



(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)



1-0037055

(51)^{2020.01} C09B 7/02; C09B 67/44; D06P 1/22;
B01D 3/14; C09B 67/54

(13) B

(21) 1-2020-01232

(22) 10/08/2018

(86) PCT/EP2018/071791 10/08/2018

(87) WO2019/030391 14/02/2019

(30) 17185971.3 11/08/2017 EP; 17185976.2 11/08/2017 EP; 17185980.4 11/08/2017 EP;
18173343.7 18/05/2018 EP

(45) 25/09/2023 426

(43) 25/05/2020 386ASC

(73) ARCHROMA IP GMBH (CH)

Neuhofstrasse 11, 4153 Reinach, Switzerland

(72) LUCIC, Erwin (HR); HÜBNER, Jörg (DE); HYETT, David (GB); JANSSEN, Michèle Catherine Christianne (NL); BESSEMBINDER, Karin Hendrika Maria (NL); WOESTENBORGH, Pierre L. (BE); RIJKERS, Marinus Petrus Wilhelmus Maria (NL).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP LOẠI BỎ AMIN THƠM RA KHỎI DUNG DỊCH NƯỚC LEUCOINDIGO, DUNG DỊCH MUỐI LEUCOINDIGO CÓ HÀM LƯỢNG ANILIN RẤT THẤP VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO RA DUNG DỊCH NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến dung dịch nước leucoindigo ổn định bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này ở dạng muối kim loại kiềm; trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 40 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E); và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 10 đến 45% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 23°C; hoặc

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 45 đến 65% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 60°C.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp loại bỏ amin thơm ra khỏi dung dịch nước leucoindigo, phương pháp tạo ra dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin từ dung dịch nước leucoindigo, và phương pháp tạo ra indigo.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến lĩnh vực dung dịch muối leucoindigo không chứa anilin và indigo thu được từ đó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Indigo là thuốc nhuộm hoàn nguyên được sử dụng để nhuộm nguyên liệu dệt chứa xenluloza.

Đối với ứng dụng trên nguyên liệu dệt, indigo được dùng để khử trong đó muối leucoindigo hòa tan trong nước được tạo ra. Sau đó, muối này được áp dụng ở dạng dung dịch nước lên nguyên liệu dệt. Quá trình oxy hóa muối leucoindigo dẫn đến tạo ra indigo, trong đó nguyên liệu dệt đã được nhuộm thu được.

Indigo tạo ra theo phương thức tổng hợp chứa các tạp chất có gốc là các amin thơm bị bẫy trong đó do các quy trình sản xuất được sử dụng thông thường, cụ thể là anilin và/hoặc N-metylanilin. Ví dụ, indigo được tạo ra bằng cách tổng hợp có thể chứa lên tới 6.000 ppm anilin và lên tới 4.000 ppm N-metylanilin. Các amin thơm như anilin và N-metylanilin là không mong muốn trong các ứng dụng dệt. Do đó, các tạp chất này nên được loại bỏ nhiều nhất có thể ra khỏi indigo, tương ứng là muối leucoindigo tạo ra từ đó, trước khi dùng cho nguyên liệu dệt.

DE 43 36 032 A1 bộc lộ trong ví dụ 1 quy trình tinh chế indigo bao gồm bước chiết dung dịch nước muối natri leucoindigo bằng dung môi trơ trong điều kiện loại trừ oxy, sau đó chiết, indigo thông thường được tái tạo bằng cách oxy hóa. Indigo thu được là dạng không chứa anilin và N-metylanilin.

WO 2004/024826 A2 đề xuất việc loại các tạp chất amin thơm ở giai đoạn dung dịch nước muối leucoindigo bằng cách chưng cất, chưng cất hơi, chiết hoặc

bằng cách cất bằng khí trơ. Lĩnh vực kỹ thuật đã biết này bộc lộ rằng, nồng độ của các amin thơm có thể được giảm xuống thấp hơn hàm lượng 200 ppm áp dụng cho các quá trình tinh chế được xác định trong đó. Dung dịch muối leucoindigo đã được tinh chế sau đó có thể được oxy hóa để thu được indigo chứa lượng nhỏ các amin thơm này, nếu có. Leucoindigo đã được tinh chế có thể có mặt trên nguyên liệu dẹt trước khi oxy hóa.

Ví dụ 1 của tài liệu WO 2004/024826 A2 bộc lộ dung dịch chứa 55% khối lượng leucoindigo ở dạng muối natri và kali hỗn hợp thu được từ dung dịch muối leucoindigo chưa tinh chế có hàm lượng muối là 23% bằng cách chưng cất dưới áp suất thông thường, trong đó trong dung dịch tinh chế hàm lượng của anilin là thấp hơn 200 ppm và hàm lượng của N-metylanilin là thấp hơn 20 ppm.

Ví dụ 2 bộc lộ dung dịch chứa 23% khối lượng leucoindigo ở dạng muối natri và kali hỗn hợp thu được từ dung dịch muối leucoindigo chưa tinh chế bằng cách chiết ba lần, trong đó trong dung dịch tinh chế, hàm lượng của anilin là 147 ppm. N-metylanilin không thể được phát hiện.

Ví dụ 3 bộc lộ dung dịch chứa 23% khối lượng leucoindigo ở dạng muối natri và kali hỗn hợp thu được từ dung dịch muối leucoindigo chưa tinh chế bằng cách cất bằng nitơ, trong đó trong dung dịch tinh chế, hàm lượng của anilin là 113 ppm. N-metylanilin không thể được phát hiện.

Ví dụ 4 bộc lộ dung dịch leucoindigo ở dạng muối natri và kali hỗn hợp thu được bằng cách chưng cất hơi của dung dịch muối leucoindigo chưa tinh chế. Anilin và N-metylanilin không thể được phát hiện. Dung dịch leucoindigo tinh chế có nồng độ leucoindigo là 7% khối lượng. Dung dịch nồng độ thấp này là không thể áp dụng được để đạt được sắc độ trung bình hoặc sâu. Do đó, dung dịch leucoindigo này không thích hợp cho các ứng dụng trên quy mô công nghiệp.

Cũng đã biết rằng để vận chuyển và ứng dụng, dung dịch nước muối leucoindigo càng ổn định càng tốt để ngăn ngừa quá trình kết tinh và/hoặc kết tủa

muối không mong muốn. Cụ thể, quan trọng nếu muối leucoindigo có mặt trong môi trường nước với nồng độ tương đối cao. Các dung dịch muối leucoindigo cô đặc là có lợi trong quy trình nhuộm hoàn nguyên do việc nhiễm nước thải được giảm xuống.

Về mặt này, tài liệu WO 00/04100 đề xuất cung cấp dung dịch nước leucoindigo ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó mol-% của natri nằm trong khoảng từ 70 đến 30, và mol-% của kali tương ứng nằm trong khoảng từ 30 đến 70. Tỷ lệ này tương ứng với tỷ lệ mol của natri và kali nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1 : 2,33. Trong khoảng này, mặc dù nồng độ tương đối cao của muối leucoindigo nằm trong khoảng từ 25 đến 40% khối lượng, nhưng dung dịch muối leucoindigo hòa tan này là ổn định ở nhiệt độ trong phòng, hoặc là ổn định ở nhiệt độ cao nằm trong khoảng từ 40 đến 60°C trong trường hợp nồng độ nằm trong khoảng từ 50 đến 55% khối lượng, tức là muối không dễ bị kết tinh hoặc kết tủa. Tài liệu kỹ thuật đã biết này còn bộc lộ tỷ lệ mol của natri và kali nằm trong khoảng từ 3 : 1 đến 1 : 3, tỷ lệ này tương ứng với khoảng mol-% của natri từ 75 đến 25, và của kali từ 25 đến 75.

Tài liệu WO 00/04100 còn bộc lộ khi viện dẫn tới tài liệu WO 94/23114 rằng, dung dịch leucoindigo ở dạng muối natri là ổn định ở nồng độ lên tới 20% khối lượng ở nhiệt độ trong phòng.

Tài liệu WO 00/04100 còn bộc lộ trong ví dụ 4 rằng, từ dung dịch leucoindigo pha loãng, nước có thể được chưng cất ra để cô đặc chúng. Ví dụ, từ dung dịch có nồng độ 25% khối lượng của muối leucoindigo, xấp xỉ 44% khối lượng nước có thể được chưng cất ra để cô đặc dung dịch tới 45% khối lượng.

Ví dụ 5 trong tài liệu WO 00/04100 bộc lộ rằng, từ dung dịch nước chứa 20% khối lượng muối leucoindigo, khoảng 34% nước được chưng cất để cô đặc dung dịch tới 45% khối lượng.

Tài liệu WO 00/04100 không đề cập tới nồng độ của anilin và N-metylanilin.

Mục đích của sáng chế

Vẫn có nhu cầu trong công nghiệp để tạo ra các dung dịch muối leucoindigo cô đặc trong đó hàm lượng của amin thơm này ở mức thấp nhất có thể. Do đó, vấn đề cần được giải quyết bởi sáng chế là tạo ra các dung dịch muối leucoindigo cô đặc được tinh chế và indigo tạo ra từ đó có hàm lượng anilin thấp hơn nhiều 200 ppm, tức là ít nhất nhỏ hơn 100 ppm và cụ thể là ít nhất nhỏ hơn 40 ppm hoặc 30 ppm, tốt hơn là nhỏ hơn 20 hoặc 10 ppm hoặc nhỏ hơn 5 ppm hoặc thậm chí là 0 ppm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, lượng nước mà được chưng cất từ dung dịch muối leucoindigo có ảnh hưởng chủ yếu tới lượng dư của amin thơm trong dung dịch leucoindigo. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, dung dịch nước leucoindigo có hàm lượng amin thơm rất thấp như anilin và N-metylanilin có thể được điều chế nếu nước được bổ sung vào dung dịch leucoindigo chưa tinh chế thông thường được sử dụng trong công nghiệp và bao gồm amin nêu trên để thu được dung dịch leucoindigo pha loãng, và sau đó, nước được chưng cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo nêu trên trước khi bổ sung nước. Nước được bổ sung tiếp và tiếp đó được chưng cất, lượng nhỏ hơn là hàm lượng của amin thơm. Dung dịch cô đặc thu được theo cách như vậy chứa thấp hơn 40 ppm amin thơm, tốt hơn thấp hơn 30 ppm, hoặc thấp hơn 20 ppm hoặc thấp hơn 10 ppm. Theo phương án ưu tiên, các dung dịch cô đặc có thể được điều chế trong đó amin thơm nêu trên không còn có thể phát hiện được nữa. Các dung dịch này có thể được gọi là dung dịch không chứa anilin. Do đó, thuật ngữ “thấp hơn 100 ppm và cụ thể là thấp hơn 40 ppm hoặc thấp hơn 30 ppm hoặc thấp hơn 20 ppm hoặc thấp hơn 10 ppm” bao gồm làm giới hạn dưới là giới hạn

mà tại đó, amin thơm không còn có thể phát hiện được nữa, tức là, 0 ppm đo theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Lợi ích cụ thể khác của phương pháp theo sáng chế là ở chỗ, dung dịch cô đặc có thể được điều chế, ví dụ nằm trong khoảng từ 10 đến 65% khối lượng như từ 15 đến 60% khối lượng hoặc từ 20 đến 55% khối lượng hoặc từ 25 đến 50% khối lượng, các dung dịch này phù hợp với các yêu cầu nhuộm về mặt sắc thái trung bình và sâu, và không chứa anilin. Ngoài ra, các yêu cầu về việc giảm nhiễm nước thải trong các nhà máy nhuộm có thể được đáp ứng.

Theo đó, sáng chế đề cập đến các mục dưới đây:

1. Phương pháp loại bỏ amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin ra khỏi dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên để thu được dung dịch leucoindigo tinh chế, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm, phương pháp bao gồm các bước (A) và (B):

(A) bổ sung nước vào dung dịch nước leucoindigo để thu được dung dịch leucoindigo pha loãng; và

(B) cho dung dịch nước leucoindigo pha loãng thu được trong bước (A) tiến hành chưng cất sao cho nước được chưng cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

2. Phương pháp tạo ra dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin từ dung dịch nước leucoindigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm, phương pháp bao gồm các bước (A) và (B):

- (A) bổ sung nước vào dung dịch nước leucoindigo để thu được dung dịch muối leucoindigo pha loãng; và
- (B) cho dung dịch nước leucoindigo pha loãng thu được trong bước (A) tiến hành chưng cất sao cho nước được chưng cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).
3. Phương pháp theo mục 1 hoặc 2, trong đó nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch.
4. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 3, trong đó nồng độ của amin thơm nêu trên trong dung dịch được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 2.000 ppm đến 10.000 ppm.
5. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó nồng độ của anilin trong dung dịch được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 1.000 ppm đến 3.000 ppm và nồng độ của N-metylanilin nằm trong khoảng từ 500 đến 2.000 ppm.
6. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp 1,5 lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).
7. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp hai lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).
8. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó trong bước (B) bước chưng cất được tiến hành dưới dòng khí trơ.

9. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó khối lượng của nước bổ sung trong bước (A) và nước được chưng cất trong bước (B) được chọn sao cho sau bước (B), nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch tinh chế nằm trong khoảng từ 40 đến 65% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch.

10. Phương pháp theo mục 9, trong đó nồng độ được điều chỉnh tới khoảng từ 10 đến 45% khối lượng, nếu cần bằng cách bổ sung nước.

11. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó bước (A) bao gồm:

- (α) chuẩn bị dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm các amin này;
- (β) chuẩn bị dòng nước;
- (γ) cho dòng chất lỏng tiếp xúc với dòng nước này.

12. Phương pháp theo mục 11, trong đó bước (γ) bao gồm các bước ($\gamma 1$) và ($\gamma 2$), và bước (B) bao gồm các bước (δ) và (ϵ):

($\gamma 1$) cấp dòng chất lỏng nêu trên và

($\gamma 2$) cấp dòng nước này

vào cột chưng cất được thiết kế để cho dòng chất lỏng tiếp xúc với dòng nước này;

(δ) xả ra khỏi cột chưng cất nước bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin; và

(ϵ) xả ra khỏi cột chưng cất dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin.

13. Phương pháp theo mục 11 hoặc 12, trong đó ($\gamma 1$) dòng chất lỏng này và ($\gamma 2$) dòng nước này được cấp vào cột thông qua các đầu vào nằm trên thành bên của

cột, và (δ) nước này bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin được xả ra ở đầu cột, và (ε) dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc dung dịch leucoindigo không chứa anilin và không chứa N-metylanilin được xả ra ở đáy cột.

14. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục nêu trên, trong đó cột chung cất là cột được cung cấp cùng với khay hoặc vật liệu nạp.

15. Dung dịch nước leucoindigo ổn định bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này ở dạng muối kim loại kiềm;

trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 40 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E); và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 10 đến 45% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 23°C; hoặc

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 45 đến 65% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 60°C.

16. Dung dịch nước leucoindigo ổn định theo mục 15, trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 30 ppm hoặc thấp hơn 20 ppm.

17. Dung dịch nước leucoindigo ổn định theo mục 15 hoặc 16, trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 10 hoặc 5 ppm.

18. Dung dịch nước leucoindigo ổn định như được xác định trong mục bất kỳ trong số các mục từ 15 đến 17, có thể thu được bằng phương pháp như được xác định trong mục 9 hoặc 10 hoặc mục bất kỳ trong số các mục từ 11 đến 14 phụ thuộc vào mục 9 hoặc 10.

19. Phương pháp tạo ra indigo, bao gồm bước (D):

(D) oxy hóa dung dịch nước leucoindigo như được xác định trong mục bất kỳ trong số các mục từ 15 đến 18.

20. Phương pháp theo mục 19, bao gồm bước (C) trước bước (D):

(C) xử lý vải dệt bằng dung dịch leucoindigo như được xác định trong mục bất kỳ trong số các mục từ 15 đến 18.

21. Phương pháp tạo ra indigo, bao gồm các bước (I) và (III):

(I) tiến hành phương pháp như được xác định trong mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 14, tốt hơn là các mục 9 hoặc 10 hoặc mục bất kỳ trong số các mục từ 11 đến 14 phụ thuộc vào mục 9 hoặc 10;

(III) oxy hóa dung dịch leucoindigo thu được trong bước (I).

22. Phương pháp theo mục 21, bao gồm bước (II) trước bước (III):

(II) xử lý vải dệt bằng dung dịch leucoindigo thu được trong bước (I).

Mô tả chi tiết sáng chế

Thuật ngữ “không chứa anilin” như được sử dụng trong bản mô tả này bao gồm theo nghĩa rộng nhất của nó là nồng độ anilin thấp hơn 200 ppm, hoặc thấp hơn 100 ppm, tốt hơn thấp hơn 80 ppm, tốt hơn nữa thấp hơn 60 ppm, còn tốt hơn nữa thấp hơn 40 ppm, đặc biệt thấp hơn 30 ppm hoặc thấp hơn 20 ppm, và đặc biệt tốt hơn nữa thấp hơn 10 ppm hoặc thấp hơn 5 ppm, nồng độ này được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Thuật ngữ “không chứa anilin và không chứa N-metylanilin” như được sử dụng trong bản mô tả này xác định nồng độ anilin và nồng độ N-metylanilin thấp hơn 200 ppm hoặc 100 ppm, tốt hơn thấp hơn 80 ppm, tốt hơn nữa thấp hơn 60 ppm, còn tốt hơn nữa thấp hơn 40 ppm, đặc biệt thấp hơn 30 ppm hoặc thấp hơn 20 ppm, và đặc biệt tốt hơn nữa thấp hơn 10 ppm hoặc thấp hơn 5 ppm, nồng độ này được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Các phương pháp theo sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến phương pháp loại bỏ amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin ra khỏi dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên để thu được dung dịch leucoindigo tinh chế, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm, phương pháp bao gồm các bước (A) và (B):

- (A) bổ sung nước vào dung dịch nước leucoindigo để thu được dung dịch leucoindigo pha loãng; và
- (B) cho dung dịch nước leucoindigo pha loãng thu được trong bước (A) tiến hành chưng cất sao cho nước được chưng cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến phương pháp tạo ra dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin từ dung dịch nước leucoindigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-emthylanilin được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm, phương pháp bao gồm các bước (A) và (B):

- (A) bổ sung nước vào dung dịch nước leucoindigo để thu được dung dịch muối leucoindigo pha loãng; và
- (B) cho dung dịch nước leucoindigo pha loãng thu được trong bước (A) tiến hành chưng cất sao cho nước được chưng cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Dung dịch leucoindigo được sử dụng trong bước (A) được điều chế theo các phương pháp đã biết trong lĩnh vực, tức là, bằng cách cho hỗn hợp nước bao gồm indigo tiến hành bước khử với sự có mặt của kim loại kiềm hydroxit.

Do đó, phương pháp theo sáng chế bao gồm bước (0) trước bước (A):

(0) cho hỗn hợp nước bao gồm indigo mà nó chứa amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, tiến hành khử với sự có mặt của kim loại kiềm hydroxit để sinh ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm.

Tốt hơn, bước khử được tiến hành ở dạng hydro hóa. Quá trình hydro hóa có thể được tiến hành bằng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực.

Bước khử tốt hơn là quá trình hydro hóa sử dụng Raney-Niken làm chất xúc tác.

Các phương pháp đã biết khác là, ví dụ, phương pháp khử sử dụng natri dithionit, phương pháp khử bằng điện phân như điện phân gián tiếp sử dụng các phức trietanolamin của sắt làm chất trung gian, phương pháp khử sử dụng indoxyl hoặc hydroxyaxeton. Cần hiểu rằng, phương pháp khử không bị giới hạn ở các phương pháp khử nêu trên.

Theo sáng chế, leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm.

Thuật ngữ “kim loại kiềm” bao gồm lithi, natri và kali và tổ hợp của hai hoặc ba trong số đó.

Do đó, theo một phương án, kim loại kiềm có thể là lithi hoặc natri hoặc kali.

Theo phương án khác, kim loại kiềm có thể là lithi và natri, hoặc lithi và kali, hoặc natri và kali.

Theo phương án khác, kim loại kiềm là lithi, natri và kali.

Thuật ngữ “lithi, natri, và kali” nghĩa là các cation tương ứng của chúng.

Lượng của kim loại kiềm trong muối leucoindigo cơ bản tương ứng với lượng mà về mặt hóa học tỷ lệ tương ứng với lượng cần thiết để tạo ra đầy đủ muối leucoindigo. Tốt hơn, muối và/hoặc dung dịch chứa từ 1,5 đến 2,5 mol kiềm

cho mỗi mol leucoindigo, tốt hơn nữa từ 2,0 đến 2,5 mol kiềm, thậm chí tốt hơn nữa từ 2,1 đến 2,5 mol kiềm.

Theo một phương án, muối là muối natri, ví dụ, muối được bộc lộ trong tài liệu WO 94/23114.

Theo một phương án, muối là ở dạng muối kim loại kiềm hỗn hợp như muối natri và kali hỗn hợp.

Theo một phương án, natri và kali có mặt với tỷ lệ mol như được bộc lộ trong tài liệu WO 00/004100, ví dụ, với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1 : 2,33.

Theo phương án khác, natri và kali có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 3 : 1 đến 1 : 3.

Theo phương án khác, natri và kali có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ trên 3 : 1 đến 10 : 1 như 4 : 1 đến 8 : 1 hoặc 5 : 1 đến 7 : 1.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật có thể lựa chọn khoảng nồng độ thích hợp trong đó các dung dịch leucoindigo tinh chế tương ứng được tạo ra từ các dung dịch leucoindigo chưa tinh chế là ổn định phụ thuộc vào các tỷ lệ mol được sử dụng.

Do đó, trong khoảng mol từ natri tới kali đã nêu, các dung dịch ổn định và cô đặc có thể được điều chế.

Theo phương án ưu tiên, muối leucoindigo được tạo ra ở dạng muối kim loại kiềm hỗn hợp, tốt hơn là muối natri và kali hỗn hợp, tốt hơn nữa với tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1 : 2,33.

Có thể cung cấp lượng kim loại kiềm hydroxit cần thiết ngay trước quá trình hydro hóa hoặc theo các phần trong quá trình hydro hóa, hoặc trước và trong quá trình hydro hóa. Nếu cần thiết, kiềm bổ sung cũng có thể được bổ sung sau quá trình hydro hóa.

Nồng độ của muối thu được sau bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A) có thể được chọn trong các biên rộng và không bị giới hạn bởi các yêu cầu cụ thể.

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch thu được trong bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch thu được trong bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A) như từ 10 đến 65% khối lượng hoặc từ 15 đến 60% khối lượng hoặc từ 20 đến 55% khối lượng hoặc từ 25 đến 50% khối lượng hoặc từ 25 đến 45% khối lượng.

Theo phương án khác, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch thu được trong bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 10 đến 35% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch thu được trong bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A).

Như đã thảo luận trong phần tình trạng kỹ thuật, dung dịch muối leucoindigo thu được bằng cách khử indigo chứa amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin xuất phát từ các quy trình sản xuất indigo được sử dụng thông thường.

Theo một phương án, nồng độ của amin thơm nêu trên trong dung dịch thu được trong bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A) trước khi tinh chế theo bước (B) nằm trong khoảng từ 2.000 ppm đến 10.000 ppm.

Theo một phương án, nồng độ của anilin nằm trong khoảng từ 1.000 ppm đến 3.000 ppm và nồng độ của N-metylanilin nằm trong khoảng từ 500 đến 2.000 ppm.

Theo sáng chế, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A). Điều này không có gì khác ngoài có nghĩa rằng, sau khi chưng cất theo bước (B), vẫn thu được

dung dịch nước, tức là, chế phẩm vẫn chứa nước và tạo ra dung dịch, ít nhất ở nhiệt độ chưng cất.

Phương pháp theo bước (B) tốt hơn được tiến hành ở dạng quy trình theo mẻ hoặc ở dạng quy trình liên tục.

Trong quá trình chưng cất theo bước (B), amin thơm nêu trên được loại bỏ cùng với nước dưới dạng hỗn hợp đồng sôi hoặc ở dạng hỗn hợp bao gồm nước và (các) amin.

Theo phương án ưu tiên hơn nữa, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp 1,5 lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo phương án đặc biệt được ưu tiên, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp hai lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo phương án khác, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp ba lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo phương án khác nữa, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng không nhiều hơn bốn lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo phương án ưu tiên hơn nữa, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A),

và không nhiều hơn bốn lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo phương án ưu tiên hơn nữa, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp 1,5 lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A), và không nhiều hơn bốn lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo phương án đặc biệt được ưu tiên, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp hai lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A); và không nhiều hơn bốn lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo phương án khác, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp ba lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A), và không nhiều hơn bốn lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Theo phương án khác nữa, trong bước (A), nước được bổ sung với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng không nhiều hơn bốn lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

Bước chưng cất có thể được tiến hành theo các phương pháp đã biết trong lĩnh vực nhờ sử dụng các thiết bị chưng cất đã biết và phù hợp.

Theo một phương án, chưng cất có thể được tiến hành tại áp suất giảm.

Theo một phương án, chưng cất có thể được tiến hành tại áp suất cao.

Theo phương án ưu tiên, bước chung cất được tiến hành tại áp suất bình thường.

Tốt hơn loại trừ sự có mặt của oxy trong quá trình chung cất để tránh sự oxy hóa không thích hợp leucoindigo thành indigo. Do đó, chung cất theo bước (B) nên được tiến hành trong điều kiện khí trơ như nitơ.

Theo một phương án, trong bước (B) chung cất được tiến hành dưới dòng khí trơ, tức là, dung dịch nước cho chung cất được cất đồng thời.

Khí trơ thích hợp hoặc khí cất là nitơ.

Theo phương án ưu tiên, bước chung cất được tiến hành sử dụng cột chung cất.

Chung cất theo bước (B) sử dụng cột chung cất

Thuật ngữ “cột chung cất” như được sử dụng ở đây được sử dụng đồng nghĩa với các thuật ngữ như “tháp chung cất”, “cột tinh chất” hoặc “tháp tinh chất”, “cột cất phân đoạn” hoặc “tháp cất phân đoạn”.

Thuật ngữ “cột” như được sử dụng ở đây bao gồm theo nghĩa rộng nhất của nó là cột hình trụ đứng.

Thuật ngữ “cột” còn bao gồm thành phần cấu trúc rỗng, tốt hơn là thành phần trụ rỗng, trong đó chiều dài dài hơn đường kính. Cả đường kính và chiều dài đều không bị giới hạn. Theo một phương án, chiều dài và đường kính hoặc tỷ lệ chiều dài trên đường kính của cột có thể được chọn tự do hoặc có thể được tối ưu hóa theo quan điểm về kết quả cần đạt được.

Cột tốt hơn có đường kính nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4 mét như từ 0,30 mét đến 3 mét và chiều dài nằm trong khoảng từ khoảng 1 mét đến 50 mét như từ 1 đến 30 mét.

Theo một phương án, đường kính nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4 mét và chiều dài nằm trong khoảng từ 1 đến 30 mét.

Theo một phương án, chung cất sử dụng cột chung cất được thảo luận trong phần sau khi vận hành cột theo mẻ hoặc theo phương thức liên tục.

Theo sáng chế, cả hai phương thức đều đòi hỏi các bước (A) và (B) theo sáng chế, tức là, nước được bổ sung vào dung dịch nước leucoindigo để thu được dung dịch leucoindigo pha loãng theo bước (A), dung dịch này được tiến hành chung cất theo bước (B) sao cho nước được chung cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước pha loãng.

Điển hình, dung dịch leucoindigo tinh chế thu được ở hoặc từ đáy cột chung cất, trong khi đó nước bao gồm (các) amin thu được ở hoặc từ đỉnh cột.

Theo một phương án, các bước (A) và (B) được tiến hành lần lượt từng bước, tức là, trước tiên, dung dịch nước leucoindigo pha loãng được điều chế theo bước (A) rồi sau đó được chung cất theo bước (B).

Theo phương án khác, các bước (A) và (B) được tiến hành đồng thời, tức là, dung dịch nước leucoindigo pha loãng được điều chế theo bước (A) đồng thời được chung cất theo bước (B).

Theo một phương án, bước (A) được tiến hành bên ngoài cột chung cất.

Do đó, theo một phương án, dung dịch leucoindigo pha loãng thu được theo bước (A) được cấp vào cột chung cất và được chung cất theo bước (B).

Theo một phương án, khi phương pháp được tiến hành theo phương thức theo mẻ, dung dịch leucoindigo pha loãng thu được trong bước (A) có thể được cấp vào đáy cột, sau đó được tiến hành chung cất. Ngay khi nước đã được chung cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A), quá trình chung cất có thể được kết thúc. Dung dịch leucoindigo tinh chế, tương ứng dung dịch leucoindigo tạo ra, sau đó có thể được xả ra từ đáy cột.

Theo phương án khác, khi phương pháp được tiến hành theo phương thức liên tục, dung dịch leucoindigo pha loãng thu được theo bước (A) có thể được cấp vào cột, trong đó đồng thời nước [bao gồm (các) amin] được chưng cất, và trong đó đồng thời nữa, dung dịch leucoindigo tinh chế, tương ứng dung dịch leucoindigo cần được tạo ra, được xả từ đáy cột.

Theo phương án khác, bước (A) được tiến hành trong cột.

Sau đó, dung dịch leucoindigo pha loãng thu được theo bước (A) có thể được chưng cất theo bước (B) trong phương thức theo mẻ.

Theo phương án khác, khi phương pháp được tiến hành theo phương thức liên tục, dung dịch leucoindigo cần tinh chế được cấp vào cột, trong đó đồng thời nước cũng được cấp vào cột để tiến hành bước (A), trong đó đồng thời nữa, nước [bao gồm (các) amin] được chưng cất, và trong đó đồng thời nữa, dung dịch leucoindigo tinh chế, tương ứng dung dịch leucoindigo cần được tạo ra, được xả ở hoặc từ đáy cột.

Bên trong cột, chất lỏng hồi lưu chảy xuôi xuống tạo ra sự làm lạnh và ngưng tụ hơi hướng dòng đi lên bằng cách đó gia tăng hiệu quả của cột. Càng hồi lưu, thì sự tách các nguyên liệu điểm sôi thấp ra khỏi nguyên liệu điểm sôi cao của cột càng tốt hơn.

Trong quá trình chưng cất, (các) amin thơm nêu trên được loại bỏ cùng với nước tại hoặc gần đỉnh cột, tức là, phần cất đỉnh tháp, trong đó amin và nước hoặc hơi nước điển hình được ngưng tụ và thu gom.

Theo một phương án, một phần nước và (các) amin ngưng tụ và thu gom ở đỉnh cột lại được cấp vào cột ở đỉnh cột, ở đó nó được sử dụng để làm rơi các giọt nhỏ và tùy ý các chất rắn, chúng cần phải lấy ra khỏi cột. Việc làm tách rơi này có thể được thực hiện nhờ sử dụng tốt hơn là phần xếp khay, mặc dù cả phần phần vật liệu nạp được kết cấu có thể được sử dụng.

Phần ngưng tụ có thể được tách trong pha nước, bao gồm nước và anilin.

Theo một phương án, dung dịch leucoindigo tinh chế nêu trên thu được ở hoặc từ đáy của cột chưng cất được cấp lại vào cột và được tái chưng cất.

Theo một phương án, cột được vận hành ở trạng thái ổn định liên tục. Trừ khi bị nhiễu bởi những thay đổi về sự cấp liệu, nhiệt, nhiệt độ môi trường, hoặc ngưng tụ, lượng cấp liệu bổ sung thường bằng lượng sản phẩm được lấy ra.

Theo phương án ưu tiên, lượng nhiệt đưa vào cột cùng với nguyên liệu cấp được điều chỉnh sao cho lượng này tương đương lượng nhiệt được khử bỏ bởi các phần cất đỉnh tháp và với các sản phẩm. Bằng cách điều chỉnh cẩn thận, sự tạo bọt, sự rỉ nước, sự cuốn hạt hoặc sự tràn có thể được ngăn chặn hoặc ít nhất giảm thiểu tới mức có thể cho phép.

Theo quan điểm nêu trên, theo một phương án, bước (A) bao gồm các bước từ (α) đến (γ):

- (α) chuẩn bị dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm các amin này;
- (β) chuẩn bị dòng nước;
- (γ) cho dòng chất lỏng tiếp xúc với dòng nước này.

Theo phương án khác, bước (B) bao gồm các bước (δ) và (ϵ):

- (δ) xả ra khỏi cột chưng cất nước bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin; và
- (ϵ) xả ra khỏi cột chưng cất dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin.

Theo một phương án, sáng chế đề cập đến phương pháp loại bỏ amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin ra khỏi dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên để thu được dung dịch leucoindigo tinh chế, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm, hoặc

đề cập đến phương pháp tạo ra dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin từ dung dịch nước leucoindigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm,

các phương pháp bao gồm lần lượt các bước (A) và (B), trong đó bước (A) nêu trên bao gồm các bước (α), (β), ($\gamma 1$) và ($\gamma 2$), và bước (B) bao gồm các bước (δ) và (ϵ):

(α) chuẩn bị dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm các amin này;

(β) chuẩn bị dòng nước;

($\gamma 1$) cấp dòng chất lỏng nêu trên và

($\gamma 2$) cấp dòng nước nêu trên

vào trong cột chưng cất được cấu hình để cho dòng chất lỏng nêu trên tiếp xúc với dòng nước nêu trên;

(δ) xả ra khỏi cột chưng cất nước bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin; và

(ϵ) xả ra khỏi cột chưng cất dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin.

Theo sáng chế, bước (α) yêu cầu sự cung cấp dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm (các) amin nêu trên. Việc cung cấp nêu trên tốt hơn được tiến hành bằng cách xả dung dịch muối leucoindigo từ ngăn chứa bảo quản tương ứng hoặc trực tiếp từ thiết bị khử trong đó dung dịch muối leucoindigo được tạo ra bằng cách khử indigo. Dung dịch được xả ra là trong điều kiện chảy, ví dụ, dưới tác động của áp lực, trọng lực hoặc bơm, và do vậy, tạo thành dòng. Tốt hơn, dòng dung dịch được hướng thông qua một ống đưa tới cột chưng cất được sử dụng trong bước ($\gamma 1$).

Ngoài ra, theo sáng chế, bước (β) đòi hỏi cung cấp dòng nước. Việc cung cấp nêu trên tốt hơn được tiến hành bằng cách xả nước ra khỏi ngăn chứa bảo quản hoặc ngăn chứa tương ứng. Nước xả là trong điều kiện chảy, ví dụ, dưới tác động của áp lực, trọng lực hoặc bơm, và do vậy, tạo thành dòng. Tốt hơn, dòng nước được hướng thông qua ống tới cột chung cất được sử dụng trong bước (γ_2).

Thuật ngữ “dòng nước” được cung cấp trong bước (β) để chỉ dòng nước bất kỳ bao gồm nước thích hợp để loại bỏ ra khỏi hoặc ít nhất để làm giảm hàm lượng của anilin hoặc anilin và N-metylanilin trong dung dịch leucoindigo bao gồm (các) amin nêu trên, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối.

Theo một phương án, lượng nhiệt đưa vào cột chung cất được sinh ra từ dòng nước được cấp theo bước (γ_2) và nhiệt đưa vào cùng với dòng chất lỏng được cấp theo bước (γ_1) được điều chỉnh sao cho nó tương đương lượng nhiệt được loại bỏ trong các bước (δ) và (ϵ) vì việc bổ sung lượng nhiệt dư hoặc không đủ vào cột chung cất có thể dẫn đến sự tạo bọt hoặc tràn ngập. Do đó, phương pháp được tiến hành như vậy để đạt được các điều kiện bảo toàn nhiệt.

Theo phương án khác, lượng nhiệt đưa vào cột chung cất được sinh ra từ phần được gia nhiệt của dòng chất lỏng mà đã được xả ra từ cột chung cất theo bước (ϵ) và nhiệt đưa vào cùng với dòng chất lỏng được cấp theo bước (γ_1) được điều chỉnh sao cho nó tương đương lượng nhiệt được loại bỏ trong các bước (δ) và (ϵ) vì việc bổ sung lượng nhiệt dư hoặc không đủ vào cột có thể dẫn đến sự tạo bọt hoặc tràn ngập. Do đó, phương pháp được tiến hành như vậy để đạt được các điều kiện bảo toàn nhiệt.

Ngoài ra, theo sáng chế, các bước (γ_1) và (γ_2) đòi hỏi việc cấp dòng chất lỏng và dòng nước nêu trên vào cột chung cất được cấu hình để cho dòng chất lỏng nêu trên tiếp xúc với dòng nước nêu trên.

Theo một phương án, cột chung cất này bao gồm cửa nạp dòng chất lỏng hoặc các cửa nạp dòng chất lỏng để cấp dòng chất lỏng, và cửa nạp dòng nước hoặc các cửa nạp dòng tinh chế để cấp dòng nước.

Các cửa nạp có thể được bố trí ở vị trí bất kỳ của cột chung cất, tức là, các cửa nạp có thể được bố trí ở đáy hoặc ở đỉnh hoặc ở các thành bên của cột chung cất.

Theo một phương án, (các) cửa nạp dòng chất lỏng được bố trí ở đáy của cột chung cất, và (các) cửa nạp dòng nước được bố trí ở đỉnh, hoặc ngược lại.

Theo phương án khác, (các) cửa nạp dòng chất lỏng được bố trí ở các thành bên của cột chung cất, và (các) cửa nạp dòng nước được bố trí ở đáy hoặc ở đỉnh của cột chung cất.

Theo phương án khác, (các) cửa nạp dòng nước được bố trí ở các thành bên của cột chung cất, và (các) cửa nạp dòng chất lỏng được bố trí ở đáy hoặc ở đỉnh của cột chung cất.

Theo phương án ưu tiên, ($\gamma 1$) dòng chất lỏng và ($\gamma 2$) dòng nước nêu trên được cấp vào cột thông qua các cửa nạp ở các thành bên của cột, và (δ) nước bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin này được xả ra ở đỉnh cột, và (ϵ) dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin được xả ra ở đáy cột.

Tốt hơn, (các) cửa nạp dòng nước và/hoặc (các) cửa nạp dòng chất lỏng được thiết kế ở dạng vòi phun hoặc các vòi phun. Việc sử dụng các tấm đục lỗ làm cửa nạp dòng tinh chế và/hoặc cửa nạp dòng chất lỏng là cũng có thể.

Theo một phương án, bước cho tiếp xúc được tiến hành sao cho cột chung cất được nạp một phần hoặc hoàn toàn bằng chất lỏng xuất phát từ dòng chất lỏng, và (các) cửa nạp dòng nước được bố trí sao cho dòng nước cấp nhất thiết phải chảy qua hoặc vào trong chất lỏng.

Theo phương án khác, dòng chất lỏng và (các) cửa nạp dòng nước được bố trí sao cho các dòng bất chéo nhau.

Theo phương án khác, bước cho tiếp xúc của các dòng có thể được tiến hành theo kiểu dòng ngược chiều.

Theo phương án khác, bước cho tiếp xúc của các dòng có thể được tiến hành theo kiểu dòng chảy cùng chiều, ví dụ, khi (các) cửa nạp chất lỏng và nạp nước giống nhau, tức là, các dòng được cấp thông qua cửa chung hoặc các cửa chung.

Theo phương án khác, cột chung cất chứa phương tiện để dẫn hướng dòng chất lỏng và dòng nước sao cho chúng tiếp xúc với nhau. Các phương tiện như vậy là đã biết trong lĩnh vực. Được nêu ra minh họa là các tấm và vật liệu nạp như vòng Raschig.

Thuật ngữ “đĩa” như được sử dụng ở đây được sử dụng đồng nghĩa với thuật ngữ “khay”.

Thuật ngữ “vật liệu nạp” như được sử dụng ở đây được sử dụng đồng nghĩa với thuật ngữ “vật liệu nhồi”.

Theo sáng chế, bước (δ) yêu cầu việc xả ra khỏi cột chung cất nước bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin.

Kết quả của phương pháp theo sáng chế là ở chỗ, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin của chất lỏng được xả ra khỏi cột chung cất theo bước (ε) là thấp hơn nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin của dòng chất lỏng được cấp vào cột chung cất theo bước (γ1) thông qua (các) cửa nạp dòng chất lỏng.

Theo phương án ưu tiên, các bước từ (α) đến (ε) được tiến hành đồng thời, tức là, quy trình là quy trình liên tục.

Theo phương án khác, quy trình có thể được tiến hành không liên tục, tức là, dưới dạng quy trình theo mẻ. Theo một phương án, cột chưng cất được nạp bằng chất lỏng được cung cấp bởi dòng chất lỏng theo bước (γ_1). Sau đó, các bước (γ_2) và (δ) được tiến hành. Tiếp theo thao tác tiếp xúc theo bước (δ), dung dịch leucoindigo tinh chế được xả từ thiết bị theo bước (ϵ). Phương pháp có thể được lặp lại.

Cột được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế bao gồm n giai đoạn lý thuyết. Thuật ngữ “giai đoạn lý thuyết” như được sử dụng ở đây bao gồm vùng hoặc giai đoạn giả định trong đó hai pha, như pha lỏng xuất phát từ dòng chất lỏng và pha tinh chế như pha hơi xuất phát từ dòng tinh chế như được xác định ở đây, thiết lập trong cột một sự cân bằng với nhau. Các giai đoạn cân bằng như vậy cũng có thể được đề cập là giai đoạn cân bằng hoặc giai đoạn lý tưởng.

Số lượng giai đoạn lý thuyết cần thiết trong phương pháp theo sáng chế có thể phụ thuộc vào kiểu cột cụ thể được sử dụng. Có thể được xác định theo các phương pháp đã biết trong lĩnh vực, có tính đến mức độ tách mong muốn của anilin hoặc anilin và N-metylanilin trong (các) phần đầu ra, tức là, thu được trong các bước (δ) và (ϵ). Số lượng này cũng phụ thuộc vào lượng của chất hồi lưu được sử dụng.

Lựa chọn thiết kế cuối cùng về số lượng giai đoạn cần được áp dụng trong thực hành công nghiệp có thể được chọn dựa vào cân cân bằng kinh tế giữa chi phí của các giai đoạn bổ sung và chi phí của việc sử dụng tỷ lệ chất hồi lưu cao hơn.

Theo một phương án, cột có thể có từ 5 đến 50 giai đoạn lý thuyết.

Theo phương án khác, cột có thể có từ 10 đến 40 giai đoạn lý thuyết.

Theo một phương án, cột có thể được hoạt động tại áp suất giảm.

Theo phương án khác, cột có thể được hoạt động tại áp suất hầu như tương đương với áp suất khí quyển.

Theo phương án khác nữa, cột có thể được hoạt động tại áp suất cao hơn áp suất khí quyển.

Theo một phương án, cột có thể hoạt động tại áp suất giảm như áp suất nằm trong khoảng từ áp suất tuyệt đối $0,1 \cdot 10^5$ Pa (0,10 bara) đến áp suất tuyệt đối $0,95 \cdot 10^5$ Pa (0,95 bara). Trong các điều kiện như vậy, nhiệt độ của cột có thể được thiết đặt nằm trong khoảng từ 40°C đến 95°C .

Theo phương án khác, cột có thể hoạt động tại áp suất hầu như tương đương với áp suất khí quyển, tức là, nằm trong khoảng từ áp suất tuyệt đối $0,95 \cdot 10^5$ Pa (0,95 bara) đến áp suất tuyệt đối $1,2 \cdot 10^5$ Pa (1,2 bara). Trong các điều kiện như vậy, nhiệt độ của cột điển hình được thiết đặt nằm trong khoảng từ 95°C đến 110°C .

Theo phương án khác, cột có thể được hoạt động sử dụng áp suất cao hơn áp suất khí quyển, tùy ý dưới áp suất nằm trong khoảng từ áp suất tuyệt đối $1,2 \cdot 10^5$ Pa (1,2 bara) đến áp suất tuyệt đối $11 \cdot 10^5$ Pa (11 bara) ví dụ, tại áp suất tuyệt đối $7 \cdot 10^5$ Pa (7 bara). Nhiệt độ của cột khi đó có thể được thiết đặt nằm trong khoảng từ 110°C đến 190°C , ví dụ, nằm trong khoảng từ 160°C đến 170°C .

Các nhiệt độ trích dẫn được đo ở đáy cột và phụ thuộc vào lượng hơi rời khỏi cột ở đỉnh.

Để gia nhiệt, theo một phương án, thiết bị sưởi trong nhà sử dụng. Thuật ngữ “thiết bị sưởi trong nhà” như được sử dụng ở đây bao gồm thiết bị được sử dụng để gia nhiệt một vùng nhỏ, riêng biệt, ví dụ, vùng đáy của cột. Do đó, thiết bị sưởi trong nhà nêu trên tốt hơn được bố trí ở hoặc gần với đáy cột.

Theo phương án khác, các vùng phía trên của cột được gia nhiệt.

Theo phương án khác, đáy và các vùng phía trên của cột được gia nhiệt.

Thiết bị có thể được cung cấp các phương tiện khử bọt như các tấm ngăn, tốt hơn được lắp đặt ở phần dưới của cột được sử dụng, hoàn toàn nếu cần thiết.

Theo phương án khác, việc khử bọt có thể được hỗ trợ bổ sung chất khử bọt vào dung dịch leucoindigo cần tinh chế. Mặc dù các chất khử bọt không đồng nhất như dầu silicon có thể được sử dụng, tốt hơn là sử dụng các chất khử bọt đồng nhất mà chúng được hòa tan trong dung dịch leucoindigo, và chúng không tác động âm tính lên quá trình oxy hóa sau đó của leucoindigo tinh chế thành indigo.

Cụ thể, theo sáng chế, thiết bị được sử dụng trong các bước ($\gamma 1$) và ($\gamma 2$) được lựa chọn từ nhóm gồm cột đĩa, cột nhồi, hoặc hai hoặc nhiều của bất kỳ trong số các cột nêu trên.

Thuật ngữ “cột đĩa” như được sử dụng ở đây được sử dụng đồng nghĩa với thuật ngữ “tháp xếp khay” hoặc “cột khay”.

Các cột đĩa và cột nhồi là đã biết trong lĩnh vực.

Theo một phương án, cột chứa dây hoặc các dây mà được thiết kế ở dạng cột đĩa và dây hoặc các dây mà được thiết kế ở dạng cột nhồi nhằm để tối ưu hóa thêm phương pháp.

Theo phương án khác, cột chứa dây hoặc các dây mà được thiết kế ở dạng cột đĩa và dây hoặc các dây mà được thiết kế ở dạng cột nhồi nhằm để tối ưu hóa thêm phương pháp.

Theo phương án khác, nhiều cột đĩa hoặc cột nhồi được kết nối với nhau theo dãy nhằm để tối ưu hóa thêm phương pháp.

Theo phương án khác, cột đĩa được kết nối với cột nhồi nhằm để tối ưu hóa thêm phương pháp.

Theo phương án khác, cột đĩa được kết nối với cột nhồi và cột bong bóng nhằm để tối ưu hóa thêm phương pháp.

Theo phương án khác nữa, việc tinh chế sơ bộ được tiến hành như được bộc lộ trong lĩnh vực, trong đó việc tinh chế sau cùng được tiến hành bằng phương pháp theo sáng chế.

Thuật ngữ “tinh chế sơ bộ” như được sử dụng ở đây bao gồm chung cất nước từ dung dịch muối leucoindigo tương ứng, chiết bằng dung môi hữu cơ thích hợp, chưng cất hơi hoặc cất bằng nitơ, hoặc hai hoặc nhiều trong số đó.

Tất nhiên là, trong phương pháp theo sáng chế, sự có mặt của oxy cần phải được loại trừ để ngăn chặn sự oxy hóa không thích hợp leucoindigo thành indigo.

Cột được sử dụng được thảo luận chi tiết hơn nữa trong phần sau.

Cột đĩa

Theo một phương án, cột chưng cất là cột đĩa.

Theo phương án ưu tiên, cột đĩa được bố trí ở dạng tháp, tức là, nó được bố trí theo kiểu thẳng đứng.

Theo một phương án, chiều cao của cột là cao hơn 5 mét, tốt hơn 5 đến 50 mét, và tốt hơn nữa 10 đến 40 mét.

Liên quan đến cột đĩa, các giai đoạn lý thuyết cũng được gọi là các khay lý thuyết hoặc các đĩa lý thuyết.

Theo một phương án, các "khay" hoặc "đĩa" mũ bọt như đã biết trong lĩnh vực được bố trí bên trong cột để tạo ra sự tiếp xúc tốt giữa hơi dòng hướng lên và chất lỏng dòng xuôi xuống bên trong cột.

Các khay hoặc đĩa tốt hơn được tạo ra từ các đĩa thép hình tròn và thường được lắp đặt bên trong cột ở các khoảng giãn cách khoảng 60 đến 75 cm theo chiều cao của cột.

Theo một phương án, khay là khay mũ bọt hoặc khay mũ van.

Thuật ngữ “khay mũ bọt” như được sử dụng ở đây bao gồm mũ có khe trên phần nhô ở trung tâm, trong đó khí hướng lên phía trên qua phần nhô, và dòng ngược lại là ở dưới mũ, đi xuống phía dưới qua các vành giữa phần nhô và mũ, và sau cùng đi vào trong chất lỏng thông qua một loạt miệng hoặc khe ở phía dưới của mũ.

Thuật ngữ “khay mũ van” như được sử dụng ở đây bao gồm khay có đục lỗ mà được phủ bởi các mũ có thể nâng lên được. Dòng hơi nâng các mũ lên, do vậy tự tạo thành một tiết diện dòng để dẫn hơi. Mũ nâng hướng hơi phun ngang vào trong chất lỏng.

Theo một phương án, khay là khay đục lỗ, tức là, khay sàng. Thuật ngữ “khay sàng” bao gồm khay trong đó sự tiếp xúc mong muốn giữa hơi và chất lỏng diễn ra ở dạng hơi, dòng hướng lên qua các lỗ, tiếp xúc với chất lỏng chảy xuống dưới qua các lỗ.

Theo một phương án, sự tiếp xúc đạt được bằng cách lắp đặt các mũ bọt hoặc các mũ van ở mỗi một lỗ để thúc đẩy sự hình thành hơi các bong bóng chảy qua lớp mỏng của chất lỏng được duy trì bởi lỗ tháo trên mỗi một khay.

Do đó, theo một phương án, các khay có thể được chọn từ các khay đục lỗ, các khay mũ bọt hoặc các khay mũ van, hoặc hai hoặc ba trong số đó.

Các khay đục lỗ, khay mũ bọt hoặc khay mũ van là đã biết trong lĩnh vực.

Theo một phương án, việc cấp liệu cho cột đĩa bao gồm hoặc là dòng chất lỏng được cung cấp theo bước (α) và dòng nước được cung cấp theo bước (β) mà được cấp vào cột theo các bước (γ_1) và (γ_2). Dung dịch leucoindigo tinh chế được thu gom ở đáy cột trong khi nước bao gồm (các) amin được thu gom ở đỉnh. Chất lỏng và hơi tạo ra ở đỉnh và ở đáy có thể được tái tuần hoàn.

Hơi thu gom ở đỉnh theo bước (δ) chứa anilin hoặc anilin và N-metylanilin mà đã được loại bỏ từ dung dịch leucoindigo.

Chất lỏng thu gom ở đáy theo bước (ε) chứa dung dịch leucoindigo tinh chế.

Cột đã nạp

Theo một phương án, các đĩa của cột đĩa như đã bộc lộ ở trên được thay thế bằng các phân đã nạp, tức là, bởi các phân bao gồm vật liệu nạp. Do đó, thiết bị được sử dụng để tinh chế là cột nhồi.

Do đó, nguyên liệu nạp có thể được sử dụng trong cột thay cho các khay, nhất là khi đòi hỏi cần có sự giảm áp lực thấp qua cột, như khi vận hành trong điều kiện chân không. Nguyên liệu nạp này có thể là nguyên liệu đổ ngẫu nhiên như vòng Raschig hoặc kim loại kết cấu tấm như đã biết trong lĩnh vực.

Theo một phương án, vật liệu nạp cột có thể có hình dạng đồng đều như các vòng xếp chồng, khung lưới, hoặc các vòng được kết cấu riêng, hoặc vòng kẹp.

Ví dụ, vòng là vòng Raschig hoặc vòng đệm khí.

Vòng đệm có thể là, ví dụ vòng kẹp Intalox®.

Theo một phương án, vật liệu nạp cột có thể có dạng không đều.

Vật liệu nạp cột có thể được bố trí ngẫu nhiên trong cột, trong đó các vòng, vòng kẹp, và các chụp riêng biệt được đổ vào trong cột và bố trí ngẫu nhiên.

Theo phương án khác, vật liệu nạp cột có thể được bố trí đều đặn trong cột.

Vòng, vòng kẹp hoặc chụp có kết cấu riêng biệt có thể được làm từ nhiều loại vật liệu như gốm, kim loại, chất dẻo, và cacbon.

Theo một phương án, việc sử dụng vật liệu nạp cột có kết cấu như lưới dây thép hoặc các tấm đục lỗ là cũng có thể khả thi.

Chiều cao cần thiết của vật liệu nạp cột có thể được xác định theo các phương pháp đã biết trong lĩnh vực.

Theo một phương án, việc cấp liệu cho cột nhồi bao gồm hoặc là dòng chất lỏng được cung cấp theo bước (α) và dòng tinh chế như dòng hơi được cung cấp theo bước (β), mà được cấp vào cột theo các bước (γ_1) và (γ_2). Chất lỏng được thu gom ở đáy cột nhồi trong khi hơi được thu gom ở đỉnh. Chất lỏng và hơi tạo ra ở đỉnh và ở đáy có thể được tái tuần hoàn.

Hơi thu gom ở đỉnh theo bước (δ) chứa anilin hoặc anilin và N-metylanilin mà đã được loại bỏ ra khỏi dung dịch leucoindigo.

Chất lỏng thu gom ở đáy theo bước (ε) chứa dung dịch leucoindigo tinh chế.

Theo một phương án, trước khi việc chưng cất được tiến hành trong bước (B), nồng độ của indigo chứa amin thơm trong hỗn hợp nước sử dụng trong bước (A) được chọn sao cho muối leucoindigo này thu được trong bước (A) ở nồng độ thấp hơn 25% khối lượng.

Do đó, theo một phương án, nồng độ của dung dịch muối leucoindigo được sử dụng trong bước (B) cũng thấp hơn 25% khối lượng.

Nồng độ thấp hơn 25% khối lượng có thể có lợi vì trong quá trình chưng cất, nước và (các) amin thơm nêu trên được chưng cất ra, do vậy, dung dịch muối leucoindigo được tinh chế và đồng thời dung dịch được cô đặc trong đó dung dịch muối leucoindigo cô đặc ổn định và tinh khiết có thể thu được.

Do chưng cất nước và amin, dung dịch thu được trong bước (B) có thể được cô đặc đối với dung dịch được sử dụng trong bước (B), tương ứng thu được sau bước (A). Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch thu được trong bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng như 10 đến 60% khối lượng hoặc từ 15 đến 55% khối lượng hoặc từ 20 đến 50% khối lượng hoặc từ 25 đến 45% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch thu được trong bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A).

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch tinh chế thu được sau bước (B) nằm trong khoảng từ 45 đến 65% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch.

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch thu được trong bước (0) hoặc được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 10 đến 40% khối lượng, và sau bước (B), nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch tinh chế nằm trong khoảng từ 45 đến 65% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch.

Do vậy, theo một phương án, khối lượng của nước bổ sung trong bước (A) và nước được chưng cất trong bước (B) được chọn sao cho sau bước (B), nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch tinh chế nằm trong khoảng từ 45 đến 65% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch.

Dung dịch cô đặc thu được theo cách như vậy chứa thấp hơn 40 ppm hoặc thấp hơn 30 ppm amin thơm, tốt hơn thấp hơn 20 ppm hoặc thấp hơn 10 ppm hoặc thậm chí thấp hơn 5 ppm.

Nếu cần thiết, dung dịch thu được trong bước (B) có thể được pha loãng tới khoảng nồng độ xác định trước phù hợp với các yêu cầu áp dụng hoặc độ ổn định.

Theo một phương án, nồng độ được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 10 đến 45% khối lượng như từ 15 đến 45% khối lượng, nếu cần thiết bằng cách bổ sung nước. Các khoảng nồng độ thích hợp khác là, ví dụ, từ 20 đến 45% khối lượng hoặc từ 25 đến 45% khối lượng.

Tất nhiên là, khi pha loãng, hàm lượng của amin thơm được giảm thêm nữa.

Theo phương án ưu tiên, amin thơm nêu trên không còn có thể phát hiện được nữa. Các dung dịch này có thể được gọi là dung dịch không chứa anilin.

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo được điều chỉnh nằm trong khoảng nồng độ từ 10 đến 45% khối lượng như từ 15 đến 45% khối lượng hoặc từ 20 đến 45% khối lượng hoặc từ 25 đến 45% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, để tạo ra dung dịch muối leucoindigo ổn định và trong đó, độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 23°C.

Thuật ngữ “độ ổn định của dung dịch” đề chỉ dung dịch mà nó không dễ bị kết tinh hoặc kết tủa ở nhiệt độ cụ thể.

Theo phương án khác, nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 45 đến 65% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 60°C. Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề cập đến dung dịch nước leucoindigo ổn định bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm;

trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 40 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E); và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 10 đến 45% khối lượng như từ 15 đến 45% khối lượng hoặc từ 20 đến 45% khối lượng hoặc từ 25 đến 45% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 23°C.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến dung dịch nước leucoindigo ổn định bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm;

trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 100 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E); và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 45 đến 65% khối lượng như từ 45 đến 60% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 60°C.

Theo phương án ưu tiên, nồng độ của amin thơm thấp hơn 40 ppm.

Theo phương án ưu tiên hơn nữa, nồng độ của amin thơm thấp hơn 30 ppm.

Theo phương án ưu tiên khác, nồng độ của amin thơm thấp hơn 20 ppm.

Theo phương án ưu tiên khác, nồng độ của amin thơm thấp hơn 10 ppm.

Theo phương án ưu tiên khác, nồng độ của amin thơm thấp hơn 5 ppm.

Theo phương án ưu tiên khác, nồng độ của amin thơm không còn có thể phát hiện được nữa.

Theo một phương án, dung dịch nước leucoindigo có thể thu được bằng phương pháp như được xác định trong khía cạnh thứ nhất hoặc khía cạnh thứ hai.

Muối leucoindigo thu được trong phương pháp theo khía cạnh thứ nhất hoặc khía cạnh thứ hai hoặc dung dịch nước leucoindigo được xác định trong khía cạnh thứ ba có thể được chuyển đổi thành indigo hoặc có thể được sử dụng trong quy trình nhuộm hoàn nguyên để nhuộm vải dệt.

Do đó, theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề cập đến phương pháp tạo ra indigo, bao gồm bước (D):

(D) oxy hóa dung dịch nước leucoindigo như được xác định trong khía cạnh thứ ba.

Theo một phương án, phương pháp bao gồm bước (C) trước bước (D):

(C) xử lý vải dệt bằng dung dịch leucoindigo như được xác định trong khía cạnh thứ ba.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến phương pháp tạo ra indigo, bao gồm các bước (I) và (III):

(I) tiến hành phương pháp như được xác định trong khía cạnh thứ nhất hoặc khía cạnh thứ hai hoặc phương án bất kỳ được xác định trong đó;

(III) oxy hóa dung dịch leucoindigo thu được trong bước (I).

Theo một phương án, phương pháp bao gồm bước (II) trước bước (III):

(II) xử lý vải dệt bằng dung dịch leucoindigo thu được trong bước (I).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 (so sánh)

1.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6,5% khối lượng kim loại kiềm, 2.495 ppm anilin và 1.480 ppm N-metylanilin) được tiến hành chưng cất tại áp suất môi trường. Sau khi 470 ml nước đã được chưng cất, thu được dung dịch 57% khối lượng. Hàm lượng của anilin trong dung dịch cô đặc thu được là 173 ppm và nồng độ N-metylamin là 9 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Ví dụ 2

1.000 g nước được bổ sung vào 2.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6 đến 7% khối lượng kim loại kiềm, 2.380 ppm anilin và 1.375 ppm N-metylanilin). Sau đó, hỗn hợp được tiến hành chưng cất tại áp suất môi trường. Sau khi 2.000 ml nước đã được chưng cất, thu được dung dịch 60% khối lượng. Hàm lượng của anilin trong dung dịch cô đặc thu được là 38 ppm và nồng độ N-metylamin là 2,0 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Ví dụ 3

2.000 g nước được bổ sung vào 2.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6,5% khối lượng kim loại kiềm, 2.350 ppm anilin và 1.335 ppm N-metylanilin). Sau đó, hỗn hợp được tiến hành chưng cất tại áp suất môi trường. Sau khi 3.000 ml nước đã được chưng cất, thu được dung dịch 60% khối lượng.

Hàm lượng của anilin trong dung dịch cô đặc thu được là 16 ppm và nồng độ N-metylamin là 0,3 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Ví dụ 4

3.000 g nước được bổ sung vào 2.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6,5% khối lượng kim loại kiềm, 2.164 ppm anilin và 1.170 ppm N-metylanilin). Sau đó, hỗn hợp được tiến hành chưng cất tại áp suất môi trường. Sau khi 4.000 ml nước đã được chưng cất, thu được dung dịch 60% khối lượng. Hàm lượng của anilin trong dung dịch cô đặc thu được là 5 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E). N-metylamin là không thể phát hiện được.

Ví dụ 5

1.000 g dung dịch leucoindigo thu được trong ví dụ 4 được pha loãng bằng 500 g nước để sinh ra dung dịch 40% khối lượng. Dung dịch này có hàm lượng anilin thấp hơn 5 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E). Dung dịch này được sử dụng trong nhuộm hoàn nguyên và tạo ra các sắc thái sâu.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp loại bỏ amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin ra khỏi dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên để thu được dung dịch leucoindigo tinh chế, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm, phương pháp này bao gồm các bước (A) và (B):

(A) bổ sung nước vào dung dịch nước leucoindigo để thu được dung dịch leucoindigo pha loãng; và

(B) cho dung dịch nước leucoindigo pha loãng thu được trong bước (A) tiến hành chưng cất sao cho nước được chưng cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nồng độ của amin thơm nêu trên trong dung dịch được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 2.000 ppm đến 10.000 ppm.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nồng độ của anilin trong dung dịch được sử dụng trong bước (A) nằm trong khoảng từ 1.000 ppm đến 3.000 ppm và nồng độ của N-metylanilin nằm trong khoảng từ 500 đến 2.000 ppm.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước (A), bổ sung nước với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp 1,5 lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước (A), bổ sung nước với khối lượng đủ để cho phép trong bước (B) chưng cất nước với khối lượng ít nhất gấp hai lần khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước (B) bước chưng cất được tiến hành dưới dòng khí trơ.

8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó khối lượng của nước được bổ sung trong bước (A) và nước được chưng cất trong bước (B) được chọn sao cho sau bước (B), nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch tinh chế nằm trong khoảng từ 40 đến 65% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó nồng độ được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 10 đến 45% khối lượng, nếu cần thiết bằng cách bổ sung nước.

10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước (A) bao gồm:

(α) chuẩn bị dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm (các) amin này;

(β) chuẩn bị dòng nước;

(γ) cho dòng chất lỏng tiếp xúc với dòng nước này.

11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó bước (γ) bao gồm các bước ($\gamma 1$) và ($\gamma 2$), và bước (B) bao gồm các bước (δ) và (ϵ):

($\gamma 1$) cấp dòng chất lỏng này và

($\gamma 2$) cấp dòng nước này

vào cột chưng cất được thiết kế để cho dòng chất lỏng tiếp xúc với dòng nước này;

(δ) xả ra khỏi cột chưng cất nước bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin; và

(ϵ) xả ra khỏi cột chưng cất dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin.

12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó ($\gamma 1$) dòng chất lỏng và ($\gamma 2$) dòng nước nêu trên được cấp vào cột thông qua các cửa nạp ở các thành bên của cột, và (δ)

nước bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin được xả ra ở đỉnh cột, và (ϵ) dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin được xả ra ở đáy cột.

13. Phương pháp theo điểm 11, trong đó cột chưng cất là cột được cung cấp cùng với khay hoặc vật liệu nạp.

14. Dung dịch nước leucoindigo ổn định bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này ở dạng muối kim loại kiềm;

trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 40 ppm; và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 10 đến 45% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 23°C; hoặc

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 45 đến 65% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 60°C,

trong đó dung dịch này ổn định nếu không có quá trình kết tinh hoặc kết tủa ở nhiệt độ được đo.

15. Dung dịch nước leucoindigo ổn định theo điểm 14, trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 30 ppm.

16. Dung dịch nước leucoindigo ổn định theo điểm 14, trong đó nồng độ của amin thơm thấp hơn 10 ppm.

17. Phương pháp theo điểm 1, còn bao gồm bước oxy hóa dung dịch nước leucoindigo tinh chế.

18. Phương pháp theo điểm 17, bao gồm bước xử lý vải dệt bằng dung dịch leucoindigo tinh chế trước bước oxy hóa dung dịch nước leucoindigo tinh chế.

19. Phương pháp tạo ra dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin từ dung dịch nước leucoindigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối kim loại kiềm, phương pháp này bao gồm các bước (A) và (B):

(A) bổ sung nước vào dung dịch nước leucoindigo để thu được dung dịch muối leucoindigo pha loãng; và

(B) cho dung dịch nước leucoindigo pha loãng thu được trong bước (A) tiến hành chưng cất sao cho nước được chưng cất với khối lượng ít nhất bằng khối lượng của dung dịch nước leucoindigo được sử dụng trong bước (A).