



(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)



1-0038114

(51)^{2020.01} C09B 7/00; C09B 67/54; D06P 1/673; (13) B
C09B 7/02; D06P 1/22; C09B 67/44

(21) 1-2020-01231

(22) 10/08/2018

(86) PCT/EP2018/071783 10/08/2018

(87) WO2019/030389 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) 25/01/2024 430

(43) 25/05/2020 386

(73) ARCHROMA IP GMBH (CH)

Neuhofstrasse 11, 4153 Reinach, Switzerland

(72) LUCIC, Erwin (HR); HÜBNER, Jörg (DE).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) DUNG DỊCH NƯỚC MUỐI LEUCOINDIGO, PHƯƠNG PHÁP TẠO RA VÀ
PHƯƠNG PHÁP TÍNH CHẾ DUNG DỊCH NÀY, VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO RA
INDIGO

(57) Sáng chế đề cập đến dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm, cụ thể là anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó nồng độ của amin thơm là dưới 200 ppm, trong đó muối leucoindigo trong dung dịch là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1, tốt hơn trong đó nồng độ của muối nằm trong khoảng từ trên 25 đến 45% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp tạo ra dung dịch nước muối leucoindigo, phương pháp tinh chế dung dịch nước leucoindigo, và phương pháp tạo ra indigo.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực dung dịch nước muối leucoindigo cô đặc ổn định và tinh chế và indigo thu được từ dung dịch nêu trên.

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 cho tiến hành 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 cách tổng hợp chứa các tạp chất bị bẫy lại trong đó dựa trên cơ sở các amin thơm do các quy trình sản xuất được sử dụng thông thường, cụ thể là anilin và/hoặc N-metylanilin. Ví dụ, indigo tạo ra theo cách tổng hợp có thể chứa tới 6.000 ppm anilin và 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 cần 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.

Tài liệu WO 2004/024826 đề xuất việc loại bỏ 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. Tài liệu đã biết trong lĩnh vực này bộc lộ rằng, nồng độ của các amin thơm có thể được giảm xuống thấp hơn lượng 200 ppm. Sau đó, dung dịch muối leucoindigo tinh chế có thể được cho tiến hành oxy hóa để thu

được indigo chứa lượng thấp các amin thơm này nếu có, trong đó leucoindigo có mặt trên vật liệu dệt trước khi oxy hóa.

Ngoài ra, để vận chuyển và ứng dụng, dung dịch nước muối leucoindigo cần phải càng ổn định càng tốt để ngăn ngừa quá trình kết tinh và/hoặc kết tủa muối không mong muốn. Điều này là đặc biệt 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.

Tài liệu WO 00/04100 đề xuất việc tạo ra 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 trên 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 trên 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 thêm với việc tham chiếu tài liệu WO 94/23114 rằng, dung dịch leucoindigo ở dạng muối natri ổn định chỉ tới nồng độ 20% khối lượng. Điều này không có gì khác ngoài có nghĩa rằng, việc thay thế kali bằng natri trong các muối leucoindigo được xác định trong tài liệu WO 00/04100 tác động âm tính lên độ ổn định của dung dịch tương ứng và thúc đẩy quá trình kết tinh.

Mục đích của sáng chế

Hiện đang có nhu cầu trong công nghiệp về việc tạo ra thêm các dung dịch muối leucoindigo cô đặc ổn định và tinh chế và indigo được tạo ra từ các dung dịch này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Bất luận sự bộc lộ của tài liệu trước đây trong lĩnh vực, tức là dung dịch muối leucoindigo cô đặc có thể được tạo ra ở khoảng tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 2,33:1 đến 1:2,33, và natri tác động âm tính lên độ ổn định của dung dịch leucoindigo, các tác giả sáng chế của sáng chế này đã khảo sát các dung dịch muối leucoindigo có tỷ lệ mol của natri trên kali cao. Các tác giả sáng chế của sáng chế này bất ngờ đã khám phá ra rằng, các dung dịch muối leucoindigo ổn định và cô đặc hơn có thể được điều chế mà chúng đáp ứng được các yêu cầu trong công nghiệp bằng cách gia tăng tỷ lệ mol của natri trên kali đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật nằm trong khoảng từ 3:1 đến 1:3 tới tỷ lệ mol lên trên 3:1. Các dung dịch cô đặc ổn định có thể được điều chế với tỷ lệ mol của natri trên kali lên tới 10:1, như từ 3,5:1 đến 10:1. Các dung dịch có thể thu được có nồng độ muối leucoindigo nằm trong khoảng từ 25 đến 45% khối lượng như 30% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, các dung dịch này ổn định ở nhiệt độ trong phòng hoặc ở nhiệt độ tăng cao tới 60°C. Khoảng nồng độ thu được này là đủ để đạt được các sắc thái trung bình và sâu mong muốn trong quy trình nhuộm hoàn nguyên. Ngoài ra, các yêu cầu về việc giảm nhiễm nước thải trong các nhà máy nhuộm có thể được đáp ứng.

Các dung dịch muối leucoindigo thô có thể được cho tiến hành bước tinh chế như chưng cất để loại bỏ các amin thơm dư không mong muốn, trong đó các dung dịch muối leucoindigo cô đặc tinh chế và ổn định có thể thu được.

Sáng chế đề cập đến các mục dưới đây:

1. Phương pháp tạo ra dung dịch nước muối leucoindigo, phương pháp bao gồm bước (A):

(A) cho hỗn hợp nước bao gồm indigo mà nó chứa amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin tiến hành quá trình khử, tốt hơn là quá trình hydro hóa, với sự có mặt của natri hydroxit và kali hydroxit để sinh ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1, như từ 3,5:1 đến 10:1.

2. Phương pháp tinh chế dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1, như từ 3,5:1 đến 10:1, phương pháp bao gồm bước (B):

(B) cho dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên tiến hành bước tinh chế được lựa chọn từ nhóm gồm

- (a) chưng cất;
- (b) chưng cất hơi;
- (c) chiết;
- (d) cất bằng khí trơ;
- (e) cho dung dịch leucoindigo tiến hành tinh chế dòng;
- (f) hoặc tiến hành tổ hợp của hai hoặc nhiều bước nêu trên.

3. 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 natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1, như từ 3,5:1 đến 10:1, phương pháp bao gồm ít nhất bước (B):

(B) cho dung dịch nước leucoindigo bao gồm (các) amin thơm nêu trên tiến hành bước tinh chế được lựa chọn từ nhóm gồm

- (a) chưng cất;
- (b) chưng cất hơi;
- (c) chiết lỏng - lỏng;
- (d) cất bằng khí trơ;
- (e) cho dung dịch leucoindigo tiến hành tinh chế dòng;
- (f) hoặc tiến hành tổ hợp của hai hoặc nhiều bước nêu trên.

4. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3, trong đó

- (a) bước chưng cất được tiến hành sử dụng cột được cung cấp cùng với khay hoặc vật liệu nạp;
- (c) bước chiết là chiết lỏng - lỏng sử dụng bộ chiết ly tâm;
- (e) cho dung dịch leucoindigo tiến hành tinh chế dòng bao gồm ít nhất các bước từ (α) đến (γ):
 - (α) cung cấp dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm (các) amin nêu trên;
 - (β) cung cấp dòng tinh chế;
 - (γ) cho dòng chất lỏng nêu trên tiếp xúc với dòng tinh chế nêu trên.

5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó bước (γ) bao gồm các bước ($\gamma 1$) và ($\gamma 2$), và phương pháp còn bao gồm thêm các bước (δ) và (ϵ):

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

($\gamma 2$) cung cấp dòng tinh chế nêu trên

vào trong thiết bị được cấu hình để cho dòng chất lỏng nêu trên tiếp xúc với dòng tinh chế nêu trên;

(δ) xả ra từ thiết bị ít nhất một phần của dòng tinh chế nêu trên mà nó đã tiếp xúc với dòng chất lỏng nêu trên; và

(ε) xả ra từ thiết bị ít nhất một phần của dòng chất lỏng nêu trên mà nó đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế nêu trên.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó dòng chất lỏng và dòng tinh chế là các dòng ngược chiều.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 6, trong đó dòng tinh chế là dòng hơi.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó dòng hơi nêu trên bao gồm khí trơ, dung môi hữu cơ thể khí mà không thể trộn lẫn với nước, hoặc hơi nước, hoặc hai hoặc ba trong số đó.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 8, trong đó thiết bị được lựa chọn từ nhóm gồm cột đĩa, cột nhồi, hoặc cột bong bóng, hoặc hai hoặc ba trong số đó, hoặc hai hoặc nhiều của bất kỳ trong số các cột nêu trên.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 9, trong đó hơi nêu trên được sinh ra bằng cách gia nhiệt ít nhất một phần của dòng chất lỏng mà đã được xả ra từ thiết bị theo bước (ε).

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 10, trong đó các bước từ (α) đến (ε) được tiến hành đồng thời.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 11, bao gồm bước (A) trước bước (B):

(A) cho hỗn hợp nước bao gồm indigo mà nó chứa amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin tiến hành quá trình khử, tốt hơn là quá trình hydro hóa, với sự có mặt của natri hydroxit và kali hydroxit để sinh ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol

của natri hydroxit trên kali hydroxit nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1, như từ 3,5:1 đến 10:1.

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1 hoặc trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 5:1 đến 7:1.

14. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3 hoặc điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 13 phụ thuộc vào điểm 2 hoặc 3, trong đó nồng độ của amin thơm nêu trên trong dung dịch trước khi tinh chế hoặc trước khi tạo ra là trên 200 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), như từ 2.000 đến 10.000 ppm.

15. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3 hoặc điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 14 phụ thuộc vào điểm 2 hoặc 3, trong đó bước chưng cất thực hiện trong bước (B) được lựa chọn từ nhóm gồm: chưng cất tại áp suất bình thường, chưng cất trong điều kiện chân không và chưng cất hơi, hoặc tổ hợp của hai hoặc ba trong số đó.

16. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3 hoặc điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 15 phụ thuộc vào điểm 2 hoặc 3, trong đó bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới sau khi tinh chế hoặc sau khi tạo ra nồng độ amin thơm trong dung dịch là dưới 200 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

17. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3 hoặc điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 16 phụ thuộc vào điểm 2 hoặc 3, trong đó nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch sau khi tinh chế hoặc sau khi tạo ra được hiệu chỉnh nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng như từ 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.

18. Dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó nồng độ của amin thơm nêu trên là trên 200 ppm

được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), như từ 2.000 đến 10.000 ppm, trong đó leucoindigo là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, và trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1, như từ 3,5:1 đến 10:1.

19. Dung dịch nước muối leucoindigo theo điểm 18, trong đó nồng độ của muối trong dung dịch nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng như từ 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.

20. Dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó nồng độ của amin thơm là dưới 200 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, và trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1, như từ 3,5:1 đến 10:1.

21. Dung dịch nước muối leucoindigo theo điểm 20, trong đó nồng độ của muối trong dung dịch nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng như từ 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.

22. Dung dịch nước leucoindigo như được xác định trong điểm 20 hoặc 21, có thể thu được bằng phương pháp như được xác định trong điểm 16 hoặc điểm 17.

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

(D) oxy hóa dung dịch nước leucoindigo như được xác định trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 20 đến 22.

24. Phương pháp theo điểm 23, bao gồm bước (C) trước bước (D):

(C) xử lý vải dệt bằng dung dịch leucoindigo như được xác định trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 20 đến 22.

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

(I) tiến hành phương pháp như được xác định trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 17, tốt hơn là các điểm 16 hoặc 17;

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

26. Phương pháp theo điểm 25, 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 xác định theo nghĩa rộng nhất là nồng độ anilin dưới 200 ppm, hoặc dưới 100 ppm, tốt hơn dưới 80 ppm, tốt hơn nữa dưới 60 ppm, còn tốt hơn nữa dưới 40 ppm, đặc biệt dưới 30 ppm hoặc dưới 20 ppm, và đặc biệt tốt hơn nữa dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm, nồng độ 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 dưới 200 ppm hoặc 100 ppm, tốt hơn dưới 80 ppm, tốt hơn nữa là dưới 60 ppm, còn tốt hơn nữa là dưới 40 ppm, đặc biệt là dưới 30 ppm hoặc dưới 20 ppm, và đặc biệt tốt hơn nữa là dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm, nồng độ 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 tạo ra dung dịch nước muối leucoindigo từ indigo chứa amin thơm, cụ thể là anilin hoặc anilin và N-metylanilin. Về mặt này, indigo được cho tiến hành khử bằng cách sử dụng tác nhân khử thích hợp với sự có mặt của các lượng thích hợp của natri hydroxit và kali hydroxit.

Do đó, phương pháp bao gồm bước (A):

(A) cho hỗn hợp nước bao gồm indigo mà nó chứa amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin tiến hành quá trình khử với sự có mặt của natri

hydroxit và kali hydroxit để sinh ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri hydroxit trên kali hydroxit nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1.

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.

Phương pháp khử ưu tiên 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 sắc 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, tỷ lệ mol của natri hydroxit trên kali hydroxit nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1.

Theo phương án ưu tiên, tỷ lệ mol của natri hydroxit trên kali hydroxit nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1.

Theo phương án ưu tiên hơn nữa, tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 5:1 đến 7:1.

Các tỷ lệ nêu trên cũng được phát hiện trong muối leucoindigo được tinh chế theo phương pháp của sáng chế như được xác định trong khía cạnh thứ hai và thứ ba dưới đây, và sử dụng muối leucoindigo được tạo ra theo khía cạnh thứ nhất.

Lượng natri hydroxit và kali hydroxit được sử dụng trong bước (A) 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, 1,5 đến 2,5 mol kiềm được sử dụng

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

Có thể cung cấp lượng kiềm 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.

Sau khi điều chế dung dịch nước muối leucoindigo thô, dung dịch này có thể được tinh chế bằng phương pháp tinh chế thích hợp. Các phương pháp đã biết trong lĩnh vực đã nêu trong phần tình trạng kỹ thuật có thể được sử dụng, tức là, (a) chưng cất, (b) chưng cất hơi, (c) chiết, (d) cất bằng khí trơ, (e) đưa dung dịch nước muối leucoindigo vào dòng tinh chế hoặc (f) tổ hợp của hai hoặc nhiều trong số đó. Điều này có nghĩa rằng, amin thơm nêu trên ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin có thể được loại bỏ để sinh ra dung dịch nước muối leucoindigo tinh chế hoặc dung dịch leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin.

Do đó, trong khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến phương pháp tinh chế dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1, phương pháp bao gồm bước (B):

(B) cho dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên tiến hành bước tinh chế được lựa chọn từ nhóm gồm

- (a) chưng cất,
- (b) chưng cất hơi,
- (c) chiết,
- (d) cất bằng khí trơ,
- (e) cho dung dịch muối leucoindigo tiến hành xử lý kiểu dòng tinh chế,

(f) hoặc tiến hành tổ hợp của hai hoặc nhiều bước nêu trên.

Theo khía cạnh thứ ba, 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-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 ít nhất bước (B):

(B) cho dung dịch nước leucoindigo bao gồm (các) amin thơm nêu trên tiến hành bước tinh chế được lựa chọn từ nhóm gồm

(a) chưng cất

(b) chưng cất hơi

(c) chiết

(d) cất bằng khí trơ

(e) cho dung dịch muối leucoindigo tiến hành xử lý kiểu dòng tinh chế

(f) hoặc tiến hành tổ hợp của hai hoặc nhiều bước nêu trên.

Phương pháp tinh chế theo bước (B) được tiến hành không có mặt oxy để tránh sự oxy hóa không thích hợp của muối leucoindigo thành indigo.

Theo một phương án, phương pháp đòi hỏi rằng, trước bước (B), dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin được cung cấp. Ngoài ra, muối leucoindigo nêu trên cần phải được cung cấp ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1.

Theo phương án ưu tiên, tỷ lệ nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1.

Tốt hơn nữa là tỷ lệ nằm trong khoảng từ 5:1 đến 7:1.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “natri” và “kali” để chỉ các cation của chúng.

Dung dịch nước muối leucoindigo sử dụng trong bước (B) nêu trên có thể được tạo ra theo phương pháp được xác định trong khía cạnh thứ nhất.

Do đó, phương pháp có thể bao gồm thêm bước (A) trước bước (B):

(A) cho hỗn hợp nước bao gồm indigo mà nó chứa amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin tiến hành quá trình khử, tốt hơn là quá trình hydro hóa, với sự có mặt của natri hydroxit và kali hydroxit, để sinh ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri hydroxit trên kali hydroxit nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1.

Theo một phương án của khía cạnh thứ nhất, khía cạnh thứ hai và khía cạnh thứ ba, nồng độ của amin thơm trong dung dịch nước muối leucoindigo thô thu được trong bước (A) hoặc được sử dụng trong bước (B) trước khi tinh chế hoặc trước khi tạo ra là trên 200 ppm, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch.

Theo phương án khác, nồng độ của amin thơm nêu trên là trên 500 ppm hoặc 1.000 ppm hoặc 1.500 ppm hoặc 2.000 ppm hoặc 2.500 ppm hoặc 3.000 ppm hoặc 3.500 ppm hoặc 4.000 ppm. Theo một phương án, nồng độ trước khi chưng cất nằm trong khoảng từ 2.000 đến 10.000 ppm.

Theo một phương án, nồng độ của anilin trong dung dịch nằm trong khoảng từ 2.000 ppm đến 2.500 ppm, và nồng độ của N-metyl anilin nằm trong khoảng từ 1.000 ppm đến 1.500 ppm.

Theo một phương án, bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới khi nồng độ của amin thơm sau khi tinh chế hoặc sau khi tạo ra là dưới 200 ppm, hoặc dưới 100 ppm hoặc dưới 50 ppm hoặc dưới 20 ppm hoặc dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm như được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Thuật ngữ “dưới 100 ppm hoặc dưới 100 ppm hoặc dưới 50 ppm hoặc dưới 20 ppm hoặc dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm” bao hàm giới hạn dưới mà tại đó, amin thơm không còn có thể phát hiện được nữa, tức là, 0 ppm được đo theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Theo một phương án, bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới khi nồng độ của anilin dưới 200 ppm.

Theo một phương án, bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới khi nồng độ của N-metylanilin dưới 20 ppm.

Theo một phương án, bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới khi nồng độ của anilin dưới 200 ppm, và nồng độ của N-metylanilin dưới 20 ppm, trong đó tổng khối lượng của các amin không vượt quá 200 ppm.

Theo phương án ưu tiên, bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới khi nồng độ của anilin dưới 40 ppm, và nồng độ của N-metylanilin dưới 5 ppm.

Theo phương án ưu tiên hơn nữa, bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới khi nồng độ của anilin dưới 20 ppm, và nồng độ của N-metylanilin không còn có thể phát hiện được nữa.

Theo phương án ưu tiên khác nữa, bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới khi nồng độ của anilin dưới 10 ppm, và nồng độ của N-metylanilin không còn có thể phát hiện được nữa.

(a) Chung cất

Theo phương án ưu tiên, việc tinh chế được tiến hành bằng cách (a) chung cất.

Chung cất cũng có thể được tiến hành với sự có mặt của dòng khí trơ như nitơ. Do vậy, dung dịch được chung cất và được cất đồng thời.

Trong khi chưng cất, amin thơm nêu trên được loại bỏ cùng với nước dưới dạng hỗn hợp đồng sôi.

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

Theo phương án khác, bước chưng cất được tiến hành trong điều kiện chân không.

Theo phương án khác, bước chưng cất được tiến hành trong điều kiện áp suất.

Theo một phương án, bước chưng cất được tiến hành sử dụng cột chưng cất.

Thuật ngữ “cột chưng cất” như được sử dụng ở đây được sử dụng đồng nghĩa với các thuật ngữ như “tháp chưng 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 cột trụ đứng. Đường kính của cột không bị giới hạn. Tốt hơn cột có đường kính nằm trong khoảng từ 30 cm đến 3 mét và chiều cao nằm trong khoảng từ khoảng 6 mét đến 60 mét.

Theo một phương án, dung dịch leucoindigo cần tinh chế được cấp vào cột gần phần giữa hoặc tại phần giữa của 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 nhiều hồi lưu và/hoặc càng nhiều khay được cung cấp, 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, 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 điển hình được ngưng tụ và thu gom.

Dung dịch leucoindigo tinh chế được thu gom ở đáy cột.

Theo một phương án, dung dịch leucoindigo tinh chế nêu trên được cấp lại cho cột và được tái chưng cất.

Theo phương án khác, nếu cần thiết, nước cũng có thể được cấp vào cột để thay thế nước mà đã được chưng cất ở phần cất đỉnh tháp.

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.

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

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 tương đương 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 một phương án, trước bước tinh chế hoặc trước bước thao tác 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 như vậy thu được trong bước (A) ở nồng độ dưới 25% khối lượng.

Do đó, theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo sử dụng trong bước (B) là dưới 25% khối lượng.

Nồng độ dưới 25% khối lượng có thể có lợi vì nếu việc tinh chế bằng cách chưng cất được chọn, thì trong quá trình chưng cất, nước và amin thơm nêu trên

được chung 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 chế có thể thu được.

(b) Chung cất hơi

Theo phương án ưu tiên khác, bước chung cất được tiến hành ở dạng (b) chung cất hơi.

Vì các amin thơm như anilin và N-metylanilin là dễ bay hơi do sự hình thành hỗn hợp đồng sôi, nên amin thơm nêu trên được loại bỏ trong bước (B) ra khỏi dung dịch muối leucoindigo thô thu được trong bước (A) cùng với nước.

Do chung cất hơi, dung dịch leucoindigo thường được pha loãng bởi hơi ngưng tụ, trong đó dung dịch pha loãng thêm thu được. Sau đó, phần nước dư có thể được chung cất ra để cô đặc dung dịch, trong đó amin thơm khác có thể được loại bỏ.

Theo phương án ưu tiên, nồng độ của dung dịch muối leucoindigo thu được trong bước (B) được hiệu chỉnh nằm trong khoảng từ 15 đến 45% khối lượng, tốt hơn từ 25 đến 45% khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, tốt hơn nữa từ 25 đến 35% khối lượng.

Theo một phương án, sự thiết đặt này có thể được thực hiện bằng cách bổ sung hoặc loại bỏ nước, nếu cần thiết, ví dụ, bằng cách bổ sung nước vào dung dịch mà đã được cô đặc bằng cách chung cất còn khoảng trên 45% khối lượng, hoặc bằng cách chung cất dung dịch mà đã được pha loãng do chung cất hơi tới nồng độ dưới 25% khối lượng.

Theo một phương án, bước (B) được tiến hành sao cho nồng độ của leucoindigo ở dạng muối natri và kali hỗn hợp trong dung dịch sau khi tinh chế là trên 15%, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, tốt hơn từ 25 đến 45% khối lượng, tốt hơn nữa từ 25 đến 35% khối lượng.

Theo phương án khác, bước (B) được tiến hành sao cho nồng độ của amin thơm sau khi tinh chế hoặc sau khi tạo ra dưới 200 ppm như dưới 100 ppm hoặc dưới 50 ppm hoặc dưới 20 ppm hoặc dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, và nồng độ của leucoindigo ở dạng muối natri và kali hỗn hợp trong dung dịch là trên 25%, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, tốt hơn từ 25 đến 45% khối lượng, tốt hơn nữa từ 25 đến 35% khối lượng.

(c) Chiết

Theo phương án ưu tiên khác, việc tinh chế được tiến hành ở dạng (c) chiết.

Thuật ngữ “chiết” như được sử dụng ở đây để chỉ chiết lỏng - lỏng mà nhờ đó, anilin hoặc anilin và N-metylanilin được chiết từ dung dịch leucoindigo.

Ví dụ về các dung môi thích hợp để chiết bao gồm tất cả các dung môi cơ bản không hòa tan trong nước, các dung môi này trở trong các điều kiện tinh chế, như hydrocacbon, halohydrocacbon, ete hoặc các rượu hoặc hỗn hợp của các dung môi nêu trên.

Ví dụ cụ thể về các dung môi thích hợp là cloroform, dicloetylen, percloetylen, diclofloetylen, clobenzen, metyl isopropyl ete, metyl isobutyl ete, n-butyl ete, diisoamyl ete, n-hexanol, n-octanol, 2-etylhexanol, n-nonanol, n-decanol, isononanol (hỗn hợp đồng phân), isodecanol (hỗn hợp đồng phân), hexan, xyclohexan, octan, decan, ete dầu mỏ có khoảng điểm sôi thích hợp, toluen, xylen, dietyl keton, metyl isobutyl keton, di-n-butyl keton hoặc xyclohexanon và cả các hỗn hợp của chúng.

Các dung môi được ưu tiên đặc biệt là xylen, toluen và 2-etylhexanol.

Theo một phương án, dung dịch nước leucoindigo kiểm thu được sau khi khử indigo được chiết ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 100°C, tốt hơn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 70°C, bằng dung môi hữu cơ trơ.

Theo một phương án, tỷ lệ pha của dung dịch leucoindigo trên dung môi là từ 1:1 đến 1:3.

Theo phương án khác, thời gian chiết nằm trong khoảng từ 10 đến 30 phút.

Dung môi sử dụng để chiết, dung môi này chứa các tạp chất có thể chiết được, có thể được tái chưng cất và sau đó lại được sử dụng làm dung môi chiết.

Quy trình có thể được thực hiện theo mẻ hoặc liên tục.

Theo phương án ưu tiên, việc chiết được tiến hành sử dụng bộ chiết ly tâm.

Thuật ngữ “bộ chiết ly tâm” như được sử dụng ở đây được sử dụng đồng nghĩa với các thuật ngữ như “khởi động từ ly tâm” hoặc “khởi động từ ly tâm dạng vành”.

Bộ chiết ly tâm sử dụng hoạt động quay của rôto bên trong máy ly tâm để trộn hai chất lỏng không thể trộn lẫn được bên ngoài rôto, tức là, dung dịch nước leucoindigo và dung môi không hòa tan trong nước được sử dụng để chiết, và để tách các chất lỏng trong trường trọng lực bên trong rôto. Phương thức này, bộ chiết ly tâm sinh ra sự chiết liên tục anilin hoặc anilin và N-metylanilin từ một pha lỏng, tức là, dung dịch leucoindigo, thành pha lỏng khác, tức là, dung môi hữu cơ không hòa tan trong nước.

(e) Cho dung dịch leucoindigo tiến hành xử lý dòng tĩnh chế

Theo phương án ưu tiên khác, việc tĩnh chế được tiến hành ở dạng (e) cho dung dịch leucoindigo tiến hành xử lý dòng tĩnh chế.

Phương pháp bao gồm ít nhất các bước từ (α) đến (γ):

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

Theo một phương án, 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-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 ít nhất các bước từ (α) đến (ϵ):

- (α) chuẩn bị dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm các amin này;
- (β) cung cấp dòng tinh chế;
- ($\gamma 1$) cung cấp dòng chất lỏng nêu trên và
- ($\gamma 2$) cung cấp dòng tinh chế nêu trên
vào trong thiết bị được cấu hình để cho dòng chất lỏng nêu trên tiếp xúc với dòng tinh chế nêu trên;
- (δ) xả ra từ thiết bị ít nhất một phần của dòng tinh chế nêu trên mà nó đã tiếp xúc với dòng chất lỏng nêu trên; và
- (ϵ) xả ra từ thiết bị ít nhất một phần của dòng chất lỏng nêu trên mà nó đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế nêu trên.

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 tới thiết bị được sử dụng trong bước ($\gamma 1$).

Ngoài ra, theo sáng chế, bước (β) yêu cầu cung cấp dòng tinh chế. Việc cung cấp nêu trên tốt hơn được tiến hành bằng cách xả chất lỏng tinh chế hoặc hơi tinh chế thích hợp từ ngăn chứa bảo quản tương ứng. Chất lỏng hoặc hơi tinh chế 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 hoặc hơi được hướng thông qua một ống tới thiết bị được sử dụng trong bước (γ 2).

Thuật ngữ “dòng tinh chế” được nêu trong bước (β) để chỉ chất bất kỳ thích hợp để loại bỏ 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, dòng tinh chế nêu trên có thể là chất lỏng, tức là, chất lỏng tinh chế. Tốt hơn, đối với chất lỏng tinh chế, các dung môi có thể được sử dụng như nêu ở trên trong mục (c) chiết. Do đó, trong phương án nêu trên, (e) việc đưa dung dịch leucoindigo vào dòng tinh chế có thể được tiến hành ở dạng (c) chiết.

Theo phương án ưu tiên, dòng tinh chế nêu trên được sinh ra từ hơi mà tiếp theo cũng có thể được gọi là hơi tinh chế.

Hơi nêu trên có thể được sinh ra và được duy trì trong điều kiện áp suất trong ngăn chứa thích hợp, trong đó khi giải phóng hơi từ ngăn chứa nêu trên, hơi nêu trên là trong điều kiện chảy, do vậy, tạo thành dòng. Tốt hơn, hơi giải phóng được hướng thông qua một ống tới thiết bị được sử dụng trong bước (γ 2).

Thuật ngữ “hơi” như được sử dụng ở đây bao hàm hoặc để chỉ chất hoặc hợp chất ở pha khí. Điển hình, hơi nêu trên được tạo ra bằng cách gia nhiệt chất hoặc hợp chất ở trên điểm sôi của nó. Thuật ngữ “hơi” cũng bao hàm hợp chất hoặc chất mà có mặt ở dạng giọt nhỏ được phân tán trong pha khí, và do vậy, tạo thành son khí.

Theo một phương án, hơi hoặc dòng hơi nêu trên là hoặc bao gồm khí trơ.

Theo phương án khác, hơi hoặc dòng hơi nêu trên là hoặc bao gồm dung môi hữu cơ thể khí mà nó không trộn lẫn với nước.

Theo phương án khác nữa, hơi hoặc dòng hơi nêu trên là hoặc bao gồm hơi nước.

Do đó, theo một phương án, hơi hoặc dòng hơi nêu trên là hoặc bao gồm khí trơ, dung môi hữu cơ thể khí mà không trộn lẫn với nước, hoặc hơi nước, hoặc hai hoặc ba trong số đó.

Khí trơ thích hợp là nitơ.

Dung môi hữu cơ thể khí mà không trộn lẫn với nước có thể được chọn từ hydrocacbon.

Theo một phương án, nếu dòng tinh chế nêu trên là hoặc bao gồm khí trơ, (e) việc đưa dung dịch leucoindigo vào dòng tinh chế có thể được tiến hành ở dạng (d) cất bằng khí trơ.

Theo phương án khác, nếu dòng tinh chế nêu trên là hoặc bao gồm dung môi hữu cơ thể khí mà không trộn lẫn với nước, (e) việc đưa dung dịch leucoindigo vào dòng tinh chế có thể được tiến hành ở dạng (d) cất bằng dung môi hữu cơ thể khí mà không trộn lẫn với nước.

Thuật ngữ “hơi nước” như được sử dụng ở đây để chỉ nước hóa hơi.

Theo phương án ưu tiên, hơi hoặc dòng hơi nêu trên bao gồm hơi nước hoặc là hơi nước.

Theo một phương án, nếu dòng tinh chế nêu trên là hoặc bao gồm hơi nước, (e) việc đưa dung dịch leucoindigo vào dòng tinh chế có thể được tiến hành ở dạng (b) chưng cất hơi.

Theo một phương án, hơi hoặc dòng hơi nêu trên bao gồm hơi nước và nitơ hoặc chỉ gồm hơi nước và nitơ.

Theo một phương án, hơi nêu trên được sinh ra bằng cách gia nhiệt nước trong một bình áp suất tới nhiệt độ 100°C hoặc cao hơn 100°C . Hơi nước áp lực cao tại xấp xỉ 10 bar (1,000 kPa) và 200°C , hoặc hơi nước áp lực thấp tại xấp xỉ 0,5 bar (50 kPa) và 100°C có thể được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế.

Theo phương án ưu tiên, hơi nước nêu trên ngoài ra hoặc theo cách khác, được sinh ra bằng cách gia nhiệt ít nhất một phần của dòng chất lỏng mà đã được xả ra từ thiết bị theo bước (ϵ). Để gia nhiệt, ví dụ, bộ trao đổi nhiệt có thể được sử dụng.

Theo một phương án, lượng nhiệt đưa vào thiết bị được sinh ra từ dòng tinh chế được cấp theo bước ($\gamma 2$) và nhiệt đưa vào cùng với dòng chất lỏng được cấp theo bước ($\gamma 1$) được điều chỉnh sao cho nó tương đương lượng nhiệt được loại bỏ trong các bước (δ) và (ϵ) vì việc bổ sung thừa hoặc không đủ nhiệt vào thiết bị 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 thiết bị được sinh ra từ phần được gia nhiệt của dòng chất lỏng mà đã được xả ra từ thiết bị theo bước (ϵ) và nhiệt đưa vào cùng với dòng chất lỏng được cấp theo bước ($\gamma 1$) được điều chỉnh sao cho nó tương đương lượng nhiệt được loại bỏ trong các bước (δ) và (ϵ) vì việc bổ sung thừa hoặc không đủ nhiệt vào thiết bị 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 ($\gamma 1$) và ($\gamma 2$) đòi hỏi việc cấp dòng chất lỏng và dòng tinh chế vào trong thiết bị được cấu hình để cho dòng chất lỏng nêu trên tiếp xúc với dòng tinh chế nêu trên như dòng hơi.

Theo một phương án, thiết bị nêu trên bao gồm cửa nạp dòng chất lỏng hoặc các cửa nạp dòng chất lỏng để cấp dòng chất lỏng, và cửa nạp dòng tinh chế hoặc

các cửa nạp dòng tinh chế như cửa nạp dòng hơi hoặc các cửa nạp dòng hơi để cấp dòng tinh chế như dòng hơi.

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

Theo một phương án, (các) cửa nạp dòng chất lỏng được bố trí ở đáy của thiết bị, và (các) cửa nạp dòng tinh chế ở đỉnh, hoặc ngược lại.

Theo phương án khác, (các) cửa nạp dòng chất lỏng được bố trí ở các thành bên của thiết bị, và (các) cửa nạp dòng tinh chế ở đáy hoặc đỉnh của thiết bị.

Theo phương án khác, (các) cửa nạp dòng tinh chế được bố trí ở các thành bên của thiết bị, và (các) cửa nạp dòng chất lỏng ở đáy hoặc đỉnh của thiết bị.

Tốt hơn, (các) cửa nạp dòng tinh chế 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 thiết bị được nạp một phần hoặc hoàn toàn bằng chất lỏng xuất phát từ dòng chất lỏng, và (các) cửa nạp dòng tinh chế được bố trí sao cho dòng tinh chế được cấp nhất thiết phải chảy qua chất lỏng.

Theo phương án khác, (các) cửa nạp dòng chất lỏng và cửa nạp dòng tinh chế được bố trí sao cho các dòng bắt 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 tinh chế giống nhau, tức là, các dòng được cấp thông qua cửa chung hoặc các cửa chung.

Theo phương án khác, thiết bị chứa phương tiện để dẫn hướng dòng chất lỏng và dòng tinh chế 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 “tấm” 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 độn”.

Theo sáng chế, bước (δ) yêu cầu việc xả từ thiết bị ít nhất một phần của dòng tinh chế nêu trên như dòng hơi mà nó đã tiếp xúc với dòng chất lỏng nêu trên.

Do đó, theo một phương án, thiết bị nêu trên bao gồm cửa xả dòng tinh chế hoặc các cửa xả dòng tinh chế để xả ít nhất một phần của dòng tinh chế nêu trên mà nó đã tiếp xúc với dòng chất lỏng nêu trên.

Ngoài ra, theo sáng chế, bước (ε) yêu cầu việc xả từ thiết bị ít nhất một phần của dòng chất lỏng nêu trên mà nó đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế nêu trên như dòng hơi.

Do đó, theo một phương án, thiết bị nêu trên bao gồm cửa xả dòng chất lỏng hoặc các cửa xả dòng chất lỏng để xả ít nhất một phần của dòng chất lỏng nêu trên mà nó đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế nêu trên như dòng hơi.

Về cơ bản, các cửa xả có thể được bố trí theo cách đã được thảo luận liên quan đến dòng tinh chế và các cửa nạp dòng chất lỏng, tức là, ở đáy, ở đỉnh, hoặc ở các thành bên của thiết bị.

Theo phương án ưu tiên, (các) cửa nạp dòng tinh chế được bố trí ở phần dưới của thiết bị, và (các) cửa nạp dòng chất lỏng được bố trí ở phần trên của thiết bị.

Theo phương án ưu tiên tương ứng, (các) cửa xả dòng tinh chế như (các) cửa xả hơi được bố trí ở phần trên của thiết bị, và (các) cửa xả dòng chất lỏng được bố trí ở phần dưới của thiết bị.

Theo phương án đặc biệt ưu tiên, (các) cửa nạp dòng tinh chế được bố trí ở đáy của thiết bị, và (các) cửa nạp dòng chất lỏng được bố trí ở đỉnh của thiết bị.

Theo phương án đặc biệt được ưu tiên tương ứng, (các) cửa xả dòng tinh chế được bố trí ở đỉnh của thiết bị, và (các) cửa xả dòng chất lỏng được bố trí ở đáy của thiết bị.

Do đó, theo phương án ưu tiên, dòng chất lỏng và dòng tinh chế nêu trên như dòng hơi là các dòng ngược chiều.

Theo phương án ưu tiên hơn nữa, dòng chất lỏng và dòng tinh chế nêu trên như dòng hơi là các dòng ngược chiều, trong đó dòng chất lỏng chảy xuôi xuống, và dòng tinh chế chảy hướng lên trên.

Dòng tinh chế như dòng hơi được xả từ (các) cửa xả tinh chế như (các) cửa xả hơi bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin.

Kết quả của phương pháp theo sáng chế là, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin của dòng chất lỏng được xả theo bước (ϵ) từ (các) cửa xả dòng chất lỏng là thấp hơn nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin của dòng chất lỏng được cấp cho thiết bị theo bước (γ_1) thông qua (các) cửa nạp dòng chất lỏng.

Theo một phương án, nhiệt độ và tốc độ dòng của dòng tinh chế như dòng hơi được cấp vào trong thiết bị theo bước (γ_2) được chọn sao cho tỷ lệ tách thấp hơn 70%.

Thuật ngữ “tỷ lệ tách” như được sử dụng ở đây để chỉ tỷ lệ của tổng lượng của dòng tinh chế như dòng hơi được xả từ thiết bị theo bước (δ) trên tổng lượng của dòng chất lỏng được cấp cho thiết bị theo bước (γ_1) biểu diễn theo % (dòng chất lỏng được cấp cho thiết bị theo bước (γ_1) = 100 %).

Theo phương án ưu tiên, tỷ lệ tách thấp hơn 60%, tốt hơn nữa thấp hơn 40%, còn tốt hơn nữa thấp hơn 30% hoặc thấp hơn 20% hoặc thấp hơn 10%.

Theo phương án ưu tiên khác, tỷ lệ tách nằm trong khoảng 60 đến 5%, tốt hơn nữa 50 đến 5% hoặc 40 đến 5% hoặc 30 đến 5% hoặc 20 đến 5% hoặc 10 đến 5%.

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, thiết bị 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.

Theo phương án ưu tiên, thiết bị được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế là cột hoặc bao gồm cột.

Các cột

Thuật ngữ “cột” như được sử dụng trong (e) đưa dung dịch leucoindigo vào dòng tinh chế bao gồm thành phần cấu trúc rỗng, tốt hơn thành phần trụ rỗng, trong đó chiều dài dài hơn đường kính. Cả đường kính cũng như 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.

Tốt hơn, đường kính nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4 mét.

Tốt hơn, chiều dài nằm trong khoảng từ 1 đến 50 mét như 1 đến 30 mét.

Theo phương án khác, 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, cột được xác định ở đây được thiết kế ở dạng thẳng.

Theo phương án khác, cột như được xác định ở đây được thiết kế không ở dạng thẳng.

Theo phương án khác, cột được bố trí theo cách nằm ngang.

Theo phương án khác, cột được bố trí theo cách thẳng đứng.

Theo phương án khác, cột được cung cấp ở dạng cuộn.

Việc bố trí theo cách thẳng đứng là được ưu tiên.

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 thể như pha hơi xuất phát từ dòng tinh thể 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. Số lượng nêu trên 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.

Nếu hơi nước được sử dụng để tinh chế hoặc hơi được cấp theo bước (γ_2), anilin được đi kèm với nước khi rời khỏi cột trong pha hơi theo bước (δ). Hơi bao gồm anilin và hơi nước xuất phát từ cột có thể được ngưng tụ và làm lạnh. Sau đó, phần ngưng tụ có thể được tách riêng trong pha nước, bao gồm nước và anilin.

Một số phần ngưng tụ có thể được đưa trở lại đỉnh cột, ở đó nó được sử dụng để làm tách rơi các giọt nhỏ và tùy ý các chất rắn trong pha hơi, pha này cần phải rời 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.

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 (γ_1) và (γ_2) được lựa chọn từ nhóm gồm cột đĩa, cột nhồi, và cột bong bóng, hoặc hai hoặc ba trong số đó, 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”.

Cột đĩa, cột nhồi, và cột bong bóng 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 và dây hoặc các dây mà được thiết kế ở dạng cột bong bóng 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 bong bóng 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 nhồi và dây hoặc các dây mà được thiết kế ở dạng cột bong bóng nhằm để tối ưu hóa thêm phương pháp.

Theo phương án khác, nhiều cột đĩa, cột nhồi, hoặc cột bong bóng tương ứng được kết nối hàng loạt nhằm để tối ưu hóa thêm phương pháp.

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

Theo phương án khác, cột nhồi được kết nối với cột bong bóng 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, chung cất hơi hoặc cất bằng nitơ, hoặc hai hoặc nhiều trong số các phương pháp nêu trên.

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, thiết bị 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.

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 tinh chế như dòng hơi được cung cấp theo bước (β) mà được cấp vào cột theo các bước (γ_1) và (γ_2). Do vậy, hai pha chiếm ưu thế bên trong cột, cụ thể là pha hơi được sinh ra từ dòng tinh chế, và một pha lỏng được sinh ra từ dòng chất lỏng. Pha lỏng tốt hơn chảy xuống dưới qua cột thông qua trọng lực, trong khi pha hơi hướng lên phía trên. Hai pha này tiếp xúc phù hợp với các lỗ, các van hoặc các mũ bọt mà làm đầy diện tích của các đĩa. Hơi di chuyển tới đĩa cao hơn thông qua các thiết bị này, trong khi chất lỏng di chuyển tới đĩa thấp hơn thông qua ví dụ, ống xả.

Chất lỏng được thu gom ở đáy cột 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 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 phần đĩa nạp, tức là, bởi các phần bao gồm vật liệu nạp. Do đó, thiết bị được sử dụng để tinh chế là cột nhồi.

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). Do vậy, hai pha chiếm ưu thế bên trong cột, cụ thể là pha hơi được sinh ra từ dòng tinh chế, và một pha lỏng được sinh ra từ dòng chất lỏng. Pha lỏng tốt hơn chảy xuống dưới qua cột thông qua trọng lực, trong khi pha hơi hướng lên phía trên. Hai pha này tiếp xúc phù hợp với vật liệu nạp cột hoặc vật liệu độn của cột nhồi. Hơi di chuyển tới vật liệu nạp cột ở trên cao thông qua các thiết bị này, trong khi chất lỏng di chuyển tới vật liệu nạp cột ở dưới thông qua ví dụ, ống xả.

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 từ dung dịch leucoindigo.

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

Theo một phương án, các đĩa hoặc vật liệu nạp cột như được bộc lộ liên quan đến cột đĩa hoặc cột nhồi được loại bỏ ra khỏi cột.

Do đó, thiết bị có thể được thiết kế ở dạng cột bong bóng.

Thuật ngữ “cột bong bóng” như được sử dụng ở đây được sử dụng đồng nghĩa với thuật ngữ “thiết bị phản ứng cột bong bóng”.

Ở dạng đơn giản nhất của nó, cột bong bóng như được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế bao gồm trụ đứng với bộ phận phân phối hơi ở cửa nạp dòng tinh chế. Cột bong bóng như vậy có thể được thiết kế ở dạng cột bong bóng một giai đoạn.

Pha hơi cung cấp bởi dòng tinh chế hoặc dòng hơi theo bước (β) được phân tán bởi bộ phận phân phối vào trong các bong bóng đi vào pha lỏng.

Pha lỏng cung cấp bởi dòng chất lỏng theo bước (α) có thể di chuyển xuôi dòng hoặc ngược dòng với dòng của dòng hơi.

Theo một phương án, việc cấp liệu cho cột bong bóng bao gồm hoặc là dòng chất lỏng được cung cấp theo bước (α) và dòng hơi được cung cấp theo bước (B), mà được cấp vào cột theo các bước (γ_1) và (γ_2). Do vậy, hai pha chiếm ưu thế bên trong cột, cụ thể là pha hơi được sinh ra từ dòng tinh chế, và một pha lỏng được sinh ra từ dòng chất lỏng. Pha lỏng tốt hơn chảy xuống dưới qua cột thông qua trọng lực, trong khi pha hơi hướng lên phía trên.

Chất lỏng được thu gom ở đáy cột bong bóng 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 từ dung dịch leucoindigo.

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

Như đã biết, hiệu quả của cột bong bóng có thể phụ thuộc vào hình dạng và tốc độ của các bong bóng. Theo một phương án, các khoảng của tốc độ trên bề mặt chất lỏng và hơi, dựa vào diện tích cắt ngang thiết bị phản ứng trống, được chọn sao cho lần lượt nằm trong khoảng từ 0 đến 3 cm/giây và 3 đến 25 cm/giây.

Theo một phương án, cột bong bóng nêu trên tốt hơn chứa các phương tiện để điều chỉnh bong bóng, tức là, tốt hơn chứa hệ điều chỉnh dòng.

Ngoài ra, các đặc tính như tốc độ, hình dạng và diện tích của bong bóng có thể được nghiên cứu bằng các kỹ thuật xử lý hình ảnh đã biết nhằm để tối ưu hóa hiệu quả của cột bong bóng.

Theo một phương án, tỷ lệ giữa chiều dài và đường kính của thiết bị phản ứng bong bóng nằm trong khoảng từ 3 đến 10.

Theo các phương án khác, kiểu dáng của cột bong bóng một giai đoạn có thể được thay đổi theo các cột tương ứng đã biết trong lĩnh vực.

Theo một phương án, cột bong bóng có thể được thiết kế ở dạng cột bong bóng nhiều giai đoạn, tức là, tầng cột bong bóng. Theo một phương án, tầng nêu trên có thể bao gồm các khay sàng.

Theo phương án khác, cột bong bóng có thể được thiết kế ở dạng thiết bị phản ứng dạng vòng như a mammoth thiết bị phản ứng dạng vòng hoặc thiết bị phản ứng dạng vòng phun.

Các dung dịch nước muối leucoindigo

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề cập đến dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó nồng độ của amin thơm trong dung dịch là trên 200 ppm, trong đó muối leucoindigo trong dung dịch là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, và trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1.

Theo một phương án, nồng độ của muối trong dung dịch chưa tinh chế là $\leq 35\%$ khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, tốt hơn từ 25 đến 35% khối lượng.

Theo phương án khác, nồng độ của muối trong dung dịch chưa tinh chế là $\leq 25\%$ khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung dịch, tốt hơn từ 15 đến 25% khối lượng.

Theo khía cạnh thứ năm, sáng chế đề cập đến dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó nồng độ của amin thơm trong dung dịch là dưới 200 ppm như dưới 100 ppm hoặc dưới 50 ppm hoặc dưới 20 ppm hoặc dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm, và trong đó leucoindigo trong dung dịch là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ trên 3:1 đến 10:1.

Theo phương án ưu tiên, nồng độ của muối trong dung dịch tinh chế là từ 5 đến 65% khối lượng như từ 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, tốt hơn nữa từ 25 đến 35% khối lượng.

Theo một phương án, sáng chế đề cập đến dung dịch nước muối leucoindigo như được xác định ở trên, có thể thu được bằng phương pháp như được xác định trong khía cạnh thứ hai.

Sử dụng dung dịch nước leucoindigo theo sáng chế

Dung dịch xác định trong khía cạnh thứ năm có thể được sử dụng để điều chế indigo.

Do vậy, theo khía cạnh thứ sáu, 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 năm

Các phương pháp oxy hóa đã biết trong lĩnh vực tương ứng có thể được sử dụng cho quá trình oxy hóa.

Theo phương án ưu tiên, quá trình oxy hóa này được tiến hành với sự có mặt của vải dệt mà đã được xử lý bằng dung dịch muối leucoindigo thu được trong phương pháp như được xác định trong khía cạnh thứ năm.

Do đó, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp tạo ra indigo, trong đó bước (D) bao gồm bước (C) trước bước (D):

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

Theo một phương án, 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 trong số các phương án 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

1311 g huyền phù nước indigo chứa 262 g indigo (nồng độ 20% khối lượng) được hydro hóa với sự có mặt của 78 g natri hydroxit và 19 g kali hydroxit và 6 g Raney-Niken ở nhiệt độ 70°C và áp suất 2 bar. Sau khi hoàn thành phản ứng, hỗn hợp phản ứng được làm lạnh và áp suất được giải phóng. Dung dịch kiềm nước chứa leucoindigo ở nồng độ 20% khối lượng dựa vào tổng khối lượng của dung dịch thu được. Hàm lượng anilin đo theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E) là 2.585 ppm và hàm lượng N-metylanilin là 1.276 ppm.

Ví dụ 2

1000 g dung dịch thu được trong ví dụ 1 được tiến hành chưng cất tại áp suất bình thường. Sau khi 540 g nước đã được chưng cất, thu được dung dịch 31% khối lượng. Dung dịch này ổn định ở nhiệt độ 23°C. Hàm lượng anilin đo theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E) là 195 ppm và hàm lượng N-metylanilin là 3,3 ppm.

Ví dụ 3 (so sánh)

1000 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 4

1.000 g nước được bổ sung vào 2.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6,5% khối lượng kim loại kiềm, 2.356 ppm anilin và 1.258 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 không thể phát hiện được theo ISO 14362-1:2017(E).

Ví dụ 5

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 không thể phát hiện được được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Ví dụ 6

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 7

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 dưới 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.

Ví dụ 8

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) được tiến hành chưng cất tại áp suất môi trường. Đồng thời với chưng cất, 3.000 ml nước được bổ sung từ từ. 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 9

Cột hình trụ nhiều đĩa có đường kính 0,10 m và chiều cao 3 m và có bố trí ở đáy cột bằng thiết bị sưởi trong nhà đặt trong điều kiện tro được nạp bằng 5-10 kg dung dịch leucoindigo sử dụng làm nguyên liệu khởi đầu của ví dụ 8. Thiết bị sưởi trong nhà được điều chỉnh sao cho chất lỏng ở đáy cột được gia nhiệt tới nhiệt độ 95 đến 110°C. Sau đó, hơi nước áp lực cao được đưa vào trong chất lỏng thông qua vòi phun ở đáy cột. Hơi thoát ra khỏi cột ở đỉnh được thu gom và ngưng tụ. Sau 2 đến 4 giờ, lượng chứa trong cột được xả ra. Dung dịch thu được không chứa anilin và không chứa N-metylanilin như được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

Ví dụ 10

Cột sử dụng trong ví dụ 9 được làm sạch và duy trì trong điều kiện khí tro. Thiết bị sưởi trong nhà được điều chỉnh sao cho chất lỏng ở đáy cột được gia nhiệt tới nhiệt độ 95 đến 110°C. Nhiệt độ được điều chỉnh trong quá trình thử nghiệm. Cột được nạp bằng 5 đến 10 kg dung dịch leucoindigo được sử dụng trong ví dụ 9. Ngoài ra, dung dịch leucoindigo được chuyển vào trong bình cấp mà bình này được duy trì ở nhiệt độ 25°C. Dung dịch được cấp vào cột bằng bơm. Đồng thời, hơi nước áp lực cao được đưa vào trong cột thông qua vòi phun ở đáy cột. Sau đó, dung dịch tinh chế được thu gom liên tục từ cột.

Các thiết đặt tinh chế, như nhiệt độ và tốc độ dòng, được chọn theo cách sao cho nhiều phần khác nhau đạt được nằm trong khoảng từ 10-60%. Cân bằng khối lượng và phần được xác định dựa vào lượng của phần chưng cất và phần còn lại được thu gom.

Các mẫu từ đáy cột được phân tích về hàm lượng anilin/N-metylanilin (NMA) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E). Dung dịch không chứa anilin và không chứa N-metylanilin như được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tạo ra dung dịch nước muối leucoindigo, phương pháp bao gồm bước (A):

(A) cho hỗn hợp nước bao gồm indigo mà nó chứa amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin tiến hành quá trình khử, tốt hơn là quá trình hydro hóa, với sự có mặt của natri hydroxit và kali hydroxit để sinh ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1.

2. Phương pháp tinh chế dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc N-metylanilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1, phương pháp này bao gồm bước (B):

(B) cho dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên tiến hành bước tinh chế được lựa chọn từ nhóm gồm

(a) chưng cất;

(b) chưng cất hơi;

(c) chiết;

(d) cất bằng khí trơ;

(e) cho dung dịch leucoindigo tiến hành tinh chế dòng;

(f) hoặc tiến hành tổ hợp của hai hoặc nhiều bước nêu trên.

3. 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 natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1, phương pháp này bao gồm ít nhất bước (B):

(B) cho dung dịch nước leucoindigo bao gồm (các) amin thơm nêu trên tiến hành bước tinh chế được lựa chọn từ nhóm gồm

- (a) chưng cất;
- (b) chưng cất hơi;
- (c) chiết;
- (d) cất bằng khí trơ;
- (e) cho dung dịch leucoindigo tiến hành tinh chế dòng;
- (f) hoặc tiến hành tổ hợp của hai hoặc nhiều bước nêu trên.

4. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3, trong đó

- (a) bước chưng cất được tiến hành sử dụng cột được cung cấp cùng với khay hoặc vật liệu nạp;
- (c) bước chiết là chiết lỏng - lỏng sử dụng bộ chiết ly tâm;
- (e) cho dung dịch leucoindigo tiến hành tinh chế dòng bao gồm ít nhất các bước từ (α) đến (γ):
 - (α) chuẩn bị dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm (các) amin này;
 - (β) cung cấp dòng tinh chế;
 - (γ) cho dòng chất lỏng nêu trên tiếp xúc với dòng tinh chế nêu trên.

5. Phương pháp theo điểm 4, trong đó bước (γ) bao gồm các bước ($\gamma 1$) và ($\gamma 2$), và phương pháp này còn bao gồm thêm các bước (δ) và (ϵ):

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

(γ2) cung cấp dòng tinh chế nêu trên

vào trong thiết bị được cấu hình để cho dòng chất lỏng nêu trên tiếp xúc với dòng tinh chế nêu trên;

(δ) xả ra từ thiết bị ít nhất một phần của dòng tinh chế nêu trên mà nó đã tiếp xúc với dòng chất lỏng nêu trên; và

(ε) xả ra từ thiết bị ít nhất một phần của dòng chất lỏng nêu trên mà nó đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế nêu trên.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó dòng chất lỏng và dòng tinh chế là các dòng ngược chiều.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 6, trong đó dòng tinh chế là dòng hơi.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó dòng hơi nêu trên bao gồm khí trơ, dung môi hữu cơ thể khí mà không trộn lẫn với nước, hoặc hơi hoặc hai hoặc ba trong số đó.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 8, trong đó thiết bị được lựa chọn từ nhóm gồm cột đĩa, cột nhồi, hoặc cột bong bóng, hoặc hai hoặc ba trong số đó, hoặc hai hoặc nhiều của bất kỳ trong số các cột nêu trên.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 9, trong đó hơi nêu trên được sinh ra bằng cách gia nhiệt ít nhất một phần của dòng chất lỏng mà đã được xả ra từ thiết bị theo bước (ε).

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 10, trong đó các bước từ (α) đến (ε) được tiến hành đồng thời.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 11, bao gồm bước (A) trước bước (B):

(A) cho hỗn hợp nước bao gồm indigo mà nó chứa amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin tiến hành quá trình khử, tốt hơn là quá trình hydro hóa, với sự có mặt của natri hydroxit và kali hydroxit để sinh ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm amin thơm nêu trên, trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, trong đó tỷ lệ mol của natri hydroxit trên kali hydroxit nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1.

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 5:1 đến 7:1.

14. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3 hoặc điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 13 phụ thuộc vào điểm 2 hoặc 3, trong đó nồng độ của amin thơm nêu trên trong dung dịch trước khi tinh chế hoặc trước khi tạo ra là trên 200 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), như từ 2.000 ppm đến 10.000 ppm.

15. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3 hoặc điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 14 phụ thuộc vào điểm 2 hoặc 3, trong đó bước chưng cất thực hiện trong bước (B) được lựa chọn từ nhóm gồm: chưng cất tại áp suất bình thường, chưng cất trong điều kiện chân không và chưng cất hơi, hoặc tổ hợp của hai hoặc ba trong số đó.

16. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3 hoặc điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 15 phụ thuộc vào điểm 2 hoặc 3, trong đó bước (B) được tiến hành miễn là hoặc thường được yêu cầu cho tới sau khi tinh chế hoặc sau khi tạo ra nồng độ amin thơm trong dung dịch là dưới 200 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E).

17. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3 hoặc điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 16 phụ thuộc vào điểm 2 hoặc 3, trong đó nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch sau khi tinh chế hoặc sau khi tạo ra được hiệu chỉnh nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng như từ 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.

18. Dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó nồng độ của amin thơm là trên 200 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), như từ 2.000 đến 10.000 ppm, trong đó leucoindigo là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, và trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1.

19. Dung dịch nước muối leucoindigo theo điểm 18, trong đó nồng độ của muối trong dung dịch nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng như từ 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.

20. Dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó nồng độ của amin thơm là dưới 200 ppm được xác định theo tiêu chuẩn ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này là ở dạng muối natri và kali hỗn hợp, và trong đó tỷ lệ mol của natri trên kali nằm trong khoảng từ 4:1 đến 8:1.

21. Dung dịch nước muối leucoindigo theo điểm 20, trong đó nồng độ của muối trong dung dịch nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng như từ 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.

22. Dung dịch nước muối leucoindigo như được xác định trong điểm 20 hoặc 21, có thể thu được bằng phương pháp như được xác định trong điểm 16 hoặc 17.

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

(D) oxy hóa dung dịch nước leucoindigo như được xác định trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 20 đến 22.

24. Phương pháp theo điểm 23, bao gồm bước (C) trước bước (D):

(C) xử lý vải dệt bằng dung dịch leucoindigo như được xác định trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 20 đến 22.

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

(I) tiến hành phương pháp như được xác định trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 17, tốt hơn là trong điểm 16 hoặc 17;

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

26. Phương pháp theo điểm 25, bao gồm bước (II) trước bước (III):

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