



(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)



1-0042324

(51)^{2020.01} C09B 7/12; B01D 3/38; C09B 67/44;
D06P 1/673; C09B 7/02; D06P 1/22;
B01D 19/00; C09B 67/54

(13) B

(21) 1-2020-01235

(22) 10/08/2018

(86) PCT/EP2018/071805 10/08/2018

(87) WO 2019/030397 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) 27/01/2025 442

(43) 25/05/2020 386

(73) ARCHROMA IP GMBH (CH)

Neuhofstrasse 11, 4153 Reinach, Switzerland

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

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP TẠO RA DUNG DỊCH NƯỚC LEUCOINDIGO KHÔNG CHỨA
ANILIN HOẶC KHÔNG CHỨA ANILIN VÀ KHÔNG CHỨA N-METYLANILIN
VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO RA INDIGO

(21) 1-2020-01235

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp tạo ra dung dịch nước muối 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 ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm, phương pháp này bao gồm ít nhất các bước (A) đến (C):

- (A) tạo ra dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo này bao gồm các amin này;
- (B) tạo ra dòng tinh chế;
- (C) cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp tạo ra indigo, dung dịch nước leucoindigo ổn định và thiết bị hợp nhất để tạo ra dung dịch nước leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp tạo ra các dung dịch muối leucoindigo không chứa anilin và indigo thu được từ đó, và cũng như dung dịch leucoindigo không chứa anilin. Sáng chế còn đề cập đến thiết bị hợp nhất và sử dụng dụng cụ cụ thể để tạo ra các dung dịch muối leucoindigo không chứa anilin.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

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

Do indigo có độ hòa tan trong nước kém, nên nó được khử trước khi dùng cho nguyên liệu dệt, trong đó muối leucoindigo hòa tan trong nước được tạo ra. Sau đó, muối này được dùng trong dung dịch nước đối với nguyên liệu dệt. Quá trình oxy hóa muối leucoindigo tạo ra indigo, trong đó nguyên liệu dệt đã được nhuộm thu được.

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

Tài liệu DE 43 36 032 A1 bộc lộ trong ví dụ 1 quy trình tinh chế indigo bao gồm bước chiết dung dịch nước muối natri leucoindigo bằng dung môi trơ trong các

điều kiện không có oxy và bước tái tạo indigo theo cách thông thường bằng cách oxy hóa. Indigo thu được không chứa anilin và N-metylanilin.

Tài liệu WO 2004/024826 A2 gợi ý việc loại các tạp chất amin thơm ở giai đoạn dung dịch nước muối leucoindigo bằng cách chưng cất, chưng cất hơi nước, chiết hoặc bằng cách cất bằng khí trơ. Tình trạng kỹ thuật đã biết này bộc lộ rằng nồng độ của các amin thơm có thể được giảm nhỏ hơn nồng độ 200 ppm bằng cách dùng các phương pháp tinh chế đã được xác định trong đó. Dung dịch muối leucoindigo đã được tinh chế sau đó có thể được oxy hóa để thu được indigo chứa lượng nhỏ các amin thơm này, nếu có. Leucoindigo đã được tinh chế có thể có mặt trên nguyên liệu dẹt trước khi oxy hóa. Cụ thể, tài liệu WO 2004/024826 A2 bộc lộ như sau:

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

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

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

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

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

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

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

Tài liệu WO 00/04100 còn bộc lộ rằng từ dung dịch nước leucoindigo đã được pha loãng có thể được chưng cất để cô đặc chúng. Ví dụ, từ dung dịch có nồng độ 25% khối lượng leucoindigo, xấp xỉ 44% khối lượng nước có thể được chưng cất để cô đặc dung dịch lên tới 38% khối lượng (Ví dụ 4).

Ví dụ 5 của tài liệu WO 00/04100 bộc lộ rằng từ dung dịch nước chứa 20% khối lượng leucoindigo, khoảng 34% nước được chưng cất để cô đặc dung dịch tới 27% khối lượng.

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

Mục đích của sáng chế

Trong công nghiệp ngày càng gia tăng nhu cầu trong việc tạo ra dung dịch muối leucoindigo được cô đặc mà không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin. Do đó, vấn đề cần giải quyết bởi sáng chế là tạo ra được các dung dịch muối leucoindigo không chứa anilin và indigo không chứa anilin.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến các mục dưới đây:

1. 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 ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm, phương pháp này bao gồm ít nhất các bước (A) đến (C):
 - (A) tạo ra dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo này bao gồm các amin này;
 - (B) tạo ra dòng tinh chế;
 - (C) cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này.
2. Phương pháp theo mục 1, trong đó bước (C) bao gồm các bước (C1) và (C2), và phương pháp còn bao gồm các bước (D) và (E):
 - (C1) cấp dòng chất lỏng này và
 - (C2) cấp dòng tinh chế này
vào trong dụng cụ được tạo cấu hình để cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này;
 - (D) xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng tinh chế này mà đã được tiếp xúc với dòng chất lỏng này; và

(E) xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế này.

3. Phương pháp theo mục 1 hoặc 2, trong đó dòng chất lỏng và dòng tinh chế là các dòng ngược chiều.
4. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục này, trong đó dòng tinh chế là dòng hơi.
5. Phương pháp theo mục 4, trong đó dòng chất lỏng này bao gồm khí trơ, dung môi hữu cơ dạng khí mà không thể trộn lẫn với nước, hoặc hơi nước, hoặc hai hoặc ba trong số đó.
6. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục từ 2 đến 5, trong đó dụng cụ 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 cột bất kỳ trong số các cột này.
7. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục 5 đến 6, trong đó hơi nước này được tạo ra bằng cách gia nhiệt ít nhất một phần của dòng chất lỏng mà đã được xả ra từ dụng cụ theo bước (E).
8. Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục 2 đến 7, trong đó các bước (A) đến (E) được tiến hành đồng thời.
9. Dung dịch nước leucoindigo ổn định, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm; trong đó dung dịch này không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin như được xác định theo ISO 14362-1:2017(E); và

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

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

10. Phương pháp tạo ra indigo, bao gồm bước (II):

(II) oxy hóa dung dịch nước leucoindigo như được xác định theo mục 9.

11. Phương pháp theo mục 10, bao gồm bước (I) trước bước (II):

(I) xử lý nguyên liệu dệt bằng dung dịch leucoindigo cần được oxy hóa.

12. Thiết bị hợp nhất, bao gồm:

thiết bị khử được tạo cấu hình để khử indigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin để tạo ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm các amin này, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm; và

thiết bị tinh chế được tạo cấu hình để 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 ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm; thiết bị tinh chế này bao gồm:

(α) phương tiện thứ nhất được tạo cấu hình để tạo ra dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm;

(β) phương tiện thứ hai được tạo cấu hình để tạo ra dòng tinh chế;

(γ) phương tiện thứ ba bao gồm dụng cụ được tạo cấu hình

($\gamma 1$) để cấp dòng chất lỏng này và dòng tinh chế này vào dòng dụng cụ này;

($\gamma 2$) còn được tạo cấu hình để cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này; và

($\gamma 3$) còn được tạo cấu hình để xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng tinh chế này mà tiếp xúc với dòng chất lỏng này, và để xả ra từ

dụng cụ ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế này;

(đ) phương tiện thứ tư được tạo cấu hình để nhận ít nhất một phần dòng chất lỏng mà được xả ra từ dụng cụ này,

13. Thiết bị hợp nhất theo mục 12, trong đó dụng cụ được chọn từ nhóm bao gồm cột đĩa, cột nhồi, và cột bong bóng, hoặc hai hoặc ba trong số đó, hoặc nhiều hơn ba trong số các dụng cụ này.

14. Sử dụng dụng cụ được tạo cấu hình

(γ1) để cấp dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm, và dòng tinh chế vào dụng cụ này;

(γ2) còn được tạo cấu hình để cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này; và

(γ3) còn được tạo cấu hình để xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng tinh chế này mà tiếp xúc với dòng chất lỏng này, và để xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế này;

để 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 ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm.

15. Sử dụng theo mục 14, trong đó dụng cụ được chọn từ nhóm bao gồm cột đĩa, cột nhồi, và cột bong bóng, hoặc hai hoặc ba trong số đó, hoặc hai hoặc nhiều cột bất kỳ trong số các cột này.

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

(I) tiến hành phương pháp như được xác định theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 8; tốt hơn là mục 6, 7 hoặc 8.

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

17. Phương pháp theo mục 16, bao gồm bước (II) trước bước (III):

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

18. Dung dịch nước leucoindigo ổn định, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm; trong đó dung dịch này không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin như được xác định theo ISO 14362-1:2017(E); và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 28 đến 32% khối lượng hoặc từ 29 đến 31% khối lượng hoặc với nồng độ là 30% khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ là 23°C; và

trong đó muối bao gồm hỗn hợp muối natri và kali hoặc ở dạng hỗn hợp muối natri và kali, trong đó natri và kali có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1 : 2,33.

19. Dung dịch nước leucoindigo ổn định, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm; trong đó dung dịch này không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin như được xác định theo ISO 14362-1:2017(E); và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 38 đến 42% khối lượng hoặc từ 39 đến 41% khối lượng hoặc với nồng độ là 40% khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ là 23°C; và

trong đó muối bao gồm hỗn hợp muối natri và kali hoặc ở dạng hỗn hợp muối natri và kali, trong đó natri và kali có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1 : 2,33.

Ưu điểm cụ thể của phương pháp theo sáng chế đó là dung dịch muối leucoindigo được cô đặc có thể được điều chế, tốt hơn là trong khoảng từ 10 đến

65% khối lượng như nằm trong khoảng từ 15 đến 60% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 20 đến 55% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 25 đến 50% khối lượng, phù hợp với các yêu cầu nhuộm về độ bóng trung bình và sâu, và không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin. Ngoài ra, các yêu cầu về việc giảm nhiễm nước thải trong các nhà máy nhuộm có thể được đáp ứng.

Hơn nữa, phương pháp không chỉ tạo ra các dung dịch leucoindigo không chứa anilin và không chứa N-metylanilin và có nồng độ cao và indigo tạo ra từ đó, mà còn tạo ra các ưu điểm có lợi bổ sung sau:

Thông thường đã biết rằng các phương pháp tinh chế dung dịch leucoindigo trên cơ sở chung cất và cất như được mô tả trong tình trạng kỹ thuật đã biết thường được thực hiện bằng cách tạo bọt. Quá trình tạo bọt này có thể ngăn cản đáng kể đối với việc vận hành tiết kiệm ở quy mô công nghiệp do hiệu suất thu được theo không gian nhỏ. Hơn thế nữa, bọt có thể tạo vỏ trong thiết bị đã được sử dụng cũng có thể ảnh hưởng tiêu cực với cả quy trình và chất lượng của sản phẩm được tạo ra.

Trái lại với điều này, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng phương pháp theo sáng chế, tương ứng với thiết bị hợp nhất theo sáng chế và dụng cụ được sử dụng để tiến hành phương pháp, cho phép làm giảm bọt tới mức mà việc vận hành tiết kiệm có lợi ở quy mô công nghiệp có thể thu được hiệu suất không gian lớn và sản phẩm có chất lượng cao.

Mô tả chi tiết sáng chế

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

Thuật ngữ “không chứa anilin và không chứa N-metylanilin” như được sử dụng trong bản mô tả này định nghĩa nồng độ anilin và nồng độ N-metylanilin dưới 100 ppm, tốt hơn là dưới 80 ppm, còn tốt hơn nữa là dưới 60 ppm, vẫn còn tốt hơn nữa là dưới 40 ppm, đặc biệt là dưới 30 ppm hoặc dưới 20 ppm, và đặc biệt tốt hơn

là dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm, nồng độ này được xác định theo ISO 14362-1:2017(E).

Phương pháp theo sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, 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 ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm, phương pháp này bao gồm ít nhất các bước (A) đến (C):

- (A) tạo ra dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo này bao gồm các amin này;
- (B) tạo ra dòng tinh chế;
- (C) cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này.

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 ở dạng muối của kim loại kiềm, phương pháp này bao gồm ít nhất các bước từ (A) đến (E):

- (A) tạo ra dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo này bao gồm các amin này;
- (B) tạo ra dòng tinh chế;
- (C1) cấp dòng chất lỏng này và
- (C2) cấp dòng tinh chế này

vào trong dụng cụ được tạo cấu hình để cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này;

- (D) xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng tinh chế này mà đã được tiếp xúc với dòng chất lỏng này; và
- (E) xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế này.

Theo sáng chế, bước (A) đòi hỏi tạo ra dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo này bao gồm các amin này. Việc tạo ra này tốt hơn được tiến hành bằng cách xả dung dịch muối leucoindigo ra khỏi đồ chứa bảo quản tương ứng hoặc trực tiếp ra khỏi dụng cụ khử trong đó dung dịch muối leucoindigo được tạo ra bằng cách khử indigo. Dung dịch đã được xả trong điều kiện chảy, ví dụ dưới tác động của áp lực, trọng lực hoặc bơm, và do đó tạo thành dòng. Tốt hơn, dòng dung dịch được hướng thông qua một ống tới dụng cụ được sử dụng trong bước (C1).

Hơn nữa theo sáng chế, bước (B) đòi hỏi tạo ra dòng tinh chế. Việc tạo ra này tốt hơn được tiến hành bằng cách xả chất lỏng tinh chế hoặc hơi tinh chế thích hợp từ đồ 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 đó tạo thành dòng. Tốt hơn, dòng dung dịch hoặc hơi được hướng thông qua một ống tới dụng cụ được sử dụng trong bước (C2).

Thuật ngữ “dòng tinh chế” tạo ra ở bước (B) dùng để chỉ chất bất kỳ là thích hợp để loại ra hoặc ít nhất để làm giảm hàm lượng của anilin hoặc anilin và N-metylanilin trong dung dịch leucoindigo bao gồm các amin này, trong đó leucoindigo này ở dạng muối.

Theo phương án ưu tiên, dòng tinh chế này được tạo ra từ hơi mà sau đó cũng có thể được gọi là hơi tinh chế.

Hơi này có thể được sinh ra và được duy trì trong điều kiện áp suất trong đồ chứa thích hợp, trong đó khi giải phóng hơi từ đồ chứa này, hơi này là trong điều kiện chảy, do vậy, tạo thành dòng. Tốt hơn, hơi giải phóng được hướng thông qua một ống tới dụng cụ được sử dụng trong bước (C2).

Thuật ngữ “hơi” như được sử dụng ở đây bao hàm hoặc để chỉ chất hoặc hợp chất ở pha khí. Điển hình, hơi này 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 sol khí.

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

Theo phương án khác, hơi hoặc dòng hơi này là hoặc bao gồm dung môi hữu cơ dạng khí mà không trộn lẫn với nước.

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

Do đó, theo một phương án, hơi hoặc dòng hơi này là hoặc bao gồm khí trơ, dung môi hữu cơ dạng 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.

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

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

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

Theo một phương án, hơi nước này được tạo 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 và 200°C, hoặc hơi nước áp lực thấp tại xấp xỉ 0,5 bar và 100°C có thể được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế.

Theo phương án được ưu tiên, hơi nước này được tạo thành bổ sung hoặc theo cách khác bằng cách gia nhiệt ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà được xả

ra từ dụng cụ theo bước (E). Để gia nhiệt, ví dụ, bộ trao đổi nhiệt có thể được sử dụng.

Theo một phương án, lượng nhiệt đi vào dụng cụ được tạo thành từ dòng tinh chế cấp theo bước (C2) và lượng đi vào bằng dòng chất lỏng cấp theo bước (C1) được kiểm soát sao cho nó bằng lượng nhiệt được loại ra ở các bước (D) và (E) do việc bổ sung lượng dư hoặc không đủ nhiệt vào dụng cụ có thể dẫn tới sự tạo bọt hoặc tràn. Do đó, phương pháp được tiến hành sao cho đạt được các điều kiện đoạn nhiệt.

Theo phương án khác, lượng nhiệt đi vào dụng cụ được tạo ra từ phần đã được gia nhiệt của dòng chất lỏng này mà được xả ra từ dụng cụ theo bước (E) và nhiệt đi vào cùng với dòng chất lỏng cấp theo bước (C1) được kiểm soát sao cho nó bằng lượng nhiệt được loại ra ở các bước (D) và (E) do việc bổ sung lượng dư hoặc không đủ nhiệt vào dụng cụ có thể dẫn tới sự tạo bọt hoặc tràn. Do đó, phương pháp được tiến hành sao cho đạt được các điều kiện đoạn nhiệt.

Ngoài ra, theo sáng chế, các bước (C1) và (C2) đòi hỏi việc cấp dòng chất lỏng và dòng tinh chế vào trong dụng cụ được tạo cấu hình để cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này như dòng hơi.

Theo một phương án, dụng cụ này 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 chất lỏng hoặc các cửa nạp dòng chất lỏng để cấp dòng tinh chế như dòng hơi.

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

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

Tốt hơn nếu, (các) cửa nạp dòng tinh chế và/hoặc (các) cửa nạp dòng chất lỏng được tạo cấu hình 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 cũng có thể khả thi.

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 sắp xếp sao cho dòng tinh chế được cấp nhất thiết phải chảy qua chất lỏng.

Theo phương án khác, dòng chất lỏng và (các) cửa nạp dòng tinh chế được sắp xếp 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, dụng cụ chứa các phương tiện để dẫn hướng dòng chất lỏng và dòng tinh chế sao cho chúng tiếp xúc được với nhau. Các phương tiện như vậy là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật. Ví dụ minh họa là các đĩa và vật liệu nạp như vòng Raschig.

Thuật ngữ “tắm” 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 (D) đòi hỏi việc xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng tinh chế này sao cho dòng hơi được tiếp xúc với dòng chất lỏng này.

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

Hơn nữa theo sáng chế, bước (E) đòi hỏi việc xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế này như dòng hơi.

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

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

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

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

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

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

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

Theo phương án ưu tiên hơn nữa, dòng chất lỏng và dòng tinh chế này 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 ra 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 (E) từ các cửa xả dòng chất lỏng là nhỏ hơn nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin của dòng chất lỏng được cấp cho dụng cụ theo bước (C1) 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 dụng cụ theo bước (C2) 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 ra từ dụng cụ theo bước (D) trên tổng lượng của dòng chất lỏng được cấp cho dụng cụ theo bước (C1) được biểu thị bằng% (dòng chất lỏng được cấp cho dụng cụ theo bước (C1) = 100%).

Theo phương án ưu tiên, tỷ lệ tách thấp hơn 60%, tốt hơn nữa là 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 từ 60 đến 5%, tốt hơn nữa là từ 50 đến 5% hoặc từ 40 đến 5% hoặc từ 30 đến 5% hoặc từ 20 đến 5% hoặc từ 10 đến 5%.

Theo phương án được ưu tiên, các bước (A) đến (E) được tiến hành đồng thời, tức là quy trình này là quy trình liên tục.

Theo phương án khác, quy trình này có thể được tiến hành không liên tục, tức là quy trình theo mẻ. Theo một phương án, dụng cụ được nạp bằng chất lỏng được cung cấp bởi dòng chất lỏng theo bước (C1). Tiếp theo, các bước (C2) và (D) được tiến hành. Sau khi tiếp xúc theo bước (D), dung dịch leucoindigo đã được tinh

chế được xả ra từ dụng cụ theo bước (E). Phương pháp này có thể được tiến hành lặp lại.

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

Các cột

Thuật ngữ “cột” như được sử dụng ở đây bao hàm chi tiết cấu trúc rỗng, tốt hơn là chi tiết 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 từ 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 tạo cấu hình ở dạng thẳng.

Theo phương án khác, cột như được xác định ở đây được tạo cấu hình 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 chế như pha hơi xuất phát từ dòng tinh chế như được xác định ở đây, thiết lập trong cột trạng thái cân bằng với nhau. Các giai đoạn cân bằng như vậy cũng có thể được gọi là giai đoạn cân bằng hoặc giai đoạn lý tưởng.

Nhiều giai đoạn lý thuyết đòi hỏi trong phương pháp theo sáng chế có thể phụ thuộc vào loại cột cụ thể được sử dụng. Nó có thể được xác định theo các phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật, 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 (D) và (E). Nó cũng có thể phụ thuộc vào lượng hồi lưu được sử dụng.

Lựa chọn thiết kế cuối cùng của nhiều giai đoạn cần được áp dụng trong thực hành công nghiệp có thể được lựa 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 vận hành ở áp suất giảm.

Theo phương án khác, cột có thể được vận hành ở áp suất về cơ bản là bằng áp suất môi trường.

Vẫn theo phương án khác, cột có thể được vận hành ở áp suất lớn hơn áp suất môi trường.

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

Theo phương án khác, cột có thể hoạt động ở áp suất về cơ bản là bằng áp suất môi trường, tức là trong khoảng từ áp suất tuyệt đối $0,95 \cdot 10^5$ Pa (0,95 bar) đến áp suất tuyệt đối $1,2 \cdot 10^5$ Pa (1,2 bar). Trong các điều kiện này, nhiệt độ của cột thường được thiết lập trong khoảng từ 95°C đến 110°C.

Theo phương án khác, cột có thể được vận hành bằng cách sử dụng áp suất lớn hơn áp suất môi trường, tùy ý dưới áp suất tuyệt đối $1,2 \cdot 10^5$ Pa (1,2 bar) đến áp suất tuyệt đối $11 \cdot 10^5$ Pa (11 bar), ví dụ ở áp suất tuyệt đối $7 \cdot 10^5$ Pa (7 bar). Nhiệt độ của cột sau đó có thể được thiết đặt nằm trong khoảng từ 110°C đến 190°C , ví dụ trong khoảng 160°C đến 170°C .

Nhiệt độ đã nêu 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 không gian được sử dụng. Thuật ngữ “thiết bị sưởi không gian” 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. Theo đó, thiết bị sưởi không gian này tốt hơn là được bố trí ở hoặc gần đáy cột.

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

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

Nếu hơi được sử dụng làm nguồn cấp tinh chế hoặc cấp hơi theo bước (C2), anilin được thực hiện cùng với nước khi rời cột trong pha hơi theo bước (D). 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 các dầu silic có thể được sử dụng, nhưng tốt hơn là sử dụng các chất khử bọt đồng nhất mà chúng được hòa tan trong dung dịch leucoindigo, và mà không ảnh

hường tiêu cực tới quá trình oxy hóa sau đó của leucoindigo đã được tinh chế thành indigo.

Cụ thể, theo sáng chế, thiết bị được sử dụng trong các bước (C1) và (C2) 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 này.

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 kỹ thuật.

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 tạo cấu hình 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 nối với cột nhồi và cột bong bóng để tối ưu hóa thêm phương pháp.

Vẫn theo phương án khác, quá trình tinh chế sẵn được tiến hành như được bộc lộ trong lĩnh vực kỹ thuật đã biết, trong đó quá trình tinh chế cuối cùng được tiến hành bằng phương pháp theo sáng chế.

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

Tất nhiên là, trong phương pháp theo sáng chế sự có mặt của oxy cần phải được loại trừ để ngăn chặn quá trình oxy hóa không tích hợp của 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 lớn hơn 5 m, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 50 m, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 40 m.

Liên quan tới cột đĩa, các giai đoạn lý thuyết còn được gọi là các khay theo lý thuyết hoặc các đĩa theo lý thuyết.

Các khay hoặc các đĩa tốt hơn là được chế tạo từ các đĩa thép hình tròn và thường được thiết lập bên trong cột ở các khoảng cách nhau từ 60 đến 75 cm lên tới chiều cao của cột.

Theo một phương án, khay là khay mũ bong bóng hoặc khay mũ van.

Thuật ngữ “khay mũ bong bóng” như được sử dụng ở đây bao hàm mũ có khe trên phần nhô ở trung tâm, trong đó khí hướng lên phía trên qua phần nhô, và dòng ngược lại nằm 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 được 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 bong bóng hoặc các mũ van ở mỗi lỗ để thúc đẩy sự hình thành các bong bóng hơi chảy qua lớp mỏng của chất lỏng được duy trì bởi lỗ xả trên mỗi một khay.

Theo đó, theo một phương án, các khay có thể được chọn từ các khay được đục lỗ, các khay mũ bong bóng hoặc các khay mũ van, hoặc hai hoặc ba khay này.

Các khay được đục lỗ, các khay mũ bong bóng hoặc các khay mũ van là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật.

Theo một phương án, việc cấp vào cột đĩa bao gồm hoặc là dòng chất lỏng được tạo ra theo bước (A) và dòng tinh chế như dòng hơi được tạo ra theo bước (B), mà được cấp vào cột theo các bước (C1) và (C2). Do vậy, hai pha chiếm ưu thế bên trong cột, cụ thể là pha hơi được tạo ra từ dòng tinh chế, và một pha lỏng được tạo 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 (D) chứa anilin hoặc anilin và N-metylanilin được loại ra khỏi dung dịch leucoindigo.

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

Cột nhồi

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

Các vòng, ví dụ, là các vòng Raschig hoặc các vòng đệm khí.

Các vòng kẹp có thể, ví dụ, là vòng kẹp Intalox®.

Theo một phương án, vật liệu nhồi có thể có hình không đều.

Các vật liệu nhồi có thể được bố trí ngẫu nhiên trong cột, trong đó các vòng, vòng kẹp, và các bóng riêng được đổ vào cột và bố trí ngẫu nhiên.

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

Các vòng, vòng kẹp hoặc các bóng được kết cấu riêng có thể được làm từ các vật liệu khác nhau như gốm, kim loại, chất dẻo, và cacbon.

Theo một phương án, việc sử dụng các vật liệu nhồi được kết cấu như lưới dây thép hoặc các đĩa được đục lỗ cũng có thể.

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

Theo một phương án, việc cấp vào cột nhồi bao gồm hoặc là dòng chất lỏng được tạo ra theo bước (A) và dòng tinh chế như dòng hơi được tạo ra theo bước (B), mà được cấp vào cột theo các bước (C1) và (C2). Do vậy, hai pha chiếm ưu thế bên trong cột, cụ thể là pha hơi được tạo ra từ dòng tinh chế, và một pha lỏng được tạo 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 được tái tuần hoàn.

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

Chất lỏng được thu gom ở đáy theo bước (E) chứa dung dịch leucoindigo đã được 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 tạo cấu hình 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 tạo cấu hình ở dạng cột bong bóng một giai đoạn.

Pha hơi được tạo ra bởi dòng tinh chế hoặc dòng hơi theo bước (B) được phân tán bởi thiết bị phân tán thành các bong bóng đi vào pha lỏng.

Pha lỏng được tạo ra bởi dòng chất lỏng theo bước (A) có thể di chuyển đồng thời hoặc ngược chiều với dòng hơi.

Theo một phương án, việc cấp cho cột bong bóng bao gồm hoặc là dòng chất lỏng được cung cấp theo bước (A) và dòng hơi được cung cấp theo bước (B), mà được cấp vào cột theo các bước (C1) và (C2). Do vậy, hai pha chiếm ưu thế bên trong cột, cụ thể là pha hơi được tạo ra từ dòng tinh chế, và một pha lỏng được tạo 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 (D) chứa anilin hoặc anilin và N-metylanilin được loại ra khỏi dung dịch leucoindigo.

Chất lỏng được thu gom ở đáy theo bước (E) chứa dung dịch leucoindigo đã được 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 này 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 tạo cấu hình ở dạng cột bong bóng nhiều giai đoạn, tức là, tầng cột bong bóng. Theo một phương án, tầng này có thể bao gồm các khay sàng.

Theo phương án khác, cột bong bóng có thể được tạo cấu hình ở dạng thiết bị phản ứng dạng vòng như thiết bị phản ứng dạng vòng lớn hoặc thiết bị phản ứng dạng vòng phun.

Điều chế nguyên liệu ban đầu

Dung dịch leucoindigo được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế như được xác định theo khía cạnh thứ nhất được điều chế theo các phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật, tức là bằng cách đưa chế phẩm nước bao gồm indigo từ các nguồn khác nhau hoặc các quy trình tổng hợp đã biết mới hơn vào bước khử khi có mặt hydroxit của kim loại kiềm.

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

(0) đưa chế phẩm nước bao gồm indigo mà chứa anilin hoặc anilin và N-metylanilin, vào quá trình khử khi có mặt hydroxit của kim loại kiềm để tạo ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm các amin thơm này, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm.

Tốt hơn nếu, quá trình khử được tiến hành là quá trình hydro hóa. Quá trình hydro hóa có thể được tiến hành bởi các phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật.

Quá trình khử được ưu tiên là quá trình hydro hóa sử dụng chất xúc tác Raney-Nickel.

Các phương pháp đã biết khác là, ví dụ, khử sử dụng natri dithionit, khử bằng cách điện phân như điện phân gián tiếp sử dụng các phức hợp trietanolamin

gồm sắt làm các chất trung gian, và khử bằng cách sử dụng indoxyl. Cần hiểu rằng quá trình khử không bị giới hạn ở các phương pháp khử đã nêu.

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

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

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

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

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

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

Lượng kim loại kiềm trong muối leucoindigo về cơ bản tương ứng với lượng mà về mặt tỷ lệ tương ứng với lượng cần thiết để tạo ra hoàn toàn muối leucoindigo. Tốt hơn nếu, muối và/hoặc dung dịch chứa trong khoảng từ 1,5 đến 2,5 mol kiềm/mol leucoindigo, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 2,0 đến 2,5 mol kiềm, còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 2,1 đến 2,5 mol kiềm.

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

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

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

Tỷ lệ mol này của natri và kali nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1 : 2,33 bao hàm, ví dụ, tỷ lệ nằm trong khoảng từ 2 : 1 đến 1 : 2, hoặc 1,5 : 1 đến 1 : 1,5 hoặc tỷ lệ là 1 : 1.

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

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

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

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

Có thể tạo ra lượng cần thiết của hydroxit của kim loại kiềm ở ngay trước quá trình hydro hóa hoặc một phần trong quá trình hydro hóa, hoặc trước và trong quá trình hydro hóa. Nếu cần, kiềm bổ sung cũng có thể được bổ sung sau quá trình hydro hóa.

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

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch thu được ở bước (0) hoặc tạo ra ở bước (A) nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch thu được ở bước (0) hoặc tạo ra ở bước (A) như nằm trong khoảng từ 10 đến 60% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 15 đến 55% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 20 đến 50% khối lượng.

Theo phương án khác, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch thu được ở bước (0) hoặc tạo ra ở bước (A) nằm trong khoảng từ 10 đến 35% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch thu được ở bước (0) hoặc tạo ra ở bước (A).

Như được thảo luận trong phần Tình trạng kỹ thuật của sáng chế nêu trên, dung dịch muối leucoindigo thu được bằng cách khử indigo chứa amin thơm ở dạng

anilin hoặc anilin và N-metylanilin stemming từ các quy trình sản xuất indigo được sử dụng theo cách thông thường.

Theo một phương án, nồng độ của của amin thơm này trong dung dịch thu được ở bước (0) hoặc tạo ra ở bước (A) trước khi tinh chế nằm trong khoảng từ 2.000 ppm đến 10.000 ppm.

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

Dung dịch nước leucoindigo ổn định theo sáng chế

Nếu hơi nước được sử dụng làm dòng tinh chế, thì nồng độ của leucoindigo trong dòng chất lỏng đã được tinh chế được xả ra từ dụng cụ theo bước (E) có thể nhỏ hơn nồng độ của leucoindigo trong dòng chất lỏng tạo ra ở bước (A), tương ứng trong dòng chất lỏng cấp vào dụng cụ theo bước (C1) do ngưng tụ hơi nước cấp vào dụng cụ theo bước (C2).

Dung dịch thu được ở bước (E) có thể được cô đặc đối với dung dịch được sử dụng ở bước (A), ví dụ, bằng cách chưng cất nước cho đến khi đạt được nồng độ mong muốn.

Theo phương án khác, khi hơi nước được sử dụng ở bước (C2) mà được tạo ra bằng cách gia nhiệt ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà được xả ra từ dụng cụ theo bước (E), thì cũng có thể thu được dạng cô đặc của leucoindigo.

Dung dịch leucoindigo đã được tinh chế thu được ở bước (E) có thể được pha loãng bằng cách bổ sung nước, nếu cần.

Theo đó, nồng độ của dung dịch leucoindigo đã được tinh chế thu được ở bước (E) có thể được điều chỉnh theo ứng dụng mong muốn, bằng cách chưng cất nước hoặc bằng cách bổ sung nước.

Theo phương án khác, phương pháp theo sáng chế có thể được tiến hành sao cho nồng độ của dung dịch leucoindigo đã được tinh chế thu được ở bước (E) bằng nồng độ của dung dịch leucoindigo không được tinh chế tạo ra ở bước (A).

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo thu được trong dung dịch được tinh chế theo bước (E) được điều chỉnh tới khoảng nằm trong khoảng từ 45 đến 65% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch.

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch thu được ở bước (0) hoặc tạo ra ở bước (A) được điều chỉnh tới khoảng nằm trong khoảng từ 5 đến 65% khối lượng như nằm trong khoảng từ 10 đến 60% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 15 đến 55% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 20 đến 50% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch thu được ở bước (0) hoặc tạo ra ở bước (A), và nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch được tinh chế nằm trong khoảng từ 40 đến 65% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch.

Do đó, theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo trong dung dịch được tinh chế nằm trong khoảng từ 40 đến 65% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch.

Nếu cần, dung dịch thu được sau khi tinh chế có thể được pha loãng tới khoảng nồng độ phù hợp với việc dùng hoặc các yêu cầu về độ ổn định.

Theo một phương án, nồng độ được điều chỉnh tới khoảng từ 10 đến 45% khối lượng như khoảng từ 15 đến 45% khối lượng hoặc như khoảng từ 10 đến 40% khối lượng, nếu cần bổ sung nước. Các khoảng nồng độ thích hợp khác, ví dụ, nằm trong khoảng từ 20 đến 45% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 25 đến 45% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 20 đến 40% khối lượng hoặc nằm trong khoảng từ 25 đến 40% khối lượng.

Tất nhiên là, khi pha loãng nồng độ của amin thơm được giảm xuống tiếp.

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo được điều chỉnh tới khoảng nồng độ từ 10 đến 45% khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch như khoảng từ 15 đến 45% khối lượng hoặc khoảng từ 20 đến 45% khối lượng

hoặc khoảng từ 25 đến 45% khối lượng hoặc khoảng từ 10 đến 40% khối lượng hoặc khoảng từ 20 đến 40% khối lượng hoặc khoảng từ 25 đến 40% khối lượng để tạo ra dung dịch muối leucoindigo ổn định, và trong đó độ ổn định của dung dịch được xác định ở nhiệt độ là 23°C.

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo được điều chỉnh tới khoảng nồng độ từ 45 đến 65% khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của dung dịch để tạo ra dung dịch muối leucoindigo ổn định, và trong đó độ ổn định của dung dịch được xác định ở nhiệt độ là 60°C.

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

Theo một phương án, nồng độ của muối leucoindigo được điều chỉnh tới khoảng nồng độ từ 45 đến 65% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được xác định ở nhiệt độ 60°C.

Theo sáng chế, anilin được loại ra khỏi dung dịch leucoindigo để nồng độ anilin dưới 100 ppm, tốt hơn là dưới 80 ppm, còn tốt hơn nữa là dưới 60 ppm, và vẫn còn tốt hơn nữa là dưới 50 ppm, đặc biệt là dưới 20 ppm, và đặc biệt tốt hơn là dưới 10 ppm, nồng độ được xác định theo ISO 14362-1:2017(E).

Hơn nữa theo sáng chế, anilin và N-metylanilin được loại ra khỏi dung dịch leucoindigo để nồng độ anilin và nồng độ N-metylanilin dưới 100 ppm, tốt hơn là dưới 80 ppm, còn tốt hơn nữa là dưới 60 ppm.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 40 ppm, đặc biệt là dưới 30 ppm hoặc dưới 20 ppm, và đặc biệt tốt hơn là dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm, nồng độ được xác định theo ISO 14362-1:2017(E).

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến dung dịch nước leucoindigo ổn định bao gồm amin thơm ở dạng anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm;

trong đó nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 100 ppm, tốt hơn là dưới 80 ppm, còn tốt hơn nữa là dưới 60 ppm, vẫn còn tốt hơn nữa là dưới 40 ppm, đặc biệt là dưới 30 hoặc dưới 20 ppm, và đặc biệt tốt hơn là dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm, nồng độ được xác định theo ISO 14362-1:2017(E), tức là dung dịch leucoindigo không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin; và

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

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

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 40 ppm, đặc biệt là dưới 30 ppm hoặc dưới 20 ppm, nồng độ được xác định theo ISO 14362-1:2017(E).

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 10 ppm hoặc dưới 5 ppm.

Theo phương án được đặc biệt khác, sáng chế đề cập đến dung dịch nước leucoindigo ổn định, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm; trong đó dung dịch không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin như được xác định theo ISO 14362-1:2017(E); và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 28 đến 32% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được xác định ở nhiệt độ 23°C; hoặc

và trong đó muối bao gồm hỗn hợp muối natri và kali hoặc ở dạng hỗn hợp muối natri và kali, trong đó natri và kali có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1: 2,33.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác nữa, nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 29 đến 31% khối lượng.

Vẫn theo phương án được đặc biệt ưu tiên, nồng độ của muối leucoindigo là 30% khối lượng.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác, sáng chế đề cập đến dung dịch nước leucoindigo ổn định, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm; trong đó dung dịch không chứa anilin hoặc không chứa anilin và không chứa N-metylanilin như được xác định theo ISO 14362-1:2017(E); và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 38 đến 42% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được xác định ở nhiệt độ 23°C; hoặc

và trong đó muối bao gồm hỗn hợp muối natri và kali hoặc ở dạng hỗn hợp muối natri và kali, trong đó natri và kali có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1: 2,33.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác nữa, nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 39 đến 41% khối lượng.

Vẫn theo phương án được đặc biệt ưu tiên, nồng độ của muối leucoindigo là 40% khối lượng.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 100 ppm, hoặc dưới 80 ppm, hoặc dưới 60 ppm, hoặc dưới 40 ppm, nồng độ được xác định theo ISO 14362-1:2017(E).

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 30 ppm.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 20 ppm.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 10 ppm.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác, nồng độ của anilin hoặc anilin và N-metylanilin dưới 5 ppm.

Theo một phương án, dung dịch nước leucoindigo theo sáng chế có thể thu được bởi phương pháp như được xác định theo khía cạnh thứ nhất.

Muối leucoindigo thu được có thể được chuyển hóa thành indigo hoặc có thể được sử dụng trong quy trình nhuộm hoàn nguyên để nhuộm nguyên liệu dệt.

Phương pháp tạo ra indigo theo sáng chế

Theo đó, theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề cập đến phương pháp tạo ra indigo, bao gồm bước (II):

(II) oxy hóa dung dịch nước leucoindigo như được xác định theo khía cạnh thứ hai.

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

(I) xử lý nguyên liệu dệt bằng dung dịch leucoindigo cần được oxy hóa.

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

(I) tiến hành phương pháp như được xác định theo khía cạnh thứ nhất;

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

Theo phương án được ưu tiên, dụng cụ sử dụng trong phương pháp của bước (I) được chọn từ nhóm bao gồm cột đĩa, cột nhồi, hoặc cột bong bóng, hoặc hai hoặc ba trong số đó, hoặc hai hoặc nhiều cột bất kỳ trong số các cột này.

Theo phương án được ưu tiên khác nữa, hơi nước này sử dụng trong phương pháp của bước (I) được tạo ra bằng cách gia nhiệt ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà được xả ra từ dụng cụ theo bước (E).

Theo phương án được ưu tiên khác nữa, các bước (A) đến (E) sử dụng trong phương pháp của bước (I) được tiến hành đồng thời.

Thiết bị hợp nhất theo sáng chế

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề cập đến thiết bị hợp nhất, bao gồm:

thiết bị khử được tạo cấu hình để khử indigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin để tạo ra dung dịch nước leucoindigo bao gồm các amin này, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm, và

thiết bị tinh chế được tạo cấu hình để 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 ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm; thiết bị tinh chế này bao gồm:

- (α) phương tiện thứ nhất được tạo cấu hình để tạo ra dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm;
- (β) phương tiện thứ hai được tạo cấu hình để tạo ra dòng tinh chế;
- (γ) phương tiện thứ ba bao gồm dụng cụ được tạo cấu hình
 - (γ1) để cấp dòng chất lỏng này và dòng tinh chế này vào dòng dụng cụ này;
 - (γ2) còn được tạo cấu hình để cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này; và

($\gamma 3$) còn được tạo cấu hình để xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng tinh chế này mà tiếp xúc với dòng chất lỏng này, và để xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế này;

(δ) phương tiện thứ tư được tạo cấu hình để nhận ít nhất một phần dòng chất lỏng mà được xả ra từ dụng cụ.

Thuật ngữ “thiết bị khử được tạo cấu hình để khử indigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin để tạo ra dung dịch nước muối leucoindigo bao gồm các amin này” bao hàm thiết bị khử bao gồm các phương tiện khử tương ứng như các phương tiện được tạo cấu hình để tạo ra hydro.

Theo một phương án, phương tiện thứ nhất (α) là thùng bảo quản cho dung dịch muối leucoindigo cần được tinh chế.

Theo phương án khác, phương tiện thứ nhất (α) là dụng cụ khử.

Theo một phương án, phương tiện thứ hai (β) là đồ chứa chứa các phương tiện tinh chế như khí trơ, dung dịch hữu cơ dạng khí mà không thể trộn lẫn với nước, hoặc hơi, hoặc hai hoặc ba trong số đó.

Theo một phương án, dụng cụ bao gồm trong phương tiện thứ ba (γ) này được chọn từ nhóm bao gồm cột đĩa, cột nhồi, và cột bong bóng, hoặc hai hoặc ba trong số đó, hoặc hai hoặc nhiều cột bất kỳ trong số các cột này.

Thiết kế theo ($\gamma 1$) tốt hơn là tạo ra các ống từ (α) và (β) tới các cửa nạp hơi và cửa nạp chất lỏng của dụng cụ, và các cửa nạp hơi và cửa nạp chất lỏng.

Theo một phương án, thiết kế theo ($\gamma 2$) tạo ra các đĩa (khay) hoặc vật liệu độn nằm trong dụng cụ.

Thiết kế theo ($\gamma 3$) tốt hơn là tạo ra các cửa nạp dòng chất lỏng và các cửa xả dòng tinh chế như các cửa xả hơi và các ống nối với các đồ chứa bảo quản hoặc thu gom tương ứng để chứa anilin đã được loại bỏ hoặc anilin và N-metylanilin và dung dịch muối leucoindigo đã được tinh chế.

Theo một phương án, phương tiện thứ tư (đ) là đồ chứa bảo quản, tốt hơn là có thể được gia nhiệt.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên, phương tiện thứ tư bao gồm phương tiện thứ hai hoặc là phương tiện thứ hai.

Sử dụng dụng cụ

Theo khía cạnh thứ năm, sáng chế mô tả việc sử dụng dụng cụ được tạo cấu hình

- (γ1) để cấp dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo bao gồm anilin hoặc anilin và N-metylanilin, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm, và dòng tinh chế như dòng hơi vào dụng cụ này;
- (γ2) còn được tạo cấu hình để cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này; và
- (γ3) còn được tạo cấu hình để xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng tinh chế này mà tiếp xúc với dòng chất lỏng này, và để xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế này;

để 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 ISO 14362-1:2017(E), trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm;

tốt hơn là trong đó dụng cụ được chọn từ nhóm bao gồm cột đĩa, cột nhồi, và cột bong bóng, hoặc hai hoặc ba trong số đó, hoặc two hoặc nhiều cột bất kỳ trong số các cột này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 (so sánh)

1.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6,5% khối lượng kim loại kiềm, 2,495 ppm anilin và 1,480 ppm N-metylanilin) được đưa vào chưng cất ở nhiệt độ môi trường. Sau khi 470 ml nước được chưng cất, thu được 57% khối lượng dung dịch. Hàm lượng của anilin trong dung dịch thu được cô đặc là 173 ppm và nồng độ N-metylamin là 9 ppm được xác định theo ISO 14362-1:2017(E).

Ví dụ 2

1.000 g nước được bổ sung vào 2.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6,5% khối lượng kim loại kiềm, 2,356 ppm anilin và 1,258 ppm N-metylanilin). Tiếp đó, chế phẩm này được đưa vào để chưng cất ở nhiệt độ môi trường. Sau khi 2.000 ml nước được chưng cất, thu được 60% khối lượng dung dịch. 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 3

2.000 g nước được bổ sung vào 2.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6,5% khối lượng kim loại kiềm, 2,350 ppm anilin và 1,335 ppm N-metylanilin). Tiếp đó, chế phẩm này được đưa vào để chưng cất ở nhiệt độ môi trường. Sau khi 3.000 ml nước được chưng cất, thu được 60% khối lượng dung dịch. 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 4

3.000 g nước được bổ sung vào 2.000 g dung dịch leucoindigo 30% khối lượng (chứa 6,5% khối lượng kim loại kiềm, 2,164 ppm anilin và 1,170 ppm N-metylanilin). Tiếp đó, chế phẩm này được đưa vào để chưng cất ở nhiệt độ môi trường. Sau khi 4.000 ml nước được chưng cất, thu được 60% khối lượng dung dịch. Hàm lượng của anilin trong dung dịch thu được cô đặc là 5 ppm được xác định theo ISO 14362-1:2017(E). N-metylamin không được phát hiện.

Ví dụ 5

1.000 g dung dịch leucoindigo thu được ở Ví dụ 4 được pha loãng bằng 500 g nước để tạo ra 40% khối lượng dung dịch. Dung dịch này có hàm lượng anilin dưới 5 ppm được xác định theo ISO 14362-1:2017(E). Dung dịch được sử dụng ở quy trình nhuộm hoàn nguyên và tạo ra độ bóng sâu.

Ví dụ 6

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 dùng để chưng cất ở nhiệt độ môi trường. Đồng thời với quá trình chưng cất, 3.000 ml nước được bổ sung từ từ. Sau khi 4.000 ml nước được chưng cất, thu được 60% khối lượng dung dịch. Hàm lượng của anilin trong dung dịch thu được cô đặc là 5 ppm được xác định theo ISO 14362-1:2017(E). N-metylamin không được phát hiện.

Ví dụ 7

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 không gian đặt trong điều kiện tro được nạp bằng 5-10 kg dung dịch leucoindigo sử dụng làm nguyên liệu khởi đầu của ví dụ 6. Thiết bị sưởi không gian 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 8

Cột sử dụng trong ví dụ 7 được làm sạch và duy trì trong điều kiện khí tro. Thiết bị sưởi không gian 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 7. 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 lập 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 việc chia tách được xác định dựa vào lượng của phần chung 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 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 ISO 14362-1:2017(E), trong đó thuật ngữ “không chứa anilin” xác định nồng độ anilin dưới 100 ppm, và trong đó thuật ngữ “không chứa anilin và không chứa N-metylanilin” xác định nồng độ anilin và N-metylanilin dưới 100 ppm, trong đó leucoindigo này ở dạng muối của kim loại kiềm, phương pháp này bao gồm ít nhất các bước (A) đến (C):

(A) tạo ra dòng chất lỏng bao gồm dung dịch nước leucoindigo này bao gồm các amin này;

(B) tạo ra dòng tinh chế;

(C) cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này;

trong đó bước (C) bao gồm các bước (C1) và (C2), và phương pháp này còn bao gồm các bước (D) và (E):

(C1) cấp dòng chất lỏng này và

(C2) cấp dòng tinh chế này

vào trong dụng cụ được tạo cấu hình để cho dòng chất lỏng này tiếp xúc với dòng tinh chế này;

(D) xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng tinh chế này mà đã được tiếp xúc với dòng chất lỏng này; và

(E) xả ra từ dụng cụ ít nhất một phần dòng chất lỏng này mà đã được tiếp xúc bởi dòng tinh chế này;

trong đó dòng tinh chế là dòng hơi, trong đó dòng hơi này bao gồm hơi nước, trong đó dụng cụ 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 cột bất kỳ trong số các cột này; và

trong đó cột có thể hoạt động ở áp suất nằm trong khoảng từ áp suất tuyệt đối $0,95 \cdot 10^5$ Pa (0,95 bar) đến áp suất tuyệt đối $1,2 \cdot 10^5$ Pa (1,2 bar), trong đó nhiệt độ của cột được thiết lập trong khoảng từ 95°C đến 110°C ; hoặc

cột có thể hoạt động ở áp suất nằm trong khoảng từ áp suất tuyệt đối $1,2 \cdot 10^5$ Pa (1,2 bar) đến áp suất tuyệt đối $11 \cdot 10^5$ Pa (11 bar), trong đó nhiệt độ của cột được thiết lập trong khoảng từ 110°C đến 190°C ;

trong đó nhiệt độ đã nêu được đo ở đáy cột.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dòng chất lỏng và dòng tinh chế là các dòng ngược chiều.
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó hơi nước này được tạo ra bằng cách gia nhiệt ít nhất một phần của dòng chất lỏng này mà đã được xả ra từ dụng cụ theo bước (E).
4. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó các bước (A) đến (E) được tiến hành đồng thời.
5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung dịch nước leucoindigo này là dung dịch nước leucoindigo ổn định, và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 10% đến 40% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 23°C ;

và trong đó thuật ngữ “độ ổn định của dung dịch” dùng để chỉ dung dịch không dễ bị kết tinh hoặc kết tủa ở nhiệt độ 23°C ; hoặc

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 40% đến 65% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 60°C ; và trong đó thuật ngữ “độ ổn định của dung dịch” dùng để chỉ dung dịch không dễ bị kết tinh hoặc kết tủa ở nhiệt độ 60°C .

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung dịch nước leucoindigo này là dung dịch nước leucoindigo ổn định, và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 28% đến 32% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 23°C; và

trong đó muối bao gồm hỗn hợp muối natri và kali hoặc ở dạng hỗn hợp muối natri và kali, trong đó natri và kali có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1 : 2,33;

và trong đó thuật ngữ “độ ổn định của dung dịch” dùng để chỉ dung dịch không dễ bị kết tinh hoặc kết tủa ở nhiệt độ 23°C.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung dịch nước leucoindigo này là dung dịch nước leucoindigo ổn định, và

trong đó nồng độ của muối leucoindigo nằm trong khoảng nồng độ từ 38% đến 42% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch, và trong đó độ ổn định của dung dịch được đo ở nhiệt độ 23°C; và

trong đó muối bao gồm hỗn hợp muối natri và kali hoặc ở dạng hỗn hợp muối natri và kali, trong đó natri và kali có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 2,33 : 1 đến 1 : 2,33;

và trong đó thuật ngữ “độ ổn định của dung dịch” dùng để chỉ dung dịch không dễ bị kết tinh hoặc kết tủa ở nhiệt độ 23°C.

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

(I) tiến hành phương pháp như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4;

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

9. Phương pháp theo điểm 8, bao gồm bước (II) trước bước (III):

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