



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0036833

(51)⁷ C07C 17/38

(13) B

(21) 1-2018-06013

(22) 16/07/2018

(86) PCT/KR2018/008015 16/07/2018

(87) WO 2019/231044 05/12/2019

(30) 10-2018-0060946 29/05/2018 KR

(45) 25/09/2023 426

(43) 25/03/2021 396

(73) 1. SK picglobal Co., Ltd. (KR)

255 (Gosa-dong), Yongjam-ro, Nam-gu, Ulsan 44782, Republic of Korea

2. Evonik Operations GmbH (DE)

Rellinghauser Strasse 1-11, 45128 Essen, Germany

3. THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG (DE)

ThyssenKrupp Allee 1, 45143 Essen, Germany

(72) KIM Hanna (KR); LEE Doojin (KR); LEE Eun Su (KR); HA Taechan (KR); NOH Dong Kyun (KR); PARK Soo Hyun (KR); KIM Sungho (KR).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH TÍNH CHẾ CHẾ PHẨM ALKYLEN OXIT

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit, bao gồm (1) thu nhận chế phẩm alkylen oxit thô chứa thành phần ion; (2) cho chế phẩm alkylen oxit thô này đi qua sàng phân tử; và (3) thu nhận chế phẩm alkylen oxit đã tinh chế. Có thể thu nhận được chế phẩm alkylen oxit tinh chế này thích hợp cho quy trình tiếp theo.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit bằng cách loại bỏ thành phần ion được tạo ra trong quy trình điều chế alkylen oxit.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Alkylen oxit được sử dụng làm sản phẩm trung gian quan trọng trong ngành công nghiệp hóa chất. Alkylen oxit được tạo ra bằng các quy trình khác nhau. Các sản phẩm phụ khác nhau có thể được tạo ra tùy thuộc vào loại chất phản ứng, chất xúc tác, dung môi, và các yếu tố tương tự được sử dụng.

Ví dụ, propylen oxit đã được tạo ra chủ yếu bằng quy trình thông qua con đường hydroclorua hóa và quy trình điều chế kép (tức là, quy trình điều chế monome styren hoặc metyl bậc ba butyl ete cùng với propylen oxit). Tuy nhiên, quy trình thông qua con đường hydroclorua hóa đang dần được hạn chế do vấn đề nhiễm tạp. Quy trình điều chế kép cũng gặp phải những khó khăn trong việc thiết lập hoặc mở rộng cơ sở do việc sử dụng các sản phẩm phụ bị hạn chế. Do đó, trong những năm gần đây, các nghiên cứu đã được thực hiện trên các quy trình điều chế propylen oxit mới.

Theo quy trình điều chế mới, propylen được epoxit hóa bằng hydro peroxit dưới dạng tác nhân oxy hóa trong điều kiện có tác động của chất xúc tác hợp chất titan, do đó tạo ra chế phẩm propylen oxit. Quy trình điều chế này thuận lợi ở chỗ là nó đơn giản, có khả năng tiêu thụ mức năng lượng thấp và thân thiện với môi trường.

Tuy nhiên, quy trình này bất lợi ở chỗ chế phẩm propylen oxit được tạo ra như vậy chứa tạp chất có thể ảnh hưởng đến quy trình điều chế polyol hoặc các sản phẩm tương tự tiếp theo. Do đó, các nghiên cứu đang tiếp tục được thực hiện về các loại tạp chất được tạo ra và phương cách để loại bỏ có chọn lọc các tạp chất này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các phương án theo sáng chế đề xuất chế phẩm alkylen oxit tinh chế thích hợp cho quy trình tiếp theo bằng cách loại bỏ có chọn lọc thành phần ion, mà không cần cho quy trình tiếp theo, từ các sản phẩm phụ của alkylen oxit được tạo ra bằng quy trình mới.

Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo một phương án bao gồm (1) thu nhận chế phẩm alkylen oxit thô chứa thành phần ion; (2) cho chế phẩm alkylen oxit thô này đi qua sàng phân tử; và (3) thu nhận chế phẩm alkylen oxit đã tinh chế.

Theo quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo các phương án, có thể thu nhận được chế phẩm alkylen oxit tinh chế thích hợp cho quy trình tiếp theo.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết có dựa vào các phương án. Các phương án này không giới hạn ở các phương án được mô tả dưới đây. Thay vào đó, các phương án này có thể được cải biến thành các dạng khác nhau miễn là nội dung chính của sáng chế không bị thay đổi.

Trong bản mô tả này, khi một phần được gọi là “bao gồm” một phần tử, thì cần phải hiểu rằng phần đó cũng có thể bao gồm các phần tử khác.

Hơn nữa, tất cả các số và biểu thức liên quan đến số lượng của thành phần, điều kiện phản ứng và các yếu tố tương tự được sử dụng ở đây cần phải hiểu là được cải biến bởi thuật ngữ “khoảng”, trừ khi có quy định khác.

Các phương án theo sáng chế đề xuất chế phẩm alkylen oxit tinh chế thích hợp cho quy trình tiếp theo.

Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo một phương án bao gồm (1) thu nhận chế phẩm alkylen oxit thô chứa thành phần ion; (2) cho chế phẩm alkylen oxit thô này đi qua sàng phân tử; và (3) thu nhận chế phẩm alkylen oxit đã tinh chế.

Trước tiên, để tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo một phương án, chế phẩm alkylen oxit thô chứa thành phần ion thu được (bước (1)).

Chế phẩm alkylen oxit thô dùng để chỉ chế phẩm thu được ngay sau khi được tạo ra bằng quy trình điều chế alkylen oxit. Chế phẩm này chứa thành phần

ion hoặc các thành phần tương tự, mà không cần cho quy trình tiếp theo.

Chế phẩm alkylen oxit thô có thể bao gồm alkylen oxit, thành phần ion, thành phần không ion, và dung môi.

Chế phẩm alkylen oxit thô bao gồm thành phần ion.

Thành phần ion có thể bao gồm thành phần cation và thành phần anion.

Đặc biệt, thành phần cation có thể ít nhất là một thành phần được chọn từ nhóm bao gồm NH_2^+ , NH_4^+ , và sàng phân tử chứa chúng làm nhóm chức. Ví dụ, thành phần cation có thể bao gồm NH_4^+ . Đối với ví dụ khác, thành phần cation có thể bao gồm NH_2^+ và NH_4^+ . Ví dụ, thành phần cation có thể bao gồm NH_4^+ , nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Thành phần ion bao gồm NH_4^+ , và hàm lượng NH_4^+ chứa trong chế phẩm alkylen oxit thô nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5ppm. Đặc biệt, thành phần ion bao gồm NH_4^+ , và hàm lượng NH_4^+ chứa trong chế phẩm alkylen oxit thô nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3ppm, từ 0,1 đến 2,5ppm, từ 0,3 đến 2ppm, hoặc từ 0,5 đến 1,5ppm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Ngoài ra, thành phần anion có thể ít nhất là một thành phần được chọn từ nhóm bao gồm NO_2^- , NO_3^- , và sàng phân tử chứa chúng làm nhóm chức. Ví dụ, thành phần anion có thể bao gồm NO_2^- . Đối với ví dụ khác, thành phần anion có thể bao gồm NO_2^- và NO_3^- . Ví dụ, thành phần anion có thể bao gồm NO_2^- , nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Thành phần ion bao gồm NO_2^- , và hàm lượng NO_2^- chứa trong chế phẩm alkylen oxit thô nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5ppm. Thành phần ion bao gồm NO_2^- , và hàm lượng NO_2^- chứa trong chế phẩm alkylen oxit thô nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3ppm, từ 0,1 đến 1ppm, hoặc từ 0,25 đến 0,75ppm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Thành phần ion có thể bao gồm thành phần ion chứa nitơ.

Ví dụ, thành phần ion có thể bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm bao gồm NH_2^+ , NH_4^+ , NO_2^- , và NO_3^- . Theo cách khác, thành phần ion có thể bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm bao gồm NH_2^+ , NH_4^+ , NO_2^- , và NO_3^- .

Thành phần ion chứa trong khoảng từ 30 đến 90% khối lượng của thành

phần cation tính theo tổng khối lượng của thành phần ion. Đặc biệt, thành phần ion có thể chứa trong khoảng từ 40 đến 90% khối lượng, từ 50 đến 90% khối lượng, hoặc từ 50 đến 80% khối lượng, của thành phần cation tính theo tổng khối lượng của thành phần ion. Tốt hơn là, thành phần ion có thể chứa trong khoảng từ 60 đến 80% khối lượng của thành phần cation tính theo tổng khối lượng của thành phần ion, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Chế phẩm alkylen oxit thô có thể bao gồm thành phần không ion ngoài thành phần ion.

Ví dụ, thành phần không ion có thể bao gồm thành phần trên cơ sở amin.

Đặc biệt, thành phần trên cơ sở amin có thể bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm bao gồm diisopropylamin, dietylamín, trimetylamin, dietanolamin, dimetyletylamin, metyldietanolamin, và monoisopropylamin.

Ngoài ra, chế phẩm alkylen oxit thô có thể bao gồm dung môi.

Đặc biệt, dung môi có thể bao gồm ít nhất một dung môi được chọn từ nhóm bao gồm nước, metanol, axetaldehyt, propionaldehyt, metyl format, và dimetoxymetan.

Ví dụ, chế phẩm alkylen oxit thô có thể bao gồm dimetoxymetan (DMM) và metyl format (MF). Hàm lượng dimetoxymetan (DMM) và metyl format (MF) có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 3.000ppm, từ 10 đến 1.000ppm, từ 10 đến 500ppm, hoặc từ 20 đến 100ppm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Chế phẩm alkylen oxit thô trong bước (1) nêu trên có tốc độ polyme hoá có kiểm soát (CPR- controlled polymerization rate) nằm trong khoảng từ 0,2 đến 20. Đặc biệt, chế phẩm alkylen oxit thô có thể có tốc độ polyme hoá có kiểm soát (CPR) nằm trong khoảng từ 0,2 đến 10, từ 0,2 đến 5, từ 0,2 đến 2, từ 0,5 đến 3, từ 0,5 đến 2, hoặc từ 0,8 đến 1,5, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Tốc độ polyme hoá có kiểm soát (CPR) dùng để chỉ chỉ số để cho biết lượng chất bazơ trong chế phẩm alkylen oxit. Nó là giá trị được đo theo phương pháp thử nghiệm của ASTM D6437, trong đó 30 g chế phẩm alkylen oxit được trộn với 100mL metanol, và lượng axit clohydric (nồng độ: 0,001 N) để chuẩn độ trung hòa được đo.

Nếu CPR của chế phẩm alkylen oxit thô trong bước nêu trên (1) nằm

ngoài khoảng nêu trên, thì khó kiểm soát được tính phản ứng trong quy trình điều chế sản phẩm xuôi chiều bằng cách sử dụng chúng làm nguyên liệu thô, cũng như giá trị CPR của sản phẩm được tạo ra như vậy nằm ngoài khoảng của thông số kỹ thuật CPR của sản phẩm. Do vậy, CPR của chế phẩm alkylen oxit thô phải nằm trong khoảng nêu trên. Đặc biệt, tốt hơn nữa là duy trì giá trị CPR của chế phẩm alkylen oxit thô là 2,0 hoặc thấp hơn đến giá trị tối đa.

Đặc biệt, do lượng tạp chất cation trong tạp chất ion là cao hơn tương đối so với lượng tạp chất cation của các tạp chất anion khác, tạp chất cation vẫn còn sau khi trung hòa tạp chất có thể là yếu tố làm tăng giá trị CPR của chế phẩm alkylen oxit thô.

Chế phẩm alkylen oxit thô trong bước (1) nêu trên có độ bazơ nằm trong khoảng từ 1 đến 40. Đặc biệt, chế phẩm alkylen oxit thô có thể có độ bazơ nằm trong khoảng từ 2 đến 40, 2 đến 20, 0,4 đến 10, hoặc 0,4 đến 7, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Đặc biệt, do lượng tạp chất cation trong tạp chất ion là cao hơn tương đối so với lượng tạp chất anion, tạp chất cation vẫn còn sau khi trung hòa tạp chất có thể là yếu tố làm tăng độ bazơ của chế phẩm alkylen oxit thô.

Chế phẩm alkylen oxit thô trong bước (1) nêu trên có hàm lượng N nằm trong khoảng từ 0,2 đến 10ppm. Đặc biệt, chế phẩm alkylen oxit thô có hàm lượng N nằm trong khoảng từ 0,2 đến 7ppm, từ 0,2 đến 5ppm, từ 0,2 đến 3ppm, hoặc từ 0,2 đến 2ppm. Tốt hơn là, chế phẩm alkylen oxit thô có thể có hàm lượng N nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,8ppm, từ 1,0 đến 1,8ppm, hoặc 1,2 đến 1,8ppm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Nếu hàm lượng N của chế phẩm alkylen oxit thô trong bước (1) nêu trên duy trì ở mức cao, nó có thể gây ra mùi trong sản phẩm xuôi chiều mà sử dụng chúng làm nguyên liệu thô. Do vậy, tốt hơn là hàm lượng N của chế phẩm alkylen oxit thô được duy trì càng thấp càng tốt.

Các yếu tố làm tăng hàm lượng N của chế phẩm alkylen oxit thô là các hợp phần chứa N trong thành phần ion, thành phần không ion, và dung môi như được mô tả trên đây.

Alkylen oxit có thể là etylen oxit, propylen oxit, butylen oxit, hoặc các

chất tương tự. Đặc biệt, alkylen oxit có thể là propylen oxit.

Chế phẩm alkylen oxit thô có thể được cho đi qua phần dạng hạt sau bước (1) và trước bước (2) sau đây.

Phần dạng hạt bao gồm nhiều hạt có đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 5 mm. Đặc biệt, phần dạng hạt có thể bao gồm nhiều hạt có đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 1,5 đến 4 mm hoặc 2 đến 3 mm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Số hạt chứa trong phần dạng hạt trong mỗi thể tích đơn vị nằm trong khoảng từ 100 đến 100.000/lít. Đặc biệt, số hạt chứa trong phần dạng hạt trong mỗi thể tích đơn vị có thể nằm trong khoảng từ 1.000 đến 80.000/lít, từ 5.000 đến 70.000/lít, từ 10.000 đến 50.000/lít, hoặc từ 15.000 đến 40.000/lít, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Ngoài ra, vận tốc không gian mà ở đó chế phẩm alkylen oxit thô được cho đi qua phần dạng hạt là lớn hơn từ 0 đến 10 h^{-1} . Đặc biệt, vận tốc không gian mà ở đó chế phẩm alkylen oxit thô được cho đi qua phần dạng hạt có thể nằm trong khoảng từ 0,2 đến 5 h^{-1} , từ 0,2 đến 3 h^{-1} , từ 0,2 đến 2 h^{-1} , từ 0,5 đến 2 h^{-1} , hoặc từ 0,8 đến $1,5 \text{ h}^{-1}$, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Các hạt chứa trong phần dạng hạt có thể bao gồm nguyên liệu bất hoạt làm từ silicalite dùng làm nguyên liệu thô.

Phần dạng hạt dùng để khử thậm chí phân tán chế phẩm alkylen oxit thô trước khi nó được nạp vào sàng phân tử trong dòng xuôi chiều.

Tiếp theo, chế phẩm alkylen oxit thô được cho đi qua sàng phân tử (bước (2)).

Sàng phân tử có thể là sàng phân tử trên cơ sở zeolit. Đặc biệt, sàng phân tử có thể có cấu trúc được chọn từ nhóm bao gồm zeolit A, zeolit X, zeolit beta, zeolit Y, zeolit L, và ZSM-12.

Sàng phân tử gọi chung là các oxit nhôm silic và có thể có cấu trúc hình học bát giác có một lỗ nhỏ bao gồm các vòng nguyên tử oxy và giao với các lỗ khác uốn cong đều đặn giữa các lỗ, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Trong trường hợp như vậy, kích cỡ lỗ của sàng phân tử là lớn hơn 2,3 Å đến nhỏ hơn 10 Å. Đặc biệt, kích cỡ lỗ của sàng phân tử có thể là từ 3 Å đến nhỏ

hơn 10 Å, từ 3 Å đến 7,5 Å, từ 3 Å đến 5 Å, từ 3,5 đến 4,5 Å, từ 3,8 đến 4,2 Å, hoặc từ 3,9 đến 4,1 Å, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Ngoài ra, hình dạng của các lỗ của sàng phân tử có thể là hình bát giác. Đặc biệt, sàng phân tử có các vi lỗ có hình bát giác, và sản phẩm thương mại có dạng hình cầu khoảng 2 mm trong đó sàng phân tử được kết hợp bằng vật lý.

Sàng phân tử có thể hấp phụ có chọn lọc các tạp chất nhỏ hơn so với các vi lỗ có hình bát giác. Theo cách khác, điện tích âm (tức là, điểm axit) của chính các nhóm zeolit của sàng phân tử có thể hấp phụ thành phần cation có mặt trong chế phẩm alkylen oxit thô.

Vận tốc không gian mà ở đó chế phẩm alkylen oxit thô được cho đi qua sàng phân tử là lớn hơn từ 0 đến 10 h⁻¹. Đặc biệt, vận tốc không gian mà ở đó chế phẩm alkylen oxit thô được cho đi qua sàng phân tử có thể nằm trong khoảng từ 0,2 đến 5 h⁻¹, từ 0,2 đến 3 h⁻¹, từ 0,2 đến 2 h⁻¹, từ 0,5 đến 2 h⁻¹, hoặc từ 0,8 đến 1,5 h⁻¹, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Tiếp theo, thu được chế phẩm alkylen oxit tinh chế (bước (3)).

Chế phẩm alkylen oxit tinh chế bao gồm thành phần ion mà bao gồm thành phần cation và thành phần anion.

Trong trường hợp như vậy, dạng thành phần ion là như được mô tả trong bước (1) nêu trên.

Ngoài ra, chế phẩm alkylen oxit tinh chế có thể bao gồm thành phần không ion và dung môi ngoài thành phần ion. Chúng là như được mô tả trong bước (1) nêu trên.

Nếu chế phẩm alkylen oxit tinh chế bao gồm thành phần ion mà bao gồm thành phần cation và thành phần anion, thành phần ion chứa trong khoảng từ 10 đến 70% khối lượng của thành phần cation tính theo tổng khối lượng của thành phần ion. Đặc biệt, thành phần ion chứa trong khoảng từ 20 đến 70% khối lượng, từ 30 đến 70% khối lượng, từ 40 đến 60% khối lượng, hoặc từ 45 đến 55% khối lượng, của thành phần cation tính theo tổng khối lượng của thành phần ion, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Ví dụ, chế phẩm alkylen oxit tinh chế bao gồm NH₄⁺, và hàm lượng NH₄⁺ chứa trong chế phẩm alkylen oxit tinh chế nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2,5ppm.

Đặc biệt, hàm lượng NH_4^+ chứa trong chế phẩm alkylen oxit tinh chế có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2ppm, từ 0,1 đến 1ppm, từ 0,2 đến 0,8ppm, từ 0,2 đến 0,6ppm, hoặc từ 0,4 đến 0,6ppm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Nghĩa là, một lượng đáng kể của thành phần cation như NH_4^+ chứa trong chế phẩm alkylen oxit thô có thể được loại bỏ khi chế phẩm này được cho đi qua sàng phân tử.

Ngoài ra, chế phẩm alkylen oxit tinh chế bao gồm NO_2^- , và hàm lượng NO_2^- chứa trong chế phẩm alkylen oxit tinh chế nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5ppm. Đặc biệt, hàm lượng NO_2^- chứa trong chế phẩm alkylen oxit tinh chế có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3ppm hoặc từ 0,25 đến 0,75ppm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Chế phẩm alkylen oxit tinh chế trong bước nêu trên (3) có CPR nằm trong khoảng từ 0 đến 2. Đặc biệt, chế phẩm alkylen oxit tinh chế có thể có CPR nằm trong khoảng từ 0 đến 1,5, 0 đến 1,2, từ 0 đến 0,8, từ 0 đến 0,5, từ 0,1 đến 0,5, từ 0,1 đến 0,3, hoặc từ 0,1 đến 0,2, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Định nghĩa về CPR là như được mô tả trong bước (1) nêu trên.

Nếu CPR của chế phẩm alkylen oxit tinh chế trong bước nêu trên (3) nằm trong khoảng nêu trên, có lợi ở chỗ là tính phản ứng trong quy trình điều chế sản phẩm xuôi chiều bằng cách sử dụng chúng làm nguyên liệu thô được kiểm soát một cách dễ dàng, cũng như giá trị CPR thấp của sản phẩm được tạo ra như vậy đáp ứng thông số kỹ thuật CPR của sản phẩm.

Chế phẩm alkylen oxit tinh chế trong bước nêu trên (3) có độ bazơ nằm trong khoảng từ 0 đến 4. Đặc biệt, chế phẩm alkylen oxit tinh chế có thể có độ bazơ nằm trong khoảng từ 0 đến 3, từ 0 đến 2,4, từ 0 đến 1,6, hoặc từ 0 đến 1,0, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Chế phẩm alkylen oxit tinh chế trong bước nêu trên (3) có hàm lượng N của từ 0,1 đến 5ppm. Tốt hơn là, chế phẩm alkylen oxit tinh chế có thể có hàm lượng N nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3ppm, từ 0,1 đến 2ppm, từ 0,2 đến 1,5ppm, hoặc từ 0,4 đến 1,1ppm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó.

Nếu hàm lượng N của chế phẩm alkylen oxit tinh chế trong bước (3) nêu trên nằm trong khoảng nêu trên, có lợi ở chỗ mùi trong sản phẩm xuôi chiều mà

sử dụng chúng làm nguyên liệu thô được giảm đến mức mùi trong sản phẩm xuôi chiều mà sử dụng alkylen oxit được tạo ra bằng các quy trình khác như quy trình thông qua con đường hydroclorua hóa và quy trình điều chế kép.

Dưới đây, sáng chế được giải thích chi tiết bằng phần Ví dụ thực hiện sáng chế. Nhưng phần Ví dụ thực hiện sáng chế này dự định để minh họa thêm sáng chế, và phạm vi của các ví dụ không chỉ giới hạn ở đó.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Chế phẩm alkylen oxit thô thu được thông qua quy trình điều chế alkylen oxit. Trong trường hợp như vậy, chế phẩm thô thu được như vậy chứa NH_4^+ , NO_2^- , và alkylen oxit.

100 g chế phẩm alkylen oxit thô được đưa qua ở vận tốc không gian là 1 h^{-1} qua đồ chứa chứa 8 lít (khoảng 6 kg) của sàng phân tử có đường kính trung bình khoảng 2 mm và cỡ lỗ trung bình là khoảng 4 Å in a number per unit thể tích của khoảng 20.000/lít, nhờ đó thu được chế phẩm alkylen oxit tinh chế.

Ví dụ đối chứng 1

Quy trình như trong Ví dụ 1 được thực hiện lặp lại, chỉ khác là cỡ lỗ của sàng phân tử là 10 Å.

Ví dụ đối chứng 2

Quy trình như trong Ví dụ 1 được thực hiện lặp lại, chỉ khác là cỡ lỗ của sàng phân tử là 2,3 Å.

Ví dụ đánh giá

Các đặc tính và kết quả sau quy trình của chế phẩm alkylen oxit được tinh chế bằng quy trình tinh chế theo Ví dụ 1 và các Ví dụ đối chứng 1 và 2 được đánh giá. Kết quả được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây.

Ví dụ đánh giá 1: Đo hàm lượng NH_4^+

Theo phương pháp thử nghiệm của ASTM D 6919 (Phương pháp thử nghiệm chuẩn để xác định cation hòa tan trong nước bằng sắc ký ion), 2 g chế phẩm được đo được pha loãng bằng nước tinh khiết cực cao, và NH_4^+ được phân tích định lượng bằng thiết bị phân tích sắc ký ion.

Ví dụ đánh giá 2: Đo hàm lượng NO_2^-

Theo phương pháp thử nghiệm của ASTM D 4327 (Phương pháp thử nghiệm chuẩn cho anion trong nước bằng sắc ký ion ức chế), 2 g chế phẩm được đo được pha loãng bằng nước tinh khiết cực cao, và NO_2^- được phân tích định lượng bằng thiết bị phân tích sắc ký ion.

Ví dụ đánh giá 3: Đo CPR

Theo phương pháp thử nghiệm của ASTM D 6437 (Phương pháp thử nghiệm chuẩn cho nguyên liệu thô polyuretan), 30 g chế phẩm được đo được trộn với 100mL metanol, tiếp đó là chuẩn độ trung hòa bằng 0,001N axit clohydric để tính toán lượng axit clohydric đã tiêu thụ.

Ví dụ đánh giá 4: Đo hàm lượng N

Theo phương pháp thử nghiệm của ASTM D 4629 (Phương pháp thử nghiệm chuẩn cho Lượng nhỏ nitơ trong hydrocacbon lỏng), 1 g chế phẩm được đo được pha loãng bằng dung môi có độ tinh khiết cao, mà được nung trong điều kiện oxy và agon để dòng bước sóng được phát ra bởi nitơ đioxit được kích thích để phân tích định lượng.

Bảng 1

		Ví dụ 1	C. Ví dụ 1	C. Ví dụ 2
Chế phẩm alkylen oxit thô	Hàm lượng NH_4^+	1,05ppm	1,05ppm	1,05ppm
	Hàm lượng NO_2^-	0,55ppm	0,55ppm	0,55ppm
	giá trị CPR	1,0	1,0	1,0

	Hàm lượng N	1,6ppm	1,6ppm	1,6ppm
Chế phẩm alkylen oxit tinh chế	Hàm lượng NH_4^+	0,55ppm	Phản ứng được kết thúc do phản ứng tỏa nhiệt	1,05ppm
	Hàm lượng NO_2^-	0,55ppm		0,55ppm
	giá trị CPR	0,1		1,0
	Hàm lượng N	1,1ppm		1,6ppm

Có thể thấy từ Bảng 1 nêu trên, tỷ lệ cải thiện CPR là 90% hoặc cao hơn, và tỷ lệ làm giảm hàm lượng N là 30% hoặc cao hơn trong Ví dụ 1 khi so sánh với Ví dụ đối chứng 1 và 2. Đặc biệt, thử nghiệm này không thể thực hiện được do phản ứng tỏa nhiệt xảy ra trong Ví dụ đối chứng 1, và CPR và hàm lượng N không được cải thiện trong Ví dụ đối chứng 2.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit, bao gồm:
 - (1) thu nhận chế phẩm alkylen oxit thô chứa thành phần ion;
 - (2) cho chế phẩm alkylen oxit thô này đi qua sàng phân tử; và
 - (3) thu nhận chế phẩm alkylen oxit đã tinh chế.
 trong đó thành phần ion bao gồm thành phần ion chứa nitơ.
2. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
 trong đó thành phần ion bao gồm thành phần cation và thành phần anion.
3. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
 trong đó thành phần ion chứa trong khoảng từ 30 đến 90% tổng khối lượng của thành phần ion.
4. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
 trong đó thành phần ion chứa nitơ bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm bao gồm NH_2^+ , NH_4^+ , NO_2^- , và NO_3^- .
5. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
 trong đó chế phẩm alkylen oxit thô trong bước (1) nêu trên có CPR nằm trong khoảng từ 0,2 đến 20.
6. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
 trong đó chế phẩm alkylen oxit thô trong bước (1) nêu trên có hàm lượng N nằm trong khoảng từ 0,2 đến 10ppm.
7. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
 trong đó thành phần ion bao gồm NH_4^+ , và
 hàm lượng NH_4^+ chứa trong chế phẩm alkylen oxit thô trong bước (1) nêu

trên nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5ppm.

8. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
trong đó sàng phân tử có cấu trúc được chọn từ nhóm bao gồm zeolit A, zeolit X, zeolit beta, zeolit Y, zeolit L, và ZSM-12.
9. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
trong đó kích cỡ lỗ của sàng phân tử là lớn hơn 2,3 Å đến nhỏ hơn 10 Å.
10. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
trong đó alkylen oxit là propylen oxit.
11. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
trong đó vận tốc không gian mà ở đó chế phẩm alkylen oxit thô được cho đi qua sàng phân tử là lớn hơn từ 0 đến 10 h⁻¹.
12. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
trong đó chế phẩm alkylen oxit thô được cho đi qua phần dạng hạt sau bước (1) và trước bước (2) sau đây,
phần dạng hạt bao gồm nhiều hạt có đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 1 đến 5 mm, và
số hạt chứa trong phần dạng hạt trong mỗi thể tích đơn vị nằm trong khoảng từ 100 đến 100.000/lít.
13. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,
trong đó chế phẩm alkylen oxit tinh chế chứa thành phần ion mà bao gồm thành phần cation và thành phần anion, và
thành phần ion chiếm trong khoảng từ 10 đến 70% tổng khối lượng của thành phần ion.
14. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,

trong đó chế phẩm alkylen oxit tinh chế có CPR nằm trong khoảng từ 0 đến 2.

15. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,

trong đó chế phẩm alkylen oxit tinh chế có hàm lượng N nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5ppm.

16. Quy trình tinh chế chế phẩm alkylen oxit theo điểm 1,

trong đó chế phẩm alkylen oxit tinh chế bao gồm NH_4^+ , và

hàm lượng NH_4^+ chứa trong chế phẩm alkylen oxit tinh chế nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2,5ppm.