cộng Michael của axit (met)acrylic, các sản phẩm polyme hóa của axit (met)acrylic, cũng

như các chất có điểm sôi cao và chất rắn khác. Do đó, dự đoán là việc loại bỏ các thành phần này bằng việc chưng cất có tác dụng để ngăn việc làm giảm sự tách dầu-nước.

Như được nêu trong mục (e), việc làm giảm sự tách dầu-nước trong bước chiết cũng có thể được ngăn bằng cách thực hiện hoạt động tách dầu-nước trên dung dịch thu được. Mặc dù các lý do cơ bản chưa được làm rõ, được cho là việc làm giảm sự tách dầu-nước trong bước chiết có thể được ngăn bằng cách cấp vào bước chiết pha dầu sau sự tách dầu-nước, do các thành phần có thể hòa tan trong nước có trong các thành phần mà làm giảm sự tách dầu-nước.

Dung dịch thu được tốt hơn là được cấp vào bước chiết trong quá trình sản xuất axit (met)acrylic, và tốt hơn là được nạp vào bước chiết trong quá trình sản xuất liên tục, sau khi trải qua ít nhất một bước được chọn từ nhóm bao gồm giữ, chưng cất và sự tách dầu-nước. Như được nêu trong mục (b) vị trí mà dung dịch thu được được cấp vào đó tốt hơn là cùng vị trí của việc cấp dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic vào trong bước chiết. Các phương pháp có thể hiểu được mà với phần đó bao gồm việc trộn dung dịch thu được vào đường ống mà qua đó dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic lưu thông, hoặc phương pháp cấp dung dịch thu được, qua đường ống riêng, đến vị trí mà dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic được cấp vào đó. Trong trường hợp mà cột chiết được sử dụng làm bước chiết và dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic được cấp vào phần trên của cột, có thể hiểu được ví dụ của phương pháp sau cùng bao gồm việc cấp dung dịch thu được vào phần trên của cột qua đường ống riêng. Việc chiết có hiệu quả của axit (met)acrylic giảm xuống trong trường hợp mà phương pháp này không được thực hiện và dung dịch thu được thay vì được cấp, ví dụ, vào cùng vị trí như là của dung môi chiết.

Nhiệt độ trong quá trình chiết thông thường là nhiệt độ thấp, nằm trong khoảng từ 20°C đến 30°C, do độ hòa tan của dầu vào nước lẫn nhau tăng lên với việc tăng nhiệt độ ở thời gian tách dầu-nước (xem Tài liệu sáng chế 2, ví dụ). Tuy nhiên, nhiệt độ chiết tốt hơn là không quá thấp, theo quan điểm về việc ngăn trạng thái huyền phù dầu-nước, do tốc độ tách dầu-nước thấp ở nhiệt độ thấp. Nhiệt độ tối ưu về khả năng cân bằng tốt nhất giữ độ hòa tan lẫn nhau của dầu-nước và tốc độ tách dầu-nước, và về việc ngăn, ví dụ, việc tạo ra các thành phần mới mà làm giảm độ hòa tan dầu-nước, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30°C đến 90°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40°C đến 80°C và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C, như được nêu trong mục (f). Như phương pháp điều chỉnh nhiệt độ, hiệu quả tốt nhất ở đây là điều chỉnh nhiệt độ dung dịch thu

được hoặc dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic được cấp vào bước chiết, hoặc nhiệt độ của dung dịch hỗn hợp như đã nêu trên, để nằm trong khoảng thích hợp.

Sáng chế sẽ được giải thích tiếp theo bằng cách minh họa việc tạo ra axit acrylic sử dụng propylen làm vật liệu đầu, làm ví dụ điển hình của việc tạo ra axit (met)acrylic, có viện dẫn đến Fig. 1 mà mô tả ở dạng sơ đồ ví dụ của quá trình sản xuất axit (met)acrylic. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn đối với việc tạo ra axit acrylic sử dụng propylen làm vật liệu đầu, và có thể được sử dụng trong việc tạo ra axit acrylic hoặc axit metacrylic thông thường, sử dụng các vật liệu đầu ở dạng hydrocacbon có ba nguyên tử cacbon hoặc hydrocacbon có bốn nguyên tử cacbon.

1) Bước phản ứng oxy hóa

Không khí (11), hơi nước và/hoặc nitơ làm chất pha loãng (12), và hơn nữa propylen (10) làm vật liệu đầu phản ứng, được trộn và được cấp vào lò phản ứng oxy hóa (lò phản ứng giai đoạn thứ nhất) (1). Lò phản ứng giai đoạn thứ nhất (1) nèn chặt với xúc tác rắn tạo thành molybden (Mo)-bitmut (Bi) trên cơ sở oxyt kim loại compozit, nhiệt độ của lò phản ứng được điều chỉnh qua sự lưu thông của môi trường nhiệt. Kết cấu của lò phản ứng giai đoạn thứ nhất (1) thường là kiểu bộ trao đổi nhiệt nhiều ống hoặc là kiểu bộ trao đổi nhiệt dạng tấm. Khí của sản phẩm phản ứng thu được từ sự chuyển đổi của propylen với acrolein trong lò phản ứng giai đoạn thứ nhất (1) tiếp theo được cấp vào lò phản ứng oxy hóa (lò phản ứng giai đoạn thứ hai) (2). Không khí (11) và v.v... có thể được bổ sung vào lò phản ứng giai đoạn thứ hai (2). Lò phản ứng giai đoạn thứ hai (2) nèn chặt với molybden (Mo)-vanadi (V) trên cơ sở xúc tác oxyt kim loại compozit, nhiệt độ của lò phản ứng được điều chỉnh qua sự lưu thông của môi trường nhiệt. Kết cấu tương tự như với lò phản ứng giai đoạn thứ nhất (1) được đáp ứng làm kết cấu của lò phản ứng giai đoạn thứ hai (2). Acrolein được chuyển đổi thành axit acrylic trong lò phản ứng giai đoạn thứ hai (2), và thu được khí phản ứng oxy hóa (13).

2) Bước hấp thụ

Khí phản ứng oxy hóa (13) được làm mát trong khoảng nhiệt độ từ 150°C đến 200°C sử dụng bộ trao đổi nhiệt (9-1), và sau đó được đưa vào cột hấp thụ (3), để tạo ra dung dịch chứa nước axit acrylic, với nhiệt độ được điều chỉnh bởi bộ trao đổi nhiệt (9-3). Cụ thể, khí phản ứng oxy hóa được làm mát trong bộ trao đổi nhiệt (9-1) được đưa vào cột hấp thụ (3), và khí phản ứng oxy hóa và nước hấp thụ (17) chứa chất gây ức chế polyme hóa (15), và được cấp từ phần trên của cột của cột hấp thụ (3), được đưa vào quá trình tiếp xúc hệ chất lỏng khí, kết quả là axit acrylic và v.v...trong khí phản ứng oxy hóa được hấp thụ để tạo ra dung dịch chứa nước axit acrylic (14). Cột được nèn chặt hoặc cột

dạng tấm có từ 10 đến 20 tấm theo lý thuyết thường được sử dụng làm cột hấp thụ (3). Nhiệt độ của phần trên của cột hấp thụ (3) thường nằm trong khoảng từ 30°C đến 70°C, trong khi nhiệt độ của phần dưới thường nằm trong khoảng từ 35°C đến 85°C, nhiệt độ nêu trên được điều chỉnh sử dụng bộ trao đổi nhiệt (9-3).

Khí thải từ phần trên của cột hấp thụ (3) chứa nitơ làm thành phần chính, nước, cũng như oxy và propylen không được phản ứng. Khí thải chứa cacbon dioxyt (CO_2), axit axetic, formaldehyt và tương tự, làm sản phẩm phụ của phản ứng oxy hóa, và ngoài ra còn lượng nhỏ axit acrylic mà không hấp thụ được. Một phần khí thải có thể được tái chế nguyên trạng vào bước phản ứng oxy hóa. Tuy nhiên, thông thường khí thải không có hại trong bước xử lý khí thải (4), mà sau khi khí được tái chế (23) vào lò phản ứng oxy hóa (1) hoặc (2), và phần còn lại được bỏ làm khí thải (22).

Nồng độ của axit acrylic trong dung dịch chứa nước axit acrylic (14) của phần bên dưới của cột nằm trong khoảng từ 30 đến 70 % theo trọng lượng. Dung dịch chứa nước axit acrylic (14) chứa, ví dụ, sản phẩm phụ như formaldehyt, axit axetic, axit maleic và axit phtalic, cũng như, ví dụ, chất gây ức chế polyme hóa mà được bổ sung vào phần trên của cột hấp thụ (3).

Các chất khác nhau đã được đề xuất để sử dụng làm chất gây ức chế polyme hóa trong quá trình sản xuất axit acrylic. Các ví dụ của chúng bao gồm các hợp chất của phenol như hydroquinon và hydroquinon monometyl ete, và ngoài ra các hợp chất của phenothiazin, cá hợp chất muối đồng, các hợp chất muối mangan, các hợp chất amin, các hợp chất nitrozo, và các hợp chất N-oxyl.

Các ví dụ của hợp chất nêu trên bao gồm phenothiazin và bis-($\square$ -methylbenzyl)phenothiazin là hợp chất phenothiazin.

Hợp chất muối đồng, mà không bị giới hạn cụ thể, có thể là muối vô cơ, hoặc muối hữu cơ, và nhiều hợp chất có thể được sử dụng. Các ví dụ của chúng bao gồm đồng dialkyldithiocarbamat, đồng axetat, đồng acrylat, đồng naphtenat, đồng sulfat, đồng paratoluenat, đồng nitrat và đồng cacbonat. Tuy nhiên, dung dịch trong cột hấp thụ (3) là dung dịch chứa nước, và do vậy hợp chất muối đồng tốt hơn là hợp chất có thể tan trong nước, ví dụ, đồng axetat, đồng acrylat, đồng cacbonat, đồng sulfat hoặc đồng paratoluenat.

Các ví dụ về các hợp chất muối mangan thích hợp bao gồm mangan axetat, mangan format, mangan acrylat, mangan naphtenat, mangan sulfat và mangan cacbonat.

Các ví dụ về các hợp chất nitrozo và các hợp chất amin bao gồm p-nitrosophenol, N-nitrosophenylhydroxylamin và muối ammoni của chúng, và N-nitrosodiphenylamin và muối ammoni của chúng.

Các ví dụ về các hợp chất N-oxyl bao gồm tertiary butyl nitrooxyt, 2,2,6,6-tetrametylpiperidin-1-oxyl, 2,2,6,6-tetrametyl-4-hydroxypiperidin-1-oxyl, và 4,4',4"-tris(2,2,6,6-tetrametylpiperidinoxyl)phosphit.

3) Bước xử lý khí thải

Khí thải được xả từ phần trên của cột hấp thụ (3) thông thường chứa hợp chất hữu cơ như axit axetic, formaldehyt và axit acrylic, cùng với nước, oxy (O_2) và cacbon dioxyt (CO_2). Việc xử lý để làm cho khí thải vô hại thường được thực hiện theo các sơ đồ đốt chất xúc tác. Các ví dụ của chất xúc tác bao gồm chất xúc tác dạng tổ ong.

4) Bước chiết

Dung dịch chứa nước axit acrylic (14) từ phần dưới của cột hấp thụ (3) trải qua sự trao đổi nhiệt trong bộ trao đổi nhiệt (9-2), nhiệt độ của dung dịch được điều chỉnh trong khoảng từ 20°C đến 90°C, dung dịch được cấp vào cột chiết (5), và trải qua quá trình tiếp xúc chất lỏng-chất lỏng với dung môi chiết (16), được tách thành dung dịch chiết (18) của axit acrylic và thành nước tinh chế (19).

Nếu nhiệt độ chiết trong cột chiết (5) quá cao, độ hòa tan lẫn nhau giữa nước và dung môi chiết tăng lên, ngược lại nếu nhiệt độ chiết quá thấp, sự tách dầu-nước mất một thời gian. Do đó, nhiệt độ chiết tốt hơn là được thiết lập từ 30°C đến 90°C.

Dung môi không tan trong nước được mô tả dưới đây tốt hơn là được sử dụng làm dung môi chiết (16). Nồng độ nước trong dung dịch chiết (18) sau khi chiết giảm xuống do đó việc chiết sử dụng dung môi không tan trong nước, và do đó có thể ngăn lại, ví dụ, việc bị tắc do sự polymer hóa của axit acrylic trong bước làm sạch axit acrylic sau đó (7); ở cùng thời gian, có thể làm giảm tải nhiệt trong bước làm sạch (7). Bằng cách sử dụng dung môi không tan trong nước, ngoài ra, có thể làm giảm nồng độ của tạp chất như axit axetic và axit maleic trong dung dịch chiết (18) sau khi chiết. Cũng như tốt hơn là sử dụng dung môi không tan trong nước, để xử lý các dung dịch từ các thiết bị khác nhau, chứa các tạp chất này, trong bước chiết.

Ví dụ, dung môi của hợp chất thơm không hòa tan được trong nước có thể được sử dụng làm dung môi không tan trong nước mà được sử dụng để chiết tách axit acrylic. Hợp chất thành phần chính mà có điểm sôi thấp hơn điểm sôi của axit acrylic tốt hơn là được sử dụng làm dung môi, về hiệu quả tách dung môi trong quá trình làm sạch axit acrylic. Thành phần chính nêu trên ở đây là hợp chất thơm không hòa tan được trong

nước có điểm sôi thấp hơn điểm sôi của axit acrylic và là 50% theo trọng lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn là 60 % theo trọng lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 80 % theo trọng lượng hoặc lớn hơn của dung môi chiết.

Các loại điển hình của dung môi của hợp chất thơm không hòa tan được trong nước bao gồm dung môi của hydrocacbon thơm không tan trong nước. Dung môi của hydrocacbon thơm không tan trong nước là ưu điểm trong hoạt động chiết mà trong đó tỷ lệ của các hệ số phân bố trong tỷ lệ chất chiết / nước dùng cho axit acrylic và axit axetic là cao, và axit acrylic do đó được chọn là cao. Dung môi có độ hòa tan trong nước ở nhiệt độ 20°C là 1,5 % theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn được chọn làm the above dung môi của hydrocacbon thơm không tan trong nước, nhưng độ hòa tan trong nước tốt hơn nữa là 0,5 % theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn là 0,1 % theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt nhất là 0,06 % theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn. Các ví dụ về dung môi của hydrocacbon thơm không tan trong nước bao gồm benzen, toluen, xylen, etyl benzen và mesitylen, tốt hơn là nằm trong nhóm đã nêu benzen, toluen và xylen, do hiệu quả chiết cao và độ hòa tan trong nước thấp. Dung môi của hydrocacbon thơm không tan trong nước có thể là được sử dụng riêng hoặc ở dạng dung môi hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại hơn.

Mặc dù dung môi của hydrocacbon thơm không tan trong nước có thể được sử dụng ở dạng dung môi hỗn hợp với dung môi không tan trong nước khác, trong trường hợp này dung môi của hydrocacbon thơm không tan trong nước tốt hơn là 70 % theo trọng lượng hoặc lớn hơn của dung môi hỗn hợp. Toluene tốt nhất ở đây là dung môi của hydrocacbon thơm không tan trong nước, do sự thật là có hiệu quả chiết cao và độ hòa tan trong nước thấp.

Tỷ lệ theo trọng lượng (tỷ lệ S/F) của dung môi chiết (16) đối với dung dịch chứa nước axit acrylic (14) thường được thiết lập nằm trong khoảng từ 1 đến 5. Khi tỷ lệ S/F nhỏ hơn 1, nồng độ của axit acrylic trong dung dịch chiết (18) tăng lên, nhưng tốc độ chiết của axit acrylic giảm xuống trong khi nồng độ nước trong dung dịch chiết (18) tăng lên, mà không mong muốn. Khi tỷ lệ S/F vượt quá 5, tốc độ chiết tăng lên nhưng nồng độ của axit acrylic trong dung dịch chiết (18) giảm xuống, và do đó lượng lớn thiết bị và năng lượng tách được yêu cầu trong bước làm sạch sau đó (7), mà không mong muốn. Tốt hơn là, tỷ lệ S/F được thiết lập nằm trong khoảng từ 1 đến 3,5, để làm giảm nồng độ nước trong dung dịch chiết (18) nhiều nhất có thể.

Số tấm theo lý thuyết của cột chiết (5) thường bằng 4 hoặc lớn hơn, tốt hơn là 6 hoặc lớn hơn và tốt nhất là 7 hoặc lớn hơn. Tốc độ chiết của axit acrylic tăng lên với số

tám theo lý thuyết tăng lên. Giới hạn trên của số tám theo lý thuyết của cột chiết (5) không bị hạn chế cụ thể mà còn thường là 20 hoặc nhỏ hơn. Tốc độ chiết của axit acrylic thường là 95% hoặc cao hơn, tốt hơn là 98% hoặc cao hơn và tốt nhất là 99% hoặc cao hơn.

Như cột chiết (5), được sử dụng cột chiết dạng tám, cột chiết đĩa quay (cột RDC) hoặc cột chiết dạng tám chuyển động qua lại (ví dụ, cột Karr). Cột chiết dạng tám chuyển động qua lại ở đây được ưu tiên, ví dụ, về số tám theo lý thuyết và thông lượng xử lý.

Nồng độ của axit acrylic trong dung dịch chiết (18) thu được trong cột chiết (5) thường nằm trong khoảng từ 10 đến 40 % theo trọng lượng, với lượng nhỏ axit axetic và nước được bổ trí trong dung dịch chiết (18). Nước tinh chế (19) chứa sản phẩm phụ của phản ứng oxy hóa như axit axetic, formaldehyt và axit maleic, và ngoài ra chất gây ức chế polyme hóa và tương tự. Thành phần của dung dịch chiết (18) và nước tinh chế (19) được xác định bởi, ví dụ, thành phần cân bằng lỏng-lỏng, tỷ lệ S/F, và số tám theo lý thuyết của cột chiết (5).

5) Bước làm sạch axit acrylic

Bước theo sáng chế bao gồm bước chung cất để tách axit acrylic khỏi axit acrylic thô bằng cách chưng cất. Các tạp chất như dung môi chiết và axit axetic trong dung dịch chiết (18) thu được từ phần trên cột của cột chiết (5) được tách bằng các cách làm sạch, như việc tách bằng cách chưng cất nên trên, trong bước làm sạch axit acrylic (7). Do đó tạo ra axit acrylic (20). Dung môi chiết (16) được tách bằng cách chưng cất được tái chế vào cột chiết (5). Nồng độ của axit acrylic trong dung môi chiết (16) có ảnh hưởng đáng kể đến tốc độ chiết của axit acrylic trong cột chiết (5). Nồng độ của axit acrylic trong dung môi chiết (16) tốt hơn là 1 % theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 0,5 % theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn, do nồng độ càng thấp thì tốc độ chiết càng cao. Để đưa nồng độ của axit acrylic trong dung môi chiết (16) đến 0,4 % theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn cần làm tăng số tám trong cột chưng cất, và làm tăng việc hồi lưu, nhằm mục đích tách dung môi và axit acrylic bằng cách chưng cất. Việc này đòi hỏi nhu cầu năng lượng đáng kể, và do đó các điều kiện nêu trên được điều chỉnh thành các điều kiện thích hợp dựa trên sự liên quan giữa tốc độ chiết của axit acrylic và tải chưng cất.

6) Bước xử lý nước tinh chế

Nước tinh chế (19) từ cột chiết (5) được xả làm dung dịch thải mà phải được xử lý. Phương pháp xử lý đốt và phương pháp xử lý bùn hoạt tính ở đây thường là các trường hợp của phương pháp xử lý dung dịch thải, nhưng phương pháp xử lý đốt có lượng lớn nước tinh chế cần việc đưa năng lượng vào đáng kể, trong khi đối với phương

pháp xử lý bùn hoạt tính là khó, do nước tinh chế (19) chứa formaldehyt. Do đó, nước tinh chế (19) tốt hơn là được tái chế vào cột hấp thụ (3) và được tái sử dụng làm nước hấp thụ. Sản phẩm phụ (ví dụ, axit maleic và axit phthalic) từ bước phản ứng oxy hóa mà còn lại mà không được chiết bởi dung môi chiết trong cột chiết (5) được cô đặc trong nước tinh chế (19). Do đó, vẫn tách sản phẩm phụ từ nước tinh chế (19) và xả sản phẩm phụ được tách ra khỏi hệ thống ở dạng dung dịch thải, để ngăn việc tích trữ sản phẩm phụ này trong hệ thống, và nhằm mục đích tách chế vào cột hấp thụ (3). Để xử lý nước tinh chế (19), một phần của chúng được tái chế (24) nguyên trạng, ở dạng nước hấp thụ, vào cột hấp thụ (3), và chỉ phần còn lại được đưa vào xử lý cô đặc nhờ nhiệt, nhờ đó để tách dung dịch thải. Do đó, có thể làm giảm kích cỡ của thiết bị đối với việc xử lý cô đặc nhờ nhiệt, trong khi bỏ qua năng lượng.

Thiết bị được sử dụng để cô đặc bằng nhiệt nước tinh chế (19) thường là giàn bay hơi (6) như được thể hiện trên Fig. 1. Giàn bay hơi (6) có bể hóa hơi, nồi hơi dùng cho việc chưng cất nhiệt và phần ngưng tụ để ngưng tụ hơi nước được hóa hơi. Bộ tách sương để ngăn việc cuốn theo có thể được bố trí trong bể, hoặc các phần chưng cất như khay có thể là được bố trí ở phần trên của bể. Thiết bị cô đặc nhờ nhiệt không bị giới hạn bởi giàn bay hơi, và, ví dụ, có thể được sử dụng giàn bay hơi hiệu quả cao, bể khuấy được trang bị với vỏ gia nhiệt hoặc bộ trao đổi nhiệt, thiết bị tách có màng, cột khuấy, giàn bay hơi màng mỏng hoặc giàn bay hơi màng mỏng ly tâm (ví dụ, Kontro).

7) Bước thu các dung dịch từ các phần thiết bị khác nhau

Vấn đề được nêu trên được áp dụng, ví dụ, đối với các điều kiện ưu tiên là giữ, chưng cất và sự tách dầu-nước của dung dịch thu được, và việc cấp của dung dịch thu được, được đặt ra trong phần theo sáng chế.

Theo dự đoán về hoạt động không ổn định, ví dụ, do các vấn đề hoặc trong khi kiểm tra định kỳ, phương pháp sản xuất theo sáng chế bao gồm việc giữ các dung dịch từ các phần thiết bị khác nhau một lần trong bể chứa (8) như bể đệm hoặc bể không đạt tiêu chuẩn trong quá trình hoạt động không ổn định. Dung dịch xả có các thành phần khác nhau được trộn nhờ việc giữ này, nhờ đó các thành phần được đồng nhất, và nồng độ của các thành phần mà làm giảm sự tách dầu-nước được pha loãng. Nhờ việc giữ chất rắn và nhờ sự tách dầu-nước, trở nên có thể đạt được hơn nữa tác dụng loại bỏ để dàng các thành phần có hại. Các dung dịch xả này tốt hơn là được cấp, ở dạng dung dịch thu được (25), cùng vị trí như vị trí mà dung dịch chứa nước của axit acrylic (14) được cấp vào đó trong bước chiết. Các phương pháp có thể hiểu được mà với phần đó bao gồm việc trộn dung dịch thu được vào đường ống mà qua đó dung dịch chứa nước của axit acrylic (14)

lưu thông, hoặc phương pháp cấp dung dịch thu được qua đường ống riêng, đến vị trí mà dung dịch chứa nước của axit acrylic được cấp vào đó. Trong trường hợp mà cột chiết (5) được sử dụng làm bước chiết và dung dịch chứa nước của axit acrylic được cấp vào phần trên của cột, có thể hiểu được ví dụ của phương pháp sau cùng bao gồm việc cấp dung dịch thu được vào phần trên của cột chiết (5) qua đường ống riêng. Việc chiết có hiệu quả của axit acrylic có thể theo kiểu nhỏ giọt trong trường hợp mà phương pháp này không được thực hiện và dung dịch thu được thay vì được cấp, ví dụ, vào cùng vị trí như là của dung môi chiết (16).

Dung dịch thu được có thể được nạp nguyên trạng vào bước chiết, nhưng tốt hơn là được chưng cất sử dụng thiết bị chưng cất, với lượng chưng cất thu được sau khi chưng cất sau đó được nạp vào bước chiết, để ngăn việc xảy ra của trạng thái huyền phù dầu- nước trong bước chiết. Giàn bay hơi có thể được sử dụng làm thiết bị chưng cất. Giàn bay hơi có bề mặt hóa hơi, nồi hơi dùng cho việc chưng cất nhiệt và phản ngưng tụ để ngưng tụ hơi nước được hóa hơi. Bộ tách sương để ngăn việc cuốn theo có thể được bố trí trong bể, hoặc các phần chưng cất như khay có thể là được bố trí ở phần trên của bể. Tuy nhiên, thiết bị chưng cất nhờ nhiệt không bị giới hạn bởi giàn bay hơi, và, ví dụ, có thể được sử dụng giàn bay hơi hiệu quả cao, bể khuấy được trang bị với vỏ gia nhiệt hoặc bộ trao đổi nhiệt, cột khuấy hoặc giàn hóa hơi màng mỏng.

Hơi nước hoặc môi trường nhiệt được sử dụng làm nguồn nhiệt để làm nóng trong giàn bay hơi và v.v.... Ngoài ra, chất lỏng trong quá trình xử lý ở nhiệt độ cao hoặc tương tự còn có thể được sử dụng.

Trong một số trường hợp hoạt động tách dầu-nước của dung dịch thu được có thể được thực hiện, với việc cấp chỉ pha dầu, về việc hạn chế xảy ra trạng thái huyền phù dầu- nước trong bước chiết. Tốt hơn là, nhiệt độ chiết trong bước chiết được thiết lập từ 30°C đến 90°C. Tốt hơn nữa là, nhiệt độ được thiết lập từ 40°C đến 80°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C. Như phương pháp điều chỉnh nhiệt độ, hiệu quả tốt nhất là điều chỉnh nhiệt độ dung dịch thu được hoặc dung dịch chứa nước của axit acrylic mà được cấp vào bước chiết, hoặc nhiệt độ của dung dịch hỗn hợp như đã nêu trên, để nằm trong khoảng thích hợp. Khoảng thích hợp ở đây là khoảng nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 90°C, tốt hơn nữa là từ 30°C đến 90°C và tốt hơn nữa là từ 30°C đến 70°C.

Tốt hơn là, hoạt động của bước chiết, bao gồm việc cấp của dung dịch thu được, được kiểm soát sử dụng sản phẩm cộng Michael làm chất chỉ thị. Nồng độ của sản phẩm

cộng Michael trong thành phần hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic và dung dịch thu được tốt hơn là được thiết lập nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,7 % theo trọng lượng, tốt hơn nữa là từ 0,05 đến 0,6 % theo trọng lượng và tốt hơn nữa là từ 0,1 đến 0,5 % theo trọng lượng. Nếu nồng độ của sản phẩm cộng Michael quá thấp, các điều kiện trong bước phản ứng oxy hóa và bước hấp thụ trở nên bắt buộc, ngược lại nếu nồng độ quá cao, sự tách dầu-nước trong bước chiết có thể bị giảm. Ở đây, hiệu quả để thực hiện việc chưng cất nêu trên hoặc hoạt động tách dầu-nước của dung dịch thu được, là phương pháp duy trì tỷ lệ cô đặc nêu trên. Các phương pháp khác được hiểu bao gồm, ví dụ, điều chỉnh tốc độ lưu thông của dung dịch thu được, và điều chỉnh nồng độ của sản phẩm cộng Michael bằng cách cấp riêng axit acrylic có độ sạch cao.

8) Bước xử lý dung dịch thải

Dung dịch thải (21) được xả từ giàn bay hơi (6) chứa, ví dụ, chất gây ức chế polyme hóa; thành phần có điểm sôi cao và formaldehyt mà được tạo ra trong bước phản ứng oxy hóa và mà còn lại trong nước tinh chế (19) trong cột chiết (5). Dung dịch thải (21) được xử lý, ví dụ, bằng cách được đốt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được giải thích cụ thể hơn bởi các ví dụ, nhưng không có nghĩa là, trong ý chính của chúng, bị giới hạn đối với các ví dụ.

Phân tích dung dịch mẫu

Các chất được chứa trong dung dịch mẫu được nhận ra, và các chất được định lượng, nhờ việc phân tích bằng sắc ký khí. Sắc ký khí được thực hiện sử dụng GC-14A, bởi Shimadzu Corporation. Cột mao dẫn (HP-FFAP) bởi Agilent Technologies, Inc. được sử dụng làm cột tách, và FID và TCD được sử dụng làm dụng cụ phát hiện.

Ví dụ viện dẫn 1

Axit acrylic được tạo ra theo các bước dưới đây sử dụng công cụ sản xuất axit acrylic được mô tả trên Fig. 1. Cụ thể là, axit acrylic do đó được tạo ra là: bước phản ứng oxy hóa để thu khí phản ứng oxy hóa do phản ứng oxy hóa xúc tác pha hơi của propylen; bước hấp thụ để đưa khí phản ứng oxy hóa và nước hấp thụ, chứa chất gây ức chế polyme hóa, vào tiếp xúc hệ chất lỏng khí, do đó tạo ra dung dịch chứa nước axit acrylic; bước chiết để thu dung dịch chiết từ dung dịch chứa nước axit acrylic, sử dụng toluen làm dung môi chiết; và bước làm sạch axit acrylic khi thu axit acrylic nhờ việc làm sạch của dung dịch chiết bằng cách chưng cất.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,0 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,31 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0013 % theo trọng lượng, nước: 38,3 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,44 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ. Tiếp theo, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết được nạp vào ống sắc kế. Ống sắc kế được thiết lập trong bộ quay (Taitec RT50), và hỗn hợp quay được thực hiện trong môi trường nhiệt độ phòng là 21°C, ở 30 rpm, trong thời gian 1 phút. Sau đó ống được cho phép để lắng, sau đó trạng thái tách dầu-nước được kiểm tra bằng mắt thường. Quan sát thấy là pha dầu chứa axit acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 50 giây.

Ví dụ 1

Trong Ví dụ 1, bước chiết trong Ví dụ viện dẫn 1 được cải biến thành bước chiết mà bao gồm việc thu được dung dịch chiết, sử dụng toluen, từ dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic thu được trong bước hấp thụ và dung dịch thu được mà thu được bằng cách giữ dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước hấp thụ nêu trên theo cách đơn giản.

Ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp, ở tỷ lệ theo trọng lượng là 10:1, dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,0 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,31 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0013 % theo trọng lượng, nước: 38,3 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,44 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ của Ví dụ viện dẫn 1 và dung dịch thu được (axit acrylic: 63,3 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 2,1 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,022 % theo trọng lượng, nước: 11,4 % theo trọng lượng, axit axetic: 0,030 % theo trọng lượng) sau khi việc giữ của dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic, trong thời gian 4 ngày, trong bể chứa. Tiếp theo, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết của Ví dụ viện dẫn 1 được nạp vào ống sắc kế. Hoạt động trộn giống nhau như là Ví dụ viện dẫn 1 được thực hiện, và trạng thái tách dầu- nước được kiểm tra. Quan sát thấy là pha dầu chứa axit acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 50 giây.

Ví dụ so sánh 1

Trong Ví dụ so sánh 1, bước chiết trong Ví dụ viện dẫn 1 được cải biến thành bước chiết mà bao gồm việc thu được dung dịch chiết, sử dụng toluen, từ dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic thu được trong bước hấp thụ và dung dịch xả (mà không giữ) được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp, ở tỷ lệ theo trọng lượng là 10:1, dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,0 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,31 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0013 % theo trọng lượng, nước: 38,3 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,44 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ của Ví dụ viện dẫn 1 và dung dịch xả (mà không giữ) (axit acrylic: 73,3 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 5,9 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,052 % theo trọng lượng, nước: 20,4 % theo trọng lượng, axit axetic: 0,16 % theo trọng lượng) được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic. Tiếp theo, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết của Ví dụ viện dẫn 1 được nạp vào ống sắc kế. Hoạt động trộn giống nhau như là Ví dụ viện dẫn 1 được thực hiện, và trạng thái tách dầu- nước được kiểm tra. Pha huyền phù dầu- nước tồn tại ngay cả khi trong thời gian mất 90 giây, và pha dầu và pha nước không tách ra.

Ví dụ 2

Trong Ví dụ 2, bước chiết trong Ví dụ viện dẫn 1 được cải biến thành bước chiết mà bao gồm việc thu được dung dịch chiết, sử dụng toluen, từ dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic thu được trong bước hấp thụ và phần chung cất thu được quá quá trình chưng cất đơn giản của dung dịch thu được mà thu được từ việc giữ dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,0 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,31 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0013 % theo trọng lượng, nước: 38,3 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,44 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ của Ví dụ viện dẫn 1 làm mẫu. Sau đó bình tam giác 200 cc được nạp với 100 g dung dịch thu được mà thu được từ bước giữ, trong thời gian 2 ngày trong bể chứa, dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic, và phần chưng cất thu được nhờ quá trình chưng cất đơn giản ở nhiệt độ 80°C và 10 kPa được tạo mẫu. Tiếp theo, ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch hỗn hợp thu

được từ việc trộn dung dịch chứa nước axit acrylic và phân chung cất ở tỷ lệ theo trọng lượng là 10:1. Hơn nữa, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết của Ví dụ viện dẫn 1 được nạp vào ống sắc kế. Hoạt động trộn giống nhau như là Ví dụ viện dẫn 1 được thực hiện, và trạng thái tách dầu- nước được kiểm tra. Quan sát thấy là pha dầu chứa axit acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 50 giây.

Ví dụ 3

Trong Ví dụ 3, bước chiết trong Ví dụ viện dẫn 1 được cải biến thành bước chiết mà bao gồm việc thu được dung dịch chiết, sử dụng toluen, từ dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic thu được trong bước hấp thụ và pha dầu thu được từ việc tách dầu-nước của dung dịch thu được mà thu được bằng cách giữ dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,0 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,31 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0013 % theo trọng lượng, nước: 38,3 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,44 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ của Ví dụ viện dẫn 1 làm mẫu. Sau đó dung dịch thu được mà thu được từ bước giữ, trong thời gian 2 ngày trong bể chứa, dung dịch xả đã được xả từ quá trình sản xuất axit acrylic thu được trong ống sắc kế, toluen được bổ sung theo tỷ lệ theo trọng lượng là 1:1, ống sắc kế được thiết lập trong dụng cụ quay (Taitec RT50), và hỗn hợp quay được thực hiện trong môi trường nhiệt độ phòng 21°C, ở 30 rpm, trong thời gian 1 phút. Sau đó ống được cho phép làm lắng, để tạo ra sự tách dầu-nước, và pha dầu được tạo mẫu. Tiếp theo, ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch hỗn hợp thu được từ việc trộn dung dịch chứa nước axit acrylic và pha dầu ở tỷ lệ theo trọng lượng là 10:1. Hơn nữa, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết của Ví dụ viện dẫn 1 được nạp vào ống sắc kế. Hoạt động trộn giống nhau như là Ví dụ viện dẫn 1 được thực hiện, và trạng thái tách dầu- nước được kiểm tra. Quan sát thấy là pha dầu chứa axit acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 50 giây.

Ví dụ viện dẫn

Axit acrylic được tạo ra theo các bước dưới đây sử dụng công cụ sản xuất axit acrylic được mô tả trên Fig. 1. Cụ thể là, axit acrylic do đó được tạo ra là: bước phản ứng oxy hóa để thu khí phản ứng oxy hóa do phản ứng oxy hóa xúc tác pha hơi của propylen;

bước hấp thụ để đưa khí phản ứng oxy hóa và nước hấp thụ, chứa chất gây ức chế polyme hóa, vào tiếp xúc hệ chất lỏng khí, do đó tạo ra dung dịch chứa nước axit acrylic; bước chiết để thu dung dịch chiết từ dung dịch chứa nước axit acrylic, sử dụng toluen làm dung môi chiết; và bước làm sạch axit acrylic khi thu axit acrylic nhờ việc làm sạch của dung dịch chiết bằng cách chưng cất.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,5 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,25 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0014 % theo trọng lượng, nước: 37,7 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,46 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ. Tiếp theo, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết được nạp vào ống sắc kế. Ống sắc kế được thiết lập trong bộ quay (Taitec RT50), và hỗn hợp quay được thực hiện trong môi trường nhiệt độ phòng là 21°C, ở 50 rpm, trong thời gian 1 phút. Sau đó ống được cho phép để làm lắng, do đó pha dầu chứa axit acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 40 giây.

Ví dụ so sánh 2

Trong Ví dụ so sánh 2, bước chiết trong Ví dụ viện dẫn 2 được cải biến thành bước chiết mà bao gồm việc thu được dung dịch chiết, sử dụng toluen, từ dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic thu được trong bước hấp thụ và dung dịch xả (mà không giữ) được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp, ở tỷ lệ theo trọng lượng là 10:1, dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,5 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,25 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0014 % theo trọng lượng, nước: 37,7 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,46 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ của Ví dụ viện dẫn 2 và dung dịch xả (mà không giữ) (axit acrylic: 73,3 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 5,9 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,052 % theo trọng lượng, nước: 20,4 % theo trọng lượng, axit axetic: 0,16 % theo trọng lượng) được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic. Tiếp theo, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết của Ví dụ viện dẫn 2 được nạp vào ống sắc kế. Hoạt động trộn giống nhau như là Ví dụ viện dẫn 2

được thực hiện, và trạng thái tách dầu- nước được kiểm tra. Pha huyền phù dầu- nước tồn tại ngay cả khi trong thời gian mất 90 giây, và pha dầu và pha nước không tách ra.

Ví dụ 4

Trong Ví dụ 4, bước chiết trong Ví dụ viện dẫn 2 được cải biến thành bước chiết mà bao gồm việc thu được dung dịch chiết, sử dụng toluen, từ dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic thu được trong bước hấp thụ và phần chung cất từ quá trình chưng cất đơn giản của dung dịch thu được mà thu được từ việc giữ dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,5 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,25 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0014 % theo trọng lượng, nước: 37,7 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,46 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ của Ví dụ viện dẫn 2 làm mẫu. Sau đó bình tam giác 200 cc được nạp với 100 g dung dịch thu được được sử dụng trong Ví dụ so sánh 2 và thu được từ bước giữ, trong thời gian 2 ngày trong bể chứa, dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic, và phần chung cất thu được nhờ quá trình chưng cất đơn giản ở nhiệt độ 80°C và 10 kPa được tạo mẫu. Tiếp theo, ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch hỗn hợp thu được từ việc trộn dung dịch chứa nước axit acrylic và phần chung cất ở tỷ lệ theo trọng lượng là 10:1. Hơn nữa, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết của Ví dụ viện dẫn 2 được nạp vào ống sắc kế. Hoạt động trộn giống nhau như là Ví dụ viện dẫn 2 được thực hiện, và trạng thái tách dầu- nước được kiểm tra. Quan sát thấy là pha dầu chứa axit acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 40 giây.

Ví dụ 5

Trong Ví dụ 5, bước chiết trong Ví dụ viện dẫn 2 được cải biến thành bước chiết mà bao gồm việc thu được dung dịch chiết, sử dụng toluen, từ dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic thu được trong bước hấp thụ và pha dầu từ việc tách dầu-nước của dung dịch thu được mà thu được từ bước giữ dung dịch xả được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,5 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,25 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0014 % theo trọng lượng,

nước: 37,7 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,46 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ của Ví dụ viện dẫn 2 làm mẫu. Sau đó dung dịch thu được thu được từ bước giữ, trong thời gian 2 ngày trong bể chứa, dung dịch xả đã được xả từ quá trình sản xuất axit acrylic thu được trong ống sắc kế, toluen được bổ sung theo tỷ lệ theo trọng lượng là 1:1, ống sắc kế được thiết lập trong dụng cụ quay (Taitec RT50), và hỗn hợp quay được thực hiện trong môi trường nhiệt độ phòng 21°C, ở 30 rpm, trong thời gian 1 phút. Sau đó ống được cho phép làm lắng, để tạo ra sự tách dầu-nước, và pha dầu được tạo mẫu. Tiếp theo, ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch hỗn hợp thu được từ việc trộn dung dịch chứa nước axit acrylic và pha dầu ở tỷ lệ theo trọng lượng là 10:1. Hơn nữa, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết của Ví dụ viện dẫn 2 được nạp vào ống sắc kế. Hoạt động trộn giống nhau như là Ví dụ viện dẫn 2 được thực hiện, và trạng thái tách dầu- nước được kiểm tra. Quan sát thấy là pha dầu chứa axit acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 40 giây.

Ví dụ viện dẫn

Axit acrylic được tạo ra theo các bước dưới đây sử dụng công cụ sản xuất axit acrylic được mô tả trên Fig. 1. Cụ thể là, axit acrylic do đó được tạo ra là: bước phản ứng oxy hóa để thu khí phản ứng oxy hóa do phản ứng oxy hóa xúc tác pha hơi của propylen; bước hấp thụ để đưa khí phản ứng oxy hóa và nước hấp thụ, chứa chất gây ức chế polyme hóa, vào tiếp xúc hệ chất lỏng khí, do đó tạo ra dung dịch chứa nước axit acrylic; bước chiết để thu dung dịch chiết từ dung dịch chứa nước axit acrylic, sử dụng toluen làm dung môi chiết; và bước làm sạch axit acrylic khi thu axit acrylic nhờ việc làm sạch của dung dịch chiết bằng cách chưng cất.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,5 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,25 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0014 % theo trọng lượng, nước: 37,7 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,46 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ. Tiếp theo, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết được nạp vào ống sắc kế. Ống sắc kế nhúng vào bể nước nóng ở 42°C trong thời gian 10 phút, và sau đó được thiết lập trong dụng cụ quay (Taitec RT50), mà hỗn hợp quay được thực hiện ở tốc độ 50 rpm trong thời gian 1 phút. Sau đó ống được cho phép để làm lắng, do đó pha dầu chứa axit

acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 50 giây.

Ví dụ 6

Trong Ví dụ 6, bước chiết trong Ví dụ viện dẫn 2 được cải biến thành bước chiết mà bao gồm việc thu được dung dịch chiết ở nhiệt độ 42°C, sử dụng toluen, từ dung dịch hỗn hợp thu được từ hỗn hợp của dung dịch chứa nước axit acrylic thu được trong bước hấp thụ và dung dịch thu được thu được bằng cách giữ dung dịch xả đã được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic.

Thử nghiệm chiết dưới đây được thực hiện để điều chỉnh bước chiết nêu trên theo cách đơn giản.

Dung dịch chứa nước axit acrylic (axit acrylic: 57,5 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 0,25 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,0014 % theo trọng lượng, nước: 37,7 % theo trọng lượng, axit axetic: 2,6 % theo trọng lượng, axit maleic: 0,46 % theo trọng lượng) thu được trong bước hấp thụ của Ví dụ viện dẫn 3 làm mẫu. Nhiệt độ của dung dịch xả (axit acrylic: 73,3 % theo trọng lượng, dime của axit acrylic: 5,9 % theo trọng lượng, trime của axit acrylic: 0,052 % theo trọng lượng, nước: 20,4 % theo trọng lượng, axit axetic: 0,16 % theo trọng lượng) được xả từ quá trình sản xuất axit acrylicwas được đo, trong đó thu được trị số là 20°C. Dung dịch thu được mà thu được từ bước giữ dung dịch xả trong thời gian 2 ngày trong bể chứa được tạo mẫu. Tiếp theo, ống sắc kế được nạp với 33ml dung dịch hỗn hợp thu được từ việc trộn dung dịch chứa nước axit acrylic và dung dịch thu được ở tỷ lệ theo trọng lượng là 100:6. Hơn nữa, 67ml toluen được sử dụng trong bước chiết của Ví dụ viện dẫn 3 được nạp vào ống sắc kế. Theo cách này như trong Ví dụ viện dẫn 3, ống sắc kế được nhúng trong thời gian 10 phút vào bể nước nóng ở nhiệt độ 42°C, mà sau đó hoạt động trộn được thực hiện, và trạng thái tách dầu- nước được kiểm tra. Quan sát thấy là pha dầu chứa axit acrylic, toluen và v.v... và pha nước chứa nước, axit axetic, axit maleic và v.v... được tách nhanh, trong thời gian 50 giây.

Bảng 1

	Bước cấp dung dịch được xả từ quá trình tạo ra axit acrylic vào bước chiết			Nồng độ (% theo trọng lượng) của các sản phẩm cộng Michael trong dung dịch hỗn hợp	Tốc độ quay của dụng cụ quay (rpm)	Nhiệt độ chiết (°C)	Thời gian tách dầu-nước
	Không cấp	Cấp dung dịch xả	Cấp dung dịch thu được				
Ví dụ viện dẫn 1	○			0,31 ^{*1}	30	21	Trong thời gian 50 giây
Ví dụ 1			○	0,47	30	21	Trong thời gian 50 giây
Ví dụ so sánh 1		○		0,82	30	21	Không tách trong thời gian 90 giây
Ví dụ 2			○	0,33	30	21	Trong thời gian 50 giây
Ví dụ 3			○	0,43	30	21	Trong thời gian 50 giây
Ví dụ viện dẫn 2	○			0,25 ^{*1}	50	21	Trong thời gian 40 giây
Ví dụ so sánh 2		○		0,77	50	21	Không tách trong thời gian 90 giây
Ví dụ 4			○	0,28	50	21	Trong thời gian 40 giây
Ví dụ 5			○	0,38	50	21	Trong thời gian 40 giây
Ví dụ viện dẫn 3	○			0,25 ^{*1}	50	42	Trong thời gian 50 giây
Ví dụ 6			○	0,77	50	42	Trong thời gian 50 giây

^{*1} "Nồng độ sản phẩm cộng Michael" trong các ví dụ viện dẫn là nồng độ trong dung dịch chứa nước axit acrylic

Các kết quả trong Ví dụ so sánh 1 được thể hiện việc làm giảm khả năng tách dầu- nước trong trường hợp bổ sung dung dịch xà đã được xà từ quá trình tạo ra axit acrylic. Nồng độ của sản phẩm cộng Michael ở thời gian này, bao gồm dime của axit acrylic và trime của axit acrylic, vượt quá 0,7 % theo trọng lượng. Khi giữ, hoạt động chung cất và tách dầu-nước được thực hiện, trên các Ví dụ 1, 2 và 3, ngược lại không có việc làm giảm khả năng tách dầu- nước, và nồng độ sản phẩm cộng Michael là 0,7 % theo trọng lượng hoặc nhỏ hơn. Việc so sánh giữa các kết quả trên Ví dụ so sánh 2 và các kết quả trên Ví dụ 4 và 5 thể hiện là xu hướng giữ nêu trên ngay cả khi cường độ trộn được tăng lên nhờ việc tăng lên về tốc độ quay.

Các kết quả trong Ví dụ viện dẫn 3 và Ví dụ 6, trong khi đó, thể hiện là khả năng tách dầu- nước không giảm trong trường hợp mà nhiệt độ chiết được thiết lập đến 42°C, ngay cả khi nồng độ của sản phẩm cộng Michael vượt quá 0,7 % theo trọng lượng, trong khi việc bổ sung dung dịch xà đã được xà từ quá trình tạo ra axit acrylic.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic, phương pháp này bao gồm các bước:

bước phản ứng oxy hóa để thu khí phản ứng chứa axit (met)acrylic, qua quá trình oxy hóa xúc tác pha hơi; bước hấp thụ để đưa khí phản ứng vào hệ chất lỏng khí tiếp xúc với nước, nhờ đó tạo ra dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic; bước chiết để đưa dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic và dung môi chiết vào tiếp xúc với nhau, nhờ đó chiết axit (met)acrylic thô; và bước chưng cất để chưng cất axit (met)acrylic từ axit (met)acrylic thô,

trong đó dung dịch chứa dung dịch xả mà được xả từ ít nhất một trong các bước được sử dụng làm dung dịch thu được, dung dịch thu được được giữ trong thời gian từ 2 ngày đến 10 ngày, và dung dịch thu được được giữ được nạp vào bước chiết; và

nồng độ của Michael được thêm vào trong chế phẩm được trộn của dung dịch được thu thập và dung dịch nước axit (meth)acrylic là 0,05 đến 0,5 % theo khối lượng.

2. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo điểm 1, trong đó ít nhất một trong các bước, việc cấp sản phẩm phản ứng trong bước này và xả dung dịch xả trong bước này được thực hiện đồng thời.

3. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 2, trong đó dung dịch thu được chứa nước.

4. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 3, trong đó dung dịch thu được mà được nạp vào bước chiết được cấp cùng vị trí như đối với dung dịch chứa nước của axit (met)acrylic mà được cấp vào đó trong bước chiết.

5. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 4, trong đó nhiệt độ chiết trong bước chiết nằm trong khoảng từ 30°C đến 90°C.

6. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 5, trong đó dung môi chiết là dung môi có, làm thành phần chính, hợp chất thơm không hòa tan được trong nước có điểm sôi thấp hơn điểm sôi của axit (met)acrylic.

7. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo điểm 6, trong đó hợp chất thơm không hòa tan được trong nước là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm benzen, toluen và xylen.

1 / 1

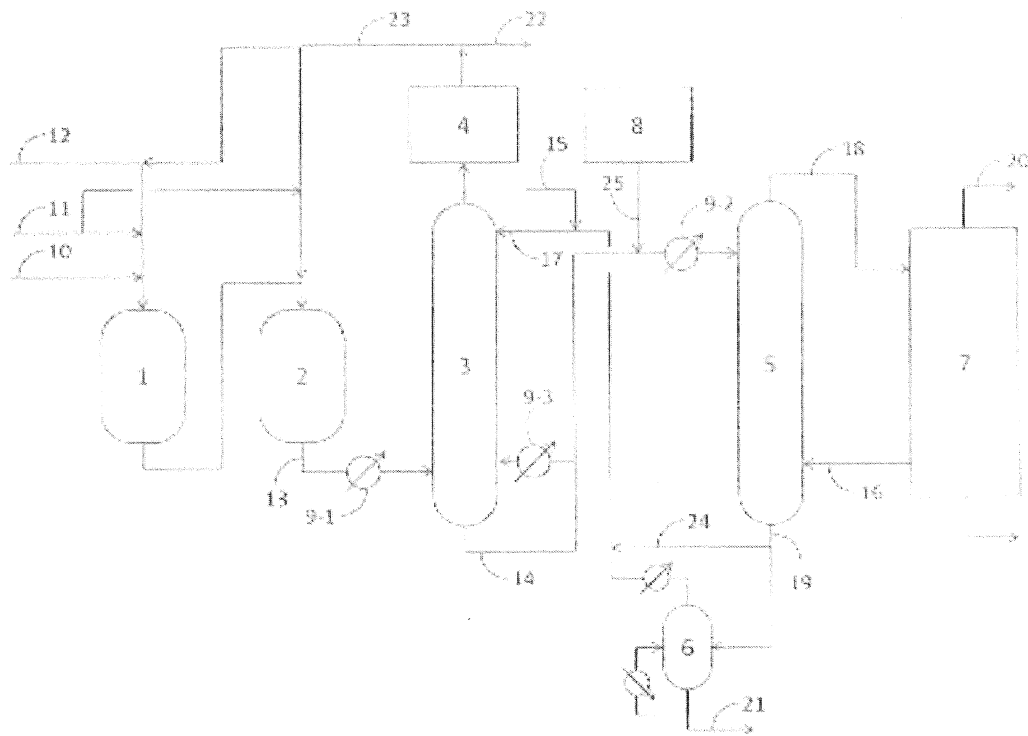


Fig. 1