



(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)   
**1-0022305**

(51)<sup>7</sup> **C02F 1/26, 1/28, 1/04, 9/04, 9/10**

(13) **B**

(21) 1-2013-02754

(22) 04.09.2013

(30) 102012215903.7 07.09.2012 DE

(45) 25.11.2019 380

(43) 25.03.2014 312

(73) Evonik Degussa GmbH (DE)

Rellinghauser Strasse 1-11, 45128 Essen, Germany

(72) Jochen Niemeyer (DE), Manfred Neumann (DE), Volker Brehme (DE), Mirko Michel (DE), Christoph Schwarz (DE)

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

(54) **QUY TRÌNH XỬ LÝ PHA NƯỚC ĐÃ QUA SỬ DỤNG TRONG QUÁ TRÌNH XỬ LÝ HỖN HỢP PHẢN ỨNG CHỨA TRIAXETONAMIN**

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình xử lý pha nước đã qua sử dụng trong quy trình sản xuất triaxetonamin có xúc tác đồng thể.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến quy trình xử lý pha nước đã qua sử dụng trong quy trình sản xuất triaxetonamin có xúc tác đồng thể.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Triaxetonamin (2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidinon; TAA) là hợp chất hóa học trung gian quan trọng được sử dụng để tổng hợp nhiều sản phẩm thứ cấp. Các sản phẩm phản ứng quan trọng trong trường hợp này là, ví dụ, chất ổn định quang (chất ổn định quang chứa amin có tác dụng cản trở [hindered amine light stabilizers - HALS]), chất oxy hóa và chất điều biến quá trình polyme hóa (ví dụ, các gốc nitroxyl).

Các quy trình sản xuất triaxetonamin từ axeton và amoniac đã được mô tả trong nhiều tài liệu khác nhau. Trong trường hợp này, các quy trình sản xuất được chia sơ bộ thành quy trình tổng hợp TAA trực tiếp (một bước) từ các nguyên liệu cấp, ví dụ, quy trình được mô tả trong DE2429937, US4536581, JP54088275 hoặc trong Zeitschrift für Naturforschung 1976, 328-337 và 338-345, và quy trình tổng hợp gián tiếp (hai bước) thông qua axetonin (2,2,4,4,6-pentametyl-1,2,5,6-tetrahydropyrimidin), ví dụ, quy trình được mô tả trong DE2429935 hoặc DE2429936, hoặc thông qua phoron (2,6-dimetyl-2,5-heptadien-4-on), ví dụ, quy trình trong DE2352127. Trong quy trình tổng hợp TAA hai bước thông qua axetonin, đầu tiên axetonin được tạo ra từ axeton và amoniac, và tiếp đó cho phản ứng tiếp để tạo ra TAA ở bước tiếp theo với việc loại bỏ một đương lượng amoniac. Trong quy trình tổng hợp thông qua axetonin này, cả hai hợp chất (TAA và axetonin) được tạo ra một cách đồng thời, nhưng việc tạo ra axetonin là được ưu tiên hơn nhiều về mặt động lực học so với việc tạo ra TAA. Trong quy trình tổng hợp TAA “một bước”, axetonin thu được không thể được tách ra một cách dễ dàng.

Có thể sản xuất TAA không chỉ bằng cách xúc tác đồng thể (thường bằng muối amoni), mà còn bằng cách xúc tác dị thể (ví dụ, với sự có mặt của chất trao đổi ion có tính axit).

Phần lớn các tài liệu trong tình trạng kỹ thuật đề cập đến các phản ứng có xúc tác đồng thể. Để làm các chất xúc tác có thể, trong trường hợp này, các chất xúc tác thường được sử dụng nhất là canxi clorua (ví dụ, trong Chemical Industries 2003, 89, 559-564; Zeitschrift für Naturforschung 1976 328-337 và 338-345), amoni clorua (ví dụ, trong JP2003-206277; JP2001-031651; JP04154762) và các dẫn xuất hydrazin (ví dụ, trong JP54088275; JP54112873A).

Trong quá trình sản xuất triaxetonamin, ngoài các sản phẩm phản ứng hữu cơ, nước được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ. Do đó, khi kết thúc phản ứng, thu được hỗn hợp phản ứng gồm các hợp phần hữu cơ, nước và chất xúc tác, trong đó chất xúc tác được hoà tan một cách đồng nhất.

Do đó, trong quá trình xử lý hoàn toàn hỗn hợp phản ứng này, trong mỗi trường hợp, dòng được tạo ra bao gồm nước (nước phản ứng, tức là không phải nước được cấp bổ sung) hoặc ít nhất là chứa nước. Dòng này không thể được quay vòng vào phản ứng và do đó, phải được chuyển đến bể nước thải.

Ngoài ra, để xử lý hỗn hợp phản ứng này, có thể sử dụng chất hỗ trợ mà tạo ra pha nước cùng với nước có mặt trong hỗn hợp phản ứng hoặc được sử dụng trực tiếp dưới dạng dung dịch nước. Trong trường hợp sử dụng các chất hỗ trợ này hoặc dung dịch nước của chúng, dòng nước bổ sung được tạo ra mà, mặc dù đầu tiên có thể tùy ý được quay vòng bên trong quy trình, cuối cùng cũng phải được chuyển đến bể nước thải.

Từng dòng nước thải thu được trong quá trình sản xuất triaxetonamin được mô tả cụ thể hơn dưới đây.

Dòng nước thu được từ nước phản ứng được tạo ra

Nước phản ứng được tạo ra trong quá trình phản ứng (trong quá trình ngưng tụ axeton và amoniac để tạo ra TAA, thu được hai đương lượng nước) phải được thải ra khỏi quy trình này và không thể được quay vòng hoàn toàn, do nếu không sự cân bằng của phản ứng sẽ bị ảnh hưởng một cách bất lợi.

Trong quá trình xử lý sản phẩm triaxetonamin thô bằng cách chưng cất, nước phản ứng thu được dưới dạng phân đoạn chưng cất. Tuy nhiên, trong phản ứng tạo ra TAA, các sản phẩm phụ tạo ra mà không thể được tách tí nào ra khỏi nước (do có sự tạo ra hỗn hợp đồng sôi, ví dụ, mesityl oxit [4-methylpent-3-en-2-on]) hoặc chỉ tách được một cách vô cùng khó khăn (do các điểm sôi rất giống nhau). Trong trường hợp hỗn hợp đồng sôi mesityl oxit/nước, sau khi ngưng tụ, do có khe hỗn hợp ở nhiệt độ thấp, mặc dù có thể thực hiện việc tách giữa pha nước và pha hữu cơ, nhưng pha nước thu được vẫn chứa một lượng các hợp phần hữu cơ. Cụ thể, dòng nước này chứa hợp phần hữu cơ mà có điểm sôi giống nước hoặc tạo ra hỗn hợp đồng sôi với nước (ví dụ, axeton, mesityl oxit, rượu diaxeton [4-hydroxy-4-methylpentan-2-on], diaxetonamin [4-amino-4-methylpentan-2-on], TMDH-pyridin [2,2,4,6-tetramethyl-2,3-dihydropyridin], axetonin).

Pha nước có hàm lượng hữu cơ cao này là không thích hợp để xả ra ngoài (ví dụ, vào thiết bị xử lý nước thải) và do đó, đầu tiên phải được cho qua quá trình hậu xử lý.

Dòng nước thu được từ việc sử dụng chất bổ trợ bổ sung để khử hoạt tính chất xúc tác

Trước khi xử lý bằng cách chưng cất hỗn hợp phản ứng chứa triaxetonamin mà chứa chất xúc tác được hòa tan một cách đồng nhất (ví dụ, muối amoni), chất xúc tác phải được khử hoạt tính. Nếu việc này không được tiến hành, trong quá trình chưng cất, chỉ một phần nhỏ TAA đầu tiên có mặt trong hỗn hợp phản ứng này có thể tách được dưới dạng sản phẩm tinh khiết (JP04154763, trang 5, dòng 14-16, xem bảng từ trang 4). Sự có mặt của chất xúc tác trong quá trình chưng cất thứ nhất sẽ phân cắt TAA thành các hợp phần có phân tử lượng thấp hơn (phản ứng ngược của phản ứng tạo thành) và thứ hai là dẫn đến các phản ứng ngưng tụ tiếp với việc tạo ra các hợp phần có phân tử lượng cao hơn mà không thể được cấp để sử dụng tiếp.

Về mặt này, việc khử hoạt tính chất xúc tác trước khi xử lý hỗn hợp phản ứng là hoàn toàn cần thiết. “Sự khử hoạt tính chất xúc tác” có nghĩa là chất xúc tác axit có mặt, ví dụ, trong sản phẩm thô chứa TAA, được chuyển hóa thành dạng không có hoạt tính xúc tác. Việc này được thực hiện bằng cách bổ sung chất

bổ trợ thích hợp, cụ thể là bằng cách bổ sung ít nhất 1 đương lượng mol bazơ, tính theo lượng chất xúc tác được sử dụng (ví dụ, được mô tả trong JP2003-206277; JP2001-031651; JP04154763; US4536581; G. Sosnovsky & M. Konieczny, *Synthesis*, 1976, 735-736; JP05140104; *Plastic Additives* 2006, 5(59), 46; A. Formenti & P. Piccinelli, *Chimica e l'Industria*, 2000, 82(5), 569-571). Tốt hơn nếu bổ sung 1 đến 2 đương lượng mol bazơ, tốt hơn nữa là từ 1 đến 1,4 đương lượng mol bazơ, và tốt nhất là 1,2 đương lượng mol bazơ, tính theo lượng chất xúc tác được sử dụng. Bazơ ( $M^+B^-$ ) phản ứng với chất xúc tác axit tương ứng. Nếu chất xúc tác này là muối amoni ( $AH^+X^-$ ), thì bazơ ( $M^+B^-$ ) phản ứng để tạo ra amin tự do tương ứng (A), axit liên hợp (HB) và cả muối tro ( $M^+X^-$ ). Cụ thể, nếu việc khử hoạt tính amoni clorua ( $AH^+X^-$ ) bằng NaOH ( $M^+B^-$ ) được xem xét, thì sẽ tạo ra amoniac (A), nước (HB) và natri clorua ( $M^+X^-$ ). Tương tự, trong quá trình khử hoạt tính amoni nitrat ( $AH^+X^-$ ) bằng NaOH ( $M^+B^-$ ), thì các sản phẩm được tạo ra là amoniac (A), nước (HB) và natri nitrat ( $M^+X^-$ ).

Thông thường, ở bước bổ sung này, pha nước tạo ra chứa một lượng nước và muối và có thể tách riêng được. Tiếp đó, pha hữu cơ có thể được đưa đi xử lý tiếp (ví dụ, chưng cất).

Pha nước mà được tách riêng chứa ít nhất một phần các hợp phần được tạo ra trong quá trình khử hoạt tính chất xúc tác, và cả ít nhất một phần của chính chất bổ trợ, nếu nó được sử dụng với lượng dư. Khi bazơ (ví dụ, NaOH, KOH) được sử dụng làm chất bổ trợ, thì pha nước sẽ chứa (trong mỗi trường hợp ít nhất một phần) amin tự do (A; ví dụ, amoniac, amin, hydrazin), axit liên hợp (HB; ví dụ, nước) và muối thu được ( $M^+X^-$ ; ví dụ, NaCl, KCl,  $NaNO_3$ ,  $KNO_3$ ), và cũng có thể một phần bazơ ( $M^+B^-$ ; ví dụ, NaOH, KOH), nếu nó được sử dụng với lượng dư.

Ngoài ra, do thực tế pha nước được tiếp xúc trực tiếp với pha hữu cơ, nên nó sẽ chứa các hợp phần hữu cơ. Trong trường hợp này, nồng độ của các hợp phần hữu cơ trong pha nước phụ thuộc vào các nồng độ trong các pha hữu cơ và cả sự cân bằng phân bố tương ứng giữa pha hữu cơ và pha nước. Do vậy, cụ thể pha nước chủ yếu chứa axeton, triaxetonamin, mesityl oxit, rượu diaxeton, diaxetonamin, TMDH-pyridin, axetonin, phoron, không kể những chất khác. Đặc

biệt, việc chứa cùng với TAA là vấn đề, do nó có khả năng phân hủy sinh học rất thấp.

Do sự có mặt của bazơ ( $M^+B^-$ ) và sự có mặt của các amin hữu cơ, pha nước còn có độ pH cao. Độ pH > 7, thậm chí độ pH > 12.

Do đó, pha nước có hàm lượng hữu cơ lớn này là không thích hợp để xả ra ngoài (ví dụ, vào thiết bị xử lý nước thải). Đặc biệt, sự có mặt của các muối (không thích hợp để hậu xử lý bằng phương pháp sinh học), độ pH thấp, và sự có mặt của các hợp phần hữu cơ (ví dụ, TAA) đòi hỏi quá trình hậu xử lý đặc biệt.

Dòng nước thu được từ việc sử dụng chất bổ trợ bổ sung để chiết hoàn toàn chất xúc tác đã được khử hoạt tính

Nếu (như đã được mô tả trên đây) chất xúc tác được khử hoạt tính bằng cách bổ sung chất bổ trợ và tách riêng pha nước được tạo ra, thì trong pha hữu cơ sẽ còn lại một phần nước (nước phản ứng và/hoặc nước từ chất bổ trợ) lẫn một phần các hợp phần được tạo ra trong quá trình khử hoạt tính (ví dụ, các muối được tạo ra) hoặc một phần chất bổ trợ được bổ sung vào để khử hoạt tính của chính chúng. Ví dụ, khi NaOH được sử dụng để khử hoạt tính amoni clorua, thì ngoài nước, cả một phần muối (NaCl) cũng được tìm thấy trong pha hữu cơ.

Đối với các quy trình xử lý tiếp, có thể mong muốn loại bỏ hoàn toàn muối vô cơ còn lại trong pha hữu cơ. Để đạt được mục đích này, cần thiết phải sử dụng chất bổ trợ bổ sung. Do đó, ví dụ, có thể thực hiện việc bổ sung mới lại bazơ. Việc tạo ra mới lại của pha nước thu được từ đó, mà pha nước, trong trường hợp khử hoạt tính chất xúc tác đã mô tả, chứa nhiều chất (A, HB,  $M^+X^-$ ,  $M^+B^-$ , các hợp phần hữu cơ). Cũng vậy, pha nước có hàm lượng hữu cơ cao này là không thích hợp để xả ra ngoài (ví dụ, vào thiết bị xử lý nước thải).

Thành phần chung của dòng nước thải mà có thể được tạo ra từ quy trình sản xuất TAA có xúc tác đồng thể và tốt hơn là có thể được xử lý bằng cách sử dụng quy trình theo sáng chế

Với các lý do nêu trên, trong quy trình sản xuất TAA có xúc tác đồng thể, một hoặc nhiều dòng nước thải tạo ra vốn không thích hợp để xả vào thiết bị xử lý nước thải hoặc vào môi trường, và do đó, cần phải được xử lý. Trong trường hợp này, việc mô tả chi tiết các bước quy trình mà dẫn đến việc tạo ra nước thải chỉ

nhằm mục đích làm ví dụ và không yêu cầu bất kỳ về tính đầy đủ và không nhằm giới hạn loại nước thải mà có thể được xử lý bằng quy trình theo sáng chế.

Trong tình trạng kỹ thuật, việc hậu xử lý nước thải tiếp theo quy trình sản xuất triaxetonamin được đề cập trong Plastic Additives 2006, 5(59), 46 (Fig.2).

Trong tài liệu đó, việc khử hoạt tính chất xúc tác amoni nitrat được thực hiện bằng cách bổ sung natri hydroxit (rắn). Pha nước được tạo ra từ đó chứa amoniac, natri nitrat, natri hydroxit (dư) và cả các hợp phần hữu cơ. Quy trình xử lý được thực hiện như sau:

- 1) lọc;
- 2) cất phần nhẹ;
- 3) làm nguội và kết tinh natri nitrat;
- 4) cô dung dịch NaOH/NaNO<sub>3</sub> còn lại;
- 5) tái sử dụng dung dịch này để khử hoạt tính chất xúc tác (thay cho NaOH rắn).

Tuy nhiên, quy trình này có một số nhược điểm cả về các bước thực hiện riêng lẫn khả năng áp dụng của toàn bộ quy trình.

Về các bước xử lý thực hiện riêng, quy trình xử lý nước thải trong Plastic Additives 2006, 5(59), 46, có các nhược điểm sau:

1) Bằng cách làm nguội dung dịch NaOH/NaNO<sub>3</sub> (bước 3), do NaNO<sub>3</sub> có mức độ hòa tan tốt, nên không thể loại bỏ hoàn toàn NaNO<sub>3</sub> được. Vì vậy, dung dịch thu được sau bước này, mặc dù NaNO<sub>3</sub> đã được loại bỏ, vẫn chứa NaNO<sub>3</sub> với lượng đáng kể. Do vậy, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng theo cách này chỉ loại bỏ được khoảng 30% natri nitrat. Do đó, tóm lại, phần lớn lượng natri nitrat vẫn được quay vòng bên trong quy trình này, và việc đẩy chúng ra khỏi quy trình này bằng cách kết tinh là không hữu hiệu.

2) Để cho phép tái sử dụng dung dịch NaOH/NaNO<sub>3</sub>, nó phải được cô đặc như nêu trên. Khi nó được cô bằng cách chưng cất, cần phải tìm cách để tạo ra sản phẩm chưng cất mà chính nó có thể được xả (ví dụ, vào thiết bị xử lý nước thải) mà không cần bước hậu xử lý tiếp. Tuy nhiên, trong Plastic Additives 2006, 5(59), 46, bước này không được mô tả một cách chi tiết. Do đó, phải thừa nhận rằng khi kết thúc bước chưng cất, một lần nữa, sẽ tạo ra dòng chất thải lớn mà không thể

được sử dụng, mà chứa lượng lớn chất hữu cơ, là không thích hợp để xả vào thiết bị xử lý nước thải.

Về khả năng áp dụng của toàn bộ quy trình để sản xuất TAA một cách hiệu quả, việc xử lý nước thải được mô tả trong Plastic Additives 2006, 5(59), 46 có các nhược điểm sau:

3) Bước loại bỏ natri nitrat bằng cách kết tinh được mô tả là không hoàn chỉnh. Theo cách này, phần lớn natri nitrat, trong quá trình quay vòng pha nước, được đưa lại vào quy trình và cho nó tiếp xúc một lần nữa với pha hữu cơ. Dựa trên sự cân bằng phân bố tương ứng, quá trình này sẽ làm giàu natri nitrat trong pha hữu cơ. Điều này là bất lợi cho quy trình xử lý sau này, do natri nitrat tích tụ trong bể lắng chung cất trong quá trình xử lý pha hữu cơ bằng cách chung cất.

4) Nếu muốn ngăn chặn sự tích tụ natri nitrat này trong quá trình xử lý pha hữu cơ bằng cách chung cất, thì cần phải loại bỏ phần lớn natri nitrat trước khi chung cất. Việc loại bỏ này có thể được thực hiện bằng cách chiết pha hữu cơ bằng cách sử dụng môi trường chiết mà không được chứa natri nitrat, nếu không, do sự cân bằng phân bố, việc loại bỏ phần lớn ra khỏi pha hữu cơ là không thể thực hiện được. Do đó, dung dịch NaOH/NaNO<sub>3</sub> cô đặc được mô tả trong Plastic Additives 2006, 5(59), 46 không thể được sử dụng làm môi trường chiết, nhưng theo cách khác, ví dụ, dung dịch NaOH tinh khiết sẽ phải được sử dụng bổ sung sẽ tạo ra dòng chất thải. Việc xử lý dòng chất thải này là không thể thực hiện được bằng các phương pháp được mô tả trong Plastic Additives 2006, 5(59), 46.

Các tài liệu khác của tình trạng kỹ thuật cũng mô tả quy trình sản xuất triaxetonamin bằng cách xúc tác đồng thể, nhưng chỉ xem xét việc bổ sung bazơ để khử hoạt tính chất xúc tác cùng với việc tạo ra nước thải, chứ không xem xét việc xử lý tiếp nước thải được tạo ra (JP2003-206277; JP2001-031651; JP04154763; Synthesis 1976, 735-736; US4536581).

Việc làm thế nào để khắc phục các nhược điểm nêu trên không được đề cập rõ ràng trong các tài liệu chuyên ngành chung. Ví dụ, các bước được James W. Patterson mô tả trong "Industrial Wastewater Treatment Technology", Second Edition, 1985 (số trang được nêu dưới đây liên quan đến việc này) là không thích hợp để xử lý nước thải được tạo ra trong quy trình sản xuất TAA. Do vậy, việc tái

sử dụng nitrat (trang 263) là không thể được trong tất cả các trường hợp. Tương tự, sự khử nitơ bằng phương pháp sinh học (trang 264-266) và quy trình trao đổi ion (trang 266-268) cũng không thể sử dụng được do nồng độ muối cao của dòng nước thu được trong quy trình sản xuất TAA. Về việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ, mặc dù James W. Patterson, "Industrial Wastewater Treatment Technology", Second Edition, 1985 chỉ ra quy trình cất phần nhẹ (trang 304), các quy trình khác được nêu để loại bỏ các hợp phần hữu cơ là không áp dụng được trong trường hợp dòng nước thải được mô tả trong bản mô tả này. Ví dụ, việc tách pha (trang 301) là không áp dụng được, do các hợp phần hữu cơ nằm trong dòng nước thải được hoà tan. Đối với dòng nước thải thu được trực tiếp từ quy trình sản xuất TAA, quy trình hấp phụ (trang 329) cũng không áp dụng được, do nó chứa phân đoạn các hợp chất hữu cơ với lượng quá cao. Việc xử lý sinh học (trang 340) để loại bỏ các hợp phần hữu cơ, như đã bàn luận trong trường hợp loại bỏ nitrat, là cũng không thể thực hiện được trong trường hợp tạp chất hữu cơ do nồng độ muối cao và còn phức tạp ở chỗ triaxetonamin phân huỷ sinh học kém. Việc điều chỉnh độ pH bằng cách bổ sung axit sulphuric hoặc axit clohydric, như được mô tả ở trang 363, tương tự cũng không thuận lợi khi nitrat có mặt, như trong trường hợp dòng nước thải TAA, và sau khi trung hòa, cần phải thu lại dung dịch càng đồng nhất hóa học càng tốt.

Do đó, từ các vấn đề của tình trạng kỹ thuật, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình cải tiến để xử lý dòng nước tạo ra trong quy trình sản xuất triaxetonamin. Cụ thể, quy trình này phải cho phép sử dụng dòng nước thải nêu trên. Việc xử lý dòng này cần phải càng đơn giản và rẻ tiền càng tốt. Sản phẩm cuối của quá trình xử lý nước thải phải tạo ra sản phẩm mà có giá trị thương mại và, đồng thời, lượng phân đoạn của các hợp phần mà phải cấp cho lò thiêu, bãi rác hoặc các bãi thải khác phải được duy trì càng thấp càng tốt. Ngoài ra, quy trình cải tiến này phải cho phép nước tách ra khỏi hỗn hợp được xử lý đến chất lượng mà cho phép nước này có thể xả được trực tiếp vào thiết bị xử lý nước thải hoặc thậm chí ra môi trường xung quanh.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Đã bất ngờ phát hiện ra rằng mục đích nêu trên có thể đạt được bằng quy trình theo sáng chế. Quy trình theo sáng chế có ưu điểm ở chỗ, theo trình tự xử lý đặc biệt, có thể giảm thiểu được việc tạo ra các chất thải đặc biệt khó xử lý, thu được nước có độ tinh khiết cao và sản phẩm có độ tinh khiết cao (hoặc dung dịch chứa sản phẩm có độ tinh khiết cao) từ quá trình xử lý. Vì vậy, phương án thứ nhất của sáng chế là:

1. Quy trình xử lý pha nước đã qua sử dụng, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ nhất ra khỏi pha nước đã qua sử dụng bằng cách chiết bằng môi trường chiết, từ đó thu được pha nước thứ hai và phần chiết chứa môi trường chiết;

b) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai, từ đó thu được pha nước thứ ba;

c) loại bỏ nước ra khỏi pha nước thứ ba, từ đó thu được pha nước thứ tư và pha nước tách được, trong đó pha nước tách được chứa nước được loại bỏ ra khỏi pha thứ ba;

d) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và làm trong pha nước thứ tư, từ đó thu được pha nước thứ năm;

trong đó, ở bước e) bổ sung, độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ ba, pha nước thứ tư và/hoặc pha nước thứ năm được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ.

2. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo phương án 1, khác biệt ở chỗ, bước c) được thực hiện ngay sau bước b), và ở bước e), độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ tư và/hoặc pha nước thứ năm được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ.

3. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo phương án 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, bước c) được thực hiện ngay sau bước b), và ở bước e), độ pH của pha nước đã qua sử dụng và/hoặc pha nước thứ hai được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ.

4. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo phương án 1, khác biệt ở chỗ, ở bước e), độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai và/hoặc pha nước thứ ba được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ.

5. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 4, khác biệt ở chỗ, ở bước e), độ pH của dung dịch nước thứ hai được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ.

6. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 5, khác biệt ở chỗ, ở bước f) bổ sung, phần chiết thu được ở bước a) được xử lý.

7. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, ở bước f) bổ sung, phần chiết thu được ở bước a) được xử lý, trong đó các hợp phần hữu cơ chiết được được tách ra khỏi môi trường chiết.

8. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 7, khác biệt ở chỗ, ở bước f) bổ sung, phần chiết thu được ở bước a) được xử lý, trong đó các hợp phần hữu cơ chiết được được tách ra khỏi môi trường chiết, và việc tách được thực hiện bằng cách chưng cất.

9. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 8, khác biệt ở chỗ, ở bước f) bổ sung, phần chiết thu được ở bước a) được xử lý, trong đó các hợp phần hữu cơ chiết được được tách ra khỏi môi trường chiết, và bước xử lý này được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 bar (10 đến 1000kPa).

10. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 9, khác biệt ở chỗ, ở bước f) bổ sung, phần chiết thu được ở bước a) được xử lý, trong đó các hợp phần hữu cơ chiết được được tách ra khỏi môi trường chiết, và bước xử lý này được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5 bar (50 đến 500kPa).

11. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 10, khác biệt ở chỗ, ở bước f) bổ sung, phần chiết thu được ở bước a) được xử lý, trong đó các hợp phần hữu cơ

chiết được được tách ra khỏi môi trường chiết, và bước xử lý này được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 1 đến 3 bar (100 đến 300kPa).

12. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 11, khác biệt ở chỗ, ở bước f) bổ sung, phần chiết thu được ở bước a) được xử lý, trong đó các hợp phần hữu cơ chiết được được tách ra khỏi môi trường chiết, và bước xử lý này được thực hiện ở áp suất là 1 bar (100kPa).

13. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 12, khác biệt ở chỗ, ở bước g) bổ sung, chất rắn được tách ra khỏi pha nước thứ năm.

14. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 13, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) được chọn từ nhóm bao gồm dung môi béo, dung môi thơm, ete, dung môi được halogen hóa, este, xeton.

15. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 14, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) là dung môi béo và được chọn từ nhóm bao gồm pentan, hexan, heptan, octan, decan, xyclohexan.

16. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 14, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) là dung môi thơm và được chọn từ nhóm bao gồm benzen, toluen, xylen.

17. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 14, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) là ete và ete này được chọn từ nhóm bao gồm dietyl ete, dipropyl ete, dibutyl ete, metyl tert-butyl ete.

18. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 14, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) là dung môi được halogen hóa và dung môi này được chọn từ nhóm bao gồm diclometan, clorofom, tetraclometan.

19. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 14, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) là este và este này được chọn từ nhóm bao gồm metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, butyl axetat.

20. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 14, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) là xeton và xeton này được chọn từ nhóm bao gồm dietyl xeton, metyl isobutyl xeton, phenyl metyl xeton.

21. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 14, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) được chọn từ nhóm bao gồm toluen, metyl tert-butyl ete, metyl isobutyl xeton.

22. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 21, khác biệt ở chỗ, các hợp phần hữu cơ thứ nhất ở bước a) là một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm TAA, các sản phẩm ngưng tụ axeton, các sản phẩm ngưng tụ axeton-amoniac.

23. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 22, khác biệt ở chỗ, tỷ lệ khối lượng giữa pha nước đã qua sử dụng:môi trường chiết ở bước a) nằm trong khoảng từ 2:1 đến 40:1.

24. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 23, khác biệt ở chỗ, tỷ lệ khối lượng giữa pha nước đã qua sử dụng:môi trường chiết ở bước a) nằm trong khoảng từ 5:1 đến 20:1.

25. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 24, khác biệt ở chỗ, tỷ lệ khối lượng giữa pha nước đã qua sử dụng:môi trường chiết ở bước a) là 10:1.

26. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 25, khác biệt ở chỗ, thời gian chiết ở bước a) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 giờ.

27. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 26, khác biệt ở chỗ, thời gian chiết ở bước a) nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2 giờ.

28. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 27, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai ở bước b) được thực hiện bằng cách cất phần nhẹ và/hoặc chưng cất.

29. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 28, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai ở bước b) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng 0,1-10 bar (10-1000kPa).

30. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 29, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai ở bước b) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,5-5 bar (50-500kPa).

31. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 30, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai ở bước b) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 1-3 bar (100-300kPa).

32. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 31, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai ở bước b) được thực hiện ở áp suất là 1 bar (100kPa).

33. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 32, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai ở bước b) được thực hiện bằng cách cất phần nhẹ và/hoặc chưng cất và ở nhiệt độ phần cất nằm trong khoảng 40-200°C.

34. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 33, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai ở bước b) được thực hiện bằng

cách cất phần nhẹ và/hoặc chưng cất và ở nhiệt độ phần cất nằm trong khoảng 60-160°C.

35. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 34, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai ở bước b) được thực hiện bằng cách cất phần nhẹ và/hoặc chưng cất và ở nhiệt độ phần cất nằm trong khoảng 80-120°C.

36. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 35, khác biệt ở chỗ, các hợp phần hữu cơ thứ hai ở bước b) được chọn từ nhóm bao gồm amoniac, axeton, mesityl oxit, rượu diaxeton, diaxetonamin, axetonin, TMDH-pyridin, pentan, hexan, heptan, xyclohexan; benzen; dietyl ete, dipropyl ete, metyl tert-butyl ete; diclometan, clorofom, tetraclometan; metyl axetat, etyl axetat, isopropyl axetat, toluen, xylen.

37. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 36, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất.

38. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 37, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất và áp suất trong trường hợp này nằm trong khoảng 0,1-10 bar (10-1000kPa).

39. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 38, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất và áp suất trong trường hợp này nằm trong khoảng 0,5-5 bar (50-500kPa).

40. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 41, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất và áp suất trong trường hợp này nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300kPa).

41. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 40, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ

ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất và áp suất trong trường hợp này là 1 bar (100kPa).

42. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 41, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất và nhiệt độ phần cất nằm trong khoảng 40-200°C.

43. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 42, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất và nhiệt độ phần cất nằm trong khoảng 60-160°C.

44. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 43, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất và nhiệt độ phần cất nằm trong khoảng 80-120°C.

45. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 44, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư, và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện bằng cách hấp phụ.

46. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 45, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện bằng cách hấp phụ có sử dụng chất hấp phụ và chất hấp phụ này được chọn từ nhóm bao gồm than hoạt tính, zeolit, silicagel.

47. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 46, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện bằng cách hấp phụ có sử dụng chất hấp phụ ở bước d) bằng cách hấp phụ có sử dụng chất hấp phụ và chất hấp phụ này là than hoạt tính.

48. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 47, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ

các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện bằng cách hấp phụ có sử dụng chất hấp phụ và lượng chất hấp phụ được sử dụng nằm trong khoảng 0,01-10% (phần trăm khối lượng, tính theo khối lượng của pha nước thứ tư).

49. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 48, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện bằng cách hấp phụ có sử dụng chất hấp phụ và lượng chất hấp phụ được sử dụng nằm trong khoảng 0,1-5% (phần trăm khối lượng, tính theo khối lượng của pha nước thứ tư).

50. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 49, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện bằng cách hấp phụ có sử dụng chất hấp phụ và lượng chất hấp phụ được sử dụng nằm trong khoảng 0,2-1% (phần trăm khối lượng, tính theo khối lượng của pha nước thứ tư).

51. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 50, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước chứa muối và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 0-150°C.

52. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 51, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 0-100°C.

53. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 52, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 10-50°C.

54. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 53, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha

nước thứ tư ở bước d) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng 1-10 bar (100-1000kPa).

55. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 54, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng 1-5 bar (100-500kPa).

56. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 55, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300kPa).

57. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 56, khác biệt ở chỗ, chất hỗ trợ được sử dụng ở bước e) là bazơ.

58. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 57, khác biệt ở chỗ, chất hỗ trợ được sử dụng ở bước e) là bazơ, trong đó bazơ này được chọn từ nhóm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, natri cacbonat, kali cacbonat, natri hydrocacbonat, kali hydrocacbonat, canxi hydroxit, canxi cacbonat.

59. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 56, khác biệt ở chỗ, chất hỗ trợ được sử dụng ở bước e) là axit.

60. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 56 và 59, khác biệt ở chỗ, chất hỗ trợ được sử dụng ở bước e) là axit, trong đó axit này được chọn từ nhóm bao gồm axit clohydric, axit sulphuric, axit nitric, axit phosphoric, axit hữu cơ.

61. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 56 và 59 đến 60, khác biệt ở chỗ, chất hỗ trợ được sử dụng ở bước e) là axit, trong đó axit này được chọn từ nhóm bao

gồm axit clohydric, axit sulphuric, axit nitric, axit phosphoric, axit hữu cơ, và trong đó axit hữu cơ là axit axetic hoặc axit benzoic.

62. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 61, khác biệt ở chỗ, độ pH của pha nước sau khi điều chỉnh độ pH ở bước e) nằm trong khoảng từ 5 đến 9.

63. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 62, khác biệt ở chỗ, độ pH của pha nước sau khi điều chỉnh độ pH ở bước e) nằm trong khoảng từ 6 đến 8.

64. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 63, khác biệt ở chỗ, độ pH được điều chỉnh ở bước e) ở nhiệt độ nằm trong khoảng 0-150°C.

65. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 64, khác biệt ở chỗ, độ pH được điều chỉnh ở bước e) ở nhiệt độ nằm trong khoảng 10-100°C.

66. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 65, khác biệt ở chỗ, độ pH được điều chỉnh ở bước e) ở nhiệt độ nằm trong khoảng 20-80°C.

67. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 66, khác biệt ở chỗ, độ pH được điều chỉnh ở bước e) ở áp suất nằm trong khoảng 1-10 bar (100-1000kPa).

68. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 67, khác biệt ở chỗ, độ pH được điều chỉnh ở bước e) ở áp suất nằm trong khoảng 1-6 bar (100-600kPa).

69. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 68, khác biệt ở chỗ, độ pH được điều chỉnh ở bước e) ở áp suất nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300kPa).

70. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 69, khác biệt ở chỗ, ở bước g) bổ sung, chất rắn được tách ra khỏi pha nước thứ năm.

71. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 70, khác biệt ở chỗ, ở bước g) bổ

sung, chất rắn được tách ra khỏi pha nước thứ năm và trong trường hợp này, chất rắn được tách bằng cách kết tinh, bằng cách giảm nhiệt độ, bằng cách loại bỏ tiếp dung môi hoặc bằng cách kết hợp các bước này.

72. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 71, khác biệt ở chỗ, quy trình này được sử dụng để xử lý pha nước đã qua sử dụng mà chứa muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng 0,1-49,9% và bazơ với lượng nằm trong khoảng 0,1-49,9% và có độ pH bằng hoặc lớn hơn 7.

73. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 72, khác biệt ở chỗ, quy trình này được sử dụng để xử lý pha nước đã qua sử dụng mà chứa muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng 1-29,9%, bazơ với lượng nằm trong khoảng 1-30%, axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-20%, TAA với lượng nằm trong khoảng 0,1-20% và có độ pH nằm trong khoảng từ 7 đến 14.

74. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 73, khác biệt ở chỗ, quy trình này được sử dụng để xử lý pha nước đã qua sử dụng mà chứa muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng 1-29,9%, bazơ với lượng nằm trong khoảng 1-30%, axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-20%, TAA với lượng nằm trong khoảng 0,1-20% và có độ pH nằm trong khoảng từ 10 đến 14.

75. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 74, khác biệt ở chỗ, quy trình này được sử dụng để xử lý pha nước đã qua sử dụng mà chứa muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng 5-20%, bazơ với lượng nằm trong khoảng 5-20%, axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-10%, TAA với lượng nằm trong khoảng 0,1-10%, sản phẩm ngưng tụ axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-10%, các hợp phần hữu cơ khác với lượng nằm trong khoảng từ 0,1-10% và có độ pH nằm trong khoảng từ 12 đến 14.

76. Theo một phương án khác của sáng chế, quy trình theo một hoặc nhiều phương án trong số các phương án từ 1 đến 75, khác biệt ở chỗ, quy trình này được sử dụng để xử lý pha nước đã qua sử dụng mà chứa muối vô cơ với lượng

nằm trong khoảng 5-20%, bazơ với lượng nằm trong khoảng 5-20%, axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-5%, TAA với lượng nằm trong khoảng 0,1-3%, sản phẩm ngưng tụ axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-3%, các hợp phần hữu cơ khác với lượng nằm trong khoảng 0,1-3% và có độ pH nằm trong khoảng từ 12 đến 14.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Các loại nước thải bất kỳ có thể được xử lý bằng cách sử dụng quy trình theo sáng chế. Tuy nhiên, quy trình này đặc biệt thích hợp để xử lý dung dịch nước mà được tạo ra trong quy trình sản xuất triaxetonamin và cụ thể là chứa một hoặc nhiều hợp phần được chọn từ nhóm bao gồm các muối vô cơ, bazơ, axeton, TAA, các sản phẩm ngưng tụ axeton, các hợp phần hữu cơ khác.

“Các muối vô cơ” trong bản mô tả này có nghĩa cụ thể là NaCl, KCl, NaNO<sub>3</sub>, KNO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaHCO<sub>3</sub>, KHCO<sub>3</sub>.

“Bazơ” trong bản mô tả này có nghĩa cụ thể là NaOH, KOH; Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

“Các sản phẩm ngưng tụ axeton” trong bản mô tả này có nghĩa cụ thể là mesityl oxit, rượu diaxeton, diaxetonamin, TMDH-pyridin, axetonin, phoron.

“Các hợp phần hữu cơ khác” trong bản mô tả này có nghĩa cụ thể là amoniac.

Toàn bộ các ký hiệu “%” được dùng để chỉ phần trăm theo khối lượng trừ khi có quy định khác.

Các dung dịch mà thu được từ quy trình sản xuất TAA và để xử lý chúng, quy trình theo sáng chế là đặc biệt thích hợp, và có thể được sử dụng cho các dung dịch này, là dung dịch nước chứa muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng 0,1-49,9% và bazơ với lượng nằm trong khoảng 0,1-49,9% và có độ pH bằng hoặc lớn hơn 7. Tốt hơn nếu quy trình theo sáng chế là thích hợp và được sử dụng để xử lý dung dịch nước chứa các muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng 1-39,9%, bazơ với lượng nằm trong khoảng 1-20%, axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-20%, TAA với lượng nằm trong khoảng 0,1-20% và có độ pH nằm trong khoảng từ 7 đến 14. Đặc biệt tốt hơn nếu quy trình theo sáng chế là thích hợp và được sử dụng để xử lý dung dịch nước chứa các muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng

1-29,9%, bazơ với lượng nằm trong khoảng 1-30%, axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-20%, TAA với lượng nằm trong khoảng 0,1-20% và có độ pH nằm trong khoảng từ 10 đến 14. Đặc biệt còn tốt hơn nếu quy trình theo sáng chế là thích hợp và được sử dụng để xử lý dung dịch nước chứa các muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng 5-20%, bazơ với lượng nằm trong khoảng từ 5-20%, axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-10%, TAA với lượng nằm trong khoảng 0,1-10%, sản phẩm ngưng tụ axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-10%, các hợp phần hữu cơ khác với lượng nằm trong khoảng 0,1-10% và có độ pH nằm trong khoảng từ 12 đến 14. Tốt nhất là, quy trình theo sáng chế thích hợp và được sử dụng để xử lý dung dịch nước chứa muối vô cơ với lượng nằm trong khoảng từ 5-20%, bazơ với lượng nằm trong khoảng 5-20%, axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-5%, TAA với lượng nằm trong khoảng 0,1-3%, sản phẩm ngưng tụ axeton với lượng nằm trong khoảng 0,1-3%, các hợp phần hữu cơ khác với lượng nằm trong khoảng 0,1-3% có độ pH nằm trong khoảng từ 12 đến 14.

Ở bước đầu tiên [bước a)] của quy trình theo sáng chế, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ nhất ra khỏi pha nước đã qua sử dụng được thực hiện, tốt hơn nếu từ nước thải từ quy trình sản xuất TAA, bằng cách chiết bằng môi trường chiết thích hợp, từ đó thu được pha nước thứ hai và phần chiết chứa môi trường chiết. Tốt hơn nếu môi trường chiết là không trộn lẫn được với nước. Pha nước đã qua sử dụng có thể là pha nước bất kỳ. Cụ thể, tuy nhiên, thuật ngữ “pha nước đã qua sử dụng” được dùng để chỉ dung dịch nước được tạo ra trong quy trình sản xuất triaxetonamin, và tốt hơn nếu chứa một hoặc nhiều hợp phần được chọn từ nhóm bao gồm các muối vô cơ, bazơ, axeton, TAA, các sản phẩm ngưng tụ axeton, các hợp phần hữu cơ khác.

Công đoạn chiết bao gồm việc kết hợp pha nước với môi trường chiết, kết hợp trộn, tiếp theo tách hai pha. Công đoạn chiết có thể được thực hiện liên tục hoặc theo từng mẻ. Công đoạn chiết có thể được thực hiện trong thùng chứa bất kỳ thích hợp (ví dụ, bể khuấy, bể khuấy liên tục). Việc tách pha cần thiết có thể được thực hiện trong thùng chứa thích hợp bất kỳ (ví dụ, bể khuấy, thùng tách không khuấy được, thiết bị tách liên tục).

Về nguyên tắc, nhiệt độ tại đó bước a) được thực hiện là không bị giới hạn. Nhiệt độ được ưu tiên nằm trong khoảng 0-100°C, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 10-60°C, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 20-40°C. Áp suất tại đó bước a) được thực hiện cũng không bị giới hạn. Áp suất được ưu tiên nằm trong khoảng 1-10 bar (100-1000 kPa), đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 1-6 bar (100-600 kPa), đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300 kPa). Được ưu tiên nếu chiết ở nhiệt độ thấp và cũng ở áp suất khí quyển là 1 bar (100 kPa), do các điều kiện này sẽ cải thiện sự tách pha và làm cho việc lắp đặt thiết bị đơn giản hơn.

Về nguyên tắc, môi trường chiết không trộn lẫn được với nước bất kỳ là thích hợp để chiết. Tốt hơn nếu môi trường chiết được sử dụng là môi trường trong đó các hợp phần cần chiết có mức độ hòa tan cao và ổn định trong các điều kiện đã cho. Cụ thể, môi trường chiết được sử dụng có thể được tách ra khỏi nước một cách dễ dàng ở bước c). Tốt hơn nếu môi trường chiết có thể được sử dụng được chọn từ nhóm bao gồm dung môi béo, dung môi thơm, ete, dung môi được halogen hóa, este, xeton. Đặc biệt tốt hơn nếu dung môi béo trong trường hợp này được chọn từ nhóm bao gồm pentan, hexan, heptan, octan, decan, xyclohexan. Đặc biệt tốt hơn nếu dung môi thơm trong trường hợp này được chọn từ nhóm bao gồm benzen, toluen, xylen. Đặc biệt tốt hơn nếu ete là trong trường hợp này được chọn từ nhóm bao gồm dietyl ete, dipropyl ete, dibutyl ete, metyl tert-butyl ete. Đặc biệt tốt hơn nếu dung môi được halogen hóa trong trường hợp này được chọn từ nhóm bao gồm diclometan, clorofom, tetraclometan. Đặc biệt tốt hơn nếu este trong trường hợp này được chọn từ nhóm bao gồm metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, butyl axetat. Đặc biệt tốt hơn nếu xeton trong trường hợp này được chọn từ nhóm bao gồm dietyl xeton, metyl isobutyl xeton, phenyl metyl xeton. Đặc biệt còn tốt hơn nếu dung môi được sử dụng để chiết được chọn từ nhóm bao gồm toluen, metyl tert-butyl ete, metyl isobutyl xeton.

“Các hợp phần hữu cơ thứ nhất” được dùng để chỉ cụ thể là TAA và các sản phẩm ngưng tụ axeton và/hoặc các sản phẩm ngưng tụ axeton-amoniac.

Tỷ lệ khối lượng được ưu tiên giữa pha nước đã qua sử dụng:môi trường chiết nằm trong khoảng từ 2:1 đến 40:1, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5:1 đến 20:1, đặc biệt còn tốt hơn nếu là khoảng 10:1.

Thời gian chiết thường nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 giờ, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2 giờ.

Nếu pha nước đã qua sử dụng được cho qua bước a), thì thu được pha nước thứ hai và phần chiết chứa môi trường chiết.

Ở bước thứ hai [bước b)], việc loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai được thực hiện, trong đó thu được pha nước thứ ba. Pha nước thứ hai là pha nước thu được ở bước a). Thuật ngữ “các hợp phần hữu cơ thứ hai” dùng để chỉ các hợp phần hữu cơ dễ bay hơi một cách dễ dàng. “Các hợp phần hữu cơ dễ bay hơi một cách dễ dàng” được dùng để chỉ, cụ thể, trong trường hợp này là các hợp phần hữu cơ, điểm sôi của nó ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)) là thấp hơn điểm sôi của nước hoặc tạo ra hỗn hợp đồng sôi với nước, điểm sôi của nó ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)) là thấp hơn điểm sôi của nước. Cụ thể, các hợp phần này là amoniac, axeton, mesityl oxit, rượu diaxeton, diaxetonamin, axetonin, TMDH-pyridin. Chúng còn có thể bao gồm dung môi được sử dụng ở bước a) khi điểm sôi của nó ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)) là thấp hơn điểm sôi của nước hoặc nếu nó tạo ra hỗn hợp đồng sôi với nước, điểm sôi của nó ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)) là thấp hơn điểm sôi của nước. Trong trường hợp này, cụ thể là pentan, hexan, heptan, xyclohexan, benzen, dietyl ete, dipropyl ete, metyl tert-butyl ete, diclometan, clorofom, tetraclometan, metyl axetat, etyl axetat.

“Các hợp phần hữu cơ dễ bay hơi một cách dễ dàng” cũng được dùng để chỉ toluen, xylen, octan, decan; dibutyl ete, n-propyl axetat, butyl axetat, dietyl xeton, metyl isobutyl xeton, phenyl metyl xeton.

Công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ dễ bay hơi một cách dễ dàng có thể được thực hiện, cụ thể, bằng cách chưng cất và/hoặc cất phần nhẹ.

Công đoạn cất phần nhẹ được dùng để chỉ trong trường hợp này là việc chuyển các chất từ pha lỏng sang pha khí, bằng cách cho pha lỏng tiếp xúc với khí ngược dòng.

Công đoạn cất phần nhẹ có thể được thực hiện trên cột thích hợp để thực hiện việc tách (ví dụ, cột đĩa, cột nhồi hoặc cột nhồi theo cấu trúc).

Công đoạn chưng cất có thể được thực hiện theo cách gián đoạn hoặc liên tục. Trong trường hợp này thùng chứa thích hợp (ví dụ, lò phản ứng có áo bao, lò phản ứng có thiết bị trao đổi nhiệt bên ngoài, lò phản ứng có thiết bị trao đổi nhiệt bên trong) và cả các cột chưng cất thích hợp để thực hiện việc tách (ví dụ, cột đĩa, cột nhồi hoặc cột nhồi theo cấu trúc) được sử dụng.

Qua công đoạn cất phần nhẹ và/hoặc chưng cất, hàm lượng các chất hữu cơ của pha nước tương ứng giảm xuống. Tốt hơn nếu, không những quá trình chưng cất mà cả quá trình cất phần nhẹ được thực hiện theo cách sao cho tổng cacbon hữu cơ (total organic carbon - TOC) của sản phẩm trong bể lắng là nằm trong khoảng 20-5000 ppm, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 50-2000 ppm, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 100-1000 ppm.

Áp suất tại đó bước b) được thực hiện cũng không bị giới hạn. Áp suất được ưu tiên là nằm trong khoảng 0,1-10 bar (10-1000 kPa), đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 0,5-5 bar (50-500 kPa), đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300 kPa). Được đặc biệt ưu tiên là chưng cất ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)). Nhiệt độ chưng cất được ưu tiên trong trường hợp này nằm trong khoảng 40-200°C, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 60-160°C, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 80-120°C.

Khi bước b) được thực hiện cùng với pha nước thứ hai, sẽ thu được pha nước thứ ba.

Ở bước thứ ba [bước c)], nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba, trong đó thu được pha nước thứ tư và pha nước được tách riêng, trong đó pha nước được tách riêng chứa nước được loại bỏ ra khỏi pha thứ ba. Trong trường hợp này, nước được loại bỏ ra khỏi pha thứ ba bằng cách cụ thể là chưng cất. Trong trường hợp này, thuật ngữ “pha nước được tách riêng” dùng để chỉ dòng sản phẩm chưng cất tạo ra. Công đoạn chưng cất có thể được thực hiện theo cách gián đoạn hoặc liên tục. Nếu công đoạn chưng cất được thực hiện, thùng chứa thích hợp (ví dụ, lò phản ứng có áo bao, lò phản ứng có thiết bị trao đổi nhiệt bên ngoài, lò phản ứng có thiết bị trao đổi nhiệt bên trong) và cả các cột chưng cất thích hợp để thực hiện

việc tách (ví dụ, cột đĩa, cột nhồi hoặc cột nhồi theo cấu trúc) được sử dụng. Trong trường hợp này, tốt hơn nếu dòng sản phẩm chưng cất thu được mà, ngoài nước, chỉ chứa một lượng rất nhỏ các tạp chất hữu cơ. Được ưu tiên nếu hàm lượng cacbon là tổng cacbon hữu cơ (Total organic carbon)  $\text{TOC} < 1000 \text{ ppm}$ , đặc biệt tốt hơn nếu  $\text{TOC} < 250 \text{ ppm}$ , đặc biệt còn tốt hơn nếu  $\text{TOC} < 100 \text{ ppm}$ . Công đoạn chưng cất có thể thực hiện trong trường hợp này ở áp suất khí quyển hoặc ở áp suất thấp hoặc cao hơn. Áp suất được ưu tiên nằm trong khoảng 0,1-10 bar (10-1000 kPa), đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 0,5-5 bar (50-500 kPa), đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300 kPa). Được đặc biệt ưu tiên là chưng cất ở áp suất khí quyển. Nhiệt độ phân cất được ưu tiên trong trường hợp này nằm trong khoảng 40-200°C, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 60-160°C, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 80-120°C.

Nước được tách ra khỏi pha nước thứ ba để tạo ra nồng độ mong muốn trong pha nước thứ tư. Nồng độ các muối trong pha nước thứ tư, cụ thể là các muối vô cơ, sau khi nước được tách riêng nằm trong khoảng 5-75%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng 10-70%, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 20-65%, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 30-60%, tốt nhất là nằm trong khoảng 40-60%.

Theo một phương án khác, bước b) và c) có thể được thực hiện theo chuỗi trực tiếp, có nghĩa là trong một thùng chứa. Trong trường hợp này, bằng cách chưng cất phân đoạn, đầu tiên các hợp phần hữu cơ dễ bay hơi một cách dễ dàng được tách riêng dưới dạng phân đoạn chưng cất đầu tiên [tương ứng với bước b)], sau đó nước được loại bỏ dưới dạng phân đoạn chưng cất thứ hai [tương ứng với bước c)]. Trong trường hợp này, tốt hơn nếu khoảng thông số và các phương án được nêu ở bước b) và c) được sử dụng.

Ở bước thứ tư [bước d)], công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư được thực hiện, trong đó thu được pha nước thứ năm. Các hợp phần hữu cơ thứ ba thường là các hợp phần hữu cơ không bay hơi còn lại. Các hợp phần hữu cơ không bay hơi được dùng để chỉ các hợp phần hữu cơ còn lại trong pha nước trong các điều kiện được sử dụng ở bước c), ví dụ, các hợp phần mà điểm sôi của nó cao hơn điểm sôi của

nước ở áp suất khí quyển và các chất còn lại tương ứng trong pha nước thứ tư khi nước được loại bỏ ở bước c) bằng cách chưng cất. Cụ thể, chúng là triaxetonamin và cặn nổi hơi áp suất cao triaxetonamin. Theo một phương án được ưu tiên, các hợp phần hữu cơ thứ nhất và thứ ba là giống nhau về mặt hóa học.

Công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư được thực hiện cụ thể bằng cách hấp phụ, tốt hơn nếu sử dụng chất hấp phụ.

Việc xử lý bằng chất hấp phụ có thể được thực hiện theo cách liên tục hoặc theo từng mẻ. Trong trường hợp này, thùng chứa thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng nhằm cho chất hấp phụ này tiếp xúc với pha nước thứ tư thu được từ bước c) (ví dụ, bể khuấy, lò phản ứng vòng, lò phản ứng dòng chảy đều). Chất hấp phụ thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng. Tốt hơn nếu chất hấp phụ này được chọn từ nhóm bao gồm than hoạt tính, zeolit, silicagel. Đặc biệt tốt hơn nếu chất hấp phụ được sử dụng là than hoạt tính.

Chất hấp phụ có thể được sử dụng, cụ thể, ở dạng bột hoặc ở dạng hạt. Trong trường hợp này, việc tiếp xúc giữa chất hấp phụ và dung dịch nước có thể được tiến hành bằng cách trộn trực tiếp hoặc bằng cách cho đi qua thùng chứa nhồi chất hấp phụ.

Lượng chất hấp phụ được ưu tiên được sử dụng nằm trong khoảng 0,01-10% (tính theo khối lượng của pha nước), đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 0,1-5%, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 0,2-1%.

Về nguyên tắc, nhiệt độ tại đó bước d) được thực hiện là không bị giới hạn. Tốt hơn nếu bước d) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 0-150°C, đặc biệt tốt hơn nếu ở nhiệt độ nằm trong khoảng 0-100°C, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 10-50°C. Về nguyên tắc, áp suất tại đó bước d) được thực hiện là không bị giới hạn. Tốt hơn nếu bước d) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng 1-10 bar (100-1000 kPa), đặc biệt tốt hơn nếu ở áp suất nằm trong khoảng 1-5 bar (100-500 kPa), đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300 kPa).

Chất hấp phụ có thể được loại bỏ sau khi xử lý theo cách thích hợp bất kỳ. Ví dụ, chất hấp phụ dạng bụi có thể được tách riêng, ví dụ, bằng cách lọc hoặc ly

tâm. Khi chất hấp phụ hạt được sử dụng, chúng có thể được giữ lại bằng các kỹ thuật thích hợp (ví dụ, các đĩa rây).

Sau khi loại bỏ chất hấp phụ, dung dịch thu được, ngoài nước và các muối vô cơ hoà tan, chỉ chứa các tạp chất hữu cơ với lượng rất thấp. Được ưu tiên nếu hàm lượng cacbon là  $\text{TOC} < 1000 \text{ ppm}$ , đặc biệt ưu tiên là  $\text{TOC} < 250 \text{ ppm}$ , tốt hơn nữa là  $\text{TOC} < 100 \text{ ppm}$ .

Sau khi chất hấp phụ được loại bỏ, dung dịch thu được chỉ có mức độ đổi màu vốn có thấp. Được ưu tiên nếu chỉ số màu APHA  $< 100$ , đặc biệt ưu tiên nếu APHA  $< 50$ , tốt hơn nữa nếu APHA  $< 10$ .

Ở bước thứ năm [bước e)], độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ ba, pha nước thứ tư và/hoặc pha nước thứ năm được điều chỉnh. Điều này là cần thiết, do dòng nước thải thu được có độ pH lớn hơn 7, tốt hơn nếu nằm trong khoảng độ pH từ 7 đến 14, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng độ pH từ 10 đến 14, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng độ pH từ 12 đến 14. Trong trường hợp này, độ pH được ưu tiên sau khi điều chỉnh độ pH nằm trong khoảng 5-9, tốt hơn nếu nằm trong khoảng 6-8.

“Việc điều chỉnh độ pH của dung dịch nước đã qua sử dụng, dung dịch nước thứ hai, dung dịch nước thứ ba, dung dịch nước thứ tư và/hoặc dung dịch nước thứ năm” trong trường hợp này bao gồm tất cả các tổ hợp có thể của các bước. Nó bao gồm, ví dụ, các tổ hợp không giới hạn sau: Nó bao gồm việc điều chỉnh độ pH của chỉ dung dịch đã qua sử dụng, chỉ pha nước thứ hai, chỉ pha nước thứ ba, chỉ pha nước thứ tư, chỉ pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng và pha nước thứ hai. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai và pha nước thứ ba. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ ba và pha nước thứ tư. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ ba, pha nước thứ tư và pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ ba, pha nước thứ tư và pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ tư và pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của

pha nước đã qua sử dụng và pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ tư và pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai và pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng và pha nước thứ hai. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ ba và pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ ba. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ tư và pha nước thứ năm. Nó còn bao gồm việc điều chỉnh độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ tư và pha nước thứ năm.

Có thể sử dụng axit hoặc bazơ bất kỳ hiện có bán trên thị trường để điều chỉnh độ pH. Tốt hơn nếu axit được chọn từ nhóm bao gồm axit clohydric, axit sulphuric, axit nitric, axit phosphoric, axit hữu cơ (axit axetic, axit benzoic). Tốt hơn nếu chất bổ trợ được sử dụng ở bước e) là bazơ. Tốt hơn nếu bazơ được chọn từ nhóm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, natri cacbonat, kali cacbonat, natri hydrocacbonat, kali hydrocacbonat, canxi hydroxit, canxi cacbonat.

Tốt hơn nếu axit hoặc bazơ được sử dụng sẽ phản ứng với nước thải theo cách sao cho tạo ra dung dịch càng đồng nhất về mặt hoá học càng tốt. Do đó, đặc biệt ưu tiên nếu sử dụng axit (hoặc bazơ), bazơ (hoặc axit) liên hợp đã có mặt trong hỗn hợp phản ứng này ở dạng anion (hoặc cation) của muối. Theo cách này, dung dịch muối thu được chỉ chứa một muối hoà tan xác định được về mặt hoá học sẽ là nguyên liệu có giá trị.

Trong trường hợp nước thải chứa natri hydroxit và natri clorua, thì việc sử dụng axit clohydric là được ưu tiên. Theo cách này, dung dịch nước chứa natri clorua được tạo ra sẽ không chứa các muối vô cơ khác bất kỳ. Trong trường hợp nước thải chứa natri hydroxit và natri sulphat, thì việc sử dụng axit sulphuric được ưu tiên. Theo cách này, dung dịch nước chứa natri sulphat được tạo ra sẽ không chứa các muối vô cơ khác bất kỳ. Trong trường hợp nước thải chứa natri hydroxit và natri nitrat, thì việc sử dụng axit nitric được ưu tiên. Theo cách này, dung dịch nước chứa natri nitrat được tạo ra sẽ không chứa các muối vô cơ khác bất kỳ.

Chuỗi này có thể được tiếp tục theo cách tương tự đối với các dòng nước thải có thể thu được khác.

Về nguyên tắc, nhiệt độ tại đó bước e) được thực hiện là không bị giới hạn. Tốt hơn nếu bước e) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 0-150°C, đặc biệt tốt hơn nếu ở nhiệt độ nằm trong khoảng 10-100°C, đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 20-80°C. Về nguyên tắc, áp suất tại đó bước d) được thực hiện là không bị giới hạn. Tốt hơn nếu bước d) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng 1-10 bar (100-1000 kPa), đặc biệt tốt hơn nếu ở áp suất nằm trong khoảng 1-6 bar (100-600 kPa), đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300 kPa).

“Việc điều chỉnh độ pH của dung dịch nước đã qua sử dụng, dung dịch nước thứ hai, dung dịch nước thứ ba, dung dịch nước thứ tư và/hoặc dung dịch nước thứ năm” trong trường hợp này có nghĩa là việc điều chỉnh độ pH ở bước e) trong trường hợp này có thể thực hiện về nguyên tắc ở thời điểm bất kỳ của quy trình theo sáng chế. Vì vậy, bước e) có thể được thực hiện cùng với pha nước đã qua sử dụng [do đó trước bước a)] và/hoặc với pha nước thứ hai [do đó giữa bước a) và b)] và/hoặc với pha nước thứ ba [do đó giữa bước b) và c)] và/hoặc với pha nước thứ tư [do đó giữa bước c) và d)] và/hoặc với pha nước thứ năm [do đó sau bước d)].

Trong trường hợp của phương án nêu trên, trong đó bước d) được thực hiện trực tiếp sau bước c), ở bước e) độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ tư và/hoặc pha nước thứ năm có thể được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ.

Nếu bước e) được thực hiện sau khi chưng cất nước [bước c)], mà không cần các bước khác tiếp theo quy trình này, thì việc tách muối dưới dạng rắn là không thể, và nồng độ muối không thể được thiết đặt ở mức cao như mong muốn. Do đó, tốt hơn nếu ở bước e), độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai và/hoặc pha nước thứ ba được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ.

Trong trường hợp của phương án nêu trên, trong đó bước d) được thực hiện trực tiếp sau bước c), do đó tốt hơn nếu ở bước e), độ pH của pha nước đã qua sử

dụng và/hoặc pha nước thứ hai được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ. Đặc biệt tốt hơn nếu độ pH của pha nước thứ hai được điều chỉnh ở bước e).

Sau khi các bước từ bước a) đến e) đã được thực hiện (theo một trong số các trình tự có thể nêu trên), quy trình theo sáng chế được thực hiện đến khi kết thúc. Pha nước đã qua sử dụng, tốt hơn nếu là dòng nước thải từ quy trình TAA được tinh chế theo cách sao cho hai dòng lớn nhất tạo ra trong quá trình xử lý có thể được cấp vào thiết bị xử lý nước thải hoặc có thể được xả trực tiếp vào môi trường {pha nước được tách riêng chứa nước được loại bỏ ra khỏi pha thứ ba [bước c)]} hoặc là dung dịch nước chứa chất tinh khiết có giá trị thương mại [pha nước thứ năm từ bước d)].

Theo phương án được ưu tiên khác, phần chiết thu được ở bước a) có thể được xử lý ở bước f) khác. Tốt hơn nếu việc xử lý này được thực hiện bằng cách chưng cất. Trong trường hợp này, tốt hơn nếu dung môi được tách ra bằng cách chưng cất từ các hợp phần hữu cơ chiết được. Theo phương án được ưu tiên, trong đó công đoạn chưng cất được thực hiện, công đoạn này được thực hiện, ví dụ, trên cột chưng cất. Công đoạn chưng cất có thể được thực hiện theo cách gián đoạn hoặc liên tục. Trong trường hợp này thùng chứa thích hợp (ví dụ, lò phản ứng có áo bao, lò phản ứng có thiết bị trao đổi nhiệt bên ngoài, lò phản ứng có thiết bị trao đổi nhiệt bên trong) và cả các cột chưng cất thích hợp để thực hiện việc tách (ví dụ, cột đĩa, cột nhồi hoặc cột nhồi theo cấu trúc) được sử dụng.

Về nguyên tắc, áp suất tại đó bước f) được thực hiện là không bị giới hạn. Tốt hơn nếu bước f) được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng 0,1-10 bar (10-1000 kPa), đặc biệt tốt hơn nếu ở áp suất nằm trong khoảng 0,5-5 bar (50-500 kPa), đặc biệt còn tốt hơn nếu nằm trong khoảng 1-3 bar (100-300 kPa), và tốt nhất là ở áp suất khí quyển.

Trong trường hợp chưng cất gián đoạn, đầu tiên sản phẩm chưng cất đầu có thể được gom mà chứa các chất chiết được có điểm sôi thấp (ví dụ, axeton), điểm sôi của nó thấp hơn điểm sôi của dung môi được sử dụng để chiết hoặc nó, cùng với môi trường chiết, tạo ra hỗn hợp đồng sôi mà có điểm sôi thấp hơn điểm sôi của môi trường chiết tinh khiết. Sau đó, phân đoạn tinh khiết của môi trường chiết có thể được gom, mà tiếp đó có thể được tái sử dụng ở bước a). Trong bể lắng của

quá trình chung cất, còn lại các hợp phần chiết mà có điểm sôi cao hơn điểm sôi của môi trường chiết (ví dụ, TAA).

Theo phương án được ưu tiên khác của quy trình theo sáng chế, sản phẩm của quá trình xử lý nước thải được tách ở dạng rắn từ pha nước thứ năm ở bước g) khác. Quá trình này có ưu điểm là sản phẩm của quá trình xử lý nước thải thu được ở dạng chất rắn tinh khiết (thay vì ở dạng dung dịch).

Chất rắn có thể được tạo ra trong trường hợp này bằng tất cả các quy trình đã biết, ví dụ, kết tinh, ví dụ, có thể được thực hiện bằng cách làm giảm nhiệt độ, bằng cách loại bỏ tiếp dung môi hoặc bằng tổ hợp các bước này. Chất rắn có thể được tách, ví dụ, bằng cách lọc, ly tâm hoặc các quy trình thích hợp khác.

Để làm tăng độ tinh khiết của chất rắn tạo ra, tất cả các quy trình đã biết có thể được sử dụng, vì vậy, ví dụ, rửa bằng dung dịch rửa thích hợp [tức là dung môi, trong đó chất rắn có mức độ hòa tan thấp, trong khi các tạp chất có mặt có mức độ hòa tan cao, ví dụ, tất cả các dung môi hữu cơ được nêu ở bước a) để chiết], tái kết tinh từ dung môi thích hợp (tức là dung môi trong đó chất rắn có mức độ hòa tan tốt ở nhiệt độ cao, ví dụ, nước) hoặc các quy trình thích hợp khác.

Chất rắn tạo ra có thể được làm khô bằng quy trình thích hợp (ví dụ, máy sấy lưới, máy sấy dạng đĩa v.v.).

Nước cái được tạo ra trong quá trình tách chất rắn có thể được quay vòng ở bước a) hoặc bước c) và do đó, không có mặt trong dòng chất thải.

Quy trình theo sáng chế đạt được mục đích nêu trên do các khía cạnh cụ thể sau của sáng chế:

Hỗn hợp gồm muối trung tính và bazo/axit có mặt trong nước thải được chuyển hoá bằng cách sử dụng axit/bazo trong quá trình điều chỉnh độ pH ở bước e) thành dung dịch muối đồng nhất về mặt hoá học. Dung dịch này có thể được sử dụng tiếp làm nguyên liệu có giá trị. Đặc biệt khi tạo ra dung dịch natri nitrat, nhiều lĩnh vực ứng dụng được gợi ý (làm phân bón, làm chất phụ gia để sản xuất xi măng).

Hàm lượng các chất hữu cơ của dòng chất tạo ra (nước chung cất và nguyên liệu có giá trị từ các bước c) và g)) được giảm xuống đến trị số rất thấp.

Theo cách này, nước chung cất có thể xả được trực tiếp vào thiết bị xử lý nước thải. Nguyên liệu có giá trị được tạo ra không chứa các hợp phần hữu cơ.

Các hợp phần hữu cơ được tách theo cách dự định ở nhiều vị trí của quy trình này [ở bước c) tốt hơn nếu được thực hiện bằng cách chung cất/cất phần nhẹ, trên chất hấp phụ ở bước d), trong phần chiết thu được từ bước a) trong quá trình xử lý chất chiết ở bước f)], và vì vậy chỉ một lượng tối thiểu các chất được tạo ra mà cần phải bỏ đi ở dạng chất thải.

Quy trình theo sáng chế có các ưu điểm bất ngờ sau:

Việc kết hợp bước a) và c) cho phép sản xuất nước chung cất có độ tinh khiết cao ở bước c). Chỉ một lượng rất nhỏ các chất hữu cơ trong sản phẩm chung cất đầu cần lấy ra mà đòi hỏi phải bỏ đi ở dạng chất thải. Nước chung cất sau không cần xử lý đặc biệt khác bất kỳ và có thể xả được trực tiếp vào thiết bị xử lý nước thải.

Nếu công đoạn chiết không được thực hiện trước khi loại bỏ nước ở bước c) tốt hơn nếu được thực hiện bằng cách chung cất, cũng có thể không thu được nước tinh khiết ở dạng phân đoạn chính trong quá trình chung cất phân đoạn. Do đó, trước tiên các hợp phần phụ hữu cơ có điểm sôi giống nước phải được loại bỏ một lượng lớn bằng cách chiết do chúng không thể được tách ra khỏi nước bằng cách chung cất.

Bằng cách sử dụng axit/bazơ thích hợp trong quá trình điều chỉnh độ pH, có thể thu được dung dịch muối đồng nhất về mặt hoá học [bước c), d) và e)] và/hoặc chất rắn tinh khiết về mặt hóa học ở bước g). Bằng cách sử dụng axit/bazơ thích hợp, có thể tránh được việc tạo ra hỗn hợp dung dịch muối hoặc hỗn hợp muối.

Không cần mô tả chi tiết hơn, cho rằng người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này có thể sử dụng phần mô tả trên đây ở phạm vi rộng nhất. Do đó, các phương án được ưu tiên và các ví dụ chỉ được hiểu là nhằm mô tả và không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây có dựa vào các ví dụ.

## Ví dụ thực hiện sáng chế

### 1. Các phương pháp đo được sử dụng

#### 1.1 Xác định hàm lượng nitrat

Ion nitrat được xác định bằng cách sắc ký ion như được quy định trong DIN EN ISO 10304. Thiết bị được sử dụng là máy sắc ký ion Metrohm có bộ dò độ dẫn điện. Cột được sử dụng là Metrohm Metrosep Anion Dual 2. Dung môi rửa giải được sử dụng là dung dịch nước chứa 2,0 mmol  $\text{NaHCO}_3$ , 1,3 mmol  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 2% axeton. Các vòng tiêm được sử dụng là 10  $\mu\text{l}$  hoặc 100  $\mu\text{l}$  (đối với các mẫu có trị số ngưỡng  $< 20 \text{ mg/kg}$ ).

Khoảng hiệu chỉnh của vòng 10  $\mu\text{l}$  là 0,5-100 mg/l. Khoảng hiệu chỉnh của vòng 100  $\mu\text{l}$  là 0,05-2,0 mg/l.

#### 2.1 Xác định hàm lượng các hợp phần hữu cơ

Hàm lượng của tất cả các hợp phần hữu cơ được xác định bằng cách sử dụng sắc ký khí trên thiết bị sắc ký khí HP 5890. Cột được sử dụng là HP-50+, 30 m x 0,25 mm x 0,25 mm. Khí mang được sử dụng là nitơ. Nhiệt độ của bộ dò là  $280^\circ\text{C}$ , nhiệt độ của kim phun là  $250^\circ\text{C}$ . Profin nhiệt độ là  $50^\circ\text{C}$  trong 2 phút, sau đó đun nóng với tốc độ  $5^\circ\text{C/phút}$  đến  $260^\circ\text{C}$  (0 phút).

3.1 Trị số TOC được xác định bằng cách sử dụng thiết bị phân tích tổng cacbon hữu cơ Shimadzu TOC-V CPN. Chỉ số màu APHA được xác định bằng cách thiết bị Dr. Lange LICO 200, sử dụng cuvet thủy tinh 5cm.

### 2. Ví dụ thử nghiệm cho quy trình này, trình tự các bước a) – e):

Dòng nước thải cần xử lý chứa natri nitrat, natri hydroxit và các tạp chất hữu cơ (chủ yếu là axeton, TAA). Dòng nước thải này được xử lý như sau:

- Bước a) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ nhất ra khỏi pha nước đã qua sử dụng bằng cách chiết bằng môi trường chiết và thu pha nước thứ hai

Nước thải (“pha nước đã qua sử dụng”) được sử dụng chứa 16,3%  $\text{NaNO}_3$  và 15,9% natri hydroxit. Dòng này chứa các hợp phần hữu cơ (TOC: 6700 ppm).

#### a1) Chiết bằng toluen:

500 g nước thải được trộn với 50,0 g toluen. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ nhất). Thu được pha nước (495 g, TOC: 2030 ppm) và pha hữu cơ (53,0 g). 480 g pha nước

thu được từ bước chiết thứ nhất được trộn một lần nữa với 50,0 g toluen. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc, và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ hai). Thu được pha nước (480 g, TOC: 930 ppm) và pha hữu cơ (50,0 g). 465 g pha nước thu được từ bước chiết thứ hai được trộn một lần nữa với 50,0 g toluen. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc, và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ ba). Thu được pha nước (“pha nước thứ hai”; 464 g, TOC: 921 ppm) và pha hữu cơ (50,4 g).

a2) Chiết bằng MTBE:

500 g nước thải được trộn với 50,0 g MTBE. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc, và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ nhất). Thu được pha nước (495 g, TOC: 4540 ppm) và pha hữu cơ (53,8 g). 485 g pha nước thu được từ bước chiết thứ nhất được trộn một lần nữa với 50,0 g MTBE. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc, và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ hai). Thu được pha nước (485 g, TOC: 1230 ppm) và pha hữu cơ (50,1 g). 475 g pha nước thu được từ bước chiết thứ hai được trộn một lần nữa với 50,0 g MTBE. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc, và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ ba). Thu được pha nước (“pha nước thứ hai”; 473 g, TOC: 990 ppm) và pha hữu cơ (49,8 g).

a3) Chiết bằng metyl isobutyl xeton

500 g nước thải được trộn với 50,0 g metyl isobutyl xeton. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc, và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ nhất). Thu được pha nước (499 g, TOC: 2644 ppm) và pha hữu cơ (51,0 g). 490 g pha nước thu được từ bước chiết thứ nhất được trộn một lần nữa với 50,0 g metyl isobutyl xeton. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc, và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ hai). Thu được pha nước (485 g, TOC: 3120 ppm) và pha hữu cơ (54,1 g). 475 g pha nước thu được từ bước chiết thứ hai được trộn một lần nữa với 50,0 g metyl isobutyl xeton. Hỗn hợp hai pha được đồng nhất hóa bằng cách lắc, và sau đó, các pha được tách ra (bước chiết thứ ba). Thu được pha nước (471 g, TOC: 2040 ppm) và pha hữu cơ (55,2 g).

- Bước e) điều chỉnh độ pH của pha nước thứ hai bằng chất bổ trợ

e1) 450 g nước thải chiết được từ (a1) [chứa 73,4 g NaOH và 71,6 g  $\text{NaNO}_3$ , độ pH > 14] được trộn với axit nitric (65%, 173 g) kết hợp làm lạnh. Thu được dung dịch hơi vàng có độ pH là 7 và TOC là 620 ppm.

e2) 450 g nước thải chiết được từ (a2) [chứa 73,4 g NaOH và 71,6 g  $\text{NaNO}_3$ , độ pH > 14] được trộn với axit nitric (65%, 173 g) kết hợp làm lạnh. Thu được dung dịch hơi vàng có độ pH là 7 và TOC là 180 ppm.

e3) 450 g nước thải chiết được từ (a3) [chứa 73,4 g NaOH và 71,6 g  $\text{NaNO}_3$ , độ pH > 14] được trộn với axit nitric (65%, 173 g) kết hợp làm lạnh. Thu được dung dịch hơi vàng có độ pH là 7 và TOC là 1410 ppm.

- Bước b) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai (dễ bay hơi dễ dàng) ra khỏi pha nước thứ hai, trong đó thu được pha nước thứ ba và bước c) loại bỏ nước ra khỏi pha nước thứ ba để điều chỉnh nồng độ của dung dịch này, trong đó thu được pha nước thứ tư

b+c1) 1000 g nước thải đã được trung hòa thu được từ bước (e1), chứa 364 g natri nitrat, được chưng cất phân đoạn ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)). Trong trường hợp này, thu được nước chưng cất (nhiệt độ phân cất ngọn 100°C), trong đó từng phân đoạn chứa các hợp phần hữu cơ theo nhiều kiểu khác nhau. Tách được các phân đoạn sau:

| Bảng 1: Loại bỏ các hợp phần dễ bay hơi dễ dàng và loại bỏ nước, Ví dụ 1. |            |        |
|---------------------------------------------------------------------------|------------|--------|
| Phân đoạn                                                                 | Khối lượng | TOC    |
|                                                                           | g          | ppm    |
| 1                                                                         | 51,6       | 22 000 |
| 2                                                                         | 28,7       | 674    |
| 3                                                                         | 190        | 85     |

Thu được bể lắng chưng cất màu nâu hơi vàng (“pha nước thứ tư”; 728 g, chứa 364 g  $\text{NaNO}_3$ , TOC: 670 ppm).

Phân đoạn chưng cất 3 thu được (70,3% tổng sản phẩm chưng cất) chỉ chứa một lượng rất nhỏ các hợp phần hữu cơ và do đó, thích hợp để xả vào thiết bị xử lý nước thải. Chỉ các phân đoạn chưng cất 1 và 2 (29,7% tổng sản phẩm chưng cất) cần phải cấp vào thiết bị phân hủy đặc biệt.

b+c2) 1000 g nước thải đã được trung hòa thu được từ bước (e2), chứa 364 g natri nitrat, được chưng cất phân đoạn ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)). Trong quy trình này, thu được nước chưng cất (nhiệt độ phân cất ngọn 100°C), trong đó từng phân đoạn chứa các hợp phần hữu cơ theo nhiều kiểu khác nhau. Tách được các phân đoạn sau:

| Bảng 2: Loại bỏ các hợp phần dễ bay hơi dễ dàng và loại bỏ nước, Ví dụ 2. |            |        |
|---------------------------------------------------------------------------|------------|--------|
| Phân đoạn                                                                 | Khối lượng | TOC    |
|                                                                           | g          | ppm    |
| 1                                                                         | 75,3       | 23 500 |
| 2                                                                         | 64,5       | 102    |
| 3                                                                         | 132        | 60     |

Thu được bể lắng chưng cất màu nâu hơi vàng (“pha nước thứ tư”; 728 g, chứa 364 g NaNO<sub>3</sub>, TOC: 490 ppm).

Các phân đoạn chưng cất 2 và 3 thu được (72,3% tổng sản phẩm chưng cất) chỉ chứa một lượng rất nhỏ các hợp phần hữu cơ và do đó, thích hợp để xả vào thiết bị xử lý nước thải. Chỉ phân đoạn chưng cất 1 (27,7% tổng sản phẩm chưng cất) cần phải cấp vào thiết bị phân hủy đặc biệt.

b+c3) 1000 g nước thải đã được trung hòa thu được từ bước (e3), chứa 364 g natri nitrat, được chưng cất phân đoạn ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)). Trong quy trình này, thu được nước chưng cất (nhiệt độ phân cất ngọn 100°C), trong đó từng phân đoạn chứa các hợp phần hữu cơ theo nhiều kiểu khác nhau. Tách được các phân đoạn sau:

| Bảng 3: Loại bỏ các hợp phần dễ bay hơi dễ dàng và loại bỏ nước, Ví dụ 3. |            |        |
|---------------------------------------------------------------------------|------------|--------|
| Phân đoạn                                                                 | Khối lượng | TOC    |
|                                                                           | g          | ppm    |
| 1                                                                         | 36,7       | 15 200 |
| 2                                                                         | 42,5       | 216    |
| 3                                                                         | 185        | 89     |

Thu được bể lắng chung cát màu nâu hơi vàng (“pha nước thứ tư”; 728 g, chứa 364 g  $\text{NaNO}_3$ , TOC: 570 ppm).

Phân đoạn chung cát 3 thu được (70,0% tổng sản phẩm chung cát) chỉ chứa một lượng rất nhỏ các hợp phần hữu cơ và do đó, thích hợp để xả vào thiết bị xử lý nước thải. Chỉ các phân đoạn chung cát 1 và 2 (30,0% tổng sản phẩm chung cát) cần phải cấp vào thiết bị phân hủy đặc biệt.

- Bước d) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba (tức là các hợp phần hữu cơ không bay hơi còn lại) ra khỏi pha nước thứ tư và làm trong pha nước thứ tư, trong đó thu được pha nước thứ năm.

1000 g bể lắng chung cát ở bước (b+c2) [chứa 499 g natri nitrat, TOC: 490 ppm, APHA: 297] được trộn với 5,0 g than hoạt tính (Norit SA-Super) và hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 30 phút. Than hoạt tính được tách riêng bằng giấy lọc và thu được 998 g dung dịch trong không màu (“pha nước thứ năm”) chứa 498 g natri nitrat (TOC: 63 ppm, APHA: 2).

Bước này được lặp lại, trong đó than hoạt tính được thêm vào với các lượng khác nhau. Bước này được thể hiện trong bảng 4 dưới đây.

| Bổ sung than hoạt tính | TOC | APHA |
|------------------------|-----|------|
| g                      | ppm | -    |
| 1                      | 154 | 2    |
| 5                      | 63  | 2    |
| 10                     | 50  | 1    |
| 20                     | 35  | 1    |

- Bước f) xử lý phân chiết thu được từ bước (a)

f1) Xử lý phân chiết thu được từ bước (a1)

Các pha hữu cơ kết hợp (153 g) thu được từ bước (a1) được đun nóng đến sôi trong thiết bị chưng cất ở áp suất 50 mbar (5 kPa) và nhiệt độ 80°C. Thu được 137 g sản phẩm chưng cất, mà ngoài toluen (98,6%) còn chứa axeton (1,4%).

Sản phẩm chưng cất này có thể được tái sử dụng để chiết ở bước (a), quy trình này tương ứng với tỷ lệ quay vòng toluen là 88,1%.

## f2) Xử lý phần chiết thu được từ bước (a1)

Các pha hữu cơ kết hợp (154 g) thu được từ bước (a1) được đun nóng đến sôi (56°C) trong thiết bị chưng cất ở áp suất 1000 mbar (100 kPa). Thu được 138 g sản phẩm chưng cất, mà ngoài MTBE (98,9%), còn chứa axeton (1,1%).

Sản phẩm chưng cất này có thể được tái sử dụng để chiết ở bước (a), quy trình này tương ứng với tỷ lệ quay vòng MTBE là 89,0%.

## f3) Xử lý phần chiết thu được từ bước (a1)

Các pha hữu cơ kết hợp (160 g) thu được từ bước (a1) được đun nóng đến sôi (116°C) trong thiết bị chưng cất ở áp suất 1000 mbar (100 kPa). Thu được 140 g sản phẩm chưng cất, mà ngoài metyl isobutyl xeton (96,7%) còn chứa axeton (3,3%).

Sản phẩm chưng cất này có thể được tái sử dụng để chiết ở bước (a), quy trình này tương ứng với tỷ lệ quay vòng MTBE là 90,2%.

## g) Tách chất rắn

1000 g nước thải đã được trung hòa thu được từ bước (e2) chứa 364 g natri nitrat được chưng cất phân đoạn ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)). Trong quy trình này, thu được nước chưng cất (nhiệt độ phân cất ngọn 100°C), trong đó từng phân đoạn chứa các hợp phần hữu cơ theo nhiều kiểu khác nhau. Tách được các phân đoạn sau:

| Bảng 4: Loại bỏ các hợp phần dễ bay hơi dễ dàng và loại bỏ nước, Ví dụ 2. |            |        |
|---------------------------------------------------------------------------|------------|--------|
| Phân đoạn                                                                 | Khối lượng | TOC    |
|                                                                           | g          | ppm    |
| 1                                                                         | 75,3       | 23 500 |
| 2                                                                         | 64,5       | 102    |
| 3                                                                         | 132        | 60     |
| 4                                                                         | 209        | 53     |

Huyền phù thu được (518 g) được làm lạnh xuống nhiệt độ trong phòng và được lọc. Quy trình này tạo ra chất rắn là natri nitrat (210 g, độ tinh khiết > 99,9%) và nước cái (305 g, chứa 153 g natri nitrat).

Ví dụ so sánh: Chung cất mà không cần chiết trước

Axit nitric (65%, 193 g) được bổ sung kết hợp làm lạnh vào 500 g nước thải (“pha nước đã qua sử dụng”; chứa 16,3% NaOH và 15,9% natri hydroxit, TOC: 6700 ppm). Thu được dung dịch màu hơi vàng chứa 252 g  $\text{NaNO}_3$  có độ pH là 7 và TOC là 5020 ppm. Dung dịch này được chưng cất phân đoạn ở áp suất khí quyển (1 bar (100 kPa)). Trong quy trình này, thu được nước chưng cất (nhiệt độ phân cất ngọn 100°C), trong đó từng phân đoạn chứa các hợp phần hữu cơ theo nhiều kiểu khác nhau. Tách được các phân đoạn sau:

| Bảng 5: Loại bỏ các hợp phần dễ bay hơi dễ dàng và loại bỏ nước mà bỏ qua bước (a). |            |         |
|-------------------------------------------------------------------------------------|------------|---------|
| Phân đoạn                                                                           | Khối lượng | TOC     |
|                                                                                     | g          | ppm     |
| 1                                                                                   | 17,4       | 173 000 |
| 2                                                                                   | 28,3       | 3480    |
| 3                                                                                   | 25,9       | 520     |
| 4                                                                                   | 26,1       | 310     |
| 5                                                                                   | 36,0       | 200     |
| 6                                                                                   | 35,4       | 170     |
| 7                                                                                   | 38,0       | 210     |

Có thể thấy rõ ràng là không có công đoạn chiết trước thì không thể thu được sản phẩm chưng cất phân đoạn mà chỉ chứa các hợp phần hữu cơ với lượng rất thấp (TOC < 100 ppm). Các phân đoạn 5-7 mà có trị số TOC thấp nhất trong số tất cả các phân đoạn, cũng chỉ chiếm 52,8% tổng sản phẩm chưng cất.

Có thể thấy rõ từ việc so sánh các ví dụ theo sáng chế và ví dụ so sánh, trị số TOC thấp trong sản phẩm chưng cất không thể đạt được bằng cách chỉ chưng cất. Điều này chỉ có thể khi kết hợp công đoạn chiết và chưng cất, tức là các bước a) và c). Bằng cách xử lý tiếp bằng than hoạt tính, TOC trong bể lắng, pha nước thứ tư, có thể được giảm thêm. Việc xử lý bằng than hoạt tính không được thực

hiện trực tiếp sau bước a), do sau đó lượng than hoạt tính sẽ được tăng lên đáng kể. Ngoài ra, việc điều chỉnh nồng độ là không thể thực hiện được.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình xử lý pha nước đã qua sử dụng, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ nhất ra khỏi pha nước đã qua sử dụng bằng cách chiết bằng môi trường chiết, từ đó thu được pha nước thứ hai và phần chiết chứa môi trường chiết;

b) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ hai ra khỏi pha nước thứ hai, từ đó thu được pha nước thứ ba;

c) loại bỏ nước ra khỏi pha nước thứ ba, từ đó thu được pha nước thứ tư và pha nước tách được, trong đó pha nước tách được chứa nước được loại bỏ ra khỏi pha thứ ba;

d) loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và làm trong pha nước thứ tư, từ đó thu được pha nước thứ năm;

trong đó, ở bước e) bổ sung, độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ ba, pha nước thứ tư và/hoặc pha nước thứ năm được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ và độ pH của pha nước sau khi điều chỉnh độ pH ở bước e) nằm trong khoảng từ 5 đến 9.

2. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, bước c) được thực hiện ngay sau bước b), và ở bước e) độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai, pha nước thứ tư và/hoặc pha nước thứ năm được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ và độ pH của pha nước sau khi điều chỉnh độ pH ở bước e) nằm trong khoảng từ 5 đến 9.

3. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, ở bước e) độ pH của pha nước đã qua sử dụng, pha nước thứ hai và/hoặc pha nước thứ ba được điều chỉnh bằng cách sử dụng chất bổ trợ và độ pH của pha nước sau khi điều chỉnh độ pH ở bước e) nằm trong khoảng từ 5 đến 9.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ, ở bước f) bổ sung, phần chiết thu được ở bước a) được xử lý, trong đó các hợp phần hữu cơ chiết được được tách ra khỏi môi trường chiết.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, khác biệt ở chỗ, ở bước g) bổ sung, chất rắn được tách ra khỏi pha nước thứ năm.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, khác biệt ở chỗ, môi trường chiết ở bước a) được chọn từ nhóm bao gồm dung môi béo, dung môi thơm, ete, dung môi được halogen hóa, este và xeton.
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, tỷ lệ khối lượng của pha nước đã qua sử dụng:môi trường chiết ở bước a) nằm trong khoảng từ 2:1 đến 40:1.
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, khác biệt ở chỗ, chất hỗ trợ được sử dụng ở bước e) là bazơ.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư, và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện bằng cách hấp phụ.
10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, khác biệt ở chỗ, công đoạn loại bỏ các hợp phần hữu cơ thứ ba ra khỏi pha nước thứ tư và công đoạn làm trong pha nước thứ tư ở bước d) được thực hiện bằng cách hấp phụ có sử dụng chất hấp phụ và chất hấp phụ này được chọn từ nhóm bao gồm than hoạt tính, zeolit và silicagel.
11. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, khác biệt ở chỗ, các hợp phần hữu cơ thứ hai ở bước b) được chọn từ nhóm bao gồm amoniac, axeton, mesityl oxit, rượu diaxeton, diaxetonamin, axetonin, TMDH-pyridin, pentan, hexan, heptan, xyclohexan, benzen, dietyl ete, dipropyl ete, metyl tert-butyl ete, diclometan, clorofom, tetraclometan, metyl axetat, etyl axetat, isopropyl axetat.
12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, khác biệt ở chỗ, nước được loại bỏ ra khỏi pha nước thứ ba ở bước c) bằng cách chưng cất.