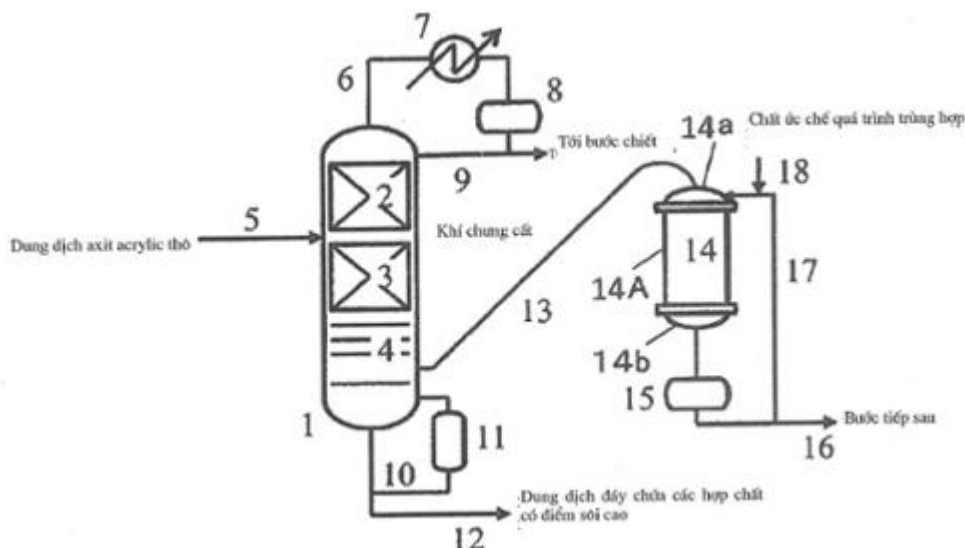


(21) 1-2018-05859 (22) 10/03/2017  
 (86) PCT/JP2017/009724 10/03/2017 (87) WO2018/003187 04/01/2018  
 (30) 2016-128861 29/06/2016 JP  
 (45) 25/04/2023 421 (43) 25/04/2019 373A  
 (73) Mitsubishi Chemical Corporation (JP)  
 1-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1008251, Japan  
 (72) OGAWA Yasushi (JP).  
 (74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT AXIT (MET)ACRYLIC HOẶC ESTE CỦA NÓ

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó bằng cách sử dụng thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng bao gồm thân hình ống, tấm đỡ ống trên và tấm đỡ ống dưới lần lượt nằm ở phía đầu trên và phía đầu dưới của thân hình ống này, các ống truyền nhiệt dựng thẳng đứng giữa tấm đỡ ống trên và tấm đỡ ống dưới, và các phần nắp lần lượt nằm ở phía trên của tấm đỡ ống trên và ở phía dưới của tấm đỡ ống dưới và trong đó khí chung cất nạp vào buồng tiếp nhận được tạo ra bởi tấm đỡ ống trên và phần nắp được làm nguội trong quá trình đi qua ống truyền nhiệt và hồi lưu thành sản phẩm ngưng tụ, dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được nạp vào buồng tiếp nhận. Một số ống trong số các ống truyền nhiệt có đầu trên nhô lên trên tấm đỡ ống trên, đồng thời các ống còn lại không nhô lên, và dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp này từ lúc tiếp xúc với khí chung cất trong buồng tiếp nhận sẽ hình thành tầng dòng chất lỏng với chiều dày định trước trên tấm đỡ ống trên.



### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó (dưới đây, đôi khi còn được gọi là "các axit (met)acrylic"). Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất axit (met)acrylic, bao gồm bước tạo ra khí chung cất trong cột chưng cất từ chất lỏng xử lý chứa axit (met)acrylic và cho phép khí chung cất này chuyển hoá thành phần ngưng nhờ thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, trong đó quy trình sản xuất liên tục axit (met)acrylic được thực hiện một cách ổn định trong một khoảng thời gian dài đồng thời tránh được việc hình thành và tích tụ sản phẩm trùng hợp trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng.

Thuật ngữ "axit (met)acrylic" khi được sử dụng trong bản mô tả này là một thuật ngữ dùng chung cho cả axit acrylic lẫn axit metacrylic và nó có thể được dùng để chỉ một loại trong số hai loại axit này hoặc cả hai loại axit này. Ngoài ra, các axit (met)acrylic này có thể là một loại trong số axit (met)acrylic và este của axit (met)acrylic hoặc có thể gồm cả hai loại này.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Axit (met)acrylic là hợp chất dễ bị trùng hợp, và quá trình trùng hợp này đặc biệt được thúc đẩy trong các điều kiện nhiệt độ cao. Khi các axit (met)acrylic này bị trùng hợp trong quy trình sản xuất chúng, thì thiết bị/hệ thống ống dẫn sẽ bị tắc nghẽn bởi chất rắn được tạo ra do sự trùng hợp này và trong trường hợp xấu nhất, việc vận hành này không thể được tiếp tục. Ngoài ra, ngay cả khi tránh được việc phải dừng vận hành do việc tắc nghẽn thiết bị/hệ thống ống dẫn, thì vẫn nảy sinh nhiều vấn đề, ví dụ, phải gia tăng tần suất làm sạch thiết bị/hệ thống ống dẫn trong quá trình vận hành thông thường hoặc công tác làm sạch khi bảo dưỡng định kỳ.

Nhằm đối phó với các vấn đề này, khi chưng cất axit (met)acrylic, để tránh sự trùng hợp nó, chất ức chế quá trình trùng hợp được bổ sung vào. Tuy nhiên, nhiều chất ức chế quá trình trùng hợp lại có áp suất hơi thấp hơn so với áp suất hơi

của các axit (met)acrylic, và các chất ức chế quá trình trùng hợp được bổ sung vào như vậy thường có nguy cơ có mặt trong khí axit (met)acrylic sau khi đã làm bay hơi. Ngay cả khi chất ức chế quá trình trùng hợp không có mặt, thì do tỷ trọng của các axit (met)acrylic ở trạng thái khí là thấp, nên dường như là phản ứng trùng hợp hầu như không xảy ra. Tuy nhiên, khi khí này lại được làm ngưng tụ và chuyển hoá thành phần ngưng, thì phần ngưng này rất dễ bị trùng hợp và dẫn đến việc làm tắc nghẽn thiết bị này, v.v.. Thiết bị mà thích hợp nhất để tạo ra trạng thái nêu trên là thiết bị ngưng tụ dùng để làm nguội và ngưng tụ khí chưng cất từ một thiết bị chưng cất bằng nhiệt. Do đó, các nghiên cứu khác nhau đang được thực hiện nhằm mục đích ngăn không cho các axit (met)acrylic bị trùng hợp trong thiết bị ngưng tụ.

Ví dụ, Tài liệu sáng chế 1 mô tả phương pháp chưng cất và tinh chế 2-hydroxy (met)acrylat, trong đó hơi 2-hydroxy (met)acrylat được chuyển hoá thành phần ngưng trong thiết bị ngưng tụ kiểu tiếp xúc trực tiếp, thành phần phần ngưng đã được tạo ra này được làm nguội tiếp, phần ngưng đã được làm nguội này được nạp dưới dạng dung dịch phun vào thiết bị ngưng tụ kiểu tiếp xúc trực tiếp để làm giảm nhanh chóng nhiệt độ của hơi 2-hydroxy (met)acrylat, và chất ức chế quá trình trùng hợp được bổ sung vào dung dịch phun này, nhờ đó hạn chế sự sinh ra sản phẩm trùng hợp trong thiết bị ngưng tụ.

Trong Tài liệu sáng chế 2, để chưng cất và tinh chế hợp chất dễ trùng hợp, khi hơi của hợp chất dễ trùng hợp được làm nguội trong thiết bị ngưng tụ và được chuyển hoá thành phần ngưng, cùng với việc sử dụng thiết bị ngưng tụ là thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, thành phần phần ngưng đã được tạo ra này được tuần hoàn vào phía vào khí của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng và được phun đều trên tấm đỡ ống trên để làm ướt bề mặt bên trong ống của thiết bị ngưng tụ (ống truyền nhiệt) cùng với phần ngưng chảy xuống bên trong ống này, nhờ đó ngăn không cho khí chưng cất ở trạng thái quá nhiệt dẫn đến việc tạo ra sản phẩm trùng hợp từ lúc tiếp xúc trực tiếp với ống của thiết bị ngưng tụ. Trong Tài liệu sáng chế 2, đã đề xuất việc chất ức chế quá trình trùng hợp có thể được bổ sung vào phần ngưng tuần hoàn.

Liên quan đến giải pháp này, như đã nêu trong Tài liệu phi sáng chế 1, trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, vì các lý do kết cấu, thực tế thường là đầu ống truyền nhiệt được tạo hơi nhô ra khỏi bề mặt tấm đỡ ống khi cố định ống truyền nhiệt vào tấm đỡ ống này. Do đó, trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được mô tả trong Tài liệu sáng chế 2, đã đề xuất việc các đầu trên của tất cả các ống truyền nhiệt nhô ra khỏi bề mặt của tấm đỡ ống trên.

Mặt khác, Tài liệu sáng chế 3 chứng minh rằng so với trường hợp trong đó thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm có ống truyền nhiệt được làm nhô ra trung bình 1mm so với bề mặt tấm đỡ ống được dùng làm thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng dùng để làm nguội và ngưng tụ khí của hợp chất dễ trùng hợp, thì việc sử dụng thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm có ống truyền nhiệt không được làm nhô ra khỏi bề mặt tấm đỡ ống cho phép có thể hạn chế sự tích tụ sản phẩm trùng hợp trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm. Trong Tài liệu sáng chế 3, đã đề xuất việc ống truyền nhiệt không được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên và chất lưu xử lý nhờ đó có thể tránh được việc bị nằm lại trên bề mặt của tấm đỡ ống trên, vì vậy, sự trùng hợp của hợp chất dễ trùng hợp có thể được hạn chế.

Trong Tài liệu sáng chế 4, để dùng làm thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm đảm bảo độ bền thích đáng ở mối nối giữa ống truyền nhiệt và tấm đỡ ống trên, có khả năng hạn chế sự tạo ra sản phẩm trùng hợp trên bề mặt của tấm đỡ ống trên cũng như bên trong ống truyền nhiệt, nhờ đó tránh được nguy cơ làm hỏng thiết bị trao đổi nhiệt, và cho phép vận hành liên tục trong một khoảng thời gian dài, thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm trong đó nằm trong số các ống truyền nhiệt, một số ống truyền nhiệt có đầu trên không được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên và các ống truyền nhiệt còn lại có đầu trên được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên được đề xuất.

Tuy nhiên, tất cả các giải pháp kỹ thuật đã biết này đều chưa hoàn toàn đáp ứng yêu cầu như được nêu dưới đây.

Phương pháp nêu trong Tài liệu sáng chế 1 cần đến dung dịch phun phải có tỷ lệ theo khối lượng cao hơn vài lần cho tới vài chục lần so với hơi của chất lưu cần được làm ngưng tụ. Do đó, thiết bị dùng để làm nguội hoặc tuần hoàn phần

ngưng cần phải được sử dụng dưới dạng dung dịch phun và tạo ra dung dịch phun phải lớn, và là một nhược điểm xét theo khía cạnh kinh tế, không kể những khía cạnh khác, đối với một thiết bị sản xuất quy mô lớn.

Phương pháp nêu trong Tài liệu sáng chế 2 là một trong số các giải pháp kỹ thuật đã biết trong công nghiệp và có ưu điểm so với phương pháp nêu trong Tài liệu sáng chế 1 vì lượng phần ngưng tuần hoàn và được phun chỉ bằng 1/10 tới 1 so với hơi làm chất lưu để ngưng tụ. Tuy nhiên, khi nhiệt độ của hơi làm chất lưu để ngưng tụ là cao, thì hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp là không đủ. Do vậy, cần đến các cải tiến hơn nữa liên quan đến hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp.

Ngoài ra, trong trường hợp sử dụng thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng đã được mô tả trong Tài liệu sáng chế 3, trong đó tất cả các ống truyền nhiệt đều không được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên, và làm ngưng tụ khí chung cất đồng thời với việc tuần hoàn và phun phần ngưng như được mô tả trong Tài liệu sáng chế 2, nếu nhiệt độ của hơi làm chất lưu để ngưng tụ là cao, thì sự tạo ra sản phẩm trùng hợp là khó tránh khỏi.

Mặc dù Tài liệu sáng chế 4 mô tả thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm trong đó một số ống truyền nhiệt không được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên và các ống truyền nhiệt còn lại được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên, song việc đưa dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp vào buồng tiếp nhận là chưa từng được đề cập đến hoặc gợi ý trong Tài liệu sáng chế 4 này. Tài liệu sáng chế 4 mô tả giải pháp kỹ thuật dựa trên cơ sở không trữ dung dịch trên tấm đỡ ống trên (đoạn [0043], v.v. của Tài liệu sáng chế 4), và ý tưởng kỹ thuật của nó là trái ngược với ý tưởng hình thành tầng dòng chất lỏng (tầng có chất lỏng, trong đó chất lỏng này liên tục được làm mới) theo sáng chế.

Ngoài ra, các điều kiện nêu trong Tài liệu sáng chế 4 cho phép tạo ra sự trôi của khí chung cất, và mặc dù một vùng ướt hoặc khô luôn được tạo ra trên tấm đỡ ống trên do sự trôi của khí chung cất, song việc bị ướt chứng tỏ chất lỏng không trôi mà đứng yên, khiến cho khó tránh khỏi sự tạo ra sản phẩm trùng hợp.

**Tài liệu sáng chế**

Tài liệu sáng chế 1: JP-B-S60-43056

Tài liệu sáng chế 2: JP-B-S63-11921

Tài liệu sáng chế 3: JP-A-2000-254484

Tài liệu sáng chế 4: JP-A-2003-240482

**Tài liệu phi sáng chế**

Tài liệu phi sáng chế 1: Bộ tiêu chuẩn công nghiệp Nhật Bản JIS-B8249 (1999)

**Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Mục đích của sáng chế nhằm khắc phục các nhược điểm thông thường nêu trên và đề xuất phương pháp sản xuất axit (met)acrylic, bao gồm bước tạo ra khí chung cất trong cột chưng cất từ chất lỏng xử lý chứa axit (met)acrylic và cho phép khí chung cất này chuyển hoá thành phần ngưng nhờ thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, trong đó quy trình sản xuất liên tục axit (met)acrylic có thể được thực hiện một cách ổn định trong một khoảng thời gian dài đồng thời tránh được việc hình thành và tích tụ sản phẩm trùng hợp trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng.

Nhờ các nghiên cứu sâu rộng nhằm đạt được mục đích nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng khi thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng có một kết cấu đặc biệt được dùng làm thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng dùng để làm ngưng tụ khí chung cất như các axit (met)acrylic và sau khi cho khí chung cất này tiếp xúc với dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp trong buồng tiếp nhận của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, thì một tầng dòng chất lỏng có chiều dày chất lỏng định trước được tạo ra trên tấm đỡ ống trên và chảy xuống ống truyền nhiệt, quy trình sản xuất liên tục axit (met)acrylic này có thể được thực hiện một cách ổn định trong một khoảng thời gian dài đồng thời hạn chế sự tạo ra và sự tích tụ sản phẩm trùng hợp.

Sáng chế đã được tạo ra trên cơ sở phát hiện này, và bao gồm các khía cạnh sau.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó bao gồm bước tạo ra khí chung cất trong cột chưng cất từ chất lỏng xử lý chứa axit (met)acrylic hoặc este của nó và cho phép khí chung cất này chuyển hoá thành phần ngưng nhờ thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng,

trong đó thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được sử dụng bao gồm: thân hình ống, tấm đỡ ống trên và tấm đỡ ống dưới lần lượt nằm ở phía đầu trên và phía đầu dưới của thân hình ống này, các ống truyền nhiệt dựng thẳng đứng giữa tấm đỡ ống trên và tấm đỡ ống dưới, và các phần nắp lần lượt nằm ở phía trên của tấm đỡ ống trên và ở phía dưới của tấm đỡ ống dưới, và

trong đó khí chung cất nạp vào buồng tiếp nhận được tạo ra bởi tấm đỡ ống trên và phần nắp ở phía trên của tấm đỡ ống trên được làm nguội trong quá trình đi qua ống truyền nhiệt và hồi lưu thành sản phẩm ngưng tụ,

dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được nạp vào buồng tiếp nhận, và dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp này từ lúc tiếp xúc với khí chung cất trong buồng tiếp nhận sẽ hình thành tầng dòng chất lỏng trên tấm đỡ ống trên và sau đó chảy xuống vào bên trong ống truyền nhiệt.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó theo khía cạnh thứ nhất, trong đó độ dày chất lỏng của tầng dòng chất lỏng là 2mm hoặc lớn hơn.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó bao gồm bước tạo ra khí chung cất trong cột chưng cất từ chất lỏng xử lý chứa axit (met)acrylic hoặc este của nó và cho phép khí chung cất này chuyển hoá thành phần ngưng nhờ thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng,

trong đó thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được sử dụng bao gồm: thân hình ống, tấm đỡ ống trên và tấm đỡ ống dưới lần lượt nằm ở phía đầu trên và phía đầu dưới của thân hình ống này, các ống truyền nhiệt dựng thẳng đứng giữa

tấm đỡ ống trên và tấm đỡ ống dưới, và các phần nắp lần lượt nằm ở phía trên của tấm đỡ ống trên và ở phía dưới của tấm đỡ ống dưới, và trong đó một số ống trong số các ống truyền nhiệt có đầu trên nhô lên trên tấm đỡ ống trên, đồng thời các ống còn lại không nhô lên, và khí chung cất nạp vào buồng tiếp nhận được tạo ra bởi tấm đỡ ống trên và phần nắp ở phía trên của tấm đỡ ống trên được làm nguội trong quá trình đi qua ống truyền nhiệt và hồi lưu thành sản phẩm ngưng tụ, dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được nạp vào buồng tiếp nhận, và dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp này từ lúc tiếp xúc với khí chung cất trong buồng tiếp nhận sẽ chảy xuống vào bên trong ống truyền nhiệt không được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh thứ nhất tới thứ ba nêu trên, trong đó dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp này chứa phản ngưng.

Theo phương pháp sản xuất axit (met)acrylic của sáng chế, bao gồm bước tạo ra khí chung cất trong cột chưng cất từ chất lỏng xử lý chứa axit (met)acrylic và cho phép khí chung cất này chuyển hoá thành phản ngưng nhờ thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, quy trình sản xuất liên tục axit (met)acrylic có thể được thực hiện một cách ổn định trong một khoảng thời gian dài đồng thời tránh được việc hình thành và tích tụ sản phẩm trùng hợp trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng.

### **Mô tả vắn tắt các hình vẽ**

Fig.1 là hình vẽ minh hoạ dưới dạng sơ đồ một ví dụ về hệ thống sản xuất axit (met)acrylic theo một phương án của sáng chế.

Fig.2 là hình vẽ phối cảnh thể hiện bề mặt của tấm đỡ ống trên của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được thể hiện trên Fig.1.

Fig.3 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện kết cấu cố định ống ngắn trong ví dụ so sánh 3, trong đó Fig.3(a) là hình vẽ phối cảnh của ống ngắn, Fig.3(b) thể hiện mặt



cắt minh họa phần cổ định ống ngắn của tấm đỡ ống trên, và Fig.3(c) thể hiện hình chiếu bằng của phần cổ định được thể hiện Fig.3(b).

Fig.4 thể hiện hình chiếu bằng của tấm đỡ ống trên của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được sử dụng trong Ví dụ 1.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Mặc dù phương pháp sản xuất axit (met)acrylic theo các phương án của sáng chế được mô tả một cách chi tiết có dựa vào các hình vẽ kèm theo, song sáng chế này không chỉ giới hạn ở nội dung đưa ra trong phần mô tả dưới đây và nó có thể được thực hiện với các biến thể khác nhau nằm trong phạm vi của sáng chế.

Trong phần mô tả dưới đây, mặc dù việc chung cất một axit acrylic và làm ngưng tụ khí chung cất này được mô tả, song sáng chế không chỉ giới hạn ở một axit acrylic và nó có thể được áp dụng chung cho việc chung cất và ngưng tụ các axit (met)acrylic.

Hơn thế nữa, trong phần mô tả dưới đây, các trị số được đưa ra đối với kích thước của mỗi bộ phận của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng chỉ nhằm mục đích làm ví dụ khi thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được sử dụng trong các hệ thống thiết bị sản xuất thông thường nói chung, và kích thước của mỗi bộ phận của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng theo sáng chế không chỉ giới hạn ở kích thước bất kỳ được mô tả dưới đây.

Fig.1 là hình vẽ minh họa dưới dạng sơ đồ một ví dụ về hệ thống sản xuất axit (met)acrylic theo một phương án của sáng chế, và Fig.2 là hình vẽ phối cảnh thể hiện bề mặt của tấm đỡ ống trên của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được thể hiện trên Fig.1.

Sáng chế này đặc biệt có hiệu quả khi khí lưu thông trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng ở nhiệt độ cao, và do đó, Fig.1 minh họa trường hợp trong đó khí chung cất có nhiệt độ cao từ cột chưng cất được đưa thẳng vào thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng và được làm ngưng tụ. Tuy nhiên, sáng chế này không chỉ giới hạn ở phương án như vậy và nó cũng có thể được áp dụng, ví dụ, theo phương án trong đó khí chưa ngưng tụ có nhiệt độ tương đối thấp sau khi làm ngưng tụ một phần khí chung cất có nhiệt độ cao từ cột

chung cất bởi thiết bị trao đổi nhiệt (thiết bị ngưng tụ) được bố trí ở công đoạn nằm trước thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng sẽ được làm ngưng tụ tiếp bởi thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng này.

Fig.1 minh họa bước tách bằng cách chưng cất dung môi chiết, axit acrylic và tạp chất có điểm sôi cao ra khỏi dung dịch chứa axit acrylic (dung dịch axit acrylic thô) đã được chiết bằng dung môi từ dung dịch sản phẩm phản ứng của axit acrylic trong quy trình sản xuất axit acrylic. Trên Fig.1, 1 là số chỉ dẫn thể hiện cột chưng cất bao gồm, chất độn thông thường 2 làm các vật chèn nằm trong đoạn làm giàu, chất độn không thông thường 3 nằm trong đoạn thu gom phía trên, và các đĩa 4 được làm từ tấm được đục lỗ không lỗ tràn ở phía dưới các chất độn. Dung dịch axit acrylic thô chứa dung môi chiết được cấp vào cột chưng cất 1 bởi đường ống nạp 5. Hơi dung môi chiết đã được tách bởi đường ống khí đỉnh 6 được làm nguội và được làm ngưng tụ bởi thiết bị trao đổi nhiệt kiểu đĩa 7 và được thu gom trong thùng hồi lưu 8. Một phần của dung môi chiết đã được thu hồi được tuần hoàn vào đoạn đỉnh của cột chưng cất 1 bởi đường ống hồi lưu 9, và phần còn lại được chuyển vào bước chiết (không được minh họa). Dung dịch đáy của cột chưng cất 1 được làm nóng trong nồi hơi 11 sau khi đi qua đường ống tuần hoàn 10 và sau đó được tuần hoàn vào cột chưng cất 1. Một phần của dung dịch đáy chứa các hợp chất có điểm sôi cao được thu hồi từ đường ống tháo 12.

Chất lưu có thành phần chính là axit acrylic được tháo ở trạng thái khí từ đường ống tháo ở giữa 13 bố trí ở phía dưới của cột chưng cất 1, và khí chưng cất đã được tháo ra được cấp vào thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14. Ngoại vi bên ngoài của đường ống tháo ở giữa 13 được làm nóng bởi bộ làm nóng dùng điện hoặc đường ống dẫn hơi và còn được bảo ôn bằng vật liệu cách nhiệt nhằm tránh việc khí chưng cất đã được tháo ra bị ngưng tụ giữa chừng. Ngoài ra, đường ống tháo ở giữa 13 nằm nghiêng về phía cột chưng cất 1 sao cho ngay cả khi phần ngưng bị tạo ra, thì phần ngưng này vẫn không thể lưu lại bên trong đường ống dẫn.

Nhiệt độ của khí chưng cất được cấp vào thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng thường là nằm trong khoảng từ 50 đến 110°C. Tuy nhiên, như đã mô tả ở trên, khi khí chưng cất này được làm ngưng tụ một phần bởi thiết bị

trao đổi nhiệt (thiết bị ngưng tụ) được bố trí ở công đoạn nằm trước thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, thì nhiệt độ của khí chưa ngưng tụ được cấp vào thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng gần như nằm trong khoảng từ 15 đến 50°C.

Thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14 có thân hình ống 14A và các phần nắp 14a và 14b ở cả hai đầu của nó và có các ống truyền nhiệt (không được minh hoạ) bên trong thân hình ống 14A.

Cụ thể hơn, thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14 có thân hình ống 14A được bố trí sao cho hướng trục chạy theo chiều dọc, tám đỡ ống trên và tám đỡ ống dưới (cả hai tám này đều không được minh hoạ) lần lượt nằm ở phía đầu trên và phía đầu dưới của thân hình ống 14A sao cho bề mặt tám chạy theo phương nằm ngang, các ống truyền nhiệt (không được minh hoạ) được dựng theo phương thẳng đứng giữa tám đỡ ống trên và tám đỡ ống dưới bằng cách cố định các phần đầu ống tương ứng vào tám đỡ ống trên và tám đỡ ống dưới, và các phần nắp dạng vòm 14a và 14b lần lượt nằm ở phía trên của tám đỡ ống trên và ở phía dưới của tám đỡ ống dưới, và khí chung cất có thành phần chính là axit acrylic từ đường ống tháo ở giữa 13 được nạp vào buồng tiếp nhận (không được minh hoạ) được tạo ra trong khoảng trống giữa tám đỡ ống trên và phần nắp 14a của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14.

Cửa vào (không được minh hoạ) cho môi chất làm nguội (nước làm nguội) được bố trí ở phần dưới của bề mặt bên nằm giữa tám đỡ ống trên và tám đỡ ống dưới của thân hình ống 14A, cửa ra (không được minh hoạ) cho môi chất làm nguội được bố trí ở phần phía trên, và khí chung cất nạp vào buồng tiếp nhận của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14 được làm nguội và được làm ngưng tụ trong quá trình chảy xuống bên trong ống truyền nhiệt bởi môi chất làm nguội chảy bên ngoài ống truyền nhiệt, được thu hồi dưới dạng axit acrylic thô trong thùng quay 15 qua buồng lắng (không được minh hoạ) được tạo ra ở khoảng trống giữa tám đỡ ống dưới và phần nắp 14b, và được chuyển vào bước tiếp sau bởi đường ống 16 vào bước tiếp sau. Một phần của axit acrylic thô được tuần hoàn vào phía buồng tiếp nhận của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14 bởi đường ống tuần hoàn 17. Dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp

được cấp vào đường ống tuần hoàn 17 qua đường ống nạp chất ức chế quá trình trùng hợp 18.

Mặc dù dạng của liệu cấp chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp (dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp) vào buồng tiếp nhận không bị giới hạn một cách cụ thể, song để làm cho chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô tiếp xúc ở mức độ cao nhất với khí chung cất nạp vào buồng tiếp nhận, tức là nâng cao diện tích tiếp xúc của chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô với khí chung cất nhiều tới mức có thể, và để dàn trải chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô trên toàn bộ tấm đỡ ống trên, chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô được ưu tiên phun ở dạng sương mù khắp phía trong của buồng tiếp nhận từ đầu phun sương được bố trí ở phần nắp trên 14a.

Fig.2 là hình vẽ phối cảnh thể hiện bề mặt của tấm đỡ ống trên trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14 được thể hiện trên Fig.1. Các phần đầu trên của các ống truyền nhiệt được cố định với khoảng cách đều nhau vào bề mặt trên của tấm đỡ ống trên 19. Một số ống truyền nhiệt 21 có đầu ống được làm nhô ra với cùng một chiều cao khỏi bề mặt của tấm đỡ ống trên 19 (dưới đây, ống truyền nhiệt được làm nhô ra này đôi khi còn được gọi là "ống truyền nhiệt nhô lên"). Mặt khác, ống truyền nhiệt 20 khác với ống truyền nhiệt nhô lên 21 có đầu ống không được làm nhô ra khỏi bề mặt của tấm đỡ ống trên 19 và được cố định gần như là ngang bằng với bề mặt trên của tấm đỡ ống trên 19 (dưới đây, ống truyền nhiệt có đầu ống không được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên đôi khi còn được gọi là "ống truyền nhiệt không nhô").

Theo phương pháp của sáng chế, thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14 được tạo kết cấu như vậy để làm nhô ra các đầu trên của một số ống truyền nhiệt 21 bên trên tấm đỡ ống trên 19 và không làm nhô ra các đầu trên của ống truyền nhiệt còn lại 20 khỏi bề mặt của tấm đỡ ống trên 19 được sử dụng, sao cho sự sinh ra và sự tích tụ của sản phẩm trùng hợp của axit acrylic bên trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng có thể được hạn chế và việc vận hành ổn định nhờ đó có thể liên tục.

Chi tiết về cơ chế tác động của chúng là chưa rõ ràng, tuy nhiên cơ chế tác động này được cho là như sau.

Khi chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô đưa vào buồng tiếp nhận được tiếp xúc với khí chung cất, thì một phần của khí chung cất này bị ngưng tụ do tiếp xúc với chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô, và phần còn lại vẫn ở trạng thái khí đi tới tấm đỡ ống trên ở trạng thái hỗn hợp với chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô. Ở đó, một phần chảy vào ống truyền nhiệt nhô lên và sau khi chảy xuống bên trong ống truyền nhiệt, nó chuyển hoá thành phần ngưng, và phần còn lại tạo ra hồ chứa khí-lỏng có độ dày chất lỏng tùy thuộc vào độ cao nhô của ống truyền nhiệt nhô lên.

Tuy nhiên, do đầu trên không được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên ở các ống truyền nhiệt còn lại, nên chất lỏng chứa khí cấu thành hồ trên tấm đỡ ống trên dịch chuyển trên tấm đỡ ống trên về phía ống truyền nhiệt không nhô và sau khi chảy xuống bên trong ống truyền nhiệt không nhô, nó chuyển hoá thành phần ngưng.

Điều được tin chắc là do chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp thường được duy trì với một chiều dày chất lỏng định trước trên bề mặt trên của tấm đỡ ống trên ở trạng thái chứa khí chung cất hoặc phần ngưng của nó và đồng thời, dịch chuyển trên tấm đỡ ống trên để chảy vào trong và chảy xuống ống truyền nhiệt không nhô, nên chất lỏng ở trên tấm đỡ ống trên tạo ra một tầng dòng chất lỏng mà liên tục được làm mới, và sự trùng hợp của axit acrylic trong khí chung cất nhờ đó được hạn chế.

Cụ thể hơn, "tầng dòng chất lỏng" khi được sử dụng trong bản mô tả của sáng chế để chỉ "tầng có bề dày chất lỏng được tạo ra trên tấm đỡ ống trên, trong đó chất lỏng này liên tục được làm mới".

Theo phương pháp của sáng chế, khí chung cất nạp vào buồng tiếp nhận được làm ngưng tụ một phần bởi chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp và được làm ngưng tụ một phần tiếp trong quá trình chảy dưới dạng tầng dòng chất lỏng trên tấm đỡ ống trên dưới dạng chất lưu hỗn hợp với chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp và chảy vào ống truyền nhiệt, và do nhiệt độ giảm xuống một mức độ nhất định và và hơn nữa, nên chất lỏng này sẽ trở thành chất lưu đã được trộn ở mức độ cao nhất với chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp vào

lúc được làm nguội khi nó chảy xuống ống truyền nhiệt, hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp của chất ức chế quá trình trùng hợp đạt được một cách thích đáng, nhờ đó, sự tạo ra và sự tích tụ của sản phẩm trùng hợp được hạn chế.

Trái lại, trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng nói chung đã được mô tả trong Tài liệu sáng chế 2, các đầu trên của tất cả các ống truyền nhiệt được làm nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên. Do đó, ngay cả khi hồ chất lỏng chứa chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được tạo ra, thì chất lỏng vẫn khó có thể chảy xuống ống truyền nhiệt cùng với khí chung cất, tức là, hồ chất lỏng này không được làm mới, và ngay cả khi chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được tuần hoàn, thì hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp nhờ việc tuần hoàn vẫn không thể đạt được một cách thích đáng.

Mặt khác, khi toàn bộ các ống truyền nhiệt được tạo kết cấu để không nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên như đã mô tả trong Tài liệu sáng chế 3, thì hồ chất lỏng không được tạo ra trên tấm đỡ ống trên, khiến cho khí chung cất và chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp không thể chảy xuống bên trong ống truyền nhiệt ở trạng thái đã được trộn đồng đều, và kết quả là, ngay cả khi chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được tuần hoàn, thì hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp nhờ việc tuần hoàn vẫn không thể đạt được một cách thích đáng.

Theo phương pháp của sáng chế, nhằm duy trì liên tục chiều dày chất lỏng định trước trên toàn bộ bề mặt của tấm đỡ ống trên, độ cao nhô của ống truyền nhiệt nhô lên nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên được ưu tiên là 2mm hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 3mm hoặc lớn hơn. Khi độ cao nhô của ống truyền nhiệt nhô lên là 2mm hoặc lớn hơn, thì tầng dòng chất lỏng có chiều dày chất lỏng định trước dễ dàng được hình thành mà không phụ thuộc vào sự sai lệch theo phương nằm ngang của thiết bị trao đổi nhiệt được bố trí, sức căng bề mặt của phần ngưng, và độ trôi của khí chung cất được đưa vào, v.v.. Xét theo khía cạnh duy trì bề dày chất lỏng, độ cao nhô của ống truyền nhiệt nhô lên càng cao càng tốt, nhưng nếu độ cao này quá cao, thì chất lỏng khó được làm mới, và do đó, độ cao nhô được ưu tiên là 20mm hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 15mm hoặc thấp hơn.

Đối với độ cao nhô của ống truyền nhiệt nhô lên, sẽ tốt hơn nếu toàn bộ các ống truyền nhiệt nhô lên gần như có cùng độ cao nhô. Trong bản mô tả này, thuật ngữ "gần như có cùng độ cao nhô" có nghĩa là độ sai lệch nằm trong khoảng không ảnh hưởng đến việc đảm bảo một tầng dòng chất lỏng đồng đều ở trên tấm đỡ ống trên. Đặc biệt, độ sai lệch này được ưu tiên là nằm trong khoảng  $\pm 2$  mm so với độ cao nhô đã định. Tuy nhiên, khi độ cao nhô đã định này dưới 4mm, thì độ sai lệch này được ưu tiên là nằm trong khoảng  $\pm 1$  mm của độ cao nhô đã định.

Ngoài ra, nếu tỷ lệ giữa số lượng ống truyền nhiệt không nhô và tổng số lượng ống truyền nhiệt là lớn và tỷ lệ các ống truyền nhiệt nhô lên nhỏ, thì bề dày chất lỏng trên tấm đỡ ống trên khó có thể được duy trì. Trái lại, nếu tỷ lệ các ống truyền nhiệt không nhô nhỏ và tỷ lệ các ống truyền nhiệt nhô lên lớn, thì bề dày chất lỏng dễ dàng có thể được duy trì, nhưng dòng chất lỏng trên tấm đỡ ống trên có khả năng bị chảy xiên. Do đó, tỷ lệ các ống truyền nhiệt không nhô được ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,1% đến 20%, tính theo tổng số lượng ống truyền nhiệt. Hơn thế nữa, nhằm hình thành tầng dòng chất lỏng đồng đều ở trên tấm đỡ ống trên, ống truyền nhiệt không nhô được ưu tiên bố trí theo kết cấu đối xứng cách đều trên bề mặt của tấm đỡ ống trên. Trong trường hợp tổng số lượng của tất cả các ống truyền nhiệt là nhỏ, thì các ống truyền nhiệt không nhô có thể chỉ được bố trí ở phần tâm trên tấm đỡ ống trên, nhưng được ưu tiên nếu bố trí các ống truyền nhiệt không nhô cả ở phần chu vi ngoài hoặc sát phần chu vi ngoài của tấm đỡ ống trên. Số lượng ống truyền nhiệt không nhô được ưu tiên là 3 hoặc nhiều hơn, tốt hơn nữa là 4 hoặc nhiều hơn. Trong trường hợp tăng số lượng ống truyền nhiệt không nhô cùng với việc tăng tổng số lượng ống truyền nhiệt, thì tốt hơn nếu chúng được bố trí với sự đối xứng cao với khoảng cách bằng nhau các ống truyền nhiệt nói chung.

Mặc dù có thể thay đổi tùy thuộc vào quy mô của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, song thường là diện tích của tấm đỡ ống trên nằm trong khoảng từ 0,2 đến 7m<sup>2</sup> (đường kính: nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3m), và đường kính trong của ống truyền nhiệt nằm trong khoảng từ 15 đến 40cm. Các ống truyền nhiệt thường được bố trí theo kết cấu cách đều với mật độ 100 tới 400 ống/m<sup>2</sup> diện

tích của của tấm đỡ ống trên và do đó, theo phương pháp của sáng chế, sẽ tốt hơn nếu chiếm từ 0,1 tới 20%, đặc biệt là từ 0,1 tới 5% số lượng ống truyền nhiệt là các ống truyền nhiệt không nhô, có sự bố trí cách đều trên tấm đỡ ống trên, và các ống truyền nhiệt còn lại là các ống truyền nhiệt nhô lên được làm nhô ra với độ cao nằm trong khoảng từ 2 đến 20mm, đặc biệt là, nằm trong khoảng từ 3 đến 15mm, ở trên tấm đỡ ống trên.

Hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp theo sáng chế là do việc hình thành, trên tấm đỡ ống trên, một tầng dòng chất lỏng có chiều dày chất lỏng định trước, thường là có độ dày 2mm hoặc lớn hơn, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 20mm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 15mm, nó dịch chuyển trên tấm đỡ ống trên và sau đó chảy vào và chảy xuống ống truyền nhiệt như đã mô tả ở trên. Do đó, cách thức ngăn ngừa sự trùng hợp không chỉ giới hạn ở phương pháp tạo kết cấu một số ống truyền nhiệt dưới dạng ống truyền nhiệt không nhô nêu trên, miễn là một tầng dòng chất lỏng như vậy có thể được hình thành, mà cách thức khác bất kỳ đều có thể được áp dụng.

Ví dụ, thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng cũng có thể được thiết kế sao cho toàn bộ các ống truyền nhiệt đều là các ống truyền nhiệt không nhô và sự làm nhô ra có tác dụng làm vách tràn được tạo ra giữa các ống truyền nhiệt không nhô này, nhờ đó duy trì bề dày chất lỏng của tầng dòng chất lỏng.

Sáng chế có thể được thực hiện theo cùng cách như ở các phương pháp thông thường chỉ khác là một tầng dòng chất lỏng có chiều dày chất lỏng định trước được hình thành trên tấm đỡ ống trên, ví dụ, bằng cách thiết kế độ cao nhô của ống truyền nhiệt trên tấm đỡ ống trên như đã mô tả ở trên. Ngoài ra, đối với kết cấu của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, các kết cấu giống như ở các thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng thông thường có thể được áp dụng chỉ khác về kết cấu nhô lên hoặc không nhô của ống truyền nhiệt trên tấm đỡ ống trên.



Nằm trong phần ngưng tháo ra từ phần dưới của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, khi xét đến hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp nhờ việc tuần hoàn chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô và hiệu suất sản xuất, lượng chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô được tuần hoàn vào buồng tiếp nhận được ưu tiên là nằm trong khoảng từ 3 đến 70% phần ngưng tháo ra từ phần dưới của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng. Liên quan đến nó, nhiệt độ của phần ngưng thường là nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C.

Cần lưu ý rằng theo phương pháp của sáng chế, dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được đưa vào bộ phận chuyển đổi tiếp nhận của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng có thể không phải là dung dịch được cấu thành bởi sự tuần hoàn một phần của phần ngưng từ phần dưới của thiết bị trao đổi nhiệt và nó có thể là dung dịch thu được bằng cách bổ sung chất ức chế quá trình trùng hợp vào dung dịch chứa axit acrylic thô từ một hệ thống khác.

Để làm chất ức chế quá trình trùng hợp, tất cả các chất ức chế quá trình trùng hợp thường được sử dụng cho việc sản xuất các axit (met)acrylic đều có thể được sử dụng, và một hoặc hai hoặc nhiều loại trong số, ví dụ, các phenol như hydroquinon và hydroquinon monometyl ete, các amin như phenothiazin và diphenylamin, các muối kim loại nặng như đồng đibutylđithiocarbamat và mangan axetat, hợp chất nitroso, hợp chất nitro, và các aminoxyl như dẫn xuất tetrametylpiperidinoxyl, có thể được sử dụng.

Nồng độ của chất ức chế quá trình trùng hợp trong dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được ưu tiên là nằm trong khoảng từ 10 đến 2000ppm xét theo khía cạnh đạt được một cách thoả đáng hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp nhờ việc bổ sung chất ức chế quá trình trùng hợp vào và hơn thế nữa, ngăn ngừa các vấn đề sau quy trình, như sự kết tủa. Tóm lại, theo phương pháp của sáng chế, trên cơ sở hiệu quả ngăn ngừa sự trùng hợp, như đã mô tả ở trên, để hình thành tầng dòng chất lỏng với chiều dày định trước trên tấm đỡ ống trên, nồng độ của chất ức chế quá trình trùng hợp có thể được thiết lập ở mức thấp hơn một chút so với các phương pháp thông thường.

### Ví dụ thực hiện sáng chế

Mặc dù sáng chế được mô tả một cách chi tiết hơn bằng cách dựa vào các ví dụ thực hiện sáng chế, song sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ dưới đây. Các ví dụ và các ví dụ so sánh được thực hiện trong các hệ thống thử nghiệm, và kích thước của mỗi bộ phận đều không như ở thiết bị thực tế.

Để thuận tiện, các ví dụ so sánh được mô tả trước tiên.

### Ví dụ so sánh 1

Dung dịch chiết toluen chứa 23% khối lượng axit acrylic được tạo ra làm nguyên liệu propylen nhờ bước phản ứng thực hiện phản ứng oxy hóa trong pha khí có xúc tác, bước thu gom để cho khí chứa axit acrylic đã được tạo ra trong dung dịch phản ứng được hấp thụ trong nước để thu được dung dịch nước axit acrylic, và bước chiết dung dịch nước axit acrylic thu được bằng cách sử dụng toluen. Dung dịch chiết được cất giữ tạm thời trong thùng quay và sau đó, việc chưng cất phần đoạn axit acrylic được thực hiện liên tục trong cột chưng cất 1 được minh họa trên Fig.1. Áp suất đỉnh của cột chưng cất 1 và tỷ lệ hồi lưu được thiết lập lần lượt là 10kPa và 1,2; lượng sản phẩm chưng cất được điều chỉnh sao cho lượng axit acrylic được chưng cất ra khỏi đỉnh sẽ là 3% hoặc ít hơn tính theo lượng liệu cấp; lượng chất lỏng đáy là 2% tính theo tỷ lệ khối lượng của lượng chất lỏng liệu cấp được rút ra từ đáy; và hơi axit acrylic thô được rút ra từ đường ống tháo ở giữa 13. Nhiệt độ bên trong cột là 44°C ở phía trên, từ 94 tới 95°C ở đoạn tháo ở giữa, và từ 103 tới 105°C ở đáy.

Thông qua đường ống tháo ở giữa 13 có chu vi ngoài của nó được làm nóng bằng hơi, hơi axit acrylic thô có nhiệt độ 95 tới 96°C được cấp vào thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng 14.

Để làm thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng, thiết bị trao đổi nhiệt có 19 ống truyền nhiệt làm bằng vật liệu SUS316 có đường kính trong 1 inso (2,54cm), trong đó các đầu trên của tất cả các ống truyền nhiệt không được làm nhô ra khỏi bề mặt của tấm đỡ ống trên và được làm nhẵn ngang bằng với bề mặt của tấm đỡ ống trên, được sử dụng. Nhiệt độ của liệu cấp nước làm nguội nằm trong khoảng từ 31 đến 33°C, và nhiệt độ của axit acrylic đã được ngưng tụ nằm

trong khoảng từ 32 đến 33°C. Khoảng 5% phần ngưng được tuần hoàn vào phía buồng tiếp nhận. Được bổ sung vào chất lỏng tuần hoàn này là dung dịch axit acrylic chứa phenothiazin làm chất ức chế quá trình trùng hợp sao cho nồng độ phenothiazin sẽ là 100ppm. Đầu phun sương được bố trí trên đầu của đường ống tuần hoàn để cho phép chất lỏng tuần hoàn dàn trải trên toàn bộ tấm đỡ ống trên.

Khi việc chưng cất được thực hiện theo cách này, bộ lọc được bố trí trên đường ống tuần hoàn bị tắc nghẽn vào ngày vận hành thứ hai và mặc dù được đổi sang bộ lọc khác lắp song song, song bộ lọc được thay mới này cũng lại bị tắc nghẽn sau nửa ngày, dẫn đến việc phải dừng cột chưng cất.

Sau khi rửa bằng nước, thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được mở, kết quả là có khoảng 5L sản phẩm trùng hợp ở trạng thái đã bị trương nở trên bề mặt của tấm đỡ ống trên, trên bề mặt thành trong của ống truyền nhiệt, và trong phần tiếp giáp của đoạn dưới nắp.

#### Ví dụ so sánh 2

Việc vận hành được thực hiện trong cùng một điều kiện như trong ví dụ so sánh 1 chỉ khác là tăng gấp đôi lượng chất lỏng tuần hoàn axit acrylic thô vào bề mặt của tấm đỡ ống trên. Kết quả là, sự tắc nghẽn đột ngột của bộ lọc xảy ra vào ngày vận hành thứ ba, và việc vận hành bị dừng. Khi thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được mở sau khi rửa bằng nước, thì lượng sản phẩm trùng hợp được nhận thấy là khoảng 2L.

#### Ví dụ so sánh 3

Trong thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được sử dụng trong Ví dụ so sánh 1, ống ngắn 31 dài 10mm được minh họa trên Fig.3(a) có cùng độ dày và đường kính trong như ống truyền nhiệt được sử dụng, và được minh họa trên Fig.3(b) và Fig.(c), ống ngắn 31 được đặt bằng cách để mặt đầu của nó tiếp xúc với mặt đầu của ống truyền nhiệt 32 nằm ngang bằng với bề mặt trên của tấm đỡ ống trên 30 và sau đó được cố định bằng cách hàn bề mặt thành trong của ống ngắn 31 với bề mặt thành trong của ống truyền nhiệt 32 cùng với việc sử dụng ba dây hàn 33 có đường kính 3mm, nhờ đó tạo ra trạng thái mà các đầu trên của tất cả

các ống truyền nhiệt được làm nhô lên 10mm so với bề mặt của tấm đỡ ống trên. Các vật liệu làm ống ngắn 31 và các dây hàn 33 đều là vật liệu SUS316 giống như vật liệu làm thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng. Ở trạng thái này, việc vận hành được thực hiện trong cùng một điều kiện như trong ví dụ so sánh 1. Kết quả là, hầu như không thấy có các chất liệu bị giữ lại trong bộ lọc cho tới ngày vận hành thứ hai, nhưng vào ngày thứ ba, khí ra từ cột chưng cất không thành dòng do sự tắc nghẽn bên trong cột, dẫn đến phải dừng khẩn cấp. Khi kiểm tra phía trong của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng sau khi rửa bằng nước, đã thấy có nhiều sản phẩm trùng hợp bị tích tụ trên bề mặt của tấm đỡ ống trên, và một số ống truyền nhiệt bị tắc nghẽn hoàn toàn bởi sản phẩm trùng hợp này.

#### Ví dụ 1 (Ví dụ tham chiếu)

Việc vận hành được thực hiện trong cùng một điều kiện như trong ví dụ so sánh 3 chỉ khác là nằm trong số các ống ngắn được hàn vào ống truyền nhiệt, duy nhất một ống ngắn ở tâm được loại bỏ. Trạng thái này là trạng thái mà duy nhất ống truyền nhiệt ở tâm là ống truyền nhiệt không nhô và 18 ống truyền nhiệt còn lại được làm nhô lên 10mm. Kết quả là, hầu như không thấy có các chất liệu bị giữ lại trong bộ lọc ngay cả sau khi vận hành trong 3 ngày. Khi thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được kiểm tra sau khi rửa bằng nước, chỉ thấy duy nhất một cục sản phẩm trùng hợp ở phần chu vi ngoài của bề mặt của tấm đỡ ống trên.

#### Ví dụ 2

Việc vận hành được thực hiện trong 3 ngày trong cùng một điều kiện như ở ví dụ 1 chỉ khác là nằm trong số các ống ngắn ở các vị trí sát với chu vi ngoài cùng, ba ống ngắn ở các vị trí đối xứng điểm trên bề mặt của tấm đỡ ống trên được loại bỏ tiếp. Trạng thái này là trạng thái mà tổng cộng có bốn ống truyền nhiệt, tức là một ống truyền nhiệt ở tâm và ba ống truyền nhiệt ở các vị trí cách đều nhau ở chu vi ngoài, là các ống truyền nhiệt không nhô và 15 ống truyền nhiệt còn lại được làm nhô lên 10mm. Trong quá trình vận hành, không thấy có chất liệu bị giữ lại trong bộ lọc trừ bột mịn được xem là đã bị lẫn vào ở thời điểm mở. Cục sản

phẩm trùng hợp cũng không thấy có khi kiểm tra sau khi rửa bằng nước, nhưng khi toàn bộ các ống ngấn được loại bỏ, các vết bẩn do bụi đã được nhận thấy trong khoảng một phần hai của các mối nối ống ngấn.

### Ví dụ 3 (Ví dụ tham chiếu)

Thiết bị có kết cấu giống như trong ví dụ so sánh 1 được tạo mới chỉ khác là như được minh họa trên Fig.4, 16 ống truyền nhiệt trong số 19 ống truyền nhiệt (đường kính trong: 1 inso (2,54cm)) được bố trí trên tấm đỡ ống trên của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng là các ống truyền nhiệt nhô lên 41 được làm nhô lên 5mm so với bề mặt trên của tấm đỡ ống trên 42 và ba ống truyền nhiệt không nhô 40 được bố trí ở 3 vị trí cách đều ở chu vi ngoài, và việc vận hành được thực hiện trong cùng một điều kiện như trong ví dụ so sánh 1. Trên Fig.4, nhằm phân biệt rõ giữa ống truyền nhiệt nhô lên 41 và ống truyền nhiệt không nhô 40, bề mặt đầu trên của ống truyền nhiệt không nhô 40 được tô đen. Sự giữ lại sản phẩm trùng hợp trong bộ lọc là không thấy có trong quá trình vận hành liên tục trong 2 tuần và cho dù lượng phenothiazin được nạp được giảm một phần hai ở tuần tiếp sau, sản phẩm trùng hợp vẫn không thấy có. Việc vận hành được tiếp tục trong 2 tuần bằng cách duy trì trạng thái này và sau đó được dừng. Khi kiểm tra thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được mở sau khi rửa bằng nước, vẫn không thấy có sản phẩm trùng hợp ngoài các vết bẩn từ sản phẩm trùng hợp có trên bề mặt thành trong của một ống truyền nhiệt.

Sự có mặt hay không có mặt của tầng dòng chất lỏng hình thành trên bề mặt của tấm đỡ ống trên và bề dày chất lỏng của nó được xác nhận bằng cách cấp nước với lượng tương đương với lượng chất lỏng tuần hoàn trong mỗi ví dụ ở trạng thái các phần nắp trên của thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được sử dụng trong các ví dụ 1 tới 3 và các ví dụ so sánh 1 tới 3 được bỏ ra, và đã được nhận thấy như sau.

Trong các ví dụ so sánh 1 và 2 trong đó tất cả các ống truyền nhiệt đều là các ống truyền nhiệt không nhô, tầng dòng chất lỏng có bề dày không được hình thành trên toàn bộ bề mặt của tấm đỡ ống trên.

Trong ví dụ so sánh 3 trong đó tất cả các ống truyền nhiệt đều là các ống truyền nhiệt nhô lên, độ dày chất lỏng là 10mm hoặc lớn hơn, nhưng do dòng chảy trong ống truyền nhiệt là do sự chảy tràn, nên chất lỏng chỉ chảy thành dòng trên bề mặt ngoài cùng xuống ống truyền nhiệt, và chất lỏng trong phần dưới của tầng chất lỏng này không chảy thành dòng, không hình thành một tầng dòng chất lỏng trong đó chất lỏng chảy trên toàn bộ tầng này.

Mặt khác, trong các ví dụ 1 tới 3 trong đó chỉ một số ống truyền nhiệt là các ống truyền nhiệt không nhô và các ống còn lại đều là các ống truyền nhiệt nhô lên, một tầng dòng chất lỏng đã được hình thành; trong ví dụ 1, duy nhất ống truyền nhiệt ở tâm là ống truyền nhiệt không nhô, độ dày chất lỏng là 4mm hoặc lớn hơn; và trong ví dụ 2, có tất cả bốn ống truyền nhiệt ở tâm và ở chu vi ngoài là các ống truyền nhiệt không nhô và trong ví dụ 3 có ba ống truyền nhiệt ở chu vi ngoài là các ống truyền nhiệt không nhô, độ dày chất lỏng là 3mm hoặc lớn hơn.

Mặc dù sáng chế đã được mô tả một cách chi tiết và trích dẫn đến các phương án cụ thể của nó, song điều rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này là các biến đổi và các cải biến khác nhau có thể được tạo ra mà không nằm ngoài phạm vi và ý tưởng của sáng chế.

#### Các số chỉ dẫn

- 1: Cột chung cất
- 2: Chất độn thông thường
- 3: Chất độn không thông thường
- 4: Các đĩa
- 5: Đường ống nạp
- 6: Đường ống khí đỉnh
- 7: Thiết bị trao đổi nhiệt
- 8: Thùng hồi lưu
- 9: Đường ống hồi lưu
- 10: Đường ống tuần hoàn
- 11: Nồi hơi
- 12: Đường ống tháo

- 13: Đường ống tháo ở giữa
- 14: Thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng
- 14A: Thân hình hình ống
- 14a, 14b: Phần nắp
- 15: Thùng quay
- 16: Đường ống vào bước tiếp sau
- 17: Đường ống tuần hoàn
- 18: Đường ống nạp chất ức chế quá trình trùng hợp
- 19: Tấm đỡ ống trên
- 20, 40: Ống truyền nhiệt không nhô
- 21, 41: Ống truyền nhiệt nhô lên
- 31: Ống ngắn
- 33: Dây hàn
- 42: Tấm đỡ ống trên

### **Yêu cầu bảo hộ**

1. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó bao gồm bước tạo ra khí chung cất trong cột chưng cất từ chất lỏng xử lý chứa axit (met)acrylic hoặc este của nó và cho phép khí chung cất này chuyển hóa thành phân ngưng nhờ thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng,

trong đó thiết bị trao đổi nhiệt kiểu ống chùm thẳng đứng được sử dụng bao gồm: thân hình ống, tấm đỡ ống trên và tấm đỡ ống dưới lần lượt nằm ở phía đầu trên và phía đầu dưới của thân hình ống này, các ống truyền nhiệt dựng thẳng đứng giữa tấm đỡ ống trên và tấm đỡ ống dưới, và các phần nắp lần lượt nằm ở phía trên của tấm đỡ ống trên và ở phía dưới của tấm đỡ ống dưới, và

trong đó một số ống trong số các ống truyền nhiệt có đầu trên nhô lên trên tấm đỡ ống trên, cùng với các ống còn lại không nhô lên, và

số lượng ống truyền nhiệt không nhô là 3 hoặc nhiều hơn, các ống truyền nhiệt không nhô này được bố trí theo kết cấu đối xứng cách đều trên bề mặt của tấm đỡ ống trên và được bố trí ở phần tâm trên tấm đỡ ống trên và cả ở phần chu vi ngoài hoặc sát phần chu vi ngoài của tấm đỡ ống trên, và

khí chung cất nạp vào buồng tiếp nhận được tạo ra bởi tấm đỡ ống trên và phần nắp ở phía trên của tấm đỡ ống trên được làm nguội trong quá trình đi qua ống truyền nhiệt và chuyển hóa thành phân ngưng,

dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp được nạp vào buồng tiếp nhận, và dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp này từ lúc tiếp xúc với khí chung cất trong buồng tiếp nhận sẽ chảy xuống vào bên trong ống truyền nhiệt không nhô từ tấm đỡ ống trên sau khi tạo ra tầng dòng chất lỏng trên tấm đỡ ống trên.

2. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó theo điểm 1, trong đó độ dày chất lỏng của tầng dòng chất lỏng là 2mm hoặc lớn hơn.

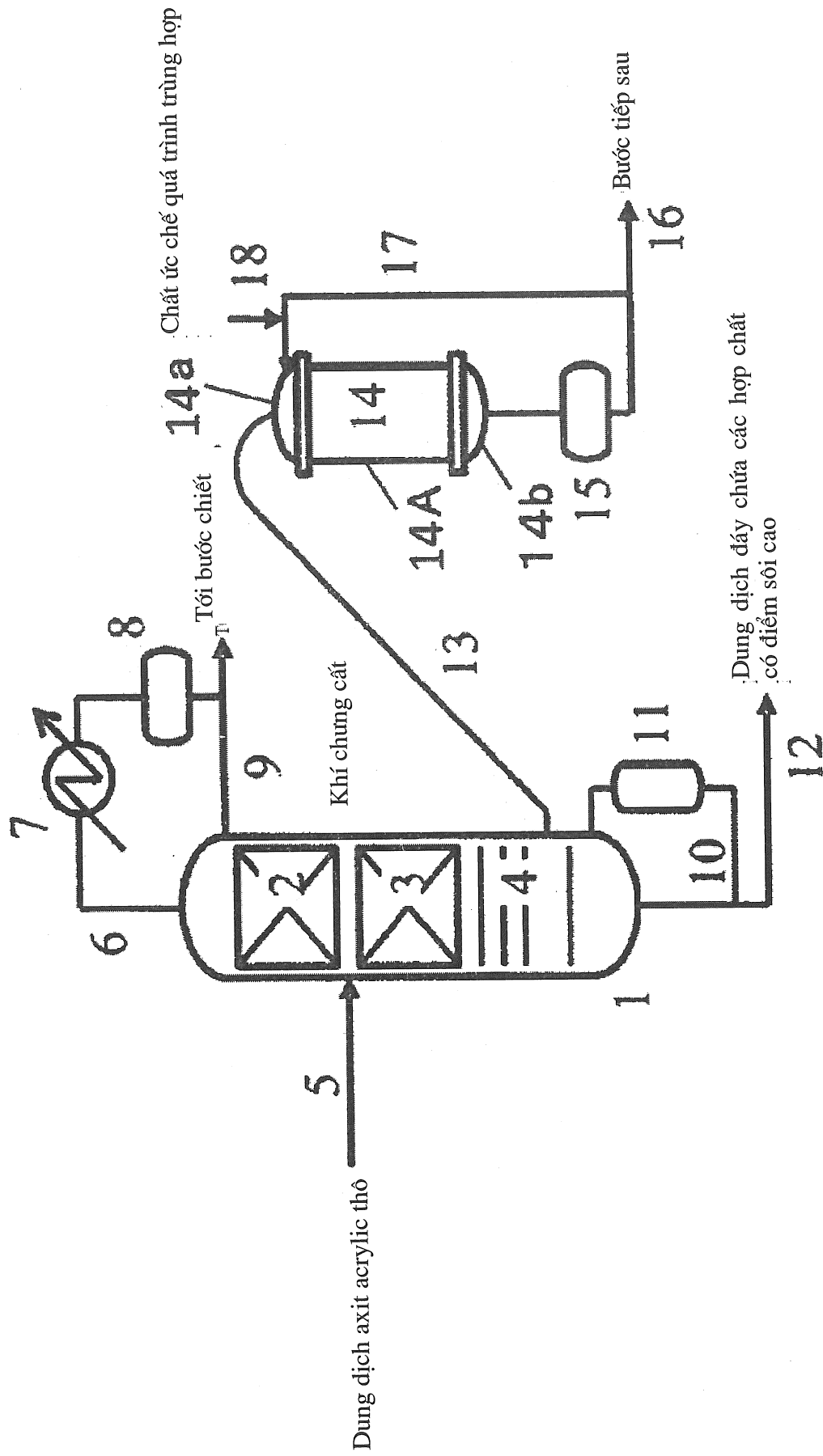


3. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó theo điểm 1 hoặc 2, trong đó độ cao nhô của ống truyền nhiệt nhô lên nhô ra khỏi tấm đỡ ống trên là 3mm hoặc lớn hơn.

4. Phương pháp sản xuất axit (met)acrylic hoặc este của nó theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 3, trong đó dung dịch chứa chất ức chế quá trình trùng hợp chứa phân ngung.

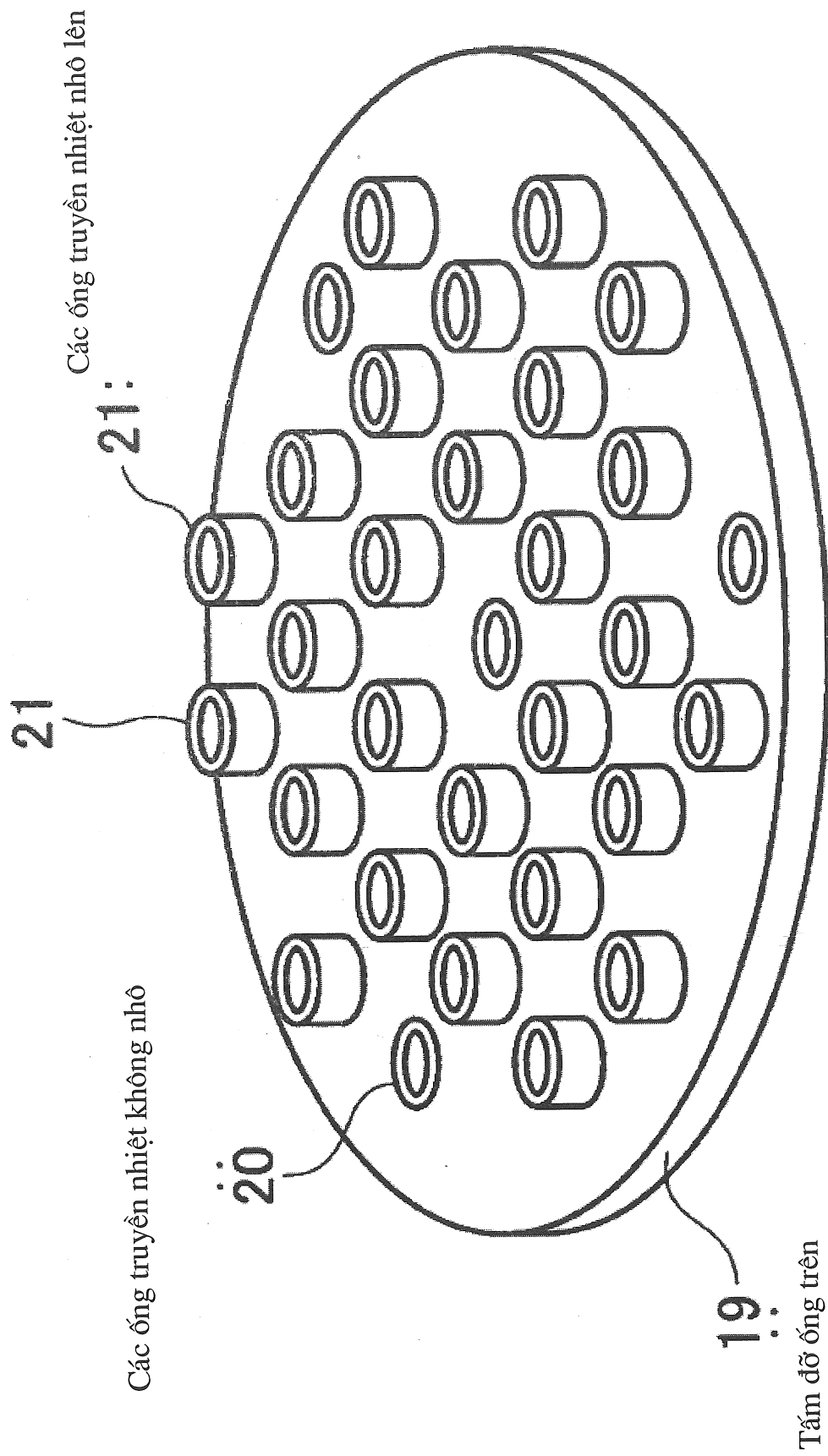
1/4

Fig.1



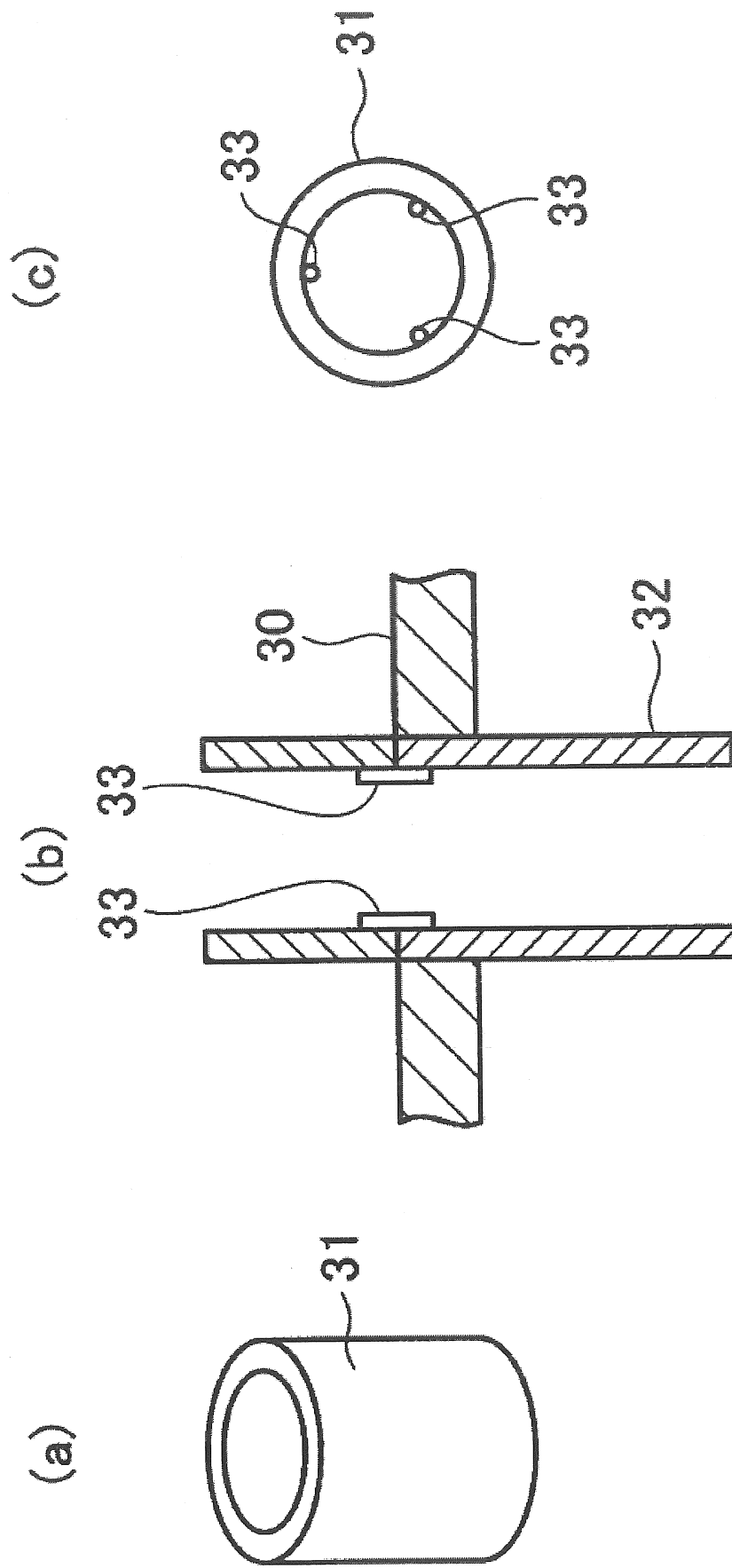
2/4

Fig.2



3/4

Fig.3



4/4

Fig.4

