



(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) 
1-0020761

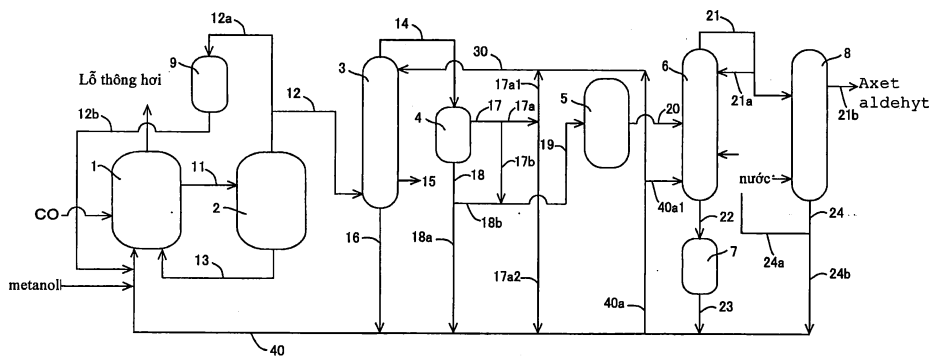
(51)⁷ C07C 51/12, 53/08, 51/44

(13) B

- (21) 1-2013-01399 (22) 27.09.2011
(86) PCT/JP2011/072059 27.09.2011 (87) WO2012/046593A1 12.04.2012
(30) 2010-226664 06.10.2010 JP
(45) 25.04.2019 373 (43) 25.07.2013 304
(73) DAICEL CORPORATION (JP)
Mainichi Intecio. 3-4-5, Umeda, Kita-ku, Osaka-shi, Osaka 530-0001, Japan
(72) SHIMIZU, Masahiko (JP)
(74) Công ty TNHH Quốc tế D & N (D&N INTERNATIONAL CO.,LTD.)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT AXIT AXETIC

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất axit axetic ổn định có độ tinh khiết cao trong khi loại được axetaldehyt một cách hiệu quả. Quy trình sản xuất axit axetic này bao gồm các bước sau: bước phản ứng để cho phép metanol phản ứng với cacbon monoxit với sự có mặt của chất xúc tác kim loại, muối halogenua, và metyl iodua; bước nạp liên tục hỗn hợp phản ứng vào bình bay hơi cực nhanh và tách hợp phần có điểm sôi thấp (2A) chứa axit axetic và metyl iodua và hợp phần có điểm sôi cao (2B) chứa chất xúc tác kim loại và muối halogenua; bước nạp hợp phần có điểm sôi thấp (2A) vào cột chưng cất, và tách thành hợp phần có điểm sôi thấp (3A) chứa metyl iodua và axetaldehyt và dòng (3B) chứa axit axetic để thu hồi axit axetic; bước ngưng tụ để làm ngưng tụ và lưu giữ tạm thời hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn và đưa hợp phần có điểm sôi thấp (3A) ra từ bình lắng gạn; và bước tách axetaldehyt từ hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn và quay vòng phần chất lỏng được tách vào hệ phản ứng. Trong bước ngưng tụ, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà được giữ, được kiểm soát dựa trên dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất axit axetic một cách ổn định bằng quá trình cacbonyl hóa metanol với sự có mặt của chất xúc tác kim loại (như chất xúc tác rodi) và metyl iodua.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều quy trình sản xuất axit axetic công nghiệp đã được biết đến. Trong số các quy trình này, quy trình có hiệu quả về mặt công nghiệp là quy trình bao gồm việc cho phép metanol phản ứng liên tục với cacbon monoxit có sử dụng chất xúc tác rodi và metyl iodua với sự có mặt của nước để tạo ra axit axetic. Ngoài ra, gần đây đã có nhiều nghiên cứu nhằm cải thiện các điều kiện phản ứng và chất xúc tác. Kết quả là đã phát triển được quy trình công nghiệp sản xuất axit axetic có hiệu suất cao bằng cách bổ sung chất làm ổn định xúc tác (như muối iodua) và phản ứng diễn ra ở điều kiện hàm lượng nước thấp hơn so với điều kiện phản ứng thông thường. Quy trình này cho phép giảm các sản phẩm phụ bao gồm cacbon dioxit hoặc axit propionic do có hàm lượng nước thấp trong hỗn hợp phản ứng. Tuy nhiên, trong hỗn hợp phản ứng này, ngoài các thành phần kể trên còn có các sản phẩm phụ khác (các tạp chất) với lượng nhỏ, ví dụ, hợp chất cacbonyl (như axetaldehyt, butyraldehyt, crotonaldehyt, 2-etylcrotonaldehyt, và sản phẩm ngưng tụ aldol của chúng), iodua hữu cơ (ví dụ, ngoài metyl iodua còn có alkyl iodua, như etyl iodua, butyl iodua, hoặc hexyl iodua). Do sản lượng axit axetic được sản xuất tăng lên, nên sự tạo thành các tạp chất cũng tăng, điều này làm giảm chất lượng của axit axetic. Ví dụ, trong thử nghiệm chất lượng nhằm kiểm tra sự có mặt với lượng rất nhỏ của các tạp chất khử trong axit axetic, thử nghiệm này được gọi là thử nghiệm cơ chất khử-pemanganat (thời gian pemanganat), có thể phát hiện được các tạp chất ở nồng độ rất nhỏ mà rất khó để định lượng được thậm chí bằng các phương pháp phân tích nhờ thiết bị rất hiện đại ngày nay, các tạp chất này dẫn đến giảm chất lượng sản phẩm. Ngoài ra, một vài trong số các tạp chất này còn gây ảnh hưởng xấu đối với việc sử dụng axit axetic. Ví dụ, trong quy trình sản xuất vinyl axetat từ etylen và axit axetic, đã biết rằng các tạp chất này làm hư hại chất xúc tác loại paladi được sử dụng trong quy trình.

Tuy nhiên, rất khó để loại bỏ hoàn toàn hợp chất cacbonyl hoặc alkyl iodua bằng các biện pháp thông thường như chưng cất, bởi vì điểm sôi của hợp chất cacbonyl hoặc alkyl iodua gần với điểm sôi của chất xúc tác iodua, hoặc vì các lý do khác.

Do đó, việc xử lý axit axetic thô chứa lượng nhỏ các tạp chất này ví dụ bằng ozon hoặc tác nhân oxy hóa đã được phát triển. Do việc xử lý này có hạn chế về nồng độ của các tạp chất cần được xử lý, không thể loại bỏ hợp chất cacbonyl và iodua hữu cơ một cách hiệu quả.

Trong khi đó, trong quy trình phản ứng liên tục, việc loại bỏ hợp chất cacbonyl trong chất lỏng tuần hoàn của quy trình cũng được thử nghiệm. Ví dụ, Công bố Đơn yêu cầu cấp patent Nhật công khai số 4-266843 (JP-4-266843A, Tài liệu Patent 1) bộc lộ quy trình loại tạp chất cacbonyl, quy trình này bao gồm việc cho phép dòng methyl iodua được quay vòng vào bình phản ứng cacbonyl hóa tiếp xúc với hợp chất amino, hợp chất này được để cho phản ứng với tạp chất cacbonyl để tạo ra chất dẫn xuất nitơ hòa tan được trong nước, tách pha methyl iodua hữu cơ tạo thành ra khỏi pha dẫn xuất trong nước tạo thành, và chưng cất pha methyl iodua. Nồng độ của tạp chất cacbonyl trong dòng hữu cơ được quay vòng vào bình phản ứng cacbonyl hóa vẫn còn cao, và khó loại bỏ hoàn toàn tạp chất cacbonyl. Hơn nữa, quy trình được mô tả trong tài liệu Patent này đòi hỏi bước loại hợp chất nitơ.

Công bố Đơn yêu cầu cấp patent Nhật công khai số 8-67650 (JP-8-67650A, Tài liệu Patent 2) bộc lộ quy trình sản xuất axit axetic có độ tinh khiết cao, quy trình này bao gồm việc cho phép metanol phản ứng liên tục với cacbon monoxit với sự có mặt của chất xúc tác rodi, muối iodua, và methyl iodua, trong đó phản ứng được tiến hành bằng cách loại axetaldehyt khỏi chất lỏng quy trình được quay vòng vào bình phản ứng để duy trì nồng độ axetaldehyt trong hỗn hợp phản ứng ở 400 ppm hoặc thấp hơn. Tài liệu Patent này tập trung vào việc hầu hết các tạp chất được hình thành trong hệ phản ứng và việc tạo ra các tạp chất này là do sản phẩm phụ axetaldehyt được hình thành trong hệ phản ứng. Do đó, nồng độ của axetaldehyt trong hệ phản ứng được giảm để làm giảm hợp chất cacbonyl hoặc iodua hữu cơ, và kết quả là, có thể thu được axit axetic có độ tinh khiết cao.

Ngoài ra, tài liệu Patent này bộc lộ rằng, liên quan đến quy trình sản xuất axit axetic trong khi loại axetaldehyt, quy trình này bao gồm việc tách hỗn hợp phản ứng thành pha dễ bay hơi chứa axit axetic, metyl axetat và metyl iodua và pha bay hơi kém chứa chất xúc tác rodi, chưng cất pha dễ bay hơi để thu được hỗn hợp sản phẩm chứa axit axetic và phần cất đỉnh chứa metyl axetat và metyl iodua, và tái tuần hoàn phần cất đỉnh thu được vào trong bình phản ứng, trong đó phần cất đỉnh hoặc phần ngưng tụ chất cacbonyl (cụ thể là axetaldehyt) của nó được cho tiếp xúc với nước để tách pha hữu cơ chứa metyl axetat và metyl iodua và pha nước chứa tạp chất cacbonyl, và pha hữu cơ được quay vòng lại vào bình phản ứng. Hơn nữa, tài liệu này bộc lộ rằng phương pháp cụ thể để thu nhận metyl iodua từ phần ngưng tụ chất cacbonyl tốt hơn là phương pháp có bước tách axetaldehyt lỏng chứa metyl iodua từ chất lỏng quy trình bằng cách chưng cất, và chiết có chọn lọc axetaldehyt lỏng tạo thành với nước.

Tuy nhiên, tài liệu này không bộc lộ rằng, tốc độ dòng chảy của phần cất đỉnh được kiểm soát trong quá trình tái tuần hoàn phần cất đỉnh vào trong bình phản ứng.

Các tài liệu liên quan

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-4-266843A (Yêu cầu bảo hộ)

Tài liệu sáng chế 2: JP-8-67650A (Yêu cầu bảo hộ)

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bằng sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất axit axetic một cách ổn định đồng thời loại bỏ được axetaldehyt một cách hiệu quả.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất axit axetic trong khi tái sử dụng metyl iodua làm chất xúc tác với hiệu quả cao.

Các phương án để giải quyết vấn đề

Trong hàng loạt quy trình sản xuất axit axetic liên tục với hệ chất xúc tác chứa chất xúc tác kim loại, muối halogenua và metyl iodua, tác giả sáng chế đã nghiên cứu quy trình loại axetaldehyt từ hợp phần có điểm sôi thấp (phần cất đỉnh) thu được sau khi tách dòng chứa axit axetic và ít nhất chứa metyl iodua và axetaldehyt, thu lại thành

phần hữu dụng (như metyl iodua) một cách hiệu quả, và tái sử dụng thành phần hữu dụng này vào hệ phản ứng hoặc vào các bước khác. Tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, việc loại trực tiếp axetaldehyt từ phần cất đỉnh bằng cách chưng cất hoặc các phương pháp khác thực tế làm cho khó vận hành quy trình một cách ổn định.

Đặc biệt là, để loại axetaldehyt từ phần cất đỉnh, đòi hỏi tiến hành các bước sau đây: làm ngưng tụ phần cất đỉnh và lưu giữ tạm thời trong bình lắng gạn, và tiếp theo nạp phần cất đỉnh được ngưng tụ (hoặc phần ngưng đỉnh) từ bình lắng gạn vào quy trình tách axetaldehyt (ví dụ, quy trình chưng cất). Qua hàng loạt các bước sản xuất liên tục, tốc độ dòng chảy của phần cất đỉnh được nạp vào bình lắng gạn thường dao động cùng với sự dao động của áp suất trong quy trình. Tuy nhiên, do bình lắng gạn có giới hạn về dung tích cho phép, việc nạp trực tiếp phần cất đỉnh gây ra sự dao động mức chất lỏng trong bình lắng gạn cùng với sự dao động tốc độ dòng chảy của phần cất đỉnh, và sự dao động mức chất lỏng đôi khi cản trở việc vận hành ổn định của quy trình tùy thuộc vào mức độ dao động. Ngược lại, nỗ lực để nạp phần cất đỉnh vào quy trình tách axetaldehyt sao cho tương ứng với dao động tốc độ dòng chảy của nó với mục đích làm giảm sự dao động mức chất lỏng trong bình lắng gạn không thể làm nhẹ (hoặc hấp thụ) dao động tốc độ dòng chảy của phần cất đỉnh được nạp từ bình lắng gạn vào quy trình tách axetaldehyt một cách hiệu quả. Do đó, việc tách axetaldehyt đôi khi không có hiệu quả (do đó nồng độ của axetaldehyt trong hệ phản ứng tăng), hoặc thiết bị tách axetaldehyt (như cột chưng cất) đôi khi không được vận hành ổn định. Hơn nữa, do dao động tốc độ dòng chảy của phần cất đỉnh không thể được giảm nhẹ trong quy trình tách axetaldehyt, dẫn đến mức chất lỏng trong bình lắng gạn (hơn nữa là bước trước đó) cũng dao động.

Do đó, tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu sâu rộng để đạt được các mục đích nêu trên đây và cuối cùng phát hiện ra rằng, bằng cách (i) quay vòng phần (một phần) của phần cất đỉnh ngưng tụ mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn vào hệ phản ứng mà không đưa đến quy trình tách axetaldehyt hoặc (ii) nạp phần cất đỉnh từ bình lắng gạn vào quy trình tách axetaldehyt qua bể đệm, lượng phần cất đỉnh được lưu giữ trong bình lắng gạn được điều chỉnh hoặc được kiểm soát tùy thuộc vào dao động về lượng nạp phần cất đỉnh, và sau đó lượng phần cất đỉnh được nạp từ bình lắng gạn vào quy trình tách axetaldehyt được điều chỉnh hoặc được kiểm soát; theo cách này, chuỗi các quy trình sản xuất axit axetic, bao gồm bước loại axetaldehyt và thu hồi metyl

iodua, được tiến hành ổn định và hiệu quả. Sáng chế được hoàn thiện dựa trên các phát hiện nêu trên đây.

Sáng chế đề cập đến quy trình (quy trình khép kín) để sản xuất axit axetic, quy trình này bao gồm các bước sau đây: bước phản ứng để cho phép metanol phản ứng một cách liên tục với cacbon monoxit với sự có mặt của hệ chất xúc tác bao gồm chất xúc tác kim loại (ví dụ, xúc tác rodi), muối halogenua (ví dụ, muối iodua), và metyl iodua trong bình phản ứng cacbonyl hóa; bước làm bay hơi cực nhanh để nạp liên tục hỗn hợp phản ứng từ bình phản ứng vào bình bay hơi cực nhanh (hoặc giàn bay hơi) và tách hợp phần có điểm sôi thấp (2A) (hoặc hợp phần dễ bay hơi (2A)) chứa sản phẩm axit axetic và metyl axetat và hợp phần có điểm sôi cao (2B) (hoặc hợp phần bay hơi kém (2B)) chứa chất xúc tác kim loại và muối halogenua; bước thu hồi axit axetic để nạp liên tục hợp phần có điểm sôi thấp (2A) vào cột chưng cất, và tách hợp phần có điểm sôi thấp (hoặc phần cất đỉnh hoặc phần cất đỉnh đầu tiên) (3A) chứa metyl iodua và sản phẩm phụ axetaldehyt và dòng (3B) chứa axit axetic để thu hồi axit axetic; bước ngưng tụ để làm ngưng tụ (ngưng tụ bằng cách làm lạnh) và lưu giữ (chứa) tạm thời hợp phần có điểm sôi thấp (3A) (hoặc một phần của toàn bộ hợp phần có điểm sôi thấp (3A)) trong bình lắng gạn (thiết bị lắng gạn, bể chứa) [hoặc giữ hợp phần ngưng tụ (phần ngưng)] và tháo hợp phần có điểm sôi thấp (3A) ra khỏi bình lắng gạn [hoặc tháo hợp phần có điểm sôi thấp (3A) ra để nạp hợp phần (3A) này vào bước tách và quay vòng hoặc đưa hợp phần (3A) vào bước tách axetaldehyt]; và bước tách và quay vòng để tách hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được ngưng tụ [hoặc hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn] [hoặc hợp phần ngưng tụ (3A') trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)] thành axetaldehyt và phần cặn lỏng (hoặc phần còn lại ở dạng lỏng) và quay vòng (hoặc tuần hoàn) phần cặn lỏng này, ví dụ, quay vòng vào ít nhất một bước từ bước phản ứng (hoặc bình phản ứng hoặc hệ phản ứng) đến bước tách axetaldehyt; trong đó trong bước ngưng tụ, lượng được giữ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) [hoặc hợp phần ngưng tụ (3A') trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)] được điều chỉnh hoặc được kiểm soát dựa trên dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) [hoặc hợp phần ngưng tụ (3A') trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)] được nạp vào bình lắng gạn.

Theo quy trình sản xuất axit axetic, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn dao động rõ rệt trong quá trình vận hành (hoặc qua toàn bộ quy

trình). Ví dụ, đối với dao động (hoặc thay đổi hoặc biến thiên), cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn là 100 theo thể tích chất lỏng (phần ngưng), tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn có thể nằm trong khoảng từ 80 đến 120 trong quá trình vận hành.

Phương pháp cụ thể để điều chỉnh (hoặc kiểm soát) lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ bao gồm, ví dụ, (1) phương pháp trong đó hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra sao cho dao động về lượng hoặc mức chất lỏng của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn có thể được hạn chế (hoặc được giữ gần như không đổi) và/hoặc (2) phương pháp trong đó bình lắng gạn có chức năng đệm được sử dụng làm bình lắng gạn để làm nhẹ (hoặc khuếch tán) dao động của lượng hợp phần có điểm sôi thấp (hoặc phần ngưng) (3A) được nạp bên trong bình lắng gạn.

Theo phương pháp (1), ví dụ, trong bước ngưng tụ, cho rằng mỗi mức chất lỏng trung bình (hoặc lượng trung bình) và mức mặt phân cách trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn là 100, mức chất lỏng (hoặc lượng trung bình) và/hoặc mức mặt phân cách của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn có thể được điều chỉnh [đặc biệt là, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được tháo ra từ bình lắng gạn để điều chỉnh mức chất lỏng] đến trị số nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 95 đến 105) trong quá trình vận hành. Mức chất lỏng là để chỉ độ cao của bề mặt tiếp xúc của hợp phần có điểm sôi thấp được ngưng tụ (3A) với khí (pha khí) trong bình lắng gạn. Khi hợp phần có điểm sôi thấp được ngưng tụ (3A) được tách thành 2 pha (pha trên và pha dưới), mức mặt phân cách là để chỉ độ cao của ranh giới giữa 2 pha (hoặc độ cao của pha dưới). Do đó khái niệm về mức mặt phân cách được sử dụng khi hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trải qua quá trình tách lớp (tách pha).

Hơn nữa, theo phương pháp (2), trong bước ngưng tụ, bình lắng gạn có chức năng đệm có thể được sử dụng làm bình lắng gạn. Cụ thể, thời gian lưu (hoặc thời gian giữ) của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) [hoặc hợp phần ngưng tụ (3A') trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)] trong bình lắng gạn này có thể được điều chỉnh sao cho không ít hơn 1 phút (ví dụ, không ít hơn 3 phút). Việc sử dụng bình lắng gạn cho phép

thời gian lưu đủ này có thể làm giảm một cách hiệu quả dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) [hoặc hợp phần ngưng tụ (3A')] trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)] trong bình lắng gạn.

Theo sáng chế, để tiến hành toàn bộ quy trình một cách ổn định, trong bước ngưng tụ lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ có thể thường được điều chỉnh hoặc được kiểm soát dựa trên dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn, và tiếp theo lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) [hoặc hợp phần ngưng tụ (3A')] trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)] được nạp vào bước tách và quay vòng có thể được điều chỉnh hoặc kiểm soát. Đặc biệt là, trong bước ngưng tụ, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng có thể được điều chỉnh sao cho có trị số không đổi hoặc hầu như không đổi (hoặc có trị số được giữ gần như không đổi) [ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) là 100, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng có thể được điều chỉnh đến trị số nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 95 đến 105) trong quá trình vận hành].

Các ví dụ điển hình về phương pháp điều chỉnh hoặc kiểm soát lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng bao gồm ít nhất một phương pháp được chọn từ các phương pháp (a), (b) và (c) sau đây: (a) phương pháp tuần hoàn một phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn vào bước khác với bước tách và quay vòng [ví dụ, ít nhất một bước được chọn từ nhóm bao gồm hệ phản ứng (bình phản ứng hoặc bước phản ứng) và bước thu hồi axit axetic (hoặc cột chưng cất), cụ thể là ít nhất hệ phản ứng (hoặc bình phản ứng) hoặc bước phản ứng]; (b) phương pháp nạp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn vào bước tách và quay vòng qua bể chứa có chức năng đệm; và (c) phương pháp điều chỉnh lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn để có trị số không đổi (hoặc hầu như không đổi, ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn là 100, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn trong quá trình vận hành được điều chỉnh đến trị số nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 95 đến 105)).

Đối với phương pháp (a), trong bước ngưng tụ, lượng (hoặc tốc độ dòng chảy) của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng có thể được điều chỉnh bằng cách quay vòng một phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn vào bước khác với bước tách và quay vòng. Trong phương pháp (a), không ít hơn 10%, tốt hơn là không ít hơn 20% (ví dụ, từ 20 đến 90%) tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn có thể được tuần hoàn (hoặc được quay vòng), cụ thể, không ít hơn 40% (ví dụ, từ 40 đến 90%) tốc độ dòng chảy trung bình có thể được tuần hoàn. Hơn nữa, trong phương pháp (a), hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được tách thành lớp trên và lớp dưới trong bình lắng gạn, và lớp trên và/hoặc lớp dưới này có thể được quay vòng. Hơn nữa, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được quay vòng dưới dạng một pha mà không tách hợp phần có điểm sôi thấp (3A) thành 2 lớp.

Đối với phương pháp (b), thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bể chứa có chức năng đệm có thể không ít hơn 0,5 phút (ví dụ, không ít hơn 1 phút). Hơn nữa, trong phương pháp (b), tổng thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn và thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bể chứa có thể không ít hơn 1,5 phút (ví dụ, không ít hơn 2 phút).

Đối với phương pháp (c), thông thường, bình lắng gạn có chức năng đệm được sử dụng làm bình lắng gạn, và thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn có thể không ít hơn 1 phút.

Các phương pháp từ (a) đến (c) có thể được tiến hành riêng hoặc ở dạng kết hợp (ví dụ, ít nhất phương pháp (a) hoặc phương pháp (b)).

Phương pháp theo sáng chế, không chỉ loại được axetaldehyt mà còn đạt được việc thu hồi (quay vòng) metyl iodua một cách hiệu quả. Ví dụ, bước tách và quay vòng có thể bao gồm việc nạp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) vào cột chưng cất axetaldehyt, tách hợp phần có điểm sôi thấp (4A) (hoặc lớp thứ hai (4A)) chứa axetaldehyt và hợp phần có điểm sôi cao (4B) (hoặc dòng đáy (4B)) chứa metyl iodua bằng cách chưng cất, và quay vòng hợp phần có điểm sôi cao (4B) dưới dạng phần cận lỏng [ví dụ, ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm hệ phản ứng (bình phản ứng hoặc bước phản ứng), bước thu hồi axit axetic (hoặc cột chưng cất), và cột loại axetaldehyt].

Hơn nữa, theo sáng chế, phần cặn lỏng được tách trong bước tách và quay vòng có thể được quay vòng trong khi làm giảm dao động về tốc độ dòng chảy của phần cặn lỏng. Đặc biệt là, trong bước tách và quay vòng, phần cặn lỏng có thể được quay vòng qua bể chứa có chức năng đệm.

Hợp phần có điểm sôi thấp (4A) được đề cập trên đây đôi khi chứa methyl iodua mà không thể tách được. Do đó, theo sáng chế, khi hợp phần có điểm sôi thấp (4A) còn chứa methyl iodua, trong bước tách và quay vòng, methyl iodua có thể được thu hồi từ hợp phần có điểm sôi thấp (4A) để quay vòng [ví dụ, để quay vòng vào bước từ hệ phản ứng đến công đoạn tách axetaldehyt, ví dụ, được quay vòng ít nhất vào một bước được chọn từ nhóm bao gồm hệ phản ứng (bình phản ứng hoặc bước phản ứng), bước thu hồi axit axetic (hoặc cột chưng cất), và cột chưng cất axetaldehyt].

Trong toàn bộ bản mô tả này, thuật ngữ “hợp phần có điểm sôi thấp (3A)” trong bước ngưng tụ và các bước tiếp sau bước ngưng tụ là để chỉ hợp phần ngưng tụ (phần ngưng hoặc hợp phần lỏng) trong hợp phần có điểm sôi thấp (hoặc phần cất đỉnh) (3A) được tách trong bước thu hồi axit axetic. Hợp phần ngưng tụ đôi khi để chỉ thuật ngữ “hợp phần ngưng tụ (3A’)”, “phần ngưng (3A’)” hoặc tương tự để phân biệt với hợp phần có điểm sôi thấp (3A).

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, axit axetic (axit axetic có độ tinh khiết cao) có thể được sản xuất một cách ổn định trong khi loại được axetaldehyt một cách hiệu quả bằng cách điều chỉnh lượng hợp phần có điểm sôi thấp được lưu giữ trong bình lắng gạn đáp ứng với dao động về lượng nạp hợp phần có điểm sôi thấp chứa methyl iodua và axetaldehyt. Hơn nữa, theo sáng chế, do axetaldehyt có thể được tách từ hợp phần có điểm sôi thấp một cách hiệu quả và chắc chắn, axit axetic có thể được sản xuất trong khi tái sử dụng chất đồng xúc tác với hiệu quả cao, methyl iodua, được tách từ hợp phần có điểm sôi thấp.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là sơ đồ thể hiện quy trình sản xuất (hoặc thiết bị sản xuất) axit axetic theo phương án của sáng chế.

Fig.2 là sơ đồ thể hiện quy trình sản xuất (hoặc thiết bị sản xuất) axit axetic theo phương án khác của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, sáng chế mà sẽ được giải thích chi tiết có viện dẫn đến các hình vẽ. Fig.1 là sơ đồ (sơ đồ tiến trình, hình vẽ thể hiện quy trình dạng sơ đồ, hoặc hình vẽ bố trí nhà máy dạng sơ đồ) để giải thích quy trình sản xuất (hoặc thiết bị sản xuất) axit axetic theo phương án của sáng chế.

Phương án trên Fig.1 thể hiện quy trình (hoặc thiết bị) liên tục để sản xuất axit axetic từ môi trường phản ứng lỏng (hoặc hỗn hợp phản ứng) được tạo ra bằng phản ứng cacbonyl hóa liên tục giữa metanol và cacbon monoxit với sự có mặt của hệ chất xúc tác bao gồm rodi làm chất xúc tác kim loại và chất đồng xúc tác [lithi iodua làm muối halogenua và metyl iodua], cũng như axit axetic, metyl axetat, và lượng nước xác định.

Quy trình (hoặc thiết bị sản xuất) này bao gồm bình phản ứng (hệ phản ứng) 1 để tiến hành phản ứng cacbonyl hóa metanol; bình bay hơi cực nhanh 2 để tách hợp phần có điểm sôi thấp hoặc pha dễ bay hơi (2A) chứa sản phẩm axit axetic, metyl iodua, metyl axetat, và nước và hợp phần có điểm sôi cao hoặc pha bay hơi kém (2B) chứa chất xúc tác rodi và lithi iodua từ môi trường phản ứng lỏng (hoặc hỗn hợp phản ứng hoặc dung dịch phản ứng) chứa axit axetic được tạo ra bằng phản ứng này; cột tách 3 để tách hợp phần có điểm sôi thấp hoặc phần cất đỉnh (phần cất đỉnh thứ nhất) (3A) chứa metyl iodua, metyl axetat, sản phẩm phụ axetaldehyt, nước, và các hợp chất khác, dòng hoặc pha axit axetic (3B) chứa axit axetic làm dòng bên, và hợp phần có điểm sôi cao (3C) chứa axit axetic, nước, axit propionic, và các hợp chất khác, từ hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào bình bay hơi cực nhanh 2; bình lắng gạn 4 để lưu giữ hoặc chứa tạm thời hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được ngưng tụ bằng cách làm lạnh [hoặc hợp phần ngưng tụ (3A') trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)]; bể đệm 5 để chứa (hoặc lưu giữ) tạm thời hợp phần có điểm sôi thấp (3A) [hoặc hợp phần ngưng tụ (3A') trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)] được nạp hoặc đưa ra từ bình lắng gạn 4; cột chưng cất (cột chưng cất axetaldehyt) 6 để tách hợp phần có điểm sôi thấp (3A) [hợp phần ngưng tụ (3A') trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A)] được nạp hoặc đưa ra từ bình lắng gạn 4 hoặc bể đệm 5 thành hợp phần có điểm sôi thấp (4A)

chứa axetaldehyt và metyl iodua và hợp phần có điểm sôi cao (4B) chứa metyl iodua, metyl axetat, nước, axit axetic, và các hợp chất khác; bể đệm 7 để chứa (hoặc lưu giữ) tạm thời hợp phần có điểm sôi cao (4B) được tách trong cột chưng cất 6; thiết bị chiết hoặc bộ chiết 8 để tách axetaldehyt từ hợp phần có điểm sôi thấp (4A) bằng cách chiết (ví dụ, chiết nước) để quay vòng metyl iodua; và nhiều đường dẫn để nạp hoặc quay vòng từng thành phần vào các thiết bị này.

Dưới đây, quy trình được thể hiện trên Fig.1 mà sẽ được giải thích chi tiết hơn.

Metanol ở dạng chất lỏng được nạp liên tục vào bình phản ứng 1, ở tốc độ được định trước, và chất phản ứng cacbon monoxit ở dạng khí được nạp liên tục. Ngoài ra, hỗn hợp chất xúc tác (hỗn hợp chất xúc tác dạng lỏng) chứa hệ chất xúc tác cho phản ứng cacbonyl hóa [hệ chất xúc tác bao gồm thành phần xúc tác kim loại chính (ví dụ, xúc tác rodi) và chất đồng xúc tác (ví dụ, lithi iodua và metyl iodua)] và nước có thể được nạp vào bình phản ứng 1. Ngoài ra, dòng (ví dụ, ở dạng lỏng) chứa (các) hợp phần có điểm sôi thấp hoặc (các) hợp phần có điểm sôi cao từ (các) bước kế tiếp được nạp vào bình phản ứng 1 qua đường 13 và/hoặc đường 40.

Sau đó, bên trong bình phản ứng 1, hệ phản ứng pha lỏng chứa chất phản ứng và hợp phần có điểm sôi cao như thành phần chất xúc tác kim loại (ví dụ, xúc tác rodi và lithi iodua) cân bằng với hệ pha khí bao gồm cacbon monoxit, các sản phẩm phụ của phản ứng (hydro, metan, cacbon dioxit), và hợp phần có điểm sôi thấp hóa hơi (ví dụ, metyl iodua, axit axetic làm sản phẩm, và metyl axetat), và phản ứng cacbonyl hóa metanol diễn ra. Để giữ áp suất trong của bình phản ứng 1 (ví dụ, áp suất phản ứng, áp suất riêng phần cacbon monoxit, và áp suất riêng phần hydro) không đổi, hơi có thể được rút và đưa ra từ đỉnh của bình phản ứng 1. Ngoài ra, hơi được rút ra từ bình phản ứng 1 có thể được làm lạnh bằng thiết bị trao đổi nhiệt để tạo ra hợp phần lỏng (chứa axit axetic, metyl axetat, metyl iodua, axetaldehyt, nước và các hợp chất khác) và hợp phần khí (chứa cacbon monoxit, hydro, và các hợp chất khác). Hợp phần lỏng thu được có thể được quay vòng vào bình phản ứng 1 (không được thể hiện trên hình vẽ), và hợp phần khí thu được (khí thải) có thể được xả ra.

Nếu cần, hydro có thể được nạp vào bình phản ứng 1 để làm tăng hoạt tính xúc tác. Hydro có thể được nạp vào cùng với cacbon monoxit hoặc có thể được nạp riêng. Ngoài ra, do hệ phản ứng này là hệ phản ứng tỏa nhiệt kèm theo quá trình sinh nhiệt,

nên bình phản ứng 1 có thể được trang bị bộ phận có thể loại nhiệt (hoặc loại nhiệt) hoặc bộ phận làm lạnh (ví dụ, áo làm mát) để kiểm soát nhiệt độ phản ứng.

Các thành phần có trong hỗn hợp phản ứng (chất lỏng phản ứng thô) được tạo ra trong bình phản ứng 1 có thể bao gồm axit axetic, hợp phần có điểm sôi thấp hoặc tạp chất có điểm sôi thấp có điểm sôi thấp hơn điểm sôi của axit axetic (ví dụ, metyl iodua là chất đồng xúc tác, metyl axetat là sản phẩm phản ứng của axit axetic với metanol, và axetaldehyt và iodua bậc cao (như hexyl iodua) là các sản phẩm phụ), và hợp phần có điểm sôi cao hoặc tạp chất có điểm sôi cao có điểm sôi cao hơn so với điểm sôi của axit axetic [ví dụ, thành phần xúc tác kim loại (ví dụ, chất xúc tác rodi), chất đồng xúc tác lithi iodua, axit propionic, và nước].

Để tách phần lớn hợp phần có điểm sôi cao (như thành phần chất xúc tác kim loại) từ hỗn hợp phản ứng, một phần của hỗn hợp phản ứng được rút ra liên tục từ bình phản ứng 1 và được đưa vào hoặc nạp vào bình bay hơi cực nhanh (cột chưng cất hoặc cột tách xúc tác) 2 qua đường nạp 11.

Lượng hỗn hợp phản ứng được nạp từ bình phản ứng 1 đến bình bay hơi cực nhanh 2 không hằng định và dao động (hoặc biến thiên) trong quy trình liên tục do dao động về áp suất được gây ra do việc sục khí cacbon monoxit mà sẽ được nạp vào pha lỏng và các phần khác. Ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hỗn hợp phản ứng được nạp vào bình bay hơi cực nhanh 2 là 100, tốc độ dòng chảy (hoặc vận tốc chảy, dưới đây, dùng tương tự với tốc độ dòng chảy) của hỗn hợp phản ứng được nạp vào bình bay hơi cực nhanh 2 nằm trong khoảng từ 98 đến 102 trong quá trình vận hành. Như được mô tả dưới đây, đối với quy trình khép kín, dao động về lượng nạp ảnh hưởng đến (các) bước kế tiếp và là yếu tố gây ra dao động về lượng nạp của hợp phần có điểm sôi thấp được nạp vào bình lắng gạn.

Trong bình bay hơi cực nhanh (cột chưng cất nhanh) 2, từ hỗn hợp phản ứng, dòng có điểm sôi cao hoặc hợp phần có điểm sôi cao hoặc pha sản phẩm dễ bay hơi (2B) (chủ yếu chứa thành phần chất xúc tác kim loại như xúc tác rodi hoặc lithi iodua, và các thành phần khác) và dòng có điểm sôi thấp hoặc hợp phần có điểm sôi thấp (2A) (chủ yếu chứa axit axetic là sản phẩm và cũng hoạt động như dung môi phản ứng, metyl axetat, metyl iodua, nước, axetaldehyt, và các thành phần khác) được tách, và hợp phần có điểm sôi cao (2B) được rút ra từ đáy của bình bay hơi cực nhanh qua

đường 13 ở đáy và được quay vòng vào bình phản ứng 1, và hợp phần có điểm sôi thấp (2A) (dòng axit axetic) được rút ra từ đỉnh cột hoặc phần cất đỉnh của bình bay hơi cực nhanh 2 qua đường nạp 12 và được nạp hoặc được đưa vào cột tách (hoặc cột chưng cất) 3. Trong trường hợp này, hợp phần có điểm sôi cao (2B) cũng chứa chất xúc tác kim loại (xúc tác rodi) và muối halogenua (lithi iodua), và ngoài ra còn có các thành phần còn lại không bay hơi (ví dụ, metyl iodua, metyl axetat, nước, và lượng nhỏ axit axetic). Tỷ lệ về thể tích của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) để được tách trong bình bay hơi cực nhanh 2 nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trong toàn bộ hỗn hợp phản ứng.

Một phần của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) có thể được loại nhiệt và được quay vòng vào bình phản ứng. Theo phương án trên Fig.1, một phần của hợp phần có điểm sôi thấp hóa hơi (2A) (ví dụ, từ 10 đến 30% thể tích) được nạp vào bể chứa (bể lưu giữ) và/hoặc thiết bị trao đổi nhiệt 9 qua đường 12a và được ngưng tụ bằng cách loại nhiệt, và được quay vòng vào bình phản ứng 1 qua đường 12b. Theo cách này, việc loại nhiệt một phần của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) và quay vòng thành phần này vào bình phản ứng cho phép giảm kích cỡ (hoặc thu nhỏ kích cỡ) thiết bị như cột chưng cất (ví dụ, cột tách) thậm chí đối với nhà máy có quy mô lớn. Do đó có thể sản xuất axit axetic có độ tinh khiết cao và sản lượng cao trong thiết bị tiết kiệm nguyên liệu và năng lượng.

Lượng (lượng nạp) của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp từ bình bay hơi cực nhanh 2 vào cột tách 3 cũng dao động trong quy trình liên tục cùng với sự dao động về lượng (lượng nạp) của hỗn hợp phản ứng được nạp vào bình bay hơi cực nhanh 2. Ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào cột tách 3 là 100, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào cột tách 3 nằm trong khoảng từ 98 đến 102 trong quá trình vận hành.

Trong cột tách 3, thông thường, hợp phần có điểm sôi thấp (hoặc phần cất đỉnh) (3A) (chứa metyl iodua, metyl axetat, axetaldehyt, nước, axit axetic, và các hợp chất khác) được tách từ đỉnh cột hoặc phần cất đỉnh của cột qua đường xả 14, và dòng có điểm sôi cao hoặc hợp phần có điểm sôi cao (3C) (thành phần chứa axit axetic, nước, axit propionic, và các hợp chất khác) được tách (hoặc được loại) từ đáy hoặc phần

dưới của cột qua đường đáy 16. Hợp phần có điểm sôi cao (3C) được tách có thể được tháo ra qua đường 16, hoặc có thể được quay vòng một phần hoặc toàn bộ vào bình phản ứng 1 qua đường 40. Dòng bên hoặc dòng pha axit axetic (3B) (dòng axit axetic) chủ yếu chứa axit axetic được thu hồi từ cột tách 3 qua đường nạp 15 bằng cách cất bên. Trong trường hợp này, dòng (3B) chứa axit axetic thu hồi được bằng cách cất bên có thể thường được nạp vào cột chưng cất khác (không được thể hiện trên hình vẽ) qua đường 15 và sau đó được chưng cất để tinh chế (không được thể hiện trên hình vẽ). Tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tách trong cột tách 3 nằm trong khoảng từ 35 đến 50% khối lượng tổng hợp phần có điểm sôi thấp (2A). Như được mô tả dưới đây, khi chất lỏng quy trình từ (các) bước kế tiếp được tuần hoàn hoặc được quay vòng vào cột tách 3, tổng lượng thành phần được nạp từ bình bay hơi cực nhanh 12 và thành phần được quay vòng từ (các) bước kế tiếp được đưa vào chưng cất trong cột tách 3 để tách hợp phần có điểm sôi thấp (3A).

Lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp từ cột tách 3 vào bình lắng gạn 4 bị ảnh hưởng bởi sự dao động về lượng hỗn hợp phản ứng được nạp vào bình bay hơi cực nhanh 2 và sự dao động về lượng của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp từ bình bay hơi cực nhanh 2 vào cột tách 3, và dao động trong quy trình liên tục. Ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4 là 100, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4 nằm trong khoảng từ 90 đến 110 trong quá trình vận hành (tức là, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) dao động trong phạm vi từ 0 đến $\pm 10\%$ thể tích). Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4 với dao động tương đối lớn này.

Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tách qua đường 14 được ngưng tụ bằng cách làm lạnh, được nạp liên tục vào bình lắng gạn (bể chứa) 4, và được giữ (được chứa) tạm thời trong bình lắng gạn 4. Bên trong bình lắng gạn 4, hợp phần có điểm sôi thấp được ngưng tụ (phần ngưng) (3A) đôi khi được tách thành lớp trên chứa nước (lớp nước hoặc pha nước) và lớp dưới (lớp hữu cơ hoặc pha hữu cơ). Khi thành phần (3A) được tách, axetaldehyt và metyl iodua có trong cả hai lớp. Trong nhiều trường hợp, lượng axetaldehyt có trong lớp trên (lớp nước) lớn hơn so với lớp dưới. Trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4, tỷ lệ thể tích của lớp trên (hoặc thành phần lớp trên) so với lớp dưới (hoặc thành phần lớp dưới) [lớp

trên/lớp dưới] là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,5/1 đến 1,5/1 (ví dụ, từ 0,7/1 đến 1,3/1). Dao động về lượng nạp trong lớp trên và lớp dưới ở trong phạm vi có cùng khoảng trị số như được đề cập trên đây.

Hợp phần có điểm sôi thấp (phản ngưng) (3A) được giữ trong bình lắng gạn 4 được nạp vào cột chưng cất axetaldehyt 6 qua đường nạp 17 và/hoặc đường nạp 18. Theo phương án trên Fig.1, lượng lưu giữ (hoặc mức chất lỏng) của hợp phần có điểm sôi thấp (phản ngưng) (3A) được giữ trong bình lắng gạn 4 được kiểm chế rõ rệt khỏi dao động bằng cách quay vòng (hoặc tuần hoàn) một phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A) vào hệ phản ứng hoặc các phần khác qua đường 17a (đường phụ 17a) phân nhánh từ đường 17 hoặc đường 18a (đường phụ 18a) phân nhánh từ đường 18 dựa trên dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (phản ngưng) (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4.

Cụ thể là, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp liên tục vào bình lắng gạn 4 (ví dụ, lượng được nạp trong một đơn vị thời gian) không hằng định trong phản ứng liên tục, và như được mô tả trên đây, lượng này dao động qua phản ứng cacbonyl hóa, chưng cất nhanh, và việc quay vòng của metyl iodua (ví dụ, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp trong một đơn vị thời gian là tăng hoặc giảm). Do đó, việc nạp trực tiếp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) vào bình lắng gạn 4 gây ra dao động lớn về mức chất lỏng của hợp phần có điểm sôi thấp (phản ngưng) (3A) được ngưng tụ và được lưu giữ trong bình lắng gạn 4, và quá trình vận hành đôi khi bị cản trở tùy thuộc vào mức độ dao động. Để làm nhẹ (hoặc làm giảm) dao động, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được nạp từ bình lắng gạn 4 đến cột chưng cất axetaldehyt 6 ở tốc độ dòng chảy đủ để làm nhẹ dao động tốc độ dòng chảy. Tuy nhiên, việc nạp này gây ra việc xử lý không đủ trong cột chưng cất aldehyt 6.

Sau đó, theo phương án trên Fig.1, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (phản ngưng) (3A) được giữ trong bình lắng gạn 4 được điều chỉnh hoặc được kiểm soát bằng cách quay vòng một phần hợp phần có điểm sôi thấp (phản ngưng) (3A) vào bước (trong phương án trên Fig.1, bình phản ứng 1 và/hoặc cột tách 3) khác với bước tách và quay vòng, không có bước nạp từ bình lắng gạn 4 đến cột chưng cất 6 dựa trên dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4.

Đặc biệt là, theo phương án trên Fig.1, hợp phần có điểm sôi thấp (phần ngưng) (3A) được tháo ra từ lớp trên và lớp dưới trong bình lắng gạn 4 qua đường 17 và đường 18, tương ứng. Tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (phần ngưng) (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn 4 được điều chỉnh sao cho mỗi mức chất lỏng của lớp trên và lớp dưới có thể không đổi (hoặc hầu như không đổi) thậm chí với sự dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4. Tức là, bình lắng gạn 4 được đề xuất có các bộ phận cảm biến mức chất lỏng để quan trắc dao động mức chất lỏng (không được thể hiện trên hình vẽ), và một trong số các bộ phận cảm biến quan trắc dao động mức chất lỏng của lớp trên và bộ phận cảm biến kia quan trắc dao động mức chất lỏng của lớp dưới. Lượng hợp phần có điểm sôi thấp (phần ngưng) (3A) được tháo ra từ lớp trên và lớp dưới trong bình lắng gạn 4 được điều chỉnh dựa trên thông tin về mức chất lỏng quan trắc được nhờ các bộ phận cảm biến sao cho có thể duy trì được các mức chất lỏng đã được định trước của các lớp này. Đặc biệt hơn là, dựa trên thông tin thu được bởi các bộ phận cảm biến mức chất lỏng hoặc thông tin khác, khi tốc độ dòng chảy được nạp vào bình lắng gạn là lớn, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (phần ngưng) (3A) cần tháo ra được tăng lên để ngăn ngừa mức chất lỏng dâng lên; khi tốc độ dòng chảy được nạp vào bình lắng gạn là nhỏ, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (phần ngưng) (3A) cần tháo ra được giảm. Theo cách này, mức chất lỏng của hợp phần có điểm sôi thấp (phần ngưng) (3A) trong bình lắng gạn 4 (mức chất lỏng của lớp trên và lớp dưới) được giữ không đổi hoặc hầu như không đổi bằng cách điều chỉnh (kiểm soát) tốc độ dòng chảy trong quá trình vận hành [ví dụ, đối với mỗi lớp trên và lớp dưới, cho rằng mức chất lỏng trung bình là 100, mức chất lỏng được điều hòa (hoặc được điều chỉnh) đến trị số nằm trong khoảng từ 99 đến 101 trong quá trình vận hành, tức là, dao động mức chất lỏng được điều chỉnh đến tối đa khoảng 1% trong toàn bộ quy trình].

Tiếp theo, một phần của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra qua đường 17 và đường 18 được nạp vào đường 19 qua đường 17b và đường 18b. Tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 19 được điều chỉnh (được kiểm soát) để giữ trị số không đổi hoặc hầu như không đổi bằng cách điều chỉnh lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được quay vòng qua đường 17a và/hoặc đường 18a. Tức là, theo phương án trên Fig.1, như được mô tả trên đây, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ mỗi lớp trên và lớp dưới trong bình

lắng gạn 4 dao động sao cho mức chất lỏng trong bình lắng gạn 4 có thể có trị số không đổi hoặc hầu như không đổi. Bằng cách thay đổi lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được quay vòng qua đường 17a và/hoặc đường 18a đáp ứng với dao động, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 19 được điều chỉnh để tránh (hoặc hầu như tránh được) khỏi dao động [ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 19 là 100 thể tích chất lỏng, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được điều hòa (hoặc được điều chỉnh) đến trị số nằm trong khoảng từ 98 đến 102 trong quá trình vận hành, tức là sự dao động tốc độ dòng chảy được điều chỉnh đến tối đa là 2% trong toàn bộ quy trình]. Theo phương án trên Fig.1, dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 19 có thể được kiểm soát chủ yếu bằng cách điều chỉnh lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được quay vòng, và ngoài ra còn có thể được kiểm soát hơn nữa bằng cách điều chỉnh thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn 4.

Chỉ cần là tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 19 được điều hòa bằng cách điều chỉnh tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được quay vòng vào đường 17a và/hoặc đường 18a. Chỉ cần là không gây ra dao động lớn về tốc độ dòng chảy được nạp vào đường 19, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được quay vòng vào đường 17a hoặc đường 18a có thể được giữ không đổi (nói cách khác, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 17b hoặc đường 18b có thể dao động).

Hơn nữa, theo phương án trên Fig.1, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra qua đường 17 và đường 18. Tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 19 có thể được điều hòa bằng cách tháo hợp phần có điểm sôi thấp (3A) chỉ qua một trong các đường 17 và 18 và quay vòng một phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A). Ngoài ra, không liên quan đến lớp trên và lớp dưới, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được nạp hoặc đưa ra qua một đường.

Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 17a có thể được nạp vào đường 30 qua đường 17a1 và được quay vòng vào cột tách 3, có thể được nạp vào đường 40 qua đường 17a2 và được quay vòng (hoặc được đưa trở lại) vào bình phản ứng 1, hoặc có thể được quay vòng qua cả hai đường 17a1 và 17a2. Hơn nữa,

hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 18a được nạp vào đường 40 và được quay vòng vào bình phản ứng 1.

Do sự dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào đường 19 bị hạn chế rõ rệt như được mô tả trên đây, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được nạp trực tiếp vào cột chưng cất 6. Theo phương án trên Fig.1, để làm nhẹ (hoặc làm giảm) hơn nữa dao động tốc độ dòng chảy, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào cột chưng cất 6 qua bể chứa (bể đệm) 5 có chức năng đệm. Tức là, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào đường 19 được nạp vào bể đệm 5 và sau đó được nạp vào cột chưng cất 6 qua đường 20. Bằng cách lưu giữ hợp phần có điểm sôi thấp (3A) tạm thời trong bể đệm 5 theo cách này, thậm chí khi lượng được nạp từ bể đệm 5 vào đường 20 được giữ không đổi (hoặc hầu như không đổi), dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp từ đường 19 trong bể đệm 5 có thể được làm nhẹ (hoặc giảm) một cách hiệu quả.

Để bể đệm 5 có thể thể hiện chức năng làm giảm thích hợp dao động tốc độ dòng chảy, quan trọng đối với bể đệm 5 là có dung tích đủ để lưu giữ hợp phần có điểm sôi thấp (3A) và làm nhẹ hơn nữa dao động tốc độ dòng chảy. Dung tích phụ thuộc vào mức độ dao động tốc độ dòng chảy và có thể thường được thể hiện kết hợp với thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bể đệm 5. Dung tích của bể đệm đối với tốc độ dòng chảy có thể thường được điều chỉnh sao cho thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể không ít hơn 1 phút (ví dụ, tốt hơn là không ít hơn 3 phút, và tốt hơn nữa là không ít hơn 6 phút). Tốt hơn là, bể đệm 5 có thể lưu giữ hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong thời gian được đề cập trên đây. Như được mô tả trên đây, trong trường hợp mà dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 17 được hạn chế trước bằng cách quay vòng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) hoặc duy trì thời gian lưu trong bình lắng gạn đủ như được mô tả dưới đây, thậm chí bể đệm có thời gian lưu ngắn hơn so với khoảng trị số trên đây cũng có khả năng vận hành ổn định. Thời gian lưu (thời gian lưu nói chung) có thể tính toán được từ tốc độ dòng chảy (hoặc vận tốc chảy) và dung tích của bể đệm. Ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bể đệm 5 là $A \text{ m}^3/\text{giờ}$ và lượng lưu giữ trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp được giữ trong bể đệm 5 là $B \text{ m}^3$, thời gian lưu có thể tính toán được là (B/A) giờ.

Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào cột chưng cất 6 được tách thành dòng có điểm sôi thấp hoặc hợp phần có điểm sôi thấp (hoặc lớp trên thứ hai) (4A) và dòng có điểm sôi cao hoặc hợp phần có điểm sôi cao (4B) trong cột chưng cất 6; trong đó dòng có điểm sôi thấp (4A) chứa lượng nhỏ các hợp chất metyl iodua, cacbon monoxit, hydro, và các thành phần khác ngoài axetaldehyt, và dòng có điểm sôi cao (4B) chứa metyl axetat, nước, axit axetic, và các hợp chất khác.

Hợp phần có điểm sôi thấp được tách (4A) được nạp từ đỉnh cột hoặc phần cất đỉnh vào thiết bị chiết axetaldehyt (cột chiết nước) 8 qua đường (đường đưa ra) 21, và axetaldehyt được chiết từ hợp phần có điểm sôi thấp (4A) nhờ sử dụng nước. Axetaldehyt chiết được (dung dịch aldehyt trong nước) được tháo ra qua đường 21b. Một phần của hợp phần có điểm sôi thấp (4A) có thể được đưa trở về cột chưng cất 6 qua đường 21a. Hơn nữa, sản phẩm tinh chế chứa lượng nhỏ metyl iodua, và các hợp chất khác có thể được tháo ra khỏi hệ. Theo phương án trên Fig.1, sản phẩm tinh chế được tháo ra qua đường 24 được nạp vào cột chưng cất 6 qua đường 24a, và/hoặc được nạp vào đường 40 qua đường 24b để được quay vòng vào bình phản ứng 1. Theo cách này, việc chưng cất hoặc quay vòng sản phẩm tinh chế có thể cải thiện hơn nữa tỷ lệ thu hồi metyl iodua.

Hơn nữa, hợp phần có điểm sôi cao được tách (4B) được nạp dưới dạng cặn lỏng (phân đoạn đáy hoặc phân đoạn đáy của cột) qua đường 22 vào đường 40, hướng vào bình phản ứng 1 hoặc cột tách 3. Theo cách này, thành phần hữu dụng chứa metyl iodua được tuần hoàn (được quay vòng) vào hệ phản ứng và các phần khác. Hợp phần có điểm sôi cao (4B) có thể được nạp trực tiếp vào đường 40 qua đường 22. Theo phương án trên Fig.1, hợp phần có điểm sôi cao (4B) được nạp vào bể đệm 7 và sau đó vào đường 40 qua đường 23. Tức là, mặc dù sự dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) mà sẽ được nạp qua đường 22 bị hạn chế với tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được kiểm soát ở mức độ cao mà sẽ được nạp vào cột chưng cất 6 như được mô tả trên đây, việc quay vòng sản phẩm tinh chế sau khi chiết axetaldehyt được đề cập trên đây, và các yếu tố khác đôi khi gây ra dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B). Tuy nhiên, thậm chí nếu tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) dao động, việc lưu giữ tạm thời hợp phần có điểm sôi cao (4B) mà sẽ được nạp qua đường 22 trong bể đệm 7 cho phép dao động trong bể đệm 7 trở nên nhẹ bớt. Do đó, hợp phần có điểm sôi cao (4B) có thể

được nạp vào đường 40 trong khi giữ tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) mà sẽ được nạp vào đường 23 ở trị số không đổi (hoặc hầu như không đổi). Do đó, dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) mà sẽ được quay vòng có thể bị hạn chế (hoặc giảm).

Hợp phần có điểm sôi cao (4B) đã được nạp vào đường 40 có thể được quay vòng một phần hoặc toàn bộ vào cột tách 3 qua đường 40a. Hợp phần có điểm sôi cao (4B) đã được nạp vào đường 40a có thể được nạp một phần hoặc toàn bộ vào cột chưng cất 6 qua đường 40a1 chỉ cần là có thể đảm bảo được việc vận hành ổn định của cột chưng cất 6.

Fig.2 là sơ đồ thể hiện quy trình sản xuất (hoặc thiết bị sản xuất) axit axetic theo một phương án khác của sáng chế. Quy trình (hoặc thiết bị) trên Fig.2 là tương tự với quy trình hoặc thiết bị trên Fig.1 ngoại trừ bình lắng gạn 4A có chức năng đệm được sử dụng thay cho bình lắng gạn 4 trên Fig.1 và hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp trực tiếp vào cột chưng cất 6 qua đường 17.

Có nghĩa là, theo phương án trên Fig.1, thông thường, bình lắng gạn không thể làm giảm hoàn toàn dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp từ cột tách 3. Ngược lại, theo phương án trên Fig.2, có sử dụng bình lắng gạn 4A với dung tích lớn đủ để làm nhẹ (làm giảm) dao động tốc độ dòng chảy, và tốc độ dòng chảy mà sẽ được tháo ra đường 17 có thể được giữ không đổi hoặc hầu như không đổi bằng cách làm nhẹ dao động tốc độ dòng chảy bên trong bình lắng gạn 4A (ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp qua đường 14 là 100 thể tích chất lỏng, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra hoặc được nạp vào đường 17 trong quá trình vận hành có thể được điều hòa (hoặc được điều chỉnh) đến trị số nằm trong khoảng từ 98,5 đến 101,5, tức là mức độ dao động tốc độ dòng chảy có thể được điều chỉnh đến tối đa khoảng 1,5%) trong quá trình vận hành.

Đặc biệt là, theo phương án trên Fig.2, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ đường 17 (và đường 18) được giữ không đổi hoặc hầu như không đổi, trong khi theo phương án trên Fig.1, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ đường 17 (và đường 18) được thay đổi. Khi tốc độ dòng chảy được giữ không đổi, thông thường quy trình không thể vận hành

ổn định. Tuy nhiên, việc sử dụng bình lắng gạn 4A có dung tích đủ để cho phép quy trình vận hành ổn định vì lý do sau: lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ bên trong bình lắng gạn 4A bị dao động là do dao động tốc độ dòng chảy, trong khi bình lắng gạn 4A có dung tích đủ để làm nhẹ dao động này. Theo phương án này, là phương án tương tự như phương án trên Fig.2, dung tích của bình lắng gạn 4A là quan trọng. Quy trình có thể vận hành ổn định trong nhiều trường hợp bằng cách điều chỉnh thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) bên trong của bình lắng gạn 4A đến khoảng trị số tương tự như được mô tả trên đây (ví dụ, không ít hơn 1 phút, tốt hơn là không ít hơn 3 phút, và tốt hơn nữa là không ít hơn 6 phút).

Theo phương án trên Fig.2, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp làm lớp trên vào cột chưng cất 6 qua đường 17. Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được nạp làm lớp dưới qua đường 18 như được thể hiện theo phương án trên Fig.1, hoặc có thể được nạp qua cả hai đường 17 và 18. Hơn nữa, không liên quan đến lớp trên và lớp dưới, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được nạp qua một đường.

Bước phản ứng

Trong bước phản ứng (hệ phản ứng cacbonyl hóa), metanol được cacbonyl hóa với cacbon monoxit với sự có mặt của hệ chất xúc tác. Metanol mới có thể được nạp trực tiếp hoặc gián tiếp vào hệ phản ứng, hoặc metanol và/hoặc dẫn xuất của nó được rút ra từ nhiều bước chưng cất khác nhau có thể được quay vòng và được nạp vào hệ phản ứng.

Thông thường, hệ chất xúc tác có thể bao gồm chất xúc tác kim loại, chất đồng xúc tác, và chất tăng tốc phản ứng. Các ví dụ về chất xúc tác kim loại có thể bao gồm chất xúc tác kim loại chuyển tiếp, cụ thể là chất xúc tác kim loại chứa kim loại thuộc nhóm 8 trong Bảng Tuần Hoàn (ví dụ, xúc tác coban, xúc tác rodi, và xúc tác iridi). Chất xúc tác có thể là kim loại nguyên tố hoặc có thể được sử dụng ở dạng oxit kim loại (bao gồm phức oxit kim loại), hydroxit kim loại, muối halogenua của kim loại (ví dụ, clorua, bromua, và iodua), muối cacboxylat của kim loại (ví dụ, axetat), muối kim loại của axit vô cơ (ví dụ, sulfat, nitrat, và phosphat), phức kim loại, và các hợp chất khác. Các chất xúc tác kim loại này có thể được sử dụng riêng hoặc ở dạng kết hợp. Chất xúc tác kim loại được ưu tiên bao gồm xúc tác rodi và xúc tác iridi (cụ thể là, xúc tác rodi).

Hơn nữa, ưu tiên sử dụng chất xúc tác kim loại ở dạng có thể hòa tan trong môi trường phản ứng lỏng. Do rodi thường tồn tại ở dạng phức trong môi trường phản ứng lỏng, dạng của xúc tác rodi không bị giới hạn cụ thể, chỉ cần là chất xúc tác có thể biến đổi thành phức trong môi trường phản ứng lỏng, và có thể được sử dụng ở nhiều dạng khác nhau. Phức rodi iodua [ví dụ, RhI_3 , $[\text{RhI}_2(\text{CO})_4]^+$, và $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]^+$], phức rodi cacbonyl, hoặc tương tự được đặc biệt được ưu tiên làm xúc tác rodi. Hơn nữa, chất xúc tác có thể được làm ổn định trong môi trường phản ứng lỏng bằng cách bổ sung muối halogenua (ví dụ, muối iodua) và/hoặc nước.

Nồng độ của chất xúc tác kim loại là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 10 đến 5000 ppm (dựa trên khối lượng, dưới đây áp dụng tương tự), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 100 đến 4000 ppm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 200 đến 3000 ppm, và đặc biệt là nằm trong khoảng khoảng từ 300 đến 2000 ppm (ví dụ, từ 500 đến 1500 ppm) của toàn bộ pha lỏng trong bình phản ứng.

Muối halogenua (ví dụ, muối iodua) được sử dụng làm đồng xúc tác hoặc chất tăng tốc phản ứng trong hệ chất xúc tác. Muối iodua được bổ sung để làm ổn định xúc tác rodi và ức chế phản ứng phụ, cụ thể là, với hàm lượng nước thấp. Muối iodua không bị giới hạn cụ thể ở loại cụ thể, chỉ cần là muối iodua cung cấp ion iodua trong môi trường phản ứng lỏng. Muối iodua có thể bao gồm, ví dụ, muối halogenua của kim loại [ví dụ, muối iodua của kim loại như muối iodua của kim loại kiềm (ví dụ, lithi iodua, natri iodua, kali iodua, rubiđi iodua, và xesi iodua), muối iodua của kim loại kiềm thổ (ví dụ, beryli iodua, magie iodua, và canxi iodua), hoặc muối iodua của kim loại nhóm 3B trong Bảng Tuần Hoàn (ví dụ, bo iodua và nhôm iodua), các hợp chất bromua hoặc clorua tương ứng], halogenua hữu cơ [ví dụ, iodua hữu cơ như muối phosphoni của iodua (phosphoni iodua) (ví dụ, muối với tributylphosphin và triphenylphosphin) hoặc muối amoni của iodua (amoni iodua) (ví dụ, muối của amin bậc ba, hợp chất pyridin, hợp chất imidazol, hợp chất imit, hoặc hợp chất tương tự với iodua), các hợp chất bromua hoặc clorua tương ứng]. Trong đó muối iodua của kim loại kiềm (ví dụ, lithi iodua) còn hoạt động như chất làm ổn định cho xúc tác phản ứng cacbonyl hóa (ví dụ, xúc tác rodi). Các muối halogenua này có thể được sử dụng riêng hoặc ở dạng kết hợp. Trong số các muối halogenua này, muối iodua của kim loại kiềm (như lithi iodua) được ưu tiên.

Trong hệ phản ứng (hỗn hợp phản ứng lỏng) ở trong bình phản ứng, nồng độ của muối halogenua (ví dụ, muối iodua) là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1 đến 25% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 22% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 20% khối lượng của toàn bộ pha lỏng trong bình phản ứng. Hơn nữa, nồng độ của ion iodua trong hệ phản ứng có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,07 đến 2,5mol/lít và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,25 đến 1,5mol/lít.

Alkyl iodua (ví dụ, C_{1-4} alkyl iodua như metyl iodua, etyl iodua, hoặc propyl iodua), đặc biệt là metyl iodua, được sử dụng làm chất tăng tốc phản ứng trong hệ chất xúc tác. Do phản ứng được xúc tiến ở các nồng độ chất tăng tốc cao, nồng độ có lợi về kinh tế có thể được lựa chọn phù hợp khi cân nhắc việc thu hồi chất tăng tốc phản ứng, quy mô nhà máy của bước quay vòng chất tăng tốc thu hồi được vào bình phản ứng, lượng năng lượng cần thiết để thu hồi hoặc quay vòng, và các yếu tố khác nữa. Trong hệ phản ứng, nồng độ của alkyl iodua (cụ thể là metyl iodua) là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1 đến 20% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 20% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 16% khối lượng (ví dụ, từ 8 đến 14% khối lượng) của toàn bộ pha lỏng trong bình phản ứng.

Phản ứng là phản ứng liên tục, và môi trường phản ứng lỏng chứa metyl axetat. Tỷ lệ của metyl axetat có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 20% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10% khối lượng (ví dụ, từ 0,5 đến 6% khối lượng) trong toàn bộ môi trường phản ứng lỏng.

Cacbon monoxit được nạp vào hệ phản ứng có thể được sử dụng ở dạng khí tinh khiết hoặc có thể được sử dụng ở dạng khí được pha loãng với khí trơ (ví dụ, nitơ, heli, và cacbon dioxit). Hơn nữa, (các) hợp phần khí được thải ra chứa cacbon monoxit thu được từ (các) bước kế tiếp có thể được quay vòng vào hệ phản ứng. Áp suất riêng phần của cacbon monoxit trong bình phản ứng có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 202634 đến 3039514N/m² (từ 2 đến 30atm) và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 405268 đến 1519757N/m² (từ 4 đến 15atm).

Trong phản ứng cacbonyl hóa, hydro được hình thành (hoặc được tạo ra) bằng phản ứng chuyển dịch giữa cacbon monoxit và nước. Hydro có thể được nạp vào hệ phản ứng. Hydro có thể được nạp ở dạng hỗn hợp khí với cacbon monoxit làm nguyên

liệu thô vào hệ phản ứng. Hơn nữa nếu cần, sau khi tinh chế một cách phù hợp (các) hợp phần khí, hydro có thể được nạp vào hệ phản ứng bằng cách quay vòng (các) hợp phần khí (bao gồm hydro, cacbon monoxit, và các khí khác) được thải ra trong (các) bước chưng cất (cột chưng cất) kế tiếp. Áp suất riêng phần của hydro trong hệ phản ứng có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5×10^2 đến $25 \times 10^4 \text{ N/m}^2$ (0,5 đến 250kPa), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1×10^3 đến $2 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ (từ 1 đến 200kPa), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5×10^3 đến $15 \times 10^4 \text{ N/m}^2$ (từ 5 đến 150kPa) [ví dụ, từ 1×10^4 đến $1 \times 10^4 \text{ N/m}^2$ (từ 10 đến 100kPa)] khi xét đến áp suất tuyệt đối.

Áp suất riêng phần của cacbon monoxit hoặc áp suất riêng phần của hydro trong hệ phản ứng có thể được điều chỉnh, ví dụ, bằng cách điều chỉnh một cách phù hợp lượng cacbon monoxit và hydro được nạp và/hoặc được quay vòng vào hệ phản ứng, lượng cơ chất thô (ví dụ, metanol) được nạp vào hệ phản ứng, nhiệt độ phản ứng, áp suất phản ứng, và các yếu tố khác.

Trong phản ứng cacbonyl hóa, nhiệt độ phản ứng có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 150 đến 250°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 160 đến 230°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 180 đến 220°C. Hơn nữa, áp suất phản ứng (tổng áp suất bình phản ứng), bao gồm các áp suất riêng phần của các sản phẩm phụ, có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1519757×10^3 đến $4052685 \times 10^3 \text{ N/m}^2$ (từ 15 đến 40atm).

Phản ứng có thể được tiến hành với sự có mặt hoặc không có mặt dung môi. Dung môi phản ứng không bị giới hạn ở loại cụ thể, chỉ cần là dung môi này không làm giảm khả năng phản ứng, hoặc hiệu quả tách hoặc tinh chế, và nhiều dung môi khác nhau có thể được sử dụng. Trong các trường hợp thông thường, trên thực tế axit axetic dưới dạng sản phẩm có thể được sử dụng làm dung môi.

Nồng độ của nước trong hệ phản ứng không bị giới hạn ở trị số cụ thể, và có thể là nồng độ thấp. Nồng độ của nước trong hệ phản ứng là, ví dụ, không lớn hơn 15% khối lượng (ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 12% khối lượng), tốt hơn là không lớn hơn 10% khối lượng (ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,1 đến 8% khối lượng), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng và có thể thường nằm trong khoảng từ 1 đến 15% khối lượng (ví dụ, từ 2 đến 10% khối lượng) của toàn bộ pha lỏng trong hệ phản ứng. Độ hòa tan của cacbon monoxit trong chất lỏng được nạp vào bình bay hơi cực nhanh được làm giảm bằng cách tiến hành phản ứng trong khi duy trì

nồng độ đặc hiệu của từng thành phần [cụ thể là, muối iodua (lithi iodua) và nước] trong hệ phản ứng, và có thể giảm được thất thoát cacbon monoxit.

Trong phản ứng cacbonyl hóa trên đây, việc sản xuất axit axetic đi kèm với sự tạo thành este của sản phẩm axit axetic với metanol (metyl axetat), nước được tạo ra với phản ứng este hóa, ngoài axetaldehyt, axit propionic, và các hợp chất khác.

Trong trường hợp này, do axetaldehyt được tách bằng bước tách axetaldehyt được đề cập dưới đây, nồng độ của axetaldehyt trong bình phản ứng được giữ thấp và tương đối thấp mặc dù phản ứng liên tục. Ví dụ, nồng độ của axetaldehyt trong bình phản ứng (hoặc hệ phản ứng) có thể không lớn hơn 1000 ppm (ví dụ, 0 hoặc giới hạn dò lên đến 700 ppm) và tốt hơn là không lớn hơn 400 ppm (ví dụ, 5 đến 300 ppm) của pha lỏng trong bình phản ứng trong quá trình vận hành.

Hơn nữa, bên trong bình phản ứng, các sản phẩm phụ được tạo thành từ axetaldehyt cũng được sản xuất ra (ví dụ, crotonaldehyt, là cơ chất khử, được tạo ra bằng cách ngưng tụ aldol của axetaldehyt; 2-ethylcrotonaldehyt được tạo ra bằng cách ngưng tụ aldol của crotonaldehyt được hydro hóa và axetaldehyt; và hexyl iodua được tạo ra thông qua ngưng tụ aldol của ba phân tử axetaldehyt, hydro hóa, và iot hóa). Theo sáng chế, do dao động về nồng độ của axetaldehyt trong bình phản ứng cũng bị ức chế, sự kết hợp của ức chế này và nồng độ axetaldehyt thấp được đề cập trên đây có thể làm giảm rõ rệt việc tạo ra các sản phẩm phụ được tạo thành từ axetaldehyt. Tức là, các sản phẩm phụ này thường được sản xuất ra với tỷ lệ bằng hai phần ba nồng độ axetaldehyt, và nồng độ axetaldehyt bị ức chế (hoặc được làm giảm) và dao động có thể dẫn đến ức chế việc sản xuất sản phẩm phụ một cách hiệu quả.

Hiệu suất không-thời gian của axit cacboxylic mục tiêu (axit axetic) trong hệ phản ứng có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5mol/lít giờ đến 50mol/lít giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8mol/lít giờ đến 40mol/lít giờ, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10mol/lít giờ đến 30mol/lít giờ.

Hợp phần hơi có thể được rút ra từ đỉnh của bình phản ứng với mục đích kiểm soát áp suất của bình phản ứng hoặc các phần khác, và hợp phần hơi được rút ra có thể được làm lạnh bằng thiết bị ngưng tụ, thiết bị trao đổi nhiệt hoặc các cách khác để loại một phần nhiệt phản ứng. Hợp phần hơi sau khi được làm lạnh có thể được tách thành hợp phần lỏng (chứa axit axetic, metyl axetat, metyl iodua, axetaldehyt, nước, và các

hợp chất khác) và hợp phần khí (chứa cacbon monoxit, hydro, và các khí khác), và hợp phần lỏng có thể được quay vòng vào bình phản ứng.

Bước bay hơi nhanh

Trong bước chưng cất nhanh (bình bay hơi cực nhanh), từ hỗn hợp phản ứng được nạp từ bước phản ứng hoặc bình phản ứng vào bình bay hơi cực nhanh (thiết bị bay hơi hoặc cột chưng cất nhanh), hợp phần có điểm sôi cao (2B) chứa ít nhất thành phần xúc tác có điểm sôi cao (thành phần xúc tác kim loại, ví dụ, xúc tác rodi và muối halogenua) được tách ở dạng (thành phần) lỏng, và hợp phần có điểm sôi thấp (2A) chứa axit axetic và metyl iodua được tách ở dạng (thành phần) hơi.

Như được mô tả trên đây, lượng nạp hỗn hợp phản ứng vào bình bay hơi cực nhanh có dao động. Xét đến mức độ dao động, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình (thể tích chất lỏng; tương tự áp dụng cho trường hợp khác, trừ khi có quy định khác) của hỗn hợp phản ứng được nạp vào bình bay hơi cực nhanh là 100, tốc độ dòng chảy của hỗn hợp phản ứng được nạp vào bình bay hơi cực nhanh nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 93 đến 107), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95 đến 105 (ví dụ, từ 97 đến 103), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 98 đến 102 (ví dụ, từ 98,5 đến 101,5) trong quá trình vận hành.

Bước tách (chưng cất nhanh) thành phần chất xúc tác kim loại có thể được tiến hành bằng phương pháp tách thông thường hoặc thiết bị tách thông thường, và có thể thường được thực hiện bằng cách sử dụng cột chưng cất nhanh. Hơn nữa, thành phần chất xúc tác kim loại có thể được tách bằng các phương pháp chưng cất nhanh kết hợp với phương pháp thu hồi chất ở dạng sương mù hoặc phương pháp thu hồi chất rắn được sử dụng rộng rãi trong ứng dụng công nghiệp.

Trong bước bay hơi nhanh, hỗn hợp phản ứng có thể được tách thành hợp phần hơi (hoặc dòng hơi) và hợp phần lỏng (hoặc dòng chất lỏng) có hoặc không có gia nhiệt. Ví dụ, trong đoạn nhiệt nhanh, hỗn hợp phản ứng có thể được tách thành hợp phần hơi và hợp phần lỏng không có gia nhiệt và với giảm áp suất; trong điều kiện ổn nhiệt nhanh, hỗn hợp phản ứng có thể được tách thành hợp phần hơi và hợp phần lỏng với gia nhiệt (và giảm áp suất). Hỗn hợp phản ứng có thể được tách thành hợp phần hơi và hợp phần lỏng bằng cách kết hợp các điều kiện bay hơi nhanh này. Các bước chưng cất nhanh này có thể được tiến hành, ví dụ, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80

đến 200°C dưới áp suất (áp suất tuyệt đối) nằm trong khoảng từ 5×10^4 đến $1 \times 10^6 \text{ N/m}^2$ (từ 50 đến 1000kPa) [ví dụ, từ 1×10^5 đến $1 \times 10^6 \text{ N/m}^2$ từ 100 đến 1000kPa], tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1×10^5 đến $5 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ (từ 100 đến 500kPa), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1×10^5 đến $3 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ (từ 100 đến 300kPa).

Bước tách chất xúc tác có thể chỉ gồm một bước, hoặc có thể bao gồm nhiều bước kết hợp. Thành phần xúc tác có điểm sôi cao (thành phần xúc tác kim loại) được tách bởi (các) bước này có thể thường được quay vòng vào hệ phản ứng, như được thể hiện theo phương án trên hình vẽ.

Hơn nữa, một phần của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) có thể được quay vòng vào bình phản ứng hoặc hệ phản ứng, như được mô tả trên đây. Hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được quay vòng có thể được loại nhiệt và được ngưng tụ bằng phương pháp phù hợp (ví dụ, phương pháp sử dụng thiết bị trao đổi nhiệt hoặc thiết bị ngưng tụ) được quay vòng vào bình phản ứng. Tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được quay vòng có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1 đến 50% thể tích (ví dụ, từ 5 đến 45% thể tích), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 40% thể tích, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 30% thể tích.

Hợp phần có điểm sôi thấp được tách (2A) chứa sản phẩm axit axetic, ngoài ra còn có hydro iodua, chất đồng xúc tác (như metyl iodua), metyl axetat, nước, (các) sản phẩm phụ (ví dụ, aldehyt như axetaldehyt, và axit propionic) và các hợp chất khác, và được nạp vào cột chưng cất để thu hồi axit axetic. Tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào bước thu hồi axit axetic trong toàn bộ hỗn hợp phản ứng có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5 đến 50% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8 đến 40% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 35% khối lượng (ví dụ, từ 12 đến 30% khối lượng).

Bước thu hồi axit axetic

Trong bước thu hồi axit axetic, hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào cột chưng cất (cột tách) và được tách thành hợp phần có điểm sôi thấp (3A) chứa metyl iodua và sản phẩm phụ axetaldehyt và dòng (3B) chứa axit axetic để thu hồi axit axetic. Đặc biệt là, trong cột chưng cất, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) (phần cất đỉnh) chứa metyl iodua, metyl axetat, axetaldehyt, nước, và các hợp chất khác được tách ở dạng hơi từ hợp phần có điểm sôi thấp (2A) (dòng axit axetic) được nạp từ bình

bay hơi cực nhanh; và dòng chất lỏng (3B) (dòng cắt bên, dòng bên) chứa axit axetic được loại bằng cách cắt bên. Trong cột chưng cất, hợp phần có điểm sôi cao (3C) chứa axit axetic, nước, axit propionic, thành phần xúc tác kim loại bị cuốn theo, muối halogenua, và các thành phần khác có thể được tách. Hợp phần có điểm sôi cao (3C) có thể được loại (tháo ra) từ đáy của cột chưng cất. Do hợp phần có điểm sôi cao (3C) chứa thành phần hữu dụng như chất xúc tác kim loại hoặc axit axetic còn lại không bay hơi, thành phần (3C) này có thể được quay vòng vào bình phản ứng (hoặc bước phản ứng), bước bay hơi nhanh (hoặc cột chưng cất), hoặc các phần khác, theo phương án trên hình vẽ. Trước khi tái sử dụng, có thể loại đi axit propionic, là hợp chất làm ảnh hưởng xấu đến chất lượng của axit axetic thành phẩm. Dòng axit axetic (dung dịch axit axetic thô) thường được loại nước trong cột chưng cất kế tiếp và sau đó được đưa vào cột tinh chế axit axetic để tách các hợp phần có điểm sôi cao và thấp bằng cách chưng cất để tạo ra sản phẩm axit axetic.

Hơn nữa, như được mô tả dưới đây, hợp phần có điểm sôi cao (3C) để được quay vòng có thể được quay vòng vào hệ phản ứng hoặc các phần khác qua bể chứa có chức năng đệm.

Như được mô tả trên đây, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào cột chưng cất còn bị ảnh hưởng bởi sự dao động về lượng được nạp từ bình phản ứng và có dao động. Xét đến mức độ dao động, ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào cột chưng cất là 100, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào cột chưng cất (2A) nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 93 đến 107), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95 đến 105 (ví dụ, từ 97 đến 103), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 98 đến 102 (ví dụ, từ 98,5 đến 101,5) trong quá trình vận hành.

Trong cột chưng cất (cột tách), vị trí của cửa nạp để nạp hợp phần có điểm sôi thấp (2A) không bị giới hạn ở vị trí cụ thể. Ví dụ, vị trí của cửa nạp có thể ở phần cát đỉnh, phần giữa, hoặc phần dưới của cột chưng cất. Hơn nữa, trong cột chưng cất, hợp phần có điểm sôi thấp (2A) có thể được nạp ở vị trí trên hoặc vị trí dưới so với cửa dòng bên để cắt bên dòng axit axetic. Hơn nữa, vị trí của cửa dòng bên để cắt bên dòng axit axetic có thể ở phần cát đỉnh, phần giữa, hoặc phần dưới của cột chưng cất, và

thông thường, vị trí của cửa dòng bên tốt hơn là ở phần giữa hoặc phần dưới của cột chưng cất.

Có thể sử dụng cột chưng cất thông thường làm cột chưng cất, ví dụ, cột đĩa, cột nạp, và cột chưng cất nhanh. Cột chưng cất như cột đĩa hoặc cột nạp có thể thường được sử dụng. Trong trường hợp này, vật liệu của (hoặc để tạo) cột chưng cất không bị giới hạn ở loại cụ thể, và thủy tinh, kim loại, gốm, hoặc các vật liệu khác có thể được sử dụng. Thông thường, cột chưng cất được làm bằng kim loại được sử dụng trong thực tế.

Nhiệt độ và áp suất chưng cất trong cột chưng cất có thể được lựa chọn phù hợp tùy thuộc vào điều kiện như loại cột chưng cất, hoặc hợp chất chính (đích) cần loại đi được chọn từ hợp phần có điểm sôi thấp và hợp phần có điểm sôi cao. Ví dụ, trong cột chưng cất, nhiệt độ trong của cột (thường là nhiệt độ đỉnh cột) có thể được điều chỉnh bằng cách điều chỉnh áp suất trong của cột, và có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 20 đến 180°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 150°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100 đến 140°C.

Hơn nữa, đối với cột đĩa, số đĩa theo lý thuyết không bị giới hạn ở trị số cụ thể, và, tùy thuộc vào các loại thành phần để được tách, nằm trong khoảng từ 5 đến 50, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 7 đến 35, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 8 đến 30. Hơn nữa, để tách axetaldehyt ở mức độ cao (hoặc với độ chính xác cao) trong cột chưng cất, số đĩa theo lý thuyết có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 80, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 60, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25 đến 50. Hơn nữa, trong cột chưng cất, hệ số hồi lưu có thể được chọn từ, ví dụ, các trị số nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3000, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 2000 tùy thuộc vào số lượng đĩa theo lý thuyết được đề cập trên đây, hoặc có thể giảm bằng cách làm tăng số lượng đĩa theo lý thuyết.

Trên thực tế, hợp phần có điểm sôi thấp được tách (3A) có chứa metyl iodua, axetaldehyt, và ngoài ra còn chứa metyl axetat, nước, axit axetic, và các hợp chất khác. Tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước ngưng tụ hoặc bình lắng gạn có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5 đến 70% thể tích, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 65% thể tích, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 đến 60% thể tích (ví dụ, từ 15 đến 50% thể tích) của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (2A).

Bước ngưng tụ và đưa ra

Trong bước ngưng tụ và đưa ra (có thể gọi đơn giản là bước ngưng tụ), hợp phần có điểm sôi thấp được tách (3A) (hoặc phần ngưng) được giữ (hoặc được chứa) tạm thời trong bình lắng gạn (hoặc bể chứa) trong khi ngưng tụ, và sau đó được tháo ra để được đưa vào ít nhất bước tách axetaldehyt. Hơn nữa, theo sáng chế, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ (hoặc lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra) trong bước ngưng tụ và đưa ra được điều chỉnh (hoặc được kiểm soát) trong quá trình vận hành dựa trên dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn.

Như được mô tả trên đây, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn dao động nhiều qua hàng loạt các bước. Ví dụ, dao động nhiều như sau: cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (hoặc phần ngưng) (3A) được nạp vào bình lắng gạn là 100, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (hoặc phần ngưng) (3A) được nạp vào bình lắng gạn nằm trong khoảng từ 80 đến 120 (ví dụ, từ 85 đến 115), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 93 đến 107), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 95 đến 105, trong quá trình vận hành. Theo sáng chế, để làm giảm dao động tốc độ dòng chảy, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn được điều chỉnh.

Các ví dụ cụ thể về phương pháp điều chỉnh (hoặc kiểm soát) lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ có thể bao gồm (1) phương pháp trong đó hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra sao cho dao động của lượng hoặc mức chất lỏng của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn có thể giảm (ví dụ, phương pháp được thể hiện trên Fig.1) và (2) phương pháp trong đó bình lắng gạn có chức năng đệm được sử dụng làm bình lắng gạn để làm nhẹ dao động về lượng nạp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn (ví dụ, phương pháp được thể hiện trên Fig.2). Các phương pháp này có thể được kết hợp với nhau.

Theo phương pháp (1), lượng đưa ra của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được điều chỉnh sao cho tương ứng với dao động của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn. Trong phương pháp này, ví dụ, cho rằng mức chất lỏng trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn là 100, mức chất lỏng của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn có thể

được điều chỉnh đến trị số nằm trong khoảng từ 80 đến 120 (ví dụ, từ 85 đến 115), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 93 đến 107), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 95 đến 105 (ví dụ, từ 98 đến 102) trong quá trình vận hành (hoặc lượng đưa ra của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được điều chỉnh). Hơn nữa, trong trường hợp mà hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn được tách pha (hoặc được tách thành 2 lớp (hoặc 2 pha)), cho rằng mức mặt phân cách trung bình là 100, mức mặt phân cách của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn (ví dụ, mức chất lỏng của lớp dưới) có thể được điều chỉnh đến trị số nằm trong khoảng từ 80 đến 120 (ví dụ, từ 85 đến 115), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 93 đến 107), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 95 đến 105 (ví dụ, từ 98 đến 102) trong quá trình vận hành (hoặc lượng đưa ra của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được điều chỉnh).

Hơn nữa, theo phương pháp (1), cho rằng lượng trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn là 100 dựa trên thể tích chất lỏng, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn có thể được điều chỉnh đến trị số không đổi hoặc hầu như hoặc gần như không đổi [ví dụ, nằm trong khoảng từ 80 đến 120 (ví dụ, từ 85 đến 115), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 93 đến 107), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 95 đến 105 (ví dụ, từ 98 đến 102)] trong quá trình vận hành.

Trong phương pháp (1), mức chất lỏng hoặc tương tự có thể được điều chỉnh bằng cách sử dụng bộ phận cảm biến được đề cập trên đây (bộ phận cảm biến mức chất lỏng) hoặc các cách khác hoặc có thể được điều chỉnh bằng cách trang bị bình lắng gạn với các cách thức phù hợp để tháo hợp phần có điểm sôi thấp (3A) ra khi mức chất lỏng đạt tới mức chất lỏng xác định trước.

Trong phương pháp (2), chỉ cần là bình lắng gạn có chức năng đệm có dung tích đủ để làm giảm dao động về lượng nạp của hợp phần có điểm sôi thấp (3A). Như được mô tả trên đây, bình lắng gạn có thể thường được lựa chọn dựa trên chỉ số về khoảng trị số đủ để lưu giữ hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong khoảng thời gian lưu trong bình lắng gạn, ví dụ, thời gian lưu (hoặc thời gian lưu trung bình) không ít hơn 1 phút [ví dụ, không ít hơn 2 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 2,5 phút đến 3 giờ), tốt hơn là không ít hơn 3 phút [ví dụ, không ít hơn 4 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 5

đến 60 phút)], tốt hơn nữa là không ít hơn 6 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 8 đến 50 phút), và đặc biệt là không ít hơn 12 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 15 đến 40 phút)]. Thậm chí khi lượng nạp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) dao động, việc sử dụng bình lắng gạn đảm bảo thời gian lưu đủ có thể làm nhẹ dao động bên trong bình lắng gạn, điều này cho phép quy trình vận hành ổn định. Như được mô tả dưới đây, trong trường hợp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tách thành lớp trên và lớp dưới, thời gian lưu của toàn bộ lớp ở trong khoảng được đề cập trên đây là đủ. Hơn nữa, thời gian lưu của lớp trên không cần thiết phải bằng thời gian lưu của lớp dưới. Thời gian lưu của một trong các lớp này có thể được kéo dài (hoặc được rút ngắn).

Trong phương pháp (1), thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn không bị giới hạn ở trị số cụ thể, ví dụ, có thể là không ít hơn 5 giây (ví dụ, không ít hơn 10 giây), tốt hơn là không ít hơn 15 giây (ví dụ, không ít hơn 20 giây), và tốt hơn nữa là không ít hơn 30 giây. Hơn nữa, trong phương pháp (1), bình lắng gạn có chức năng đệm có trong phương pháp (2) có thể được sử dụng để giữ trong khoảng thời gian lưu đủ.

Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đôi khi được tách thành lớp trên và lớp dưới trong bình lắng gạn, như được mô tả trên đây. Trong trường hợp này, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được tháo ra từ lớp trên hoặc lớp dưới hoặc cả hai lớp trên và dưới. Trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn, tỷ lệ thể tích của lớp trên so với lớp dưới có thể được chọn từ trị số nằm trong khoảng từ 0,2/1 đến 5/1 (ví dụ, từ 0,3/1 đến 3/1) làm tỷ lệ của lớp trên/lớp dưới, và ví dụ nằm trong khoảng từ 0,5/1 đến 1,5/1, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,6/1 đến 1,4/1, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,7/1 đến 1,3/1 làm tỷ lệ của lớp trên/lớp dưới. Trong lớp trên và lớp dưới, dao động về lượng nạp là nằm trong khoảng tương tự như được mô tả trên đây. Hơn nữa, trong phương pháp (1), khi hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tách thành lớp trên và lớp dưới, làm giảm sự dao động tổng thể mức chất lỏng (hoặc lượng lưu giữ) sao cho nằm trong khoảng được đề cập trên đây là đủ. Dao động mức chất lỏng (hoặc lượng lưu giữ) của mỗi lớp trong hai lớp có thể giảm sao cho nằm trong khoảng được đề cập trên đây. Ví dụ, theo phương án trên Fig.1 được mô tả trên đây, dao động mức chất lỏng của cả hai lớp trên và lớp dưới có thể giảm được bằng cách thay đổi tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra

từ mỗi lớp trên và lớp dưới, đáp ứng với dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn.

Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn được nạp vào bước tách axetaldehyt (hoặc cột chưng cất axetaldehyt). Khi hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp trực tiếp mà không điều chỉnh tốc độ dòng chảy, việc tách axetaldehyt ổn định đôi khi bị ức chế do chịu ảnh hưởng của sự dao động về lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn. Do đó, theo sáng chế, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng, ngoài lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn, có thể được điều chỉnh.

Đặc biệt là, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng là 100, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng có thể được điều chỉnh (cơ bản là ổn định) sao cho có trị số không đổi hoặc hầu như không đổi [ví dụ, nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 93 đến 107), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95 đến 105 (ví dụ, từ 97 đến 103), tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 98 đến 102, và đặc hiệu là từ 98,5 đến 101,5] trong quá trình vận hành.

Phương pháp điều chỉnh hoặc kiểm soát lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng có thể bao gồm, ví dụ, (a) phương pháp quay vòng một phần của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn vào bước khác với bước tách và quay vòng (cụ thể là, ít nhất bình phản ứng hoặc bước phản ứng) (ví dụ, phương án được thể hiện trên Fig.1), (b) phương pháp nạp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn vào bước tách và quay vòng qua bể chứa có chức năng đệm (ví dụ, phương án được thể hiện trên Fig.1), và (c) phương pháp điều chỉnh lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn để lượng này được giữ không đổi (hoặc hầu như không đổi) (ví dụ, phương án được thể hiện trên Fig.2). Các phương pháp này có thể được kết hợp với nhau.

Đối với phương pháp (a), một phần của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được tháo ra được tuần hoàn (được quay vòng) đáp ứng với dao động của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn mà không đưa vào bước tách và quay vòng, và do đó lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng có thể được điều chỉnh sao cho có trị số không đổi hoặc hầu như không đổi.

Đặc biệt là, trong trường hợp mà lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn dao động, dao động của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bước tách và quay vòng có thể giảm được ở mức cao bằng cách thay đổi lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được quay vòng. Bước (hoặc thiết bị) để quay vòng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) không bị giới hạn cụ thể ở loại cụ thể, chỉ cần là bước (hoặc thiết bị) không phải là bước tách và quay vòng (hoặc cột tách axetaldehyt). Bước (hoặc thiết bị) để quay vòng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể là bình phản ứng (hoặc bước phản ứng), bước thu hồi axit axetic (hoặc cột chưng cất), hoặc các bước khác. Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được quay vòng vào nhiều bước. Cụ thể, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được quay vòng ít nhất vào bước phản ứng.

Trong phương pháp (a), lượng để được quay vòng có thể được lựa chọn tùy thuộc vào công suất của cột tách axetaldehyt, mức độ dao động của hợp phần có điểm sôi thấp (3A), hoặc các yếu tố khác. Ví dụ, lượng để được quay vòng có thể không ít hơn 2% (ví dụ, nằm trong khoảng từ 3 đến 99%), tốt hơn là không ít hơn 5% (ví dụ, nằm trong khoảng từ 7 đến 95%), tốt hơn nữa là không ít hơn 10% (ví dụ, nằm trong khoảng từ 12 đến 90%), và đặc hiệu là không ít hơn 20% (ví dụ, nằm trong khoảng từ 20 đến 90%) của tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn. Cụ thể, việc quay vòng lượng tương đối lớn [ví dụ, không ít hơn 40% (ví dụ, nằm trong khoảng từ 40 đến 90%), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 90% (ví dụ, từ 55 đến 85%), tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60 đến 80%, và thường nằm trong khoảng từ 55 đến 90% (ví dụ, từ 65 đến 85%) của tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn] của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đạt được một cách hiệu quả cả việc quá trình vận hành ổn định và việc loại axetaldehyt.

Tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) (hoặc tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A)) để quay vòng vào hệ phản ứng (hoặc bước phản ứng hoặc bình phản ứng) trong tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) để quay vòng có thể nằm trong khoảng từ 5 đến 100% thể tích, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 90% thể tích, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 80% thể tích, và đặc biệt tốt là nằm trong khoảng từ 20 đến 75% thể tích (ví dụ, từ 25 đến 70% thể tích). Hơn nữa, trong trường hợp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được quay vòng vào bình phản ứng

và bước thu hồi axit axetic (hoặc cột chưng cất), tỷ lệ (tỷ lệ thể tích) của thành phần (3A) để quay vòng vào bình phản ứng so với tỷ lệ thể tích được quay vòng vào bước thu hồi axit axetic có thể nằm trong khoảng từ 95/5 đến 5/95 (ví dụ, từ 90/10 đến 10/90), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 85/15 đến 15/85 (ví dụ, từ 80/20 đến 20/80), tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75/25 đến 25/75 (ví dụ, từ 70/30 đến 30/70), và đặc biệt tốt là nằm trong khoảng từ 65/35 đến 35/65 (ví dụ, từ 60/40 đến 40/60) làm tỷ lệ của lớp trên/lớp dưới. Hơn nữa, tỷ lệ (tỷ lệ thể tích) của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) (hoặc tốc độ dòng chảy trung bình của nó) được quay vòng vào bình phản ứng so với hợp phần có điểm sôi thấp (3A) (hoặc tốc độ dòng chảy trung bình của nó) được nạp vào bước tách và quay vòng có thể nằm trong khoảng từ 95/5 đến 10/90 (ví dụ, từ 90/10 đến 15/85), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 85/15 đến 20/80 (ví dụ, từ 80/20 đến 25/75), tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75/25 đến 35/65 (ví dụ, từ 70/30 đến 40/60), và đặc biệt tốt là nằm trong khoảng từ 70/30 đến 45/55 (ví dụ, từ 65/35 đến 50/50) làm tỷ lệ của lớp trên/lớp dưới.

Trong trường hợp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tách thành lớp trên và lớp dưới bên trong bình lắng gạn, hoặc lớp trên (một phần của toàn bộ lớp trên) hoặc lớp dưới (một phần của toàn bộ lớp dưới) có thể được quay vòng. Cụ thể, cả hai lớp có thể được quay vòng vào hệ phản ứng. Khi cả hai lớp được quay vòng, tỷ lệ thể tích của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp trên được quay vòng so với hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp dưới được quay vòng có thể nằm trong khoảng từ 99/1 đến 1/99, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95/5 đến 5/95, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 90/10 đến 10/90 làm tỷ lệ của lớp trên/lớp dưới. Hơn nữa, để quay vòng một phần của lớp trên, tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) để quay vòng trong tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp trên có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 3 đến 90% thể tích, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 80% thể tích (ví dụ, từ 10 đến 75% thể tích), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 65% thể tích (ví dụ, từ 20 đến 60% thể tích). Hơn nữa, để quay vòng một phần của lớp dưới, tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) để quay vòng trong tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp dưới có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5 đến 95% thể tích, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 90% thể tích (ví dụ, từ 15 đến 85% thể tích), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 80% thể tích (ví dụ, từ 25 đến 75% thể tích).

Nếu cần, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) để quay vòng vào hệ phản ứng hoặc các phần khác có thể được đưa vào phương pháp thông thường (ví dụ, phương pháp chiết được đề cập dưới đây) để tách axetaldehyt và sau đó được quay vòng vào hệ phản ứng hoặc các phần khác.

Đối với phương pháp (b), trước khi hợp phần có điểm sôi thấp (3A) sau khi được tháo ra từ bình lắng gạn được nạp vào bước tách và quay vòng, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bể chứa (như bể đệm) có chức năng đệm. Việc lưu giữ tạm thời hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bể chứa làm giảm hơn nữa dao động tốc độ dòng chảy trong bể chứa và cho phép hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bước tách và quay vòng ở tốc độ dòng chảy không đổi hoặc hầu như không đổi, và do đó có thể đạt được việc quá trình vận hành ổn định.

Bể chứa có chức năng đệm có thể được lựa chọn dựa trên mức độ dao động tốc độ dòng chảy hoặc các yếu tố khác, tương tự như được mô tả trên đây, hoặc có thể được lựa chọn theo thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A). Trong bể chứa, thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) không bị giới hạn ở trị số cụ thể, ví dụ, có thể là không ít hơn 0,5 phút [ví dụ, không ít hơn 1 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 1,5 phút đến 3 giờ)], tốt hơn là không ít hơn 2 phút [ví dụ, không ít hơn 3 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 4 đến 60 phút)], tốt hơn nữa là không ít hơn 6 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 8 đến 50 phút), và đặc hiệu là không ít hơn 12 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 15 đến 40 phút).

Khi dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được làm giảm trong bình lắng gạn ở mức độ nào đó, thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bể chứa cũng có thể được rút ngắn. Do đó, thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bể chứa có thể được xác định theo thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn. Ví dụ, bể chứa có thể được lựa chọn sao cho tổng thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn và thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bể chứa có thể là không ít hơn 1 phút [ví dụ, không ít hơn 1,5 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 2 phút đến 3 giờ)], tốt hơn là không ít hơn 3 phút [ví dụ, không ít hơn 4 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 5 đến 60 phút)], tốt hơn nữa là không ít hơn 6 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 8 đến 50 phút), và đặc biệt là không ít hơn 12 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 15 đến 40 phút).

Bể chứa có chức năng đệm được đề xuất (hoặc được lắp đặt) trong bước trước bước tách và quay vòng là đủ. Bể chứa có thể được đề xuất (hoặc được lắp đặt) ở đáy của cột tách axetaldehyt được đề cập dưới đây.

Đối với phương pháp (c), lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn được giữ không đổi (hoặc hầu như không đổi)[ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn là 100, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn trong quá trình vận hành được điều chỉnh đến trị số nằm trong khoảng từ 90 đến 100 (ví dụ, từ 95 đến 105), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 98 đến 102, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 98,5 đến 101,5]. Do lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn được giữ gần như không đổi, phương pháp (c) có thể tốt hơn là được kết hợp với phương pháp làm nhẹ dao động tốc độ dòng chảy bên trong bình lắng gạn (ví dụ, phương pháp (2)) để quá trình vận hành ổn định.

Vị trí (vị trí của cửa xả) để tháo hợp phần có điểm sôi thấp (3A) ra từ bình lắng gạn không bị giới hạn ở vị trí cụ thể. Vị trí của cửa xả có thể ở phần cát đỉnh, phần giữa, phần dưới hoặc phần đáy của bình lắng gạn. Một vài trong số các vị trí này có thể được kết hợp để tạo ra nhiều cửa xả. Hơn nữa, trong trường hợp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tách thành lớp trên và lớp dưới bên trong bình lắng gạn, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có thể được tháo ra từ vị trí tương ứng với lớp trên, vị trí tương ứng với lớp dưới, hoặc cả hai.

Bước tách và quay vòng

Trong bước tách và quay vòng, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra hoặc được nạp ở trạng thái được ngưng tụ (trạng thái lỏng) nhờ bước ngưng tụ, được tách thành axetaldehyt và phần cặn lỏng (hoặc cặn lỏng), và phần cặn lỏng được quay vòng vào bước từ hệ phản ứng đến công đoạn tách axetaldehyt.

Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra có thể còn chứa hợp phần hơi rút ra từ đỉnh của bình phản ứng, hợp phần có điểm sôi cao (3C), hoặc các thành phần khác. Trong nhiều trường hợp, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) để đưa vào tách chứa axetaldehyt, metyl iodua, và ngoài ra còn chứa metyl axetat, nước, các tạp chất cacbonyl khác (ví dụ, crotonaldehyt và butyraldehyt). Trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A), tỷ lệ của axetaldehyt có thể nằm trong khoảng từ 0,05 đến 50% khối lượng,

tỷ lệ của metyl iodua có thể nằm trong khoảng từ 0,5 đến 90% khối lượng, tỷ lệ của metyl axetat có thể nằm trong khoảng từ 0 đến 15% khối lượng, tỷ lệ của axit axetic có thể nằm trong khoảng từ 0 đến 80% khối lượng, và tỷ lệ của nước có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 40% khối lượng.

Phương pháp tách axetaldehyt không bị giới hạn cụ thể ở phương pháp cụ thể, chỉ cần là phương pháp có thể thu được phần cần lỏng. Có thể sử dụng phương pháp thông thường làm phương pháp tách [ví dụ, chiết, chưng cất (ví dụ, tách và chưng cất chất lỏng trong quy trình chứa axetaldehyt có sử dụng một hoặc nhiều cột chưng cất), dạng kết hợp của nó, và chưng cất chiết].

Điển hình là, phương pháp hữu dụng được ưu tiên bao gồm phương pháp có bước nạp hợp phần có điểm sôi thấp (3A) vào cột chưng cất (cột tách axetaldehyt) và tách hợp phần có điểm sôi thấp (3A) bằng cách chưng cất thành hợp phần có điểm sôi thấp (4A) chứa axetaldehyt và phần cần lỏng (phân đoạn đáy hoặc phân đoạn đáy của cột). Việc sản xuất paraldehyt và/hoặc metaldehyt có thể giảm được bằng cách nạp nước vào cột chưng cất và làm tăng áp suất hoặc/và nhiệt độ chưng cất. Hơn nữa, paraldehyt và metaldehyt có thể được sản xuất ra một cách tích cực bằng cách thay đổi các điều kiện chưng cất sao cho axetaldehyt có thể được tách và được loại ở dạng paraldehyt hoặc metaldehyt từ đáy của cột chưng cất. Trong trường hợp này, sự tắc do tinh thể hóa metaldehyt có thể giảm được bằng cách bổ sung dung môi để hòa tan metaldehyt (ví dụ, metanol) vào cột.

Phần cần lỏng, là phần còn lại sau khi tách axetaldehyt bằng cách chưng cất, thường được tách dưới dạng phần cần lỏng (hợp phần có điểm sôi cao (4B)) chứa metyl iodua là thành phần hữu dụng và được quay vòng. Trước khi tách axetaldehyt, hợp phần khí thải có thể được loại trước bằng cách sử dụng thiết bị ngưng tụ, thiết bị làm lạnh, hoặc các loại thiết bị khác.

Cột chưng cất thông thường có thể được sử dụng làm cột tách axetaldehyt, ví dụ, cột đĩa, cột nạp, và cột chưng cất nhanh. Cột chưng cất như cột đĩa hoặc cột nạp có thể thường được sử dụng.

Nhiệt độ (nhiệt độ đỉnh cột) và áp suất (áp suất của đỉnh cột) trong cột tách axetaldehyt có thể được lựa chọn tùy thuộc vào điểm sôi của axetaldehyt và của metyl iodua cũng như dạng của của cột chưng cất và các yếu tố khác, và không bị giới hạn cụ

thể ở trị số cụ thể, chỉ cần là hợp phần có điểm sôi thấp (4A) chứa ít nhất axetaldehyt có thể tách được từ hợp phần có điểm sôi thấp (3A) bằng cách sử dụng sự khác nhau về điểm sôi của axetaldehyt và các thành phần khác (cụ thể là metyl iodua). Ví dụ, đối với cột đĩa, áp suất đỉnh cột nằm trong khoảng từ 1×10^4 đến $1 \times 10^6 \text{ N/m}^2$ (từ 10 đến 1000 kPa), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1×10^4 đến $7 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ (từ 10 đến 700 kPa), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1×10^5 đến $5 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ (từ 100 đến 500 kPa) khi xét đến áp suất tuyệt đối. Nhiệt độ trong của cột (nhiệt độ đỉnh cột) là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 10 đến 80°C , tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 70°C , và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 60°C . Số đĩa (số lượng theo lý thuyết) của cột chưng cất có thể, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5 đến 80, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8 đến 60, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 50.

Trong cột tách axetaldehyt, hệ số hồi lưu có thể được chọn nằm trong khoảng từ 1 đến 1000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 800, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 600 (ví dụ, từ 100 đến 600) tùy thuộc vào số đĩa theo lý thuyết được đề cập trên đây.

Việc quay vòng phần cạn lỏng (hoặc hợp phần có điểm sôi cao (4B)) không bị giới hạn cụ thể ở bước cụ thể, chỉ cần là bước quay vòng được đặt từ hệ phản ứng đến công đoạn tách axetaldehyt. Bước này có thể là bất kỳ bước phản ứng (hoặc bình phản ứng), bước chưng cất nhanh (hoặc cột chưng cất nhanh), và bước thu hồi axit axetic (hoặc cột chưng cất). Theo phương án trên hình vẽ, hợp phần có điểm sôi cao (4B) có thể được quay vòng vào cột chưng cất axetaldehyt, hoặc có thể được quay vòng vào bước kết hợp của các bước này. Thông thường, phần cạn lỏng (hoặc hợp phần có điểm sôi cao (4B)) sau khi tách axetaldehyt được quay vòng ít nhất là vào bình phản ứng.

Phần cạn lỏng (hoặc hợp phần có điểm sôi cao (4B)) có thể được quay vòng trực tiếp hoặc được quay vòng thông qua bể chứa có chức năng đệm (ví dụ, bể đệm). Việc sử dụng bể chứa có chức năng đệm làm nhẹ dao động tốc độ dòng chảy trong bể chứa và cho phép dễ dàng quay vòng phần cạn lỏng ở tốc độ dòng chảy không đổi hoặc hầu như không đổi, thậm chí nếu tốc độ dòng chảy của phần cạn lỏng dao động. Do đó bể chứa có thể làm giảm ảnh hưởng của dao động tốc độ dòng chảy đến bước quay vòng.

Đối với dao động tốc độ dòng chảy của phần cận lỏng (hợp phần có điểm sôi cao (4B)), ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của phần cận lỏng là 100, tốc độ dòng chảy của phần cận lỏng có thể nằm trong khoảng từ 85 đến 115 (ví dụ, từ 90 đến 110), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 93 đến 107 (ví dụ, từ 94 đến 106), và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 95 đến 105 trong quá trình vận hành.

Bể chứa có chức năng đệm có thể được lựa chọn dựa trên mức độ dao động tốc độ dòng chảy, theo cách tương tự như trong bước ngưng tụ, và có thể được lựa chọn dựa trên thời gian lưu mong muốn của phần cận lỏng. Trong bể chứa, thời gian lưu của phần cận lỏng không bị giới hạn ở trị số cụ thể, và có thể ví dụ không ít hơn 1 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 2 phút đến 3 giờ), tốt hơn là không ít hơn 3 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 4 đến 60 phút), và tốt hơn nữa là không ít hơn 12 phút (ví dụ, nằm trong khoảng từ 15 đến 40 phút).

Khi phần cận lỏng được quay vòng qua bể chứa có chức năng đệm, mức độ dao động tốc độ dòng chảy của phần cận lỏng (hợp phần có điểm sôi cao (4B)) có thể giảm. Ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của phần cận lỏng là 100, tốc độ dòng chảy của phần cận lỏng có thể nằm trong khoảng từ 90 đến 110 (ví dụ, từ 93 đến 107), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95 đến 105, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 96 đến 104 (ví dụ, từ 97 đến 103) trong quá trình vận hành.

Để quay vòng phần cận lỏng (hợp phần có điểm sôi cao (4B)) vào cột tách axetaldehyt, để làm giảm dao động tốc độ dòng chảy trong cột tách ở mức cao, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) được quay vòng vào cột tách có thể có trị số không đổi hoặc hầu như không đổi [ví dụ, cho rằng tốc độ dòng chảy trung bình của phần cận lỏng là 100, tốc độ dòng chảy của phần cận lỏng được quay vòng vào cột tách có thể nằm trong khoảng từ 95 đến 105, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 97 đến 103, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 98 đến 102 (ví dụ, từ 99 đến 101) trong quá trình vận hành].

Hợp phần có điểm sôi thấp được tách (4A) chứa axetaldehyt có thể được tháo ra như chính nó. Do hợp phần có điểm sôi thấp (4A) đôi khi chứa thành phần hữu dụng như metyl iodua, metyl iodua (hoặc thành phần chứa metyl iodua, ví dụ, thành phần chứa metyl iodua, metyl axetat, và các hợp chất khác) có thể được thu hồi từ hợp phần có điểm sôi thấp (4A) và được quay vòng.

Phương pháp tách từng hợp chất trong số axetaldehyt và metyl iodua (hoặc thành phần chứa metyl iodua) từ hợp phần có điểm sôi thấp (4A) không bị giới hạn ở phương pháp cụ thể, và có thể bao gồm phương pháp thông thường (ví dụ, phương pháp chiết, chưng cất). Các ví dụ tiêu biểu về các phương pháp này có thể bao gồm (i) phương pháp tách từng hợp chất trong số metyl iodua và axetaldehyt bằng cách chưng cất hợp phần có điểm sôi thấp (4A), (ii) phương pháp tách từng hợp chất trong số metyl iodua và axetaldehyt bằng phương pháp chiết nước, phương pháp dựa trên lợi thế về khả năng trộn lẫn được với nước của axetaldehyt và khả năng không trộn lẫn được với nước của metyl iodua. Từ khía cạnh ức chế sản xuất metaldehyt hoặc các hợp chất khác, phương pháp chiết nước (ii) được ưu tiên. Theo phương pháp này, do việc tăng nồng độ ion hydro trong dung dịch chưng cất từ sự phân hủy este hoặc các hợp chất khác làm ức chế việc tạo thành paraldehyt và metaldehyt, nên axetaldehyt có thể được ngưng tụ và loại bỏ một cách hiệu quả đến mức cao.

Nhiệt độ và thời gian chiết không bị giới hạn cụ thể ở các trị số cụ thể. Ví dụ, công đoạn chiết có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0°C đến 100°C trong khoảng thời gian từ 1 giây đến 1 giờ. Áp suất chiết không bị giới hạn cụ thể ở trị số cụ thể, và điều kiện có lợi có thể được lựa chọn dựa trên chi phí và các yếu tố khác. Các thiết bị sau có thể sử dụng làm thiết bị chiết, ví dụ kết hợp thiết bị trộn với thiết bị lắng, kết hợp thiết bị trộn tĩnh với bình lắng gạn, RDC (dụng cụ tiếp xúc quay hình đĩa), cột Karr, cột phun, cột nạp, cột đĩa đục lỗ, cột ngăn, cột xung, và các thiết bị khác.

Việc quay vòng metyl iodua (hoặc thành phần chứa metyl iodua) không bị giới hạn cụ thể ở bước cụ thể, chỉ cần là bước quay vòng được đặt từ hệ phản ứng đến công đoạn tách axetaldehyt. Metyl iodua có thể được quay vòng vào bước phản ứng bất kỳ (hoặc bình phản ứng), bước chưng cất nhanh (hoặc cột chưng cất nhanh), và bước thu hồi axit axetic (hoặc cột chưng cất). Theo phương án trên hình vẽ, metyl iodua có thể được tuần hoàn (được quay vòng dưới dạng hợp phần có điểm sôi cao (4B)) vào cột tách axetaldehyt, hoặc có thể được quay vòng vào bước kết hợp của các bước này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ dưới đây chỉ nhằm mục đích mô tả sáng chế chi tiết hơn và không nên được hiểu là để giới hạn sáng chế

Ví dụ 1

Trong các thiết bị (hoặc quy trình) được thể hiện trên Fig.1, quy trình sản xuất axit axetic được tiến hành liên tục như được thể hiện trên Fig.1 ngoại trừ hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào cột tách axetaldehyt 6 mà không đi qua bể đệm 5. Chi tiết của quy trình mà sẽ được mô tả dưới đây.

Môi trường phản ứng lỏng có thành phần (hoặc công thức) sau: metyl iodua (13% khối lượng), nước (8% khối lượng), metyl axetat (1,3% khối lượng), axit axetic (73,6% khối lượng), lithi iodua (5% khối lượng), và rodi (800 ppm khối lượng). Môi trường phản ứng lỏng này được nạp vào bình phản ứng 1, và quy trình bắt đầu. Trong toàn bộ quy trình, biến thiên về tốc độ dòng chảy của môi trường phản ứng lỏng được nạp từ bình phản ứng 1 đến bình bay hơi cực nhanh 2 là khoảng $\pm 1,6\%$ so với tốc độ dòng chảy trung bình. Trong bình bay hơi cực nhanh 2, khoảng 27% khối lượng của tổng môi trường phản ứng lỏng được nạp vào cột tách 3 là hợp phần có điểm sôi thấp (2A) (biến thiên về tốc độ dòng chảy là khoảng $\pm 1\%$ so với tốc độ dòng chảy trung bình); thành phần còn lại có điểm sôi cao (2B) được quay vòng vào bình phản ứng 1 mà không có xử lý bất kỳ. Một phần (khoảng 19% thể tích) của hợp phần có điểm sôi thấp hóa hơi (2A) được nạp vào bể lưu giữ 9 để loại nhiệt, và được quay vòng vào bình phản ứng 1.

Trong cột tách 3, hợp phần dễ bay hơi (2A) được tách bằng cách chưng cất thành hợp phần có điểm sôi thấp (3A) (khoảng 50% thể tích), dòng chứa axit axetic (3B), và hợp phần có điểm sôi cao (3C). Dòng chứa axit axetic (3B) được rút ra bằng cách cất bên, và hợp phần có điểm sôi cao (3C) được quay vòng trực tiếp vào bình phản ứng. Trong cột tách 3, tổng lượng thành phần được nạp qua đường 12 và thành phần được nạp qua đường 30 được đề cập dưới đây được chưng cất, và hợp phần bay hơi được tách là hợp phần có điểm sôi thấp (3A).

Trong khi đó, khi hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4, biến thiên về tốc độ dòng chảy là khoảng $\pm 5\%$ so với tốc độ dòng chảy trung bình ($48,5 \text{ m}^3/\text{giờ}$). Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) có các thành phần (hoặc các hợp phần) sau: metyl iodua (61% khối lượng), metyl axetat (6% khối lượng), axit axetic (6% khối lượng), nước (24% khối lượng), và axetaldehyt (0,27% khối lượng).

Trong bình lắng gạn 4, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tách thành lớp trên và lớp dưới ((tỷ lệ thể tích) lớp trên/lớp dưới = 1,1/1).

Hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra qua đường 17 và đường 18 sao cho mức chất lỏng và mức mặt phân cách của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn 4 được duy trì gần như không đổi (sao cho dao động mức chất lỏng là khoảng $\pm 1\%$ so với mức chất lỏng trung bình và dao động của mức mặt phân cách (hoặc mức chất lỏng của lớp dưới) là khoảng $\pm 1\%$ so với mức mặt phân cách trung bình). Tức là, mức chất lỏng và mức mặt phân cách của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn 4 được duy trì gần như không đổi bằng cách thay đổi tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra qua đường 17 và đường 18 sao cho tương ứng với dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4 và bằng cách điều chỉnh thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn 4.

Hợp phần có điểm sôi thấp được tháo ra (3A) được nạp vào đường 19 (hoặc đường 20) sao cho tốc độ dòng chảy của nó gần như không đổi (mức độ dao động tốc độ dòng chảy là khoảng $\pm 1,5\%$ so với tốc độ dòng chảy trung bình) bằng cách quay vòng một phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A) qua đường 17a và đường 18a, và được nạp vào cột chưng cất 6 mà không có xử lý bất kỳ. Tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 được điều chỉnh bằng cách thay đổi lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được quay vòng vào hệ phản ứng (bình phản ứng) qua đường 17a và đường 18a và bằng cách điều chỉnh thời gian lưu của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn 4. Trong bình lắng gạn 4, thời gian lưu của lớp trên là 13 phút và thời gian lưu của lớp dưới là 6 phút. Lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào mỗi đường 17b và đường 18b được duy trì gần như không đổi một cách hiệu quả bằng cách thay đổi tốc độ dòng chảy của mỗi đường 17a và đường 18a sao cho tương ứng với dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn 4. Ví dụ, biến thiên về tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 18a là khoảng $\pm 10\%$. Do đó, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 (và cả tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào cột chưng cất 6) được duy trì gần như không đổi một cách hiệu quả.

Đối với hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp trên, tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 (hoặc đường 17b) là 13,5% thể tích (tương ứng với 25% thể tích của toàn bộ lớp trên) của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4; đối với hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp dưới, tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 (hoặc đường 18b) là 13,5% thể tích (tương ứng với 28% thể tích của toàn bộ lớp dưới) của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4.

Tức là, 27% thể tích của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được nạp vào đường 19 (hoặc cột chưng cất 6), và 73% thể tích của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng. Tỷ lệ quay vòng là như sau: 34% thể tích [0% thể tích từ lớp trên, 34% thể tích từ lớp dưới (tương ứng với 72% thể tích của toàn bộ lớp dưới)] của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng vào bình phản ứng 1, và 39% thể tích (tương ứng với 75% thể tích của toàn bộ lớp trên) của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng vào cột tách 3.

Thành phần có trong hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào cột chưng cất 6 là như sau: metyl iodua (46% khối lượng), metyl axetat (6% khối lượng), axit axetic (10% khối lượng), nước (37% khối lượng), axetaldehyt (0,3% khối lượng), và hydro iodua (0,01% khối lượng).

Trong cột chưng cất 6 (cột chưng cất có 80 đĩa, hệ số hồi lưu: 170, đĩa nạp: đĩa thứ 70 từ đỉnh, nhiệt độ đỉnh cột: 54°C, nhiệt độ đáy cột: 82°C), 0,3% thể tích của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được rút ra từ đỉnh cột là hợp phần có điểm sôi thấp (4A), và toàn bộ lượng còn lại là hợp phần có điểm sôi cao (4B) được quay vòng vào bình phản ứng 1 từ đáy cột mà không đi qua bể đệm 7. Thành phần của hợp phần có điểm sôi thấp (4A) được rút ra từ đỉnh cột là như sau: metyl iodua (42% khối lượng), nước (2% khối lượng), và axetaldehyt (56% khối lượng).

Hơn nữa, hợp phần có điểm sôi thấp (4A) được rút ra từ đỉnh cột được đưa vào chiết nước trong thiết bị chiết 8, sao cho loại được axetaldehyt, và tách được sản phẩm tinh chế chứa metyl iodua. Sau đó, sản phẩm tinh chế được chia thành hai phần; một phần được quay vòng trực tiếp vào đáy (đĩa thứ 10) của cột chưng cất 6 và phần kia

được quay vòng trực tiếp vào bình phản ứng 1. Lượng được quay vòng vào cột chưng cất 6 được thiết lập ở trị số không đổi. Tỷ lệ chiết axetaldehyt của hợp phần có điểm sôi thấp (4A) là 98%. Axetaldehyt (19kg/giờ) được loại một cách hiệu quả bằng cách xử lý toàn bộ phần chất lỏng (34kg/giờ) được rút ra từ đỉnh của cột chưng cất có 80 đĩa được đề cập trên đây. Theo cách này, 59% axetaldehyt (32kg/giờ) được sản xuất ra trong bình phản ứng được loại bỏ một cách hiệu quả.

Quy trình nêu trên đây được tiến hành liên tục, và quy trình này được vận hành một cách hiệu quả và ổn định. Sau khi vận hành trong khoảng thời gian được định trước (200 giờ), nồng độ axetaldehyt đo được trong bình phản ứng là 390 ppm. Điều này chứng tỏ rằng, đã đạt được một cách hiệu quả cả việc vận hành ổn định và việc loại axetaldehyt ở mức cao. Phát hiện ra rằng sản phẩm axit axetic thu được có thời gian permanganat là 240 phút.

Ví dụ 2

Ví dụ 2 được tiến hành theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 ngoại trừ việc một phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn 4 được quay vòng và phần còn lại được nạp vào cột chưng cất 6 trong quy trình như được mô tả dưới đây.

Đối với hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp trên, tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 (hoặc đường 17b) là 0% thể tích của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4 (tức là, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp trên được quay vòng toàn bộ mà không được nạp vào đường 19 hoặc đường 17b); đối với hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp dưới, tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 (hoặc đường 18b) là 27% thể tích (tương ứng với 57% thể tích của toàn bộ lớp dưới) của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4.

Tức là, 27% thể tích của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được nạp vào đường 19 (hoặc cột chưng cất 6), và 73% thể tích của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng. Tỷ lệ quay vòng là như sau: 34% thể tích [13% thể tích từ lớp trên (tương ứng với 25% thể tích của toàn bộ lớp trên), 21% thể tích từ lớp dưới (tương ứng với 43%

thể tích của toàn bộ lớp dưới)] của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng vào bình phản ứng 1, và 39% thể tích (tương ứng với 75% thể tích của toàn bộ lớp trên) của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng vào cột tách 3.

Theo bước được đề cập trên đây, hợp phần có điểm sôi thấp đã được tháo ra (3A) được nạp vào đường 19 (hoặc đường 20) sao cho tốc độ dòng chảy của nó gần như không đổi (mức độ dao động tốc độ dòng chảy là khoảng $\pm 2,5\%$ so với tốc độ dòng chảy trung bình) bằng cách quay vòng một phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A) qua đường 18a, và nạp vào cột chưng cất 6 mà không có xử lý bất kỳ. Tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 19 được điều chỉnh bằng cách thay đổi lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được quay vòng vào hệ phản ứng (bình phản ứng) qua đường 18a. Ví dụ, lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 18b được duy trì gần như không đổi một cách hiệu quả bằng cách thay đổi tốc độ dòng chảy của đường 18a sao cho tương ứng với dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn 4 (biến thiên về tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 18a là khoảng $\pm 17\%$). Do đó, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào đường 19 (và cả tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào cột chưng cất 6) được duy trì gần như không đổi một cách hiệu quả.

Thành phần của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào cột chưng cất 6 là như sau: metyl iodua (91% khối lượng), metyl axetat (7% khối lượng), axit axetic (1% khối lượng), nước (0,3% khối lượng), axetaldehyt (0,1% khối lượng), và hydro iodua (0,001% khối lượng).

Trong cột chưng cất 6 (cột chưng cất có 80 đĩa, hệ số hồi lưu: 170, đĩa nạp: đĩa thứ 70 từ đỉnh, nhiệt độ đỉnh cột: 54°C , nhiệt độ đáy cột: 82°C), 0,3% thể tích của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được rút ra từ đỉnh cột là hợp phần có điểm sôi thấp (4A), và toàn bộ lượng còn lại là hợp phần có điểm sôi cao (4B) được quay vòng vào bình phản ứng 1 từ đáy cột mà không đi qua bể đệm 7. Thành phần của hợp phần có điểm sôi thấp (4A) được rút ra từ đỉnh cột là như sau: metyl iodua (43% khối lượng), nước (1% khối lượng), và axetaldehyt (56% khối lượng).

Hơn nữa, hợp phần có điểm sôi thấp (4A) được rút ra từ đỉnh cột được đưa vào chiết nước trong thiết bị chiết 8, do vậy mà loại được axetaldehyt, và tách được sản phẩm tinh chế chứa metyl iodua. Sau đó, sản phẩm tinh chế được chia thành hai phần; một phần được quay vòng trực tiếp vào đáy (đĩa thứ 10) của cột chưng cất 6 và phần kia được quay vòng trực tiếp vào bình phản ứng 1. Lượng được quay vòng vào cột chưng cất 6 được thiết lập ở trị số không đổi. Tỷ lệ chiết axetaldehyt của hợp phần có điểm sôi thấp (4A) là 98%. Axetaldehyt (20kg/giờ) được loại một cách hiệu quả bằng cách xử lý toàn bộ phần chất lỏng (34kg/giờ) được rút ra từ đỉnh cột của cột chưng cất có 80 đĩa được đề cập trên đây. Theo cách này, 63% axetaldehyt (32kg/giờ) được sản xuất ra trong bình phản ứng được loại bỏ một cách hiệu quả.

Quy trình nêu trên đây được tiến hành liên tục, và quy trình này được vận hành một cách hiệu quả và ổn định. Sau khi vận hành trong khoảng thời gian xác định trước (210 giờ), nồng độ axetaldehyt đo được trong bình phản ứng là 375 ppm. Điều này chứng tỏ rằng, đạt được một cách hiệu quả cả việc vận hành ổn định và việc loại axetaldehyt ở mức cao. Phát hiện ra rằng sản phẩm axit axetic tạo thành có thời gian permanganat là 260 phút.

Ví dụ 3

Ví dụ 3 được tiến hành theo cách tương tự như trong Ví dụ 1 ngoại trừ là một phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ bình lắng gạn 4 được quay vòng và phần còn lại được nạp vào cột chưng cất 6 trong quy trình như được mô tả dưới đây.

Theo cách tương tự như trong Ví dụ 1, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ phần cất đỉnh của bình lắng gạn 4 (vị trí tương ứng với lớp trên) qua đường 17 sao cho mức chất lỏng và mức mặt phân cách của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn 4 được duy trì gần như không đổi (sao cho mức độ dao động mức chất lỏng là khoảng $\pm 1\%$ so với mức chất lỏng trung bình và mức độ dao động của mức mặt phân cách (hoặc mức chất lỏng của lớp dưới) là khoảng $\pm 1\%$ so với mức mặt phân cách trung bình). Tức là, mức chất lỏng và mức mặt phân cách của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn 4 được duy trì gần như không đổi bằng cách thay đổi tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra

qua đường 17 cùng với dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4.

Tốc độ dòng chảy được nạp vào đường 19 giảm được một cách tương đối hiệu quả bằng cách thay đổi tốc độ dòng chảy được nạp vào đường 17a (khoảng $\pm 1,5\%$ so với tốc độ dòng chảy trung bình).

Xét đến hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp trên, tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 (hoặc đường 17b) là 27% thể tích (tương ứng với 51% thể tích của toàn bộ lớp trên) của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4; xét đến hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp dưới, tỷ lệ của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 (hoặc đường 18b) là 0% thể tích của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào bình lắng gạn 4 (tương ứng với 0% thể tích của toàn bộ lớp dưới, tức là, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp dưới được quay vòng toàn bộ mà không được nạp vào đường 19 hoặc đường 18b).

Ví dụ, 27% thể tích của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được nạp vào đường 19 (hoặc cột chưng cất 6), và 73% thể tích của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng. Tỷ lệ quay vòng là như sau: 47% thể tích [0% thể tích từ lớp trên, 47% thể tích từ lớp dưới (tương ứng với 100% thể tích của toàn bộ lớp dưới)] của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng vào bình phản ứng 1, và 39% thể tích (tương ứng với 75% thể tích của toàn bộ lớp trên) của tổng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) đã được nạp vào bình lắng gạn 4 được quay vòng vào cột tách 3.

Sau đó, hợp phần có điểm sôi thấp đã được tháo ra (3A) được nạp vào bể đệm 5 và được duy trì với thời gian lưu là 3 phút để làm nhẹ dao động tốc độ dòng chảy trong bể đệm 5, và hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp ở tốc độ dòng chảy với trị số không đổi vào cột chưng cất 6.

Thành phần của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào cột chưng cất 6 là như sau: methyl iodua (3% khối lượng), methyl axetat (4% khối lượng), axit axetic (19% khối lượng), nước (73% khối lượng), axetaldehyt (0,5% khối lượng), và hydro iodua (0,01% khối lượng).

Hơn nữa, tổng lượng hợp phần có điểm sôi cao (4B) được tách trong cột chưng cất 6 được quay vòng vào cột tách 3 qua bể đệm 7. Mặc dù biến thiên về tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) được tách từ cột chưng cất 6 là khoảng $\pm 4\%$, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) được quay vòng qua đường 23 được duy trì gần như không đổi một cách hiệu quả bằng cách quay vòng phần (4B) qua bể đệm 7.

Quy trình nêu trên đây được tiến hành liên tục, và quy trình này được vận hành một cách hiệu quả và ổn định.

Ví dụ 4

Quy trình sản xuất axit axetic được tiến hành liên tục như được thể hiện trong thiết bị (hoặc quy trình) trên Fig.1. Các điều kiện bao gồm lượng nạp vào là giống như các lượng nạp vào ở Ví dụ 2 ngoại trừ là quy trình được tiến hành nhờ bể đệm 5.

Theo cách tương tự như trong Ví dụ 2, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra từ phần dưới của bình lắng gạn 4 (vị trí tương ứng với lớp dưới) qua đường 18 sao cho mức chất lỏng và mức mặt phân cách của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được giữ trong bình lắng gạn 4 được duy trì gần như không đổi (sao cho mức độ dao động mức chất lỏng là khoảng $\pm 1\%$ so với mức chất lỏng trung bình và dao động của mức mặt phân cách (hoặc mức chất lỏng của lớp dưới) là khoảng $\pm 1\%$ so với mức mặt phân cách trung bình). Tức là, mức chất lỏng và mức mặt phân cách của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn 4 được duy trì gần như không đổi bằng cách thay đổi tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tháo ra qua đường 18 tương ứng với dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn 4. Sau đó, hợp phần có điểm sôi thấp đã được tháo ra (3A) được nạp vào bể đệm 5 và được lưu giữ trong thời gian lưu là 3 phút để làm nhẹ dao động tốc độ dòng chảy trong bể đệm 5, và hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp ở tốc độ dòng chảy không đổi vào cột chưng cất 6.

Thành phần của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào cột chưng cất 6 là như sau: metyl iodua (91% khối lượng), metyl axetat (7% khối lượng), axit axetic (1% khối lượng), nước (0,3% khối lượng), axetaldehyt (0,1% khối lượng), và hydro iodua (0,001% khối lượng).

Hơn nữa, khoảng 80% thể tích của hợp phần có điểm sôi cao (4B) tách được trong cột chưng cất 6 được quay vòng vào bình phản ứng 1 qua bể đệm 7, và khoảng 20% thể tích của thành phần này được quay vòng vào cột chưng cất 6 qua bể đệm 7. Tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) mà sẽ được quay vòng vào cột chưng cất 6 là không đổi. Hơn nữa, mặc dù biến thiên về tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) được tách từ cột chưng cất 6 là khoảng $\pm 4\%$, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi cao (4B) mà sẽ được quay vòng qua đường 23 được duy trì gần như không đổi một cách hiệu quả bằng cách quay vòng thành phần (4B) qua bể đệm 7.

Quy trình nêu trên đây được tiến hành liên tục, và quy trình này được vận hành một cách hiệu quả và ổn định.

Ví dụ so sánh 1

Quy trình được tiến hành theo cách tương tự như trong Ví dụ 2 ngoại trừ việc hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp dưới được nạp toàn bộ vào cột chưng cất 6 qua các đường từ 18b đến 19 và tổng lượng hợp phần có điểm sôi cao (4B) được quay vòng vào bình phản ứng 1 mà không đi qua bể đệm 7. Mức chất lỏng lớp dưới của bình lắng gạn 4 hoặc tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào cột chưng cất 6 dao động rất lớn, và khó tiếp tục vận hành ổn định trong cột tách 3 và cột chưng cất 6. Do đó, vận hành bị gián đoạn.

Ví dụ so sánh 2

Quy trình được tiến hành theo cách tương tự như trong Ví dụ 3 ngoại trừ việc hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp trên được nạp toàn bộ vào cột chưng cất 6 qua các đường từ 17b đến 19 mà không đi qua bể đệm 5 và hợp phần có điểm sôi cao (4B) được quay vòng mà không đi qua bể đệm 7 (khoảng 10% thể tích của nó được quay vòng vào bình phản ứng 1, khoảng 20% thể tích của nó được quay vòng vào cột chưng cất 6, và phần còn lại được quay vòng vào cột tách 3). Mức chất lỏng lớp trên của bình lắng gạn 4 hoặc tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào cột chưng cất 6 dao động rất lớn, và khó tiếp tục vận hành ổn định trong cột tách 3 và cột chưng cất 6. Do đó, vận hành bị gián đoạn.

Ví dụ so sánh 3

Quy trình sản xuất axit axetic được tiến hành theo cách tương tự như trong Ví dụ 2 ngoại trừ việc 57% thể tích của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) của lớp dưới được nạp vào đường 19 (hoặc đường 18b) mà không có thay đổi tốc độ dòng chảy của đường 18a đáp ứng với dao động tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn 4. Biến thiên về tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào đường 19 nằm trong khoảng $57 \pm 5\%$ thể tích.

Trong cột chưng cất 6 (cột chưng cất có 80 đĩa, hệ số hồi lưu: 170, đĩa nạp: đĩa thứ 70 từ đỉnh, nhiệt độ đỉnh cột: 53 đến 55°C, nhiệt độ đáy cột: 82°C), 0,3% thể tích của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được rút ra từ đỉnh cột là hợp phần có điểm sôi thấp (4A), và toàn bộ lượng còn lại là hợp phần có điểm sôi cao (4B) được quay vòng vào bình phản ứng 1 từ đáy cột mà không đi qua bể đệm 7. Thành phần của hợp phần có điểm sôi thấp (4A) được rút ra từ đỉnh cột là như sau: methyl iodua (từ 37 đến 49% khối lượng), nước (khoảng 1% khối lượng), và axetaldehyt (từ 50 đến 62% khối lượng).

Hơn nữa, hợp phần có điểm sôi thấp (4A) được rút ra từ đỉnh cột được đưa vào chiết nước trong thiết bị chiết 8, sao cho loại được axetaldehyt, và tách được sản phẩm tinh chế chứa methyl iodua. Sau đó, sản phẩm tinh chế được chia thành hai phần; một phần được quay vòng trực tiếp vào đáy (đĩa thứ 10) của cột chưng cất 6 và phần kia được quay vòng trực tiếp vào bình phản ứng 1. Lượng được quay vòng vào cột chưng cất 6 được thiết lập ở trị số không đổi. Tỷ lệ chiết axetaldehyt của hợp phần có điểm sôi thấp (4A) là 98%. Axetaldehyt (17 đến 21kg/giờ) được loại một cách hiệu quả bằng cách xử lý toàn bộ phần chất lỏng (34kg/giờ) được rút ra từ đỉnh của cột chưng cất có 80 đĩa được đề cập trên đây. Theo cách này, 53 đến 66% axetaldehyt (32kg/giờ) được sản xuất ra trong bình phản ứng được loại bỏ một cách hiệu quả.

Quy trình nêu trên đây được tiến hành liên tục, và quy trình này hơi có dao động. Sau khi vận hành trong một khoảng thời gian xác định trước (200 giờ), nồng độ axetaldehyt đo được trong bình phản ứng dao động từ 350 đến 435 ppm. Phát hiện ra rằng, thời gian permanganat của sản phẩm axit axetic thu được giảm đến 200 phút.

Quy trình sản xuất theo sáng chế là rất hữu dụng làm quy trình sản xuất ổn định axit axetic trong khi tách và loại axetaldehyt một cách hiệu quả.

Giải thích các số chỉ dẫn

- 1 - Bình phản ứng
- 2 - Bình bay hơi cực nhanh (Thiết bị bay hơi)
- 3 - Cột tách
- 4 - Bình lắng gạn
- 4A - Bình lắng gạn có chức năng đệm
- 5, 7 - Bể đệm
- 6 - Cột tách axetaldehyt
- 8 - Thiết bị chiết
- 9 - Bể lưu giữ

YÊU CẦU BẢO HỘ**1. Quy trình sản xuất axit axetic bao gồm các bước:**

(a) bước phản ứng để cho metanol liên tục phản ứng với cacbon monoxit với sự có mặt của hệ chất xúc tác bao gồm chất xúc tác kim loại, muối halogenua, và methyl iodua trong bình phản ứng cacbonyl hóa,

(b) bước bay hơi nhanh để nạp hỗn hợp phản ứng từ bình phản ứng liên tục vào thiết bị bay hơi nhanh và tách hợp phần có điểm sôi thấp (2A) chứa sản phẩm axit axetic và methyl iodua và hợp phần có điểm sôi cao (2B) chứa chất xúc tác kim loại và muối halogenua,

(c) bước thu gom axit axetic để nạp hợp phần có điểm sôi thấp (2A) liên tục vào cột chưng cất, và tách hợp phần có điểm sôi thấp (3A) chứa methyl iodua và sản phẩm phụ axetaldehyt và dòng (3B) chứa axit axetic để thu gom axit axetic,

(d) bước ngưng tụ để làm ngưng tụ và tạm thời giữ hợp phần có điểm sôi thấp (3A) trong bình lắng gạn và tháo hợp phần có điểm sôi thấp (3A) ra khỏi bình lắng gạn, và

(e) bước tách và quay vòng để tách hợp phần có điểm sôi thấp (3A) tháo ra từ bình lắng gạn thành axetaldehyt và phần cặn lỏng và quay vòng phần cặn lỏng này vào các bước từ bước phản ứng đến bước tách axetaldehyt, trong đó trong bước tách và quay vòng này, hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được nạp vào cột tách axetaldehyt và tách thành hợp phần có điểm sôi thấp (4A) chứa axetaldehyt và hợp phần có điểm sôi cao (4B), là phần cặn lỏng để quay vòng, chứa methyl iodua bằng cách chưng cất,

trong đó quá trình này là quá trình liên tục, trong đó;

trong bước thu gom axit axetic (c), tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) được nạp vào cột chưng cất là 90 đến 110, giả định rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (2A) mà sẽ được nạp vào cột chưng cất là 100; và

trong bước ngưng tụ (d), tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) cần được nạp vào bình lắng gạn là 80 đến 120, giả định rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) cần được nạp vào bình lắng gạn là 100;

trong đó trong bước ngưng tụ (d), lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) cần được giữ được điều chỉnh hoặc kiểm soát dựa trên tốc độ dòng chảy dao động của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn, và lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bước tách và quay vòng (e) được điều chỉnh hoặc kiểm soát bằng cách quay vòng phần hợp phần có điểm sôi thấp (3A) tháo ra từ bình lắng gạn vào bình phản ứng cacbonyl hóa và/hoặc vào cột chưng cất, giả định rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bước tách và quay vòng là 100, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bước tách và quay vòng được điều chỉnh đến 90 đến 110.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó giả định rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn là 100, tốc độ dòng chảy của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn là 95 đến 105 trong quá trình vận hành.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trong bước ngưng tụ (d), lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được nạp vào bước tách và quay vòng (e) được điều chỉnh hoặc kiểm soát thêm bởi ít nhất một phương pháp được chọn từ nhóm gồm các phương pháp (a) và (b) sau:

(a) phương pháp nạp cho bước tách và quay vòng (e) hợp phần có điểm sôi thấp (3A) tháo ra từ bình lắng gạn thông qua bình lưu trữ có chức năng đệm,

(b) phương pháp điều chỉnh lượng hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn trong quá trình vận hành đến 95 đến 105, giả định rằng tốc độ dòng chảy trung bình của hợp phần có điểm sôi thấp (3A) mà sẽ được tháo ra từ bình lắng gạn là 100.

4. Quy trình theo điểm 1, trong đó không thấp hơn 10% hợp phần có điểm sôi thấp (3A) với tốc độ dòng chảy trung bình mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn được quay vòng.

5. Quy trình theo điểm 1, trong đó không thấp hơn 20% hợp phần có điểm sôi thấp (3A) với tốc độ dòng chảy trung bình mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn được quay vòng.
6. Quy trình theo điểm 1, trong đó 40 đến 90% hợp phần có điểm sôi thấp (3A) với tốc độ dòng chảy trung bình mà sẽ được nạp vào bình lắng gạn được quay vòng.
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 6, trong đó hợp phần có điểm sôi thấp (3A) được tách thành lớp trên và lớp dưới trong bình lắng gạn, và lớp trên và/hoặc lớp dưới này được quay vòng.
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 7, trong đó trong bước tách và quay vòng (e), phần cặn lỏng được quay vòng thông qua bình lưu trữ có chức năng đệm.
9. Quy trình theo điểm 1 đến 8, trong đó trong bước tách và quay vòng (e), hợp phần có điểm sôi thấp (4A) còn chứa methyl iodua, và methyl iodua này được thu gom từ hợp phần có điểm sôi thấp (4A) để quay vòng.

