



(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)



1-0041696

(51)⁷ C01F 5/10; C01F 5/06; C12P 7/40;
C07C 51/00; C01B 13/18

(13) B

(21) 1-2016-00336

(22) 02/07/2014

(86) PCT/EP2014/064059 02/07/2014

(87) WO2015/000956 08/01/2015

(30) 13174834.5 03/07/2013 EP

(45) 25/11/2024 440

(43) 25/04/2016 337A

(73) PURAC BIOCHEM BV (NL)

Arkelsedijk 46 NL-4206 AC Gorinchem, Netherlands

(72) DE VRIES Johannes Jeichinus (NL); FREDIANSYAH Raymon (ID); DE HAAN
André Banier (NL).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ DUNG DỊCH MAGIE CLORUA

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý dung dịch $MgCl_2$ bao gồm các bước:

- làm bay hơi dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với lượng nằm trong khoảng 5-25% khối lượng và tùy ý tạp chất hữu cơ, trong đó nước và các thành phần hữu cơ, nếu có mặt, được làm bay hơi,

- thu dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 25-35% khối lượng sau khi làm bay hơi và cấp nó vào thiết bị cô sơ bộ, nơi nó được cho tiếp xúc với dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là 300°C,

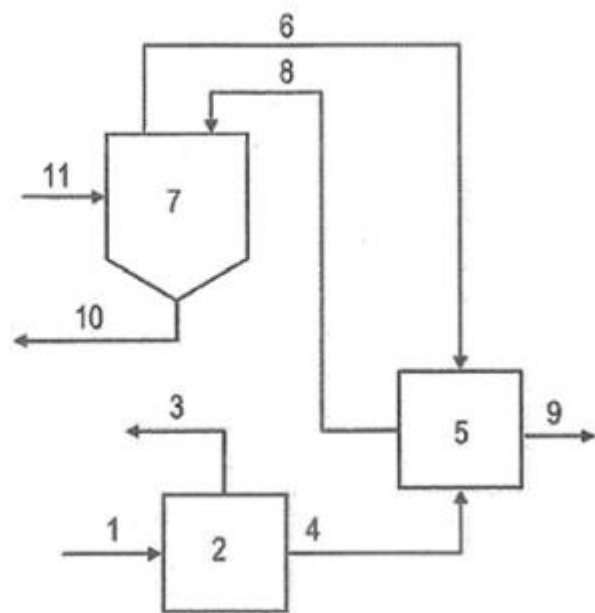
- cấp dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 35-45% khối lượng thu được từ thiết bị cô sơ bộ vào thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó thiết bị phản ứng này có nhiệt độ ít nhất là 300°C,

- lấy MgO ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt ở dạng rắn, và lấy dòng khí chứa HCl ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó dòng khí chứa HCl này có nhiệt độ ít nhất là 300°C,

- cấp dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là 300°C vào thiết bị cô sơ bộ,

- lấy dòng khí chứa HCl có nhiệt độ tối đa là 150°C ra khỏi thiết bị cô sơ bộ này.

Đã phát hiện ra rằng quy trình theo sáng chế có thể được kết hợp trong quá trình lên men theo cách để thu được quy trình ổn định và có hiệu quả.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý dung dịch magie clorua, cụ thể là dung dịch magie clorua thu được từ quy trình sản xuất các hợp chất hữu cơ bằng cách lên men.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

WO00/17378 mô tả phương pháp sản xuất axit lactic, trong đó trong quá trình lên men, dung dịch magie lactat được điều chế. Dung dịch magie lactat được axit hóa bằng HCl để tạo ra dung dịch chứa axit lactic trong dung dịch magie clorua. Axit lactic được thu hồi từ dung dịch này. Dung dịch magie clorua thu được có thể được xử lý bằng cách thủy nhiệt nó ở nhiệt độ ít nhất là 500°C để cho magie clorua phản ứng với nước nhằm tạo ra magie oxit bột và axit clohydric. Nhiệt cần thiết cho phản ứng thủy nhiệt được tạo ra bằng cách đốt cháy tại chỗ nhiên liệu. Lượng vết chất hữu cơ được thiêu.

WO2013/025106 mô tả phương pháp sản xuất axit carboxylic bằng quy trình bao gồm các bước: axit hóa muối magie của axit carboxylic bằng HCl để tạo ra axit và dung dịch magie clorua, và tách axit ra khỏi dung dịch này bằng cách kết tủa. Tài liệu này đã chỉ ra rằng dung dịch magie clorua này có thể được xử lý bằng cách phân hủy nhiệt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Đã phát hiện ra rằng trong lĩnh vực kỹ thuật này cần có phương pháp xử lý dung dịch magie clorua thích hợp để xử lý các dung dịch thu được từ quá trình lên men, đồng thời thu được quy trình hợp nhất rất ổn định và có hiệu quả.

Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý dung dịch MgCl_2 bao gồm các bước:

- làm bay hơi dung dịch nước chứa MgCl_2 với nồng độ nằm trong khoảng 5-25% khối lượng và tùy ý tạp chất hữu cơ, trong đó nước và các thành phần hữu cơ, nếu có mặt, được làm bay hơi,
- thu dung dịch nước chứa MgCl_2 với nồng độ nằm trong khoảng 25-35% khối lượng sau khi làm bay hơi và cấp nó vào thiết bị cô sơ bộ, nơi nó được cho tiếp xúc với dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là 300°C ,
- cấp dung dịch nước chứa MgCl_2 với nồng độ nằm trong khoảng 35-45% khối lượng thu được từ thiết bị cô sơ bộ vào thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó thiết bị phản ứng này có nhiệt độ ít nhất là 300°C ,
- lấy MgO ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt ở dạng rắn, và lấy dòng khí chứa HCl ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó dòng khí chứa HCl này có nhiệt độ ít nhất là 300°C ,
- cấp dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là 300°C vào thiết bị cô sơ bộ,
- lấy dòng khí chứa HCl có nhiệt độ tối đa là 150°C ra khỏi thiết bị cô sơ bộ này.

Đã phát hiện ra rằng quy trình theo sáng chế có thể được kết hợp trong quy trình lên men theo cách để thu được quy trình ổn định và có hiệu quả.

Dưới đây, sáng chế sẽ được bàn luận một cách chi tiết hơn.

Theo sáng chế, bước đầu tiên là làm bay hơi dung dịch nước chứa MgCl_2 với lượng nằm trong khoảng 5-25% khối lượng và tùy ý tạp chất hữu cơ, trong đó nước và các thành phần hữu cơ, nếu có mặt, được làm bay hơi.

Dung dịch ban đầu này chứa MgCl_2 với lượng nằm trong khoảng 5-25% khối lượng và tùy ý tạp chất hữu cơ thường được tạo ra từ quy trình sản xuất các hợp chất hữu cơ bằng cách lên men. Tùy thuộc vào bản chất của quy trình để

thu được dung dịch magie clorua, nồng độ của dung dịch này có thể thay đổi trong khoảng rộng như nêu trên. Theo một phương án, dung dịch magie clorua chứa 10-25% khối lượng $MgCl_2$, hoặc 10-20% khối lượng $MgCl_2$.

Dung dịch ban đầu này có thể chứa hoặc không chứa tạp chất hữu cơ. Thực tế, căn cứ vào nguồn nguyên liệu, rất có thể nguyên liệu sẽ chứa tạp chất hữu cơ như vậy, và đây là dấu hiệu cụ thể là của quy trình theo sáng chế mà nguyên liệu chứa tạp chất hữu cơ, cụ thể là tạp chất hữu cơ tương đối dễ bay hơi, có thể được xử lý trong quá trình lên men được hợp nhất trong quy trình này, có thể được vận hành một cách ổn định và có hiệu quả. Bản chất của tạp chất hữu cơ có thể thay đổi trong khoảng rộng. Dung dịch ban đầu có thể chứa lượng tồn dư của các hợp chất hữu cơ sản xuất được bằng cách lên men. Dung dịch ban đầu cũng có thể chứa lượng tồn dư của dung môi chiết hoặc dung môi dùng để tách hợp chất hữu cơ ra khỏi dung dịch magie clorua.

Theo một phương án, dung dịch magie clorua chứa các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi, được viết tắt là VTOC (total volatile organic compounds - tổng lượng các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi) với lượng ít nhất là 1000ppm (0,1% khối lượng). Trong bản mô tả này, các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi được xác định là các hợp chất dễ bay hơi hơn so với nước trong điều kiện của bước làm bay hơi thứ nhất. Thuật ngữ “dễ bay hơi hơn” có nghĩa là trị số phần trăm của thành phần dễ bay hơi được làm bay hơi ở bước làm bay hơi thứ nhất lớn hơn trị số phần trăm của nước được làm bay hơi ở bước làm bay hơi thứ nhất.

Tùy thuộc vào bản chất của quy trình, VTOC có thể, ví dụ, ít nhất là 0,2% khối lượng, hoặc ít nhất là 0,5% khối lượng, hoặc thậm chí là 1,0% khối lượng. Trị số tối đa là không quan trọng đối với quy trình theo sáng chế. Nói chung, nó sẽ nhỏ hơn 5% khối lượng, thông thường hơn nhỏ hơn 2,5% khối lượng.

Theo một phương án, magie clorua ban đầu được cấp cho bước làm bay hơi có tổng nồng độ hợp chất hữu cơ, được viết tắt là TOC (tổng lượng các hợp chất hữu cơ), ít nhất là 1000ppm (0,1% khối lượng). Tùy thuộc vào bản chất của quy trình, nồng độ hợp chất hữu cơ có thể, ví dụ, ít nhất là 0,2% khối lượng, hoặc ít nhất là 0,5% khối lượng, hoặc thậm chí là 1,0% khối lượng. Trị số tối đa là không quan trọng đối với quy trình theo sáng chế. Nói chung, nó sẽ nhỏ hơn 5% khối lượng, thông thường hơn nhỏ hơn 2,5% khối lượng.

Dung dịch magie clorua cũng có thể chứa các hợp chất hữu cơ không bay hơi, còn được viết tắt là NVTOC (non-volatile organic compounds). Lượng NVTOC có thể là hiệu số của TOC trừ VTOC. Tốt hơn, nếu lượng các hợp chất không bay hơi, được viết tắt là NVTOC, được hạn chế đáng kể, vì sự có mặt của chúng trong dung dịch magie clorua có thể dẫn đến việc giảm hiệu suất trong toàn bộ quy trình. Nói chung, lượng NVTOC là nhỏ hơn 2% khối lượng, tốt hơn là nhỏ hơn 1% khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 0,5% khối lượng.

Ở bước làm bay hơi, dung dịch được cô bằng cách làm bay hơi ra khỏi đó. Nếu có mặt, các thành phần hữu cơ dễ bay hơi được loại bỏ. Theo một phương án, quy trình này được tiến hành theo cách sao cho sản phẩm thu được từ bước làm bay hơi có lượng VTOC tối đa là 50% của lượng VTOC trong dung dịch nước cấp cho bước làm bay hơi thứ nhất, cụ thể là tối đa là 30%, cụ thể là hơn tối đa là 15%. Tùy thuộc vào VTOC trong dung dịch ban đầu, sản phẩm thu được từ bước làm bay hơi được cấp vào thiết bị cô sơ bộ, tốt hơn là chứa VTOC với lượng tối đa là 1000ppm (0,1% khối lượng), cụ thể là chứa VTOC với lượng tối đa là 500ppm, cụ thể là hơn chứa VTOC với lượng tối đa là 200ppm.

Lượng nước được loại bỏ tùy thuộc vào các điều kiện quy trình được áp dụng ở bước làm bay hơi, và sẽ được điều chỉnh bởi nồng độ magie clorua trong dung dịch ban đầu, có thể được biểu thị dưới dạng $[MgCl_2 \text{ ban đầu}]$ và nồng độ magie clorua mong muốn của sản phẩm cấp vào thiết bị cô sơ bộ, có thể được biểu thị dưới dạng $[MgCl_2 \text{ trong thiết bị cô sơ bộ}]$.

Mức tăng nồng độ tác động ở bước làm bay hơi trước thiết bị cô sơ bộ là $[MgCl_2 \text{ trong thiết bị cô sơ bộ}] - [MgCl_2 \text{ ban đầu}]$, và thường nằm trong khoảng từ 5% đến 30 khối lượng. Có thể tốt hơn, nếu $[MgCl_2 \text{ trong thiết bị cô sơ bộ}] - [MgCl_2 \text{ ban đầu}]$ là nằm trong khoảng từ 5 đến 20% khối lượng, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 5 đến 15% khối lượng.

Bước làm bay hơi của quy trình theo sáng chế có thể là bước làm bay hơi một giai đoạn hoặc bước làm bay hơi nhiều giai đoạn.

Việc sử dụng bước làm bay hơi nhiều giai đoạn có thể được ưu tiên trong trường hợp mà magie clorua chứa lượng đáng kể các hợp chất hữu cơ, như nêu trên. Trong trường hợp này, việc sử dụng bước làm bay hơi nhiều giai đoạn cho phép vận hành giai đoạn thứ nhất dành cho việc loại bỏ các thành phần hữu cơ dễ bay hơi và lượng nước tương đối hạn chế, với lượng lớn nước được loại bỏ ở các giai đoạn làm bay hơi tiếp theo. Điều này cho phép tạo ra, trong giai đoạn thứ nhất, dung dịch nước chứa các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi với nồng độ tương đối cao so với dòng thải từ quá trình làm bay hơi một bước, và nồng độ cao hơn này cho phép xử lý có hiệu quả hơn dung dịch nước chứa các hợp chất hữu cơ, cụ thể là chất dễ bay hơi.

Theo một phương án, bước làm bay hơi trong quy trình theo sáng chế là bước làm bay hơi nhiều giai đoạn, trong đó sản phẩm cô thu được từ giai đoạn làm bay hơi thứ nhất chứa VTOC với lượng tối đa là 50% so với mức VTOC trong dung dịch nước được cấp cho giai đoạn làm bay hơi thứ nhất, cụ thể là tối đa là

30%, cụ thể là hơn tối đa là 15%. Tốt hơn, nếu sản phẩm cô từ giai đoạn làm bay hơi thứ nhất chứa VTOC với lượng tối đa là 1000ppm (0,1% khối lượng), cụ thể là tối đa là 500ppm, cụ thể là hơn tối đa là 200ppm. Có thể tốt hơn, nếu theo phương án này, việc làm bay hơi được tiến hành theo cách sao cho mức tăng nồng độ được thực hiện ở bước làm bay hơi ($[MgCl_2 \text{ trong thiết bị cô sơ bộ}] - [MgCl_2 \text{ ban đầu}]$) tối đa là 50% được thực hiện trong giai đoạn làm bay hơi thứ nhất, với phần còn lại thu được trong giai đoạn làm bay hơi tiếp theo. Nói chung, mức tăng nồng độ ở bước làm bay hơi ít nhất là 10% được thực hiện trong giai đoạn làm bay hơi thứ nhất.

Nếu bước làm bay hơi là bước làm bay hơi nhiều giai đoạn, có thể tốt hơn nếu nó bao gồm 2-10 giai đoạn làm bay hơi, cụ thể là 2-6 giai đoạn làm bay hơi.

Bước làm bay hơi có thể được tiến hành theo nhiều cách khác nhau. Theo một phương án, bước làm bay hơi là bước làm bay hơi nhiều giai đoạn, trong đó hơi nước được lấy ra khỏi bước làm bay hơi thứ nhất và được cấp cho bước làm bay hơi tiếp theo dưới dạng chất lỏng gia nhiệt. Theo phương án này, tốt hơn nếu đối với mỗi giai đoạn làm bay hơi, trừ giai đoạn làm bay hơi thứ nhất, hơi nước được cấp từ giai đoạn làm bay hơi trước đó dưới dạng chất lỏng gia nhiệt. Theo một phương án, việc làm bay hơi nhiều giai đoạn được tiến hành trong thiết bị làm bay hơi đa dụng. Thiết bị làm bay hơi đa dụng bao gồm một hệ thống các bình làm bay hơi, trong đó mỗi bình được vận hành ở áp suất thấp hơn áp suất của bình trước đó. Vì nhiệt độ sôi của nước tăng khi áp suất giảm, hơi nước sôi thoát ra khỏi bình này có thể được sử dụng để làm nóng bình tiếp theo, và chỉ bình thứ nhất (ở áp suất cao nhất) cần đến nguồn nhiệt từ bên ngoài. Thiết bị làm bay hơi đa dụng là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và không cần phải mô tả thêm.

Theo một phương án của sáng chế, việc làm bay hơi theo kiểu nén hơi được sử dụng ở bước làm bay hơi trong quy trình theo sáng chế, hoặc trong một hoặc nhiều giai đoạn của nó. Trong việc làm bay hơi theo kiểu nén hơi, hơi nước đã được tạo ra trong quá trình làm bay hơi được nén, ví dụ, bằng cách sử dụng bơm tăng áp, máy nén hoặc máy phun hơi, để tăng áp suất. Do việc tăng áp suất dẫn đến việc tăng nhiệt độ ngưng tụ, nên hơi nước có thể được tái tuần hoàn làm phương tiện gia nhiệt dung dịch được cô, mà từ đó hơi nước được tạo ra. Quy trình này đôi khi được gọi là chưng cất nén hơi (VCD). Nếu việc nén được thực hiện bởi phương tiện cơ học, thì đôi khi quy trình này còn được gọi là nén lại hơi nước cơ học (MVR). Việc làm bay hơi theo kiểu nén hơi là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và không cần phải mô tả thêm.

Theo một phương án của sáng chế, trong đó dung dịch ban đầu chứa các thành phần hữu cơ như nêu trên, bước làm bay hơi bao gồm hai giai đoạn làm bay hơi, trong đó trong giai đoạn thứ nhất, sự giảm TOC thu được như nêu trên, với nồng độ magie clorua tăng tối đa là 50%, cụ thể là tối đa là 30%, cụ thể là hơn tối đa là 10%, tính theo tổng mức tăng nồng độ ($[MgCl_2]$ trong thiết bị cô sơ bộ) - $[MgCl_2]$ ban đầu), và trong đó giai đoạn làm bay hơi thứ hai, tác động hơn 50% tổng mức tăng nồng độ, cụ thể là ít nhất là 70%, cụ thể là hơn ít nhất là 90%, là làm bay hơi theo kiểu nén hơi.

Bước tiếp theo trong phương pháp theo sáng chế là cấp dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 25-35% khối lượng từ bước làm bay hơi đến thiết bị cô sơ bộ, nơi nó được cho tiếp xúc với dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là 300°C. Bằng cách cho dung dịch nước tiếp xúc với khí nóng, có thể thu được nhiều tác dụng. Tác dụng thứ nhất là nhiệt độ của khí chứa HCl nóng giảm từ trị số trên 300°C đến trị số tối đa là 150°C. Tác dụng thứ hai là nước được làm bay hơi, dẫn đến việc làm tăng thêm nồng độ magie clorua đến

35-45% khối lượng. Tác dụng tiếp theo đôi khi có thể xảy ra là nhiệt độ của dung dịch magie clorua tăng đến nhiệt độ tối đa là 150°C.

Dung dịch nước magie clorua với nồng độ $MgCl_2$ nằm trong khoảng 35-45% khối lượng thu được từ thiết bị cơ sở bộ được cấp cho thiết bị phản ứng thủy nhiệt. Trong thiết bị phản ứng thủy nhiệt, magie clorua phản ứng với nước để tạo ra magie oxit và HCl.

Các thiết bị thích hợp để tiến hành quá trình thủy nhiệt cũng được chỉ ra ở đây là dùng để phân huỷ nhiệt, là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, lò nung phun hoặc lò nung tầng sôi có thể được sử dụng. Ví dụ, các thiết bị như vậy có thể thu được từ các hãng SMS Siemag, Andritz, Tenova, CMI, và Chemline.

Việc sử dụng lò nung phun là được ưu tiên. Lò nung phun có chi phí năng lượng thấp (cũng so với tầng sôi lò nung), vì nó cần nhiệt độ tương đối thấp (như được mô tả dưới đây). Lò nung phun còn được dùng để tạo ra các hạt MgO có hoạt tính, các hạt này là rất thích hợp để sử dụng làm tác nhân trung hoà trong quá trình lên men. Quá trình phân huỷ nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ ít nhất là 300°C, là nhiệt độ tối thiểu mà tại đó $MgCl_2$ phân huỷ. Tốt hơn là, quá trình phân huỷ nhiệt được tiến hành ở nhiệt độ ít nhất là 350°C. Do chi phí năng lượng, tốt hơn là nhiệt độ dưới 1000°C, tốt hơn nữa nếu dưới 800°C, tốt hơn nữa nếu dưới 600°C. Ngoài ra, việc sử dụng nhiệt độ quá cao ở bước phân huỷ nhiệt là không mong muốn, vì nó sẽ làm giảm khả năng phản ứng của MgO được tạo thành, khiến cho nó ít thích hợp hơn để sử dụng làm tác nhân trung hoà trong quá trình lên men. Ví dụ, nhiệt độ mà tại đó quá trình phân huỷ nhiệt được tiến hành có thể nằm trong khoảng 350-600°C hoặc 400-500°C. Nhiệt độ này là nhiệt độ của các chất khí khi chúng được lấy ra khỏi thiết bị.

Tốt hơn là, việc phân huỷ nhiệt như được áp dụng trong sáng chế được tiến hành ở áp suất nằm trong khoảng 0,1-10 bar. Tuy nhiên, việc sử dụng áp suất

cao có thể là không mong muốn, vì tăng nguy cơ ăn mòn do HCl không thể ngưng tụ được. Tốt hơn là, quá trình phân huỷ nhiệt được tiến hành ở áp suất môi trường, cụ thể là khi sử dụng lò nung, để tránh chi phí năng lượng không cần thiết và nhu cầu về thiết bị chịu áp cao đắt tiền. Áp suất nằm trong khoảng 0,9-1 bar có thể được ưu tiên để ngăn ngừa việc thoát HCl.

Từ bước phân huỷ nhiệt, MgO được lấy ra ở dạng rắn.

Dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là 300°C được lấy ra khỏi bước phân huỷ nhiệt và được tái tuần hoàn đến thiết bị cô sơ bộ. Nhiệt độ của dòng khí chứa HCl cấp vào thiết bị cô sơ bộ là nằm trong khoảng nêu trên đối với nhiệt độ ở bước thủy nhiệt. Nồng độ HCl trong dòng khí thường nằm trong khoảng 5-15% khối lượng, cụ thể là 7-12% khối lượng. Dòng khí chứa HCl thường chứa 20-50% khối lượng nước, cụ thể là 30-45% khối lượng. Tùy thuộc vào thành phần tiếp theo, dòng khí chứa HCl thường chứa ít nhất là 25% khối lượng khí trơ, cụ thể là khí trơ được chọn từ nhóm bao gồm N_2 , CO_2 và hỗn hợp của chúng (như không khí). Điều này có thể, ví dụ, là do quá trình thủy nhiệt được tiến hành với sự có mặt của các chất khí trơ, ví dụ với sự có mặt của không khí. Nồng độ khí trơ có thể là cao hơn, ví dụ, ít nhất là 50% khối lượng. Theo một phương án, nguyên liệu khí có thể chứa 40-80% khối lượng khí nitơ. Nguyên liệu khí này có thể chứa đến 95% khối lượng khí trơ. Theo một phương án, nguyên liệu khí thu được trong quy trình thủy nhiệt $MgCl_2$ được sử dụng chứa 40-50% khối lượng N_2 , 0-5% khối lượng O_2 và 5-15% khối lượng CO_2 .

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Quy trình theo sáng chế được minh họa bằng cách dựa vào các hình vẽ sau, nhưng phạm vi của sáng chế không bị giới hạn ở các hình vẽ này.

Fig.1 là hình vẽ dạng sơ đồ minh họa các bước cơ bản của phương pháp theo sáng chế.

Fig.2 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện một phương án cải biến của phương án được thể hiện trên Fig.1, minh họa bước tách nhiều giai đoạn có thể.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được thể hiện trên Fig.1, các bước cơ bản của phương pháp theo sáng chế được minh họa. Dung dịch magie clorua được cấp qua đường (1) đến bước làm bay hơi (2). Dòng khí thải chứa nước và tùy ý các hợp chất hữu cơ được lấy ra qua đường (3). Dung dịch magie clorua sau khi cô được lấy ra qua đường (4) và cấp vào thiết bị cô sơ bộ (5). Trong thiết bị cô sơ bộ (5), dung dịch magie clorua được cho tiếp xúc với dòng khí nóng chứa HCl cấp qua đường (6). Dòng khí chứa HCl này được lấy ra khỏi thiết bị thủy nhiệt (7). Dung dịch magie clorua sau khi cô được lấy ra khỏi thiết bị cô sơ bộ (5) qua đường (8) và được cấp vào thiết bị thủy nhiệt (7). Dòng khí chứa HCl có nhiệt độ giảm được lấy ra khỏi thiết bị cô sơ bộ (5) qua đường (9). Magie oxit ở dạng rắn được lấy ra khỏi thiết bị thủy nhiệt qua đường (10). Thiết bị thủy nhiệt này được cung cấp khí nóng, ví dụ, khí đốt qua đường (11).

Như được thể hiện trên Fig.2, một phương án cải biến của phương án được thể hiện trên Fig.1 được minh họa, trong đó có bước tách nhiều giai đoạn. Trên Fig.2, dung dịch magie clorua được cấp qua đường (1) đến giai đoạn làm bay hơi thứ nhất (21). Dòng (31) chứa nước và, trong trường hợp được minh họa, các thành phần hữu cơ, được lấy ra khỏi bước tách thứ nhất (21) và cấp vào bước tách (32), trong đó nó được tách ra để tạo ra phần nước, được lấy ra qua đường (33) và phần hữu cơ, được lấy ra qua đường (34). Bước tách (32) có thể được tiến hành theo các cách đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, bằng cách ngưng tụ, tách pha, ví dụ, thông qua việc lắng gạn, hoặc chưng cất.

Phương pháp tách thích hợp sẽ phụ thuộc vào loại và lượng tạp chất hữu cơ. Chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ biết cách chọn phương pháp tách thích hợp. Dung dịch magie clorua sau khi cô được lấy ra khỏi giai đoạn tách thứ nhất (21), và cấp vào giai đoạn tách thứ hai (23). Nước được làm bay hơi, và được lấy ra qua đường (35). Cần lưu ý rằng vì các hợp chất hữu cơ là chất dễ bay hơi hơn so với nước, nên phần lớn, nếu không phải là tất cả, các hợp chất hữu cơ được loại bỏ ra khỏi hệ thống này ở thiết bị làm bay hơi thứ nhất. Do đó, việc cung cấp hơi nước (35) cho thiết bị tách sẽ nói chung là không cần thiết.

Trên Fig.2, hai giai đoạn tách được thể hiện. Như sẽ dễ dàng hiểu được bởi chuyên gia trong lĩnh vực này, có thể sử dụng một giai đoạn tách thứ hai (23), để loại bỏ nước, nhưng cũng có thể sử dụng nhiều hơn một giai đoạn, ví dụ 2-6 giai đoạn trong số các giai đoạn loại bỏ nước tiếp theo. Để có thêm thông tin về cách có thể tiến hành bước làm bay hơi hoặc các giai đoạn, xin tham khảo phần nêu trên.

Như nêu trên đây, quy trình theo sáng chế đặc biệt là thích hợp để kết hợp trong phương pháp sản xuất các thành phần hữu cơ, cụ thể là axit carboxylic bằng cách sử dụng bước lên men.

Do đó, theo một phương án, sáng chế đề cập đến quy trình bao gồm các bước:

- lên men nguồn cacbon để tạo ra axit carboxylic, trong đó bước lên men bao gồm các bước lên men nguồn cacbon bằng vi sinh vật trong canh lên men để tạo ra axit carboxylic và trung hoà ít nhất một phần axit carboxylic bằng cách bổ sung bazơ magie được chọn từ magie oxit và magie hydroxit, nhờ đó thu được magie carboxylat,
- axit hóa magie carboxylat, trong đó magie carboxylat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua,

- cho hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua này trải qua bước tách, để tạo ra dòng thải chứa axit carboxylic và dung dịch magie clorua,
- làm bay hơi dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với lượng nằm trong khoảng 5-25% khối lượng và tùy ý tạp chất hữu cơ, trong đó nước và các thành phần hữu cơ, nếu có mặt, được làm bay hơi,
- thu dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 25-35% khối lượng sau khi làm bay hơi và cấp nó vào thiết bị cô sơ bộ, nơi nó được cho tiếp xúc với dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là $300^{\circ}C$,
- cấp dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 35-45% khối lượng thu được từ thiết bị cô sơ bộ vào thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó thiết bị phản ứng này có nhiệt độ ít nhất là $300^{\circ}C$,
- lấy MgO ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt ở dạng rắn, và lấy dòng khí chứa HCl ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó dòng khí chứa HCl này có nhiệt độ ít nhất là $300^{\circ}C$,
- cấp dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là $300^{\circ}C$ vào thiết bị cô sơ bộ,
- lấy dòng khí chứa HCl có nhiệt độ tối đa là $150^{\circ}C$ ra khỏi thiết bị cô sơ bộ này.

Các phương án cụ thể là và các phương án ưu tiên nêu trên đối với quy trình theo sáng chế cũng áp dụng cho quy trình hợp nhất này.

Theo phương án được ưu tiên của quy trình hợp nhất, các thành phần hữu cơ được làm bay hơi ở bước làm bay hơi được tái tuần hoàn ít nhất một phần đến bước tách.

Trong quy trình hợp nhất, các thành phần hữu cơ nói chung chứa axit carboxylic hoặc carboxylat và/hoặc các hợp chất hữu cơ được sử dụng ở bước tách, ví dụ, dung môi chiết và/hoặc dung môi. Việc tái tuần hoàn các hợp chất này đến bước tách có ưu điểm là làm gia tăng năng suất của quy trình, đồng

thời làm giảm được lượng dung môi chiết bổ sung được bổ sung trong quá trình thực hiện bước tách, và giảm được lượng các chất hữu cơ cấp cho bước phân huỷ nhiệt.

Theo phương án được ưu tiên của quy trình hợp nhất, magie oxit được lấy ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt được tái tuần hoàn ít nhất một phần đến bước lên men. Nó có thể được lấy ra dưới dạng MgO hoặc sau khi chuyển hóa thành magie hydroxit, ví dụ, bằng cách cho magie oxit tiếp xúc với nước để thu được huyền phù đặc chứa magie hydroxit.

Theo phương án được ưu tiên của quy trình hợp nhất, dòng khí chứa HCl thu được từ thiết bị cô sơ bộ được tái tuần hoàn ít nhất một phần đến bước axit hóa.

Theo một phương án dòng khí chứa HCl được chuyển hóa thành dung dịch HCl bằng cách hấp thụ nó trong nước, và dung dịch này được tái tuần hoàn đến bước axit hóa. Theo phương án khác, dòng khí chứa HCl được cấp cho bước axit hóa ở dạng khí.

Đặc biệt tốt nếu quy trình hợp nhất theo sáng chế bao gồm bước tái tuần hoàn kết hợp của MgO , thành phần hữu cơ, và HCl nêu trên.

Các bước khác nhau trong quy trình hợp nhất là các bước bổ sung cho quy trình xử lý dung dịch magie clorua sẽ được bàn luận dưới đây.

Ở bước thứ nhất, nguồn cacbon được cho trải qua bước lên men để tạo ra axit carboxylic, bước lên men này bao gồm các bước lên men nguồn cacbon bằng vi sinh vật trong canh lên men để tạo ra axit carboxylic và trung hoà ít nhất một phần axit carboxylic bằng cách bổ sung bazơ magie được chọn từ magie oxit và magie hydroxit, nhờ đó thu được magie carboxylat.

Các quy trình lên men để sản xuất axit carboxylic là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và không cần phải mô tả thêm ở đây. Với hiểu biết chung của mình, chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ biết cách chọn quy trình lên men thích hợp,

tùy thuộc vào axit mong muốn cần được sản xuất, nguồn cacbon và vi sinh vật sẵn có.

Sản phẩm của quá trình lên men là canh lên men, là dung dịch nước chứa magie carboxylat, sinh khối, và tùy ý các thành phần khác như tạp chất, như đường, protein, và các muối.

Nếu muốn, canh lên men có thể được cho trải qua bước loại bỏ sinh khối, ví dụ, bước lọc, trước khi xử lý tiếp. Điều này nói chung là được ưu tiên để cải thiện chất lượng sản phẩm. Tùy thuộc vào axit carboxylic được tạo ra, bước trung gian khác có thể là bước tách sản phẩm phản ứng dạng rắn, ví dụ, magie carboxylat, từ canh lên men, trước khi, sau khi, hoặc trong khi loại bỏ sinh khối, và tùy ý rửa magie carboxylat.

Tùy thuộc vào axit carboxylic được tạo ra, bước trung gian khác có thêm là cô canh lên men để làm tăng nồng độ của magie carboxylat trong hỗn hợp trước khi axit hóa. Bước này có thể được tiến hành trước khi, sau khi, hoặc trong khi loại bỏ sinh khối.

Bước trung gian khác, ví dụ, bước tinh chế, có thể được tiến hành, nếu muốn, như sẽ dễ dàng hiểu được bởi chuyên gia trong lĩnh vực này.

Bước tiếp theo trong quy trình hợp nhất theo sáng chế là axit hóa magie carboxylat, đôi khi còn được gọi là bước axit hóa, trong đó magie carboxylat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua.

Có nhiều cách khác nhau, trong đó bước này có thể được thực hiện.

Bước axit hóa thường được tiến hành bằng cách cho muối carboxylat tiếp xúc với dung dịch axit HCl. Tuy nhiên, theo một số phương án, cũng có thể cho muối carboxylat tiếp xúc với khí HCl.

Muối carboxylat có thể ở dạng rắn và/hoặc dạng hoà tan. Theo một phương án, muối carboxylat được cấp ở dạng rắn. Trong trường hợp này, bước axit hóa được tiến hành bằng cách cho muối carboxylat tiếp xúc với dung dịch axit. Ưu điểm của việc điều chế hỗn hợp nước từ muối carboxylat ở dạng rắn là ở chỗ có thể thu được nồng độ axit carboxylic rất cao, như nồng độ ít nhất là 15% khối lượng, cụ thể là ít nhất là 25%, đến, ví dụ 50% khối lượng, hoặc ví dụ 40% khối lượng.

Muối carboxylat cũng có thể ở dạng hoà tan, thông thường dưới dạng một phần của dung dịch nước. Trong trường hợp này, bước axit hóa có thể được tiến hành bằng cách cho muối carboxylat tiếp xúc với dung dịch axit hoặc chất khí có tính axit.

Bước axit hóa cũng có thể được tiến hành trên hỗn hợp của axit carboxylic và muối carboxylat. Hỗn hợp như vậy có thể, ví dụ, thu được trong quy trình lên men ở độ pH thấp. Ví dụ, hỗn hợp này có thể là huyền phù chứa nước.

Khi axit hóa muối carboxylat được tiến hành bằng cách cho nó tiếp xúc với dung dịch axit HCl, tốt hơn là nó có nồng độ axit cao nhất có thể. Nồng độ axit cao như vậy sẽ làm cho hỗn hợp nước có nồng độ axit carboxylic cao, đây là điều mong muốn. Do đó, dung dịch axit chứa ít nhất là 5% khối lượng, tốt hơn nữa nếu ít nhất là 10% khối lượng và thậm chí tốt hơn nữa nếu ít nhất là 20% khối lượng axit, tính theo tổng khối lượng của dung dịch axit.

Việc axit hóa thường được tiến hành bằng cách sử dụng lượng dư axit. Tốt hơn, nếu lượng dư này là nhỏ, sao cho hỗn hợp nước thu được có độ axit không cao lắm, điều này có thể là không mong muốn vì phải xử lý tiếp hỗn hợp như vậy. Ví dụ, lượng dư axit được sử dụng có thể là lượng sao cho thu được hỗn hợp nước có độ pH = 2 hoặc thấp hơn, tốt hơn là độ pH nằm trong khoảng 0-1.

Trong trường hợp khí HCl được sử dụng, có thể được cho tiếp xúc bằng cách cho nó tiếp xúc với dung dịch hoặc huyền phù carboxylat. Cụ thể là, khí HCl có thể được thổi qua dung dịch hoặc huyền phù.

Tốt hơn là, bước axit hóa được tiến hành ở nhiệt độ thấp hơn hoặc bằng 75°C. Ở nhiệt độ cao hơn, bước sẽ trở nên không kinh tế để làm cho thiết bị thích ứng được với các điều kiện khắc nghiệt của môi trường axit ở nhiệt độ cao.

Bước axit hóa làm tạo ra dung dịch nước chứa axit carboxylic và magie clorua. Dung dịch nước này được tách, tùy ý sau bước xử lý trung gian được tiến hành như là bước cô.

Bước tách thích hợp là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Bước này được sử dụng là tùy thuộc vào bản chất và tính chất của axit.

Nếu axit carboxylic có mặt toàn bộ hoặc một phần dưới dạng chất rắn trong dung dịch nước, thì việc tách có thể được tiến hành bằng cách sử dụng các phương pháp tách rắn-lỏng thông thường như lọc, ly tâm, v.v...

Nếu axit carboxylic có mặt toàn bộ hoặc một phần dưới dạng pha hữu cơ riêng lẻ trong dung dịch nước, thì việc tách có thể được tiến hành bằng cách sử dụng các phương pháp tách lỏng-lỏng thông thường, ví dụ, lắng gạn, để lắng, ly tâm, bằng cách sử dụng thiết bị tách kiểu bản, bằng cách sử dụng thiết bị kết tụ, và sử dụng hydrocyclon. Dung môi chiết có thể được bổ sung để cải thiện hiệu quả tách. Sự kết hợp của các phương pháp và thiết bị khác nhau cũng có thể được sử dụng.

Nếu axit carboxylic có mặt được hoà tan trong dung dịch nước, việc tách có thể được tiến hành bằng cách sử dụng, ví dụ, chiết bằng dung môi chiết thích hợp.

Quy trình theo sáng chế đặc biệt đáng quan tâm vì bước tách bao gồm việc sử dụng dung môi chiết. Đã phát hiện ra rằng trong phương án này, dung dịch magie clorua thu được từ bước tách có thể chứa lượng tương đối lớn của các

thành phần hữu cơ như đã nêu, ví dụ, VTOC ít nhất là 1000ppm (0,1% khối lượng).

Việc cấp lượng lớn các thành phần hữu cơ này cho bước phân huỷ nhiệt dẫn đến việc làm cho chất lượng HCl không mong muốn, làm tạo ra các sản phẩm không mong muốn trong quá trình phân huỷ nhiệt, và làm cho dung môi chiết thất thoát ra khỏi hệ thống này. Trong quy trình theo sáng chế, các vấn đề này có thể được ngăn ngừa. Việc sử dụng bước tách nhiều giai đoạn như nêu trên là đặc biệt được ưu tiên theo phương án này.

Nếu dung môi chiết có mặt trong quy trình theo sáng chế, thì dung môi chiết, cũng có thể được gọi là tác nhân chiết về cơ bản là không thể trộn lẫn với nước. Việc sử dụng dung môi chiết làm tạo ra hệ hai pha trong khi bước tách bao gồm lớp hữu cơ ở dạng lỏng bao gồm tác nhân chiết và axit carboxylic và nước lớp bao gồm magie clorua hoà tan.

Ví dụ về dung môi chiết thích hợp là hydrocacbon béo và thơm, như alkan và các hợp chất thơm, keton, và ete. Hỗn hợp của các hợp chất khác nhau cũng có thể được sử dụng.

Ví dụ về alkan béo thích hợp là các alkan mạch thẳng, mạch nhánh, hoặc mạch vòng chứa từ 5 đến 10 nguyên tử C, ví dụ, octan, hexan, xyclohexan, 2-etylhexan, và heptan.

Ví dụ về hợp chất thơm thích hợp là các hợp chất thơm C6-C10, ví dụ, toluen, xylen, và etylbenzen.

Ví dụ về keton thích hợp là keton C5+, cụ thể là hơn là các keton chứa từ 5 đến 8 nguyên tử C theo sáng chế. C5+ được dùng để chỉ các keton có ít nhất là 5 nguyên tử cacbon. Việc sử dụng các keton C9+ là ít được ưu tiên hơn, đặc biệt tốt nếu sử dụng metyl-isobutyl-keton (MIBK).

Ví dụ về ete thích hợp là các ete chứa từ 3 đến 6 nguyên tử C, ví dụ, methyl tert-butyl ete (MTBE) và diethyl ete (DEE). Trong bản mô tả này, dung môi chiết thường có bản chất là VTOC.

Bản chất của axit carboxylic tạo ra là không quan trọng trong quy trình hợp nhất theo sáng chế.

Theo một phương án, axit carboxylic là axit mono-, di- hoặc tri-carboxylic chứa ít nhất là 2, nhưng không nhiều hơn 6 nguyên tử cacbon (axit carboxylic có 2-6 nguyên tử C). Theo một phương án, axit carboxylic được chọn từ nhóm bao gồm axit lactic, axit succinic, axit propionic, axit 3-hydroxypropionic, axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric, axit citric, axit fumaric, axit itaconic, axit adipic, axit acrylic, axit levulinic, axit maleic, axit 2,5-furandicarboxylic, axit mandelic, axit malic, và axit tartaric. Tốt hơn là, axit carboxylic được chọn từ nhóm bao gồm axit lactic, axit succinic, axit propionic, axit 3-hydroxypropionic, axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric và axit citric.

Theo một phương án, axit carboxylic được chọn từ axit monocarboxylic có 2-6 nguyên tử cacbon. Theo một phương án, axit monocarboxylic có 2-6 nguyên tử cacbon không chứa nhóm hydroxyl. Trong nhóm này, ví dụ về axit thích hợp là axit propionic, axit acrylic, axit butyric, và axit valeric.

Theo phương án khác, axit monocarboxylic chứa ít nhất là một nhóm hydroxyl. Trong nhóm này, theo một phương án, có thể được ưu tiên nếu chọn axit từ nhóm bao gồm axit lactic, axit glycolic, axit 3-hydroxypropionic, axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric. Theo phương án khác, trong nhóm này có thể được ưu tiên nếu chọn axit từ nhóm bao gồm axit glycolic, axit 3-hydroxypropionic, và axit 2-, 3-, và 4-hydroxybutyric. Theo phương án tiếp theo, có thể được ưu tiên nếu axit được chọn là axit lactic.

Theo phương án khác, axit carboxylic là axit polycarboxylic, cụ thể là hơn axit di- hoặc tri- carboxylic bao gồm ít nhất là 2, nhưng không nhiều hơn 6 nguyên

từ cacbon (axit carboxylic có 2-6 nguyên tử C). Theo một phương án, axit polycarboxylic được chọn từ nhóm bao gồm axit succinic, axit xitric, axit fumaric, axit itaconic, axit adipic, axit maleic, axit 2,5-furandicarboxylic, axit mandelic, axit malic, và axit tartartic. Tốt hơn là, axit polycarboxylic được chọn từ nhóm bao gồm axit succinic, axit xitric, axit fumaric, axit itaconic, axit adipic, và axit 2,5-furandicarboxylic. Cụ thể là, axit polycarboxylic có thể được chọn từ axit succinic, axit fumaric, axit itaconic, và axit 2,5-furandi carboxylic.

Fig.3 minh họa quy trình hợp nhất theo một phương án của sáng chế. Trên Fig.3, bước lên men được tiến hành trong thiết bị phản ứng lên men (101), thiết bị này được cấp nguồn cacbon và tùy ý cả các thành phần như chất dinh dưỡng qua các đường không thể hiện trên hình vẽ. Ở bước lên men, nguồn cacbon được lên men bằng vi sinh vật trong canh lên men để tạo ra axit carboxylic và trung hoà ít nhất một phần axit carboxylic bằng cách bổ sung bazơ magie, nhờ đó thu được magie carboxylat. Bazơ magie được bổ sung qua đường (10). Bazơ magie này thu được từ MgO được tạo ra ở bước phân huỷ nhiệt. MgO có thể được tạo ra dưới dạng như vậy, hoặc sau khi được tạo huyền phù đặc trong dung dịch nước hoặc được chuyển hóa thành magie hydroxit ở bước không được thể hiện trên hình vẽ.

Canh lên men chứa magie muối carboxylat được cấp cho bước axit hóa (103) qua đường (102). Bước trung gian như loại bỏ sinh khối hoặc cô đặc có thể được tiến hành, nhưng các bước này không được thể hiện trên hình vẽ. Ở bước axit hóa (103), magie carboxylat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua. HCl được cấp qua đường (9) và thu được từ thiết bị cô sơ bộ (5). Nó có thể được cấp dưới dạng dòng khí chứa HCl thu được một cách trực tiếp từ thiết bị cô sơ bộ (5). Nó cũng có thể được cấp dưới dạng dung dịch nước thu được bằng cách hấp

thụ dòng khí chứa HCl trong dung dịch nước (ví dụ, nước). Việc này sẽ xảy ra ở bước hấp thụ (không được thể hiện trên hình vẽ).

Hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua được cấp cho bước tách (105) qua đường (104). Bước tách có thể được tiến hành như nêu trên. Các hợp chất hữu cơ thu được ở bước tách (32) được cấp vào bước tách (105) qua đường (34). Nếu bước tách (105) sử dụng dung môi chiết, thì nó được cấp qua các đường không được thể hiện trên hình vẽ. Bước tách (105) làm tạo ra dòng thải chứa axit carboxylic và dung dịch magie clorua. Sản phẩm axit carboxylic được lấy ra qua đường (106). Dung dịch magie clorua được lấy ra qua đường (1), và được xử lý tiếp như được thể hiện trên Fig.(2).

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xử lý dung dịch $MgCl_2$ bao gồm các bước:

- làm bay hơi dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với lượng nằm trong khoảng 5-25% khối lượng và tạp chất hữu cơ, trong đó nước và các thành phần hữu cơ, nếu có mặt, được làm bay hơi, trong đó sản phẩm thu được từ bước làm bay hơi có tổng hàm lượng các thành phần hữu cơ (TOC) tối đa là 50% TOC trong dung dịch nước cấp cho bước làm bay hơi,
- thu dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 25-35% khối lượng sau khi làm bay hơi và cấp nó vào thiết bị cô sơ bộ, nơi nó được cho tiếp xúc với dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là 300°C,
- cấp dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 35-45% khối lượng thu được từ thiết bị cô sơ bộ vào thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó thiết bị phản ứng này có nhiệt độ ít nhất là 300°C,
- lấy MgO ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt ở dạng rắn, và lấy dòng khí chứa HCl ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó dòng khí chứa HCl này có nhiệt độ ít nhất là 300°C,
- cấp dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là 300°C vào thiết bị cô sơ bộ,
- lấy dòng khí chứa HCl có nhiệt độ tối đa là 150°C ra khỏi thiết bị cô sơ bộ này.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung dịch nước chứa magie clorua có tổng hàm lượng các thành phần hữu cơ (TOC) ít nhất là 1000ppm.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó sản phẩm thu được từ bước làm bay hơi có TOC tối đa là 30% TOC trong dung dịch nước cấp cho bước làm bay hơi thứ nhất, cụ thể là tối đa là 15%.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó sản phẩm thu

được từ bước làm bay hơi được cấp vào thiết bị cô sơ bộ có TOC tối đa là 1000ppm, cụ thể là tối đa là 500ppm, cụ thể là hơn tối đa là 200ppm.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó mức tăng nồng độ được thực hiện ở bước làm bay hơi trước thiết bị cô sơ bộ, xác định được dưới dạng $[MgCl_2 \text{ trong thiết bị cô sơ bộ}] - [MgCl_2 \text{ ban đầu}]$, nằm trong khoảng từ 5 đến 30% khối lượng.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bước làm bay hơi là bước làm bay hơi một giai đoạn.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó bước làm bay hơi là bước làm bay hơi nhiều giai đoạn.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó trong giai đoạn thứ nhất của bước làm bay hơi nhiều giai đoạn, các thành phần hữu cơ dễ bay hơi được loại bỏ, sao cho sản phẩm cô từ giai đoạn làm bay hơi thứ nhất chứa lượng VTOC tối đa là 50% VTOC trong dung dịch nước được cấp cho giai đoạn làm bay hơi thứ nhất, cụ thể là tối đa là 30%, cụ thể là hơn tối đa là 15%.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 8, trong đó hơi nước được lấy ra khỏi bước làm bay hơi thứ nhất và được cấp dưới dạng chất lỏng gia nhiệt cho bước làm bay hơi tiếp theo.

10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó việc làm bay hơi nhiều giai đoạn được tiến hành trong thiết bị làm bay hơi đa dụng.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó việc làm bay hơi theo kiểu nén hơi được sử dụng ở bước làm bay hơi hoặc trong một hoặc nhiều giai đoạn của chúng.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung dịch magie clorua thu được từ quy trình bao gồm các bước:

- lên men nguồn cacbon để tạo ra axit carboxylic, trong đó bước lên men này bao gồm các bước lên men nguồn cacbon bằng vi sinh vật trong canh lên men để tạo ra axit carboxylic và trung hoà ít nhất một phần axit carboxylic bằng cách bổ sung bazơ magie được chọn từ magie oxit và magie hydroxit, nhờ đó thu được magie carboxylat,
- axit hóa magie carboxylat, trong đó magie carboxylat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua
- tách hỗn hợp nước chứa axit carboxylic và magie clorua, để tạo ra dòng thải chứa axit carboxylic và dung dịch magie clorua.

13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

- tái tuần hoàn các thành phần hữu cơ đã được làm bay hơi ở bước làm bay hơi ít nhất một phần đến bước tách, và/hoặc
- tái tuần hoàn magie oxit được lấy ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt ít nhất một phần đến bước lên men, và/hoặc
- tái tuần hoàn dòng khí chứa HCl thu được từ thiết bị cô sơ bộ ít nhất một phần đến bước axit hóa.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó phương pháp này bao gồm bước tái tuần hoàn các thành phần hữu cơ đã được làm bay hơi ở bước làm bay hơi ít nhất một phần đến bước tách, và

- tái tuần hoàn magie oxit được lấy ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt ít nhất một phần đến bước lên men, và
- tái tuần hoàn dòng khí chứa HCl thu được từ thiết bị cô sơ bộ ít nhất một phần đến bước axit hóa.

15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 12 đến 14, trong đó bước tách bao gồm bước chiết, trong đó dung môi chiết hữu cơ được sử dụng.

16. Phương pháp sản xuất axit cacboxylic bao gồm các bước:

- lên men nguồn cacbon để tạo ra axit cacboxylic, trong đó bước lên men này bao gồm các bước lên men nguồn cacbon bằng vi sinh vật trong canh lên men để tạo ra axit cacboxylic và trung hoà ít nhất một phần axit cacboxylic bằng cách bổ sung bazơ magie được chọn từ magie oxit và magie hydroxit, nhờ đó thu được magie carboxylat,
- axit hóa magie carboxylat, trong đó magie carboxylat được cho tiếp xúc với HCl trong môi trường nước để tạo ra hỗn hợp nước chứa axit cacboxylic và magie clorua,
- tách hỗn hợp nước chứa axit cacboxylic và magie clorua, để tạo ra dòng thải chứa axit cacboxylic và dung dịch magie clorua,
- làm bay hơi dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 5-25% khối lượng và tùy ý tạp chất hữu cơ, trong đó nước và các thành phần hữu cơ, nếu có mặt, được làm bay hơi,
- thu dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 25-35% khối lượng sau khi làm bay hơi và cấp nó vào thiết bị cô sơ bộ, nơi nó được cho tiếp xúc với dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là $300^{\circ}C$,
- cấp dung dịch nước chứa $MgCl_2$ với nồng độ nằm trong khoảng 35-45% khối lượng thu được từ thiết bị cô sơ bộ vào thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó thiết bị phản ứng này có nhiệt độ ít nhất là $300^{\circ}C$,
- lấy MgO ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt ở dạng rắn, và lấy dòng khí chứa HCl ra khỏi thiết bị phản ứng thủy nhiệt, trong đó dòng khí chứa HCl này có nhiệt độ ít nhất là $300^{\circ}C$,
- cấp dòng khí chứa HCl có nhiệt độ ít nhất là $300^{\circ}C$ vào thiết bị cô sơ bộ,
- lấy dòng khí chứa HCl có nhiệt độ tối đa là $150^{\circ}C$ ra khỏi thiết bị cô sơ bộ này.

17. Phương pháp theo điểm 16, trong đó các thành phần hữu cơ được bước làm bay hơi làm bay hơi được tái tuần hoàn đến bước tách.

18. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, trong đó magie oxit được lấy từ bước thủy nhiệt được tái tuần hoàn ít nhất một phần đến bước lên men, dưới dạng MgO hoặc sau khi chuyển hóa thành magie hydroxit.

19. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-18, trong đó dòng khí chứa HCl thu được từ thiết bị cô sơ bộ được tái tuần hoàn ít nhất một phần đến bước axit hóa, ở dạng khí hoặc sau khi chuyển hóa thành dung dịch HCl bằng cách hấp thụ nó trong nước.

20. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-19, trong đó bước loại bỏ sinh khối được tiến hành giữa bước lên men và bước axit hóa.

21. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-20, trong đó bước tách magie cacboxylat dạng rắn ra khỏi canh lên men, và tùy ý bước rửa magie cacboxylat dạng rắn này được tiến hành giữa bước lên men và bước axit hóa.

22. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-21, trong đó bước cô được tiến hành giữa bước lên men và bước axit hóa để làm tăng nồng độ của magie cacboxylat trong hỗn hợp này trước khi axit hóa.

23. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-22, trong đó axit cacboxylic có mặt ít nhất một phần ở dạng rắn trong hỗn hợp nước chứa axit cacboxylic và magie clorua, và bước tách là bước tách rắn-lỏng.

24. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-23, trong đó axit cacboxylic có mặt ít nhất một phần dưới dạng pha hữu cơ riêng biệt trong hỗn hợp nước chứa axit cacboxylic và magie clorua, và bước tách là bước tách lỏng-lỏng.

25. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-24, trong đó axit cacboxylic có mặt ít nhất một phần ở dạng đã được hoà tan trong hỗn hợp nước chứa axit cacboxylic và magie clorua, và bước tách này là bước chiết.

26. Phương pháp theo điểm 25, trong đó dung môi chiết được chọn từ nhóm bao gồm hydrocacbon béo và thơm.
27. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-26, trong đó axit cacboxylic là axit mono-cacboxylic, di-cacboxylic hoặc tri-cacboxylic chứa ít nhất 2, nhưng không quá 6 nguyên tử cacbon.
28. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-27, trong đó dung dịch nước chứa magie clorua có tổng hàm lượng các thành phần hữu cơ (TOC) ít nhất là 1000ppm.
29. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-28, trong đó sản phẩm thu được từ bước làm bay hơi có TOC tối đa là 50% TOC trong dung dịch nước cấp cho bước làm bay hơi.
30. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-29, trong đó sản phẩm thu được từ bước làm bay hơi được cấp vào thiết bị cô sơ bộ có TOC tối đa là 1000ppm.
31. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-30 trong đó mức tăng nồng độ được thực hiện ở bước làm bay hơi trước thiết bị cô sơ bộ, xác định được dưới dạng $[MgCl_2 \text{ trong thiết bị cô sơ bộ}] - [MgCl_2 \text{ ban đầu}]$, nằm trong khoảng từ 5 đến 30% khối lượng.
32. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-31, trong đó bước làm bay hơi là bước làm bay hơi một giai đoạn.
33. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-31, trong đó bước làm bay hơi là bước làm bay hơi nhiều giai đoạn.

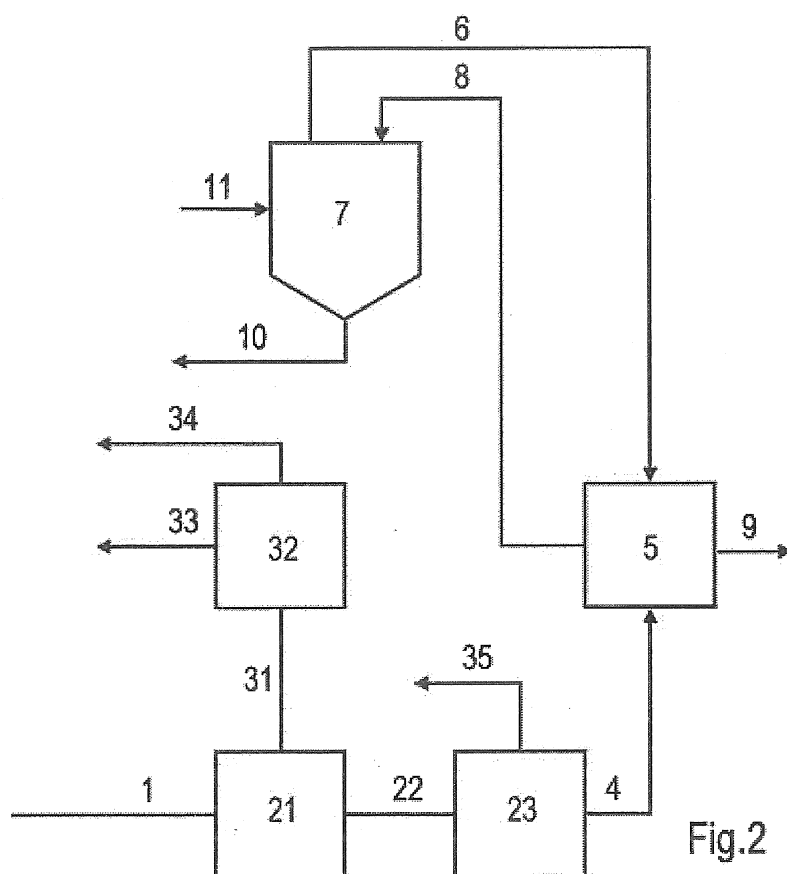
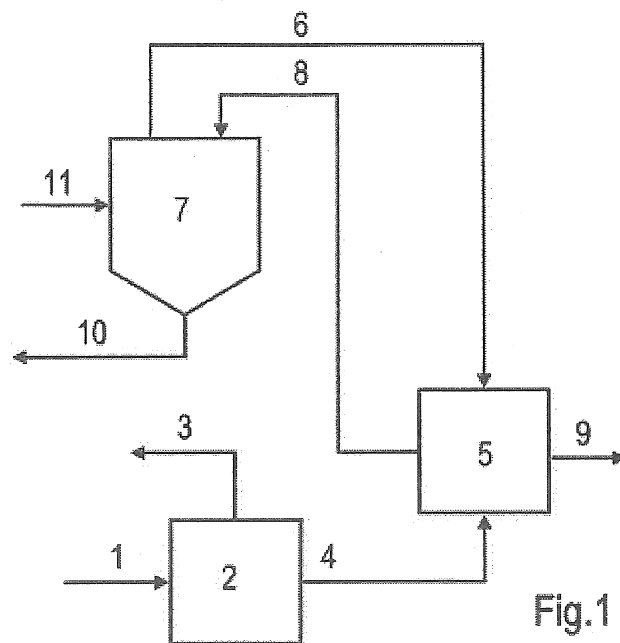
34. Phương pháp theo điểm 33, trong đó trong giai đoạn thứ nhất của bước làm bay hơi nhiều giai đoạn, các thành phần hữu cơ dễ bay hơi được loại bỏ, sao cho sản phẩm cô từ giai đoạn làm bay hơi thứ nhất chứa lượng VTOC tối đa là 50% VTOC trong dung dịch nước được cấp cho giai đoạn làm bay hơi thứ nhất.

35. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 33-34, trong đó hơi nước được lấy ra khỏi bước làm bay hơi thứ nhất và được cấp dưới dạng chất lỏng gia nhiệt cho bước làm bay hơi tiếp theo.

36. Phương pháp theo điểm 35, trong đó việc làm bay hơi nhiều giai đoạn được tiến hành trong thiết bị làm bay hơi đa dụng.

37. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 16-36, trong đó việc làm bay hơi theo kiểu nén hơi được sử dụng ở bước làm bay hơi hoặc trong một hoặc nhiều giai đoạn của chúng.

1/2



2/2

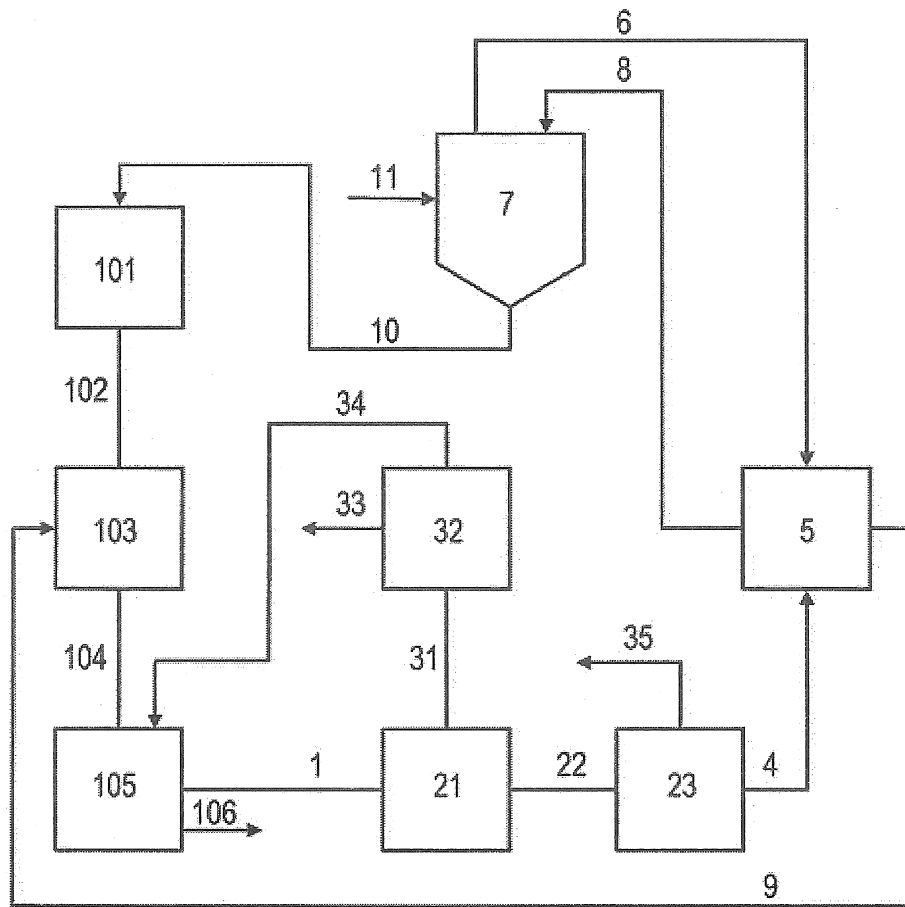


Fig.3