



(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) 
1-0022340

(51)⁷ C07C 67/54, B01J 19/24, C07C 69/712 (13) B

- (21) 1-2016-00775 (22) 29.07.2014
(86) PCT/KR2014/006912 29.07.2014 (87) WO2015/026073 26.02.2015
(30) 10-2013-0098551 20.08.2013 KR
(45) 25.11.2019 380 (43) 25.05.2016 338
(73) 1. SK INNOVATION CO., LTD. (KR)
26, Jong-ro, Jongno-gu, Seoul 110-728, Republic of Korea
2. SK GLOBAL CHEMICAL CO., LTD. (KR)
26, Jong-ro, Jongno-gu, Seoul 110-728, Republic of Korea
(72) PARK, Min Gyoo (KR), KIM, Dong Wook (KR), HAM, Jin Su (KR), KIM, Seol A (KR), CHOI, Jeong Eop (KR), KIM, Suk Joon (KR), CHOI, Hyun Chul (KR), CHUNG, Ki Nam (KR), PARK, Byung Pyo (KR), LEE, Jae Ho (KR)
(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK CO., LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ ESTE GLYCOL BẰNG CÁCH SỬ DỤNG CỘT CHUNG CẤT PHẢN ỨNG

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế este glycol bao gồm các bước:

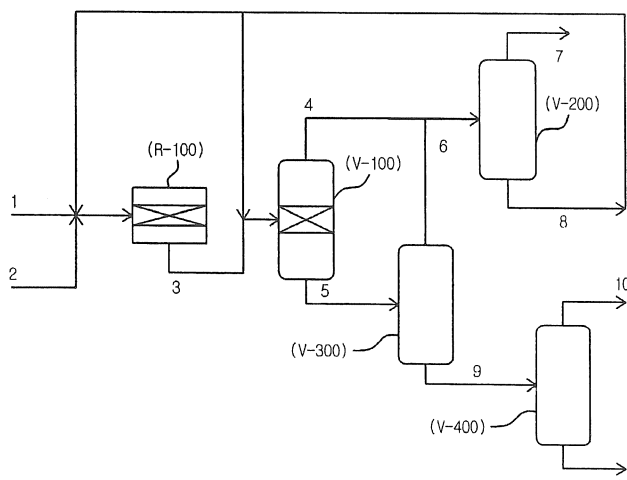
cho ete glycol và axit carboxylic phản ứng với nhau bằng cách sử dụng thiết bị phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất;

thu hồi chất không phản ứng và nước tạo ra ở phần trên của cột chưng cất thứ nhất và thu hồi este glycol chứa axit carboxylic không phản ứng và tạp chất ở phần dưới của nó;

tách chất không phản ứng và nước tạo ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai và tái tuần hoàn chất không phản ứng vào thiết bị phản ứng thứ nhất hoặc cột chưng cất thứ nhất; và

tách axit carboxylic không phản ứng thu hồi được trong phần dưới của cột chưng cất thứ nhất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba trong điều kiện gia áp,

trong đó lượng axit carboxylic được đưa vào thiết bị phản ứng thứ nhất là lượng dư so với số mol ete glycol, và cột chưng cất thứ nhất là cột chưng cất phản ứng.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế liên tục este glycol từ ete glycol và axit carboxylic bằng cách sử dụng cột chưng cất phản ứng có nạp chất xúc tác.

Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế liên tục este glycol có độ tinh khiết cao có thể dùng trong lĩnh vực điện tử mà không cần thiết bị chưng cất đồng sôi ở bước sau đó bằng cách bổ sung lượng dư axit carboxylic so với số mol ete glycol trong chất phản ứng đưa vào.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nói chung, este glycol đã được sử dụng rộng rãi làm dung môi cho sơn, mực in, keo dán, chất tẩy rửa, và chất tương tự. Các nghiên cứu khác nhau về phương pháp cho ete glycol phản ứng với axit carboxylic để điều chế hoặc tinh chế este glycol đã được thực hiện.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Hàn Quốc số KR 10-2000-0060027 A đã mô tả quy trình điều chế este glycol sử dụng ete glycol và axit carboxylic.

Patent Mỹ số US 6323362 B1 bộc lộ quy trình điều chế liên tục và đồng thời ít nhất hai axetat khác nhau bằng ít nhất hai phản ứng chuyển hoá este đồng thời trong một khu vực phản ứng có sử dụng chất xúc tác.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số US 2005-0090686 A1 cũng đã bộc lộ quy trình điều chế este của axit α -hydroxycarboxylic.

Phương pháp thực hiện phản ứng cộng hợp của ete glycol và axit carboxylic

bằng cách sử dụng axit benzen sulfonic để điều chế este glycol và tinh chế bằng cách sử dụng xyclohexan, là một dung môi đồng sôi, đã được bộc lộ trong patent Mỹ số 5,618,973. Trong trường hợp sử dụng phương pháp này, sản phẩm và chất xúc tác cần được tách riêng, và do dung môi đồng sôi được sử dụng, dung môi đồng sôi này cần được tinh chế nên phương pháp này trở nên phức tạp.

Phương pháp tinh chế sản phẩm bằng cách sử dụng methyl isobutyl keton làm dung môi đồng sôi đã được bộc lộ trong patent Mỹ số 5,202,463.

Trong trường hợp sử dụng axit benzen sulfonic hoặc chất tương tự làm chất xúc tác như được mô tả ở trên, quá trình xử lý sau điều chế là phức tạp, và trong trường hợp tinh chế sản phẩm bằng cách sử dụng dung môi đồng sôi, dung môi đồng sôi này cần được tinh chế nên không dễ dàng thực hiện phương pháp, và có sự tổn hao chất phản ứng ete glycol và axit carboxylic và sản phẩm este glycol.

Ngoài ra, để điều chế propylen glycol mono methyl ete axetat (PMA) trong số các este glycol, phản ứng este hóa propylen glycol mono methyl ete (PM) và axit axetic (AA) xảy ra khi có mặt chất xúc tác axit đồng thể. Tuy nhiên, do chính phản ứng este hóa là phản ứng cân bằng, mức độ chuyển hóa có thể đạt được sẽ bị giới hạn bởi điều kiện vận hành.

Trong trường hợp này, để làm tăng tốc độ chuyển hóa của phản ứng, nhiệt độ vận hành của thiết bị phản ứng và cột chưng cất cần tăng lên. Ngoài ra, do đặc tính ăn mòn ở nhiệt độ cao đối với vật liệu ở gần điểm sôi (118°C) của axit axetic (AA), thông thường, lượng AA được giảm đi bằng cách bổ sung lượng dư PM.

Tuy nhiên, trong trường hợp bổ sung lượng dư propylen glycol mono methyl ete (PM), ngoài hiện tượng đồng sôi tối thiểu của propylen glycol mono methyl ete axetat (PMA) và nước, sẽ xảy ra hiện tượng đồng sôi tối thiểu của propylen glycol

mono methyl ete (PM) không chuyển hóa và nước, nên tạo ra ranh giới chung cất, và có sự tổn hao propylen glycol mono methyl ete axetat (PMA) và propylen glycol mono methyl ete (PM) trong phần trên của cột chung cất. Do đó, công nghệ chung cất đồng sôi để thu hồi propylen glycol mono methyl ete axetat (PMA) trong cột chung cất và tách sản phẩm phụ là nước được sử dụng, nhưng có vấn đề là quá trình thu hồi PMA tinh khiết và quá trình tách chất không phản ứng và nước trong các bước sau đó là phức tạp.

Tài liệu patent

Tài liệu patent 1: patent Mỹ số 4544453

Tài liệu patent 2: patent Mỹ số 5618973

Tài liệu patent 3: patent Mỹ số US 6323362 B1

Tài liệu patent 4: patent Mỹ số 2005-0090686 A1

Tài liệu patent 5: patent Hàn Quốc số KR 10-2000-0060027 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế este glycol có thể dùng trong lĩnh vực điện tử có thể làm tăng tốc độ chuyển hóa của ete glycol trong điều kiện nhiệt độ và áp suất thấp bằng cách sử dụng thiết bị phản ứng và cột chung cất phản ứng, ngăn chặn sự tạo ra hiện tượng đồng sôi tối thiểu của ete glycol và nước, và đơn giản hóa quá trình tách sau đó mà không cần thiết bị chung cất đồng sôi riêng biệt (thiết bị lắng gạn và thiết bị bổ sung/thu hồi dung môi đồng sôi).

Một mục đích khác của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế este glycol có độ tinh khiết cao có thể dùng trong lĩnh vực điện tử có thể ngăn chặn sự

tạo ra tạp chất bằng cách làm giảm lượng bổ sung của ete glycol và tách axit carboxylic trong điều kiện áp suất bằng hoặc cao hơn áp suất khí quyển.

Cụ thể, phương pháp điều chế este glycol bao gồm các bước:

cho ete glycol và axit carboxylic phản ứng với nhau bằng cách sử dụng thiết bị phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất;

tạo ra chất không phản ứng và nước được tạo ra ở phần trên của cột chưng cất thứ nhất và tạo ra este glycol chứa axit carboxylic không phản ứng và tạp chất ở phần dưới của nó;

tách chất không phản ứng và nước được tạo ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai và tái tuần hoàn chất không phản ứng vào thiết bị phản ứng thứ nhất hoặc cột chưng cất thứ nhất; và

tách axit carboxylic không phản ứng được tạo ra trong phần dưới của cột chưng cất thứ nhất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba trong điều kiện gia áp,

trong đó lượng axit carboxylic được đưa vào thiết bị phản ứng thứ nhất là lượng dư so với số mol ete glycol, và cột chưng cất thứ nhất là cột chưng cất phản ứng.

Hiệu quả của sáng chế

Với phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, tốc độ chuyển hóa của chất phản ứng ở nhiệt độ và áp suất vận hành thấp có thể tăng lên, lượng hồi lưu có thể giảm đáng kể, và lượng tạp chất tạo ra có thể giảm đi ngay cả trong điều kiện phản ứng êm dịu.

Trong phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, quá trình tách ở bước tách sau đó có thể được đơn giản hóa nhờ bổ sung lượng dư axit carboxylic nên hiện tượng đồng sôi của ete glycol và nước tạo ra không xảy ra, và có thể thu được este glycol có độ tinh khiết cao có thể dùng trong lĩnh vực điện tử bằng cách tách dễ dàng axit carboxylic bằng cột được vận hành trong điều kiện gia áp.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các mục đích, dấu hiệu và ưu điểm nêu trên và các mục đích, dấu hiệu và ưu điểm khác của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng từ phần mô tả các phương án được ưu tiên sau đây dựa vào các hình vẽ kèm theo, trong đó:

Fig.1 là hình vẽ thể hiện phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế; và

Fig.2 là hình vẽ thể hiện cột chưng cất phản ứng có nạp chất xúc tác theo sáng chế.

Các ký hiệu chỉ dẫn thể hiện các bộ phận chính trên hình vẽ:

- 1: nguyên liệu ete glycol
- 2: nguyên liệu axit carboxylic
- 3: dòng chất đi ra từ thiết bị phản ứng
- 4: chất không phản ứng và nước
- 5: este glycol dạng thô và tạp chất
- 6: axit carboxylic không phản ứng
- 7: nước thải
- 8: axit carboxylic tái tuần hoàn

9: este glycol chứa lượng nhỏ tạp chất

10: PMA loại dùng trong ngành điện tử

11: sản phẩm nặng

R-100 : thiết bị phản ứng thử nhất

V-100 : cột chưng cất thứ nhất

V-200 : cột chưng cất thứ hai

V-300 : cột chưng cất thứ ba

V-400 : cột chưng cất thứ tư

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết bằng các phương án làm ví dụ và các hình vẽ, nhưng chúng được đưa ra chỉ để làm ví dụ minh họa. Trong khi đó, chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ thấy rõ rằng sáng chế không chỉ giới hạn ở các điều kiện thực hiện quá trình được gợi ý trong các phương án làm ví dụ sau đây mà các điều kiện thực hiện quá trình có thể được chọn tùy ý miễn là đạt được mục đích của sáng chế.

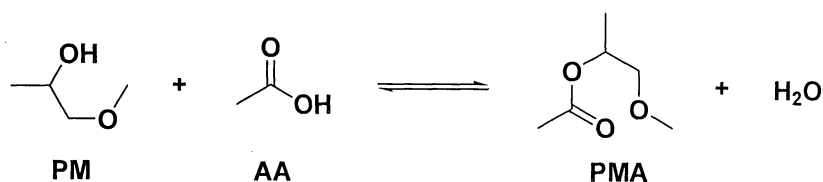
Ở đây, nếu không được định nghĩa theo cách khác, các thuật ngữ khoa học và kỹ thuật sử dụng trong bản mô tả sáng chế có nghĩa thông thường mà chuyên gia trong lĩnh vực của sáng chế đã hiểu rõ, và nội dung mô tả chức năng và kết cấu đã biết làm cho sáng chế không rõ ràng sẽ được loại bỏ trong phần mô tả sau đây và các hình vẽ kèm theo.

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế este glycol bao gồm các bước: cho ete glycol và axit carboxylic phản ứng với nhau bằng cách sử dụng thiết bị phản

ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất; thu hồi chất không phản ứng và nước tạo ra ở phần trên của cột chưng cất thứ nhất và thu hồi este glycol chứa axit carboxylic không phản ứng và tạp chất ở phần dưới của cột này; tách chất không phản ứng và nước tạo ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai và tái tuần hoàn chất không phản ứng vào thiết bị phản ứng thứ nhất hoặc cột chưng cất thứ nhất; và tách axit carboxylic không phản ứng thu hồi được ở phần dưới của cột chưng cất thứ nhất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba trong điều kiện gia áp, trong đó lượng axit carboxylic đưa vào thiết bị phản ứng thứ nhất là lượng dư so với số mol ete glycol, và cột chưng cất thứ nhất là cột chưng cất phản ứng.

Phản ứng este hóa ete glycol và axit carboxylic theo sáng chế là phản ứng cân bằng, và tốt hơn nếu làm tăng tốc độ chuyển hóa của thiết bị phản ứng cho trước trước khi đưa ete glycol và axit carboxylic vào cột chưng cất phản ứng.

Phản ứng sau đây là phản ứng este hóa của propylen glycol mono metyl ete (PM) là một ví dụ về ete glycol, và axit axetic (AA) là một ví dụ về axit carboxylic.



Sơ đồ phản ứng (1)

Phản ứng este hóa theo sáng chế có thể đạt tới trạng thái cân bằng trước khi các chất phản ứng được đưa vào cột chưng cất thứ nhất V-100.

Ngoài ra, không cần bổ sung chất xúc tác cho đến khi chất xúc tác hết tuổi thọ của nó nhờ sử dụng chất xúc tác dị thể, có thể bố trí thiết bị phản ứng và cột chưng cất phản ứng sử dụng vật liệu có độ bền ăn mòn thấp ở bước sau đó, và không cần thiết bị trung hòa riêng biệt để loại bỏ chất xúc tác còn lại.

Ngoài ra, so với trường hợp sử dụng chất xúc tác đồng thể, phương pháp nêu trên có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp và lượng tạp chất tạo ra có thể được giảm đến mức tối thiểu.

Trong phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, cột chưng cất thứ nhất V-100 có thể bao gồm tất cả các loại cột chưng cất phản ứng có thể thu hồi chất không phản ứng và nước tạo ra ở phần trên của nó và thu hồi este glycol chứa axit carboxylic không phản ứng và tạp chất ở phần dưới của nó trong khi cho este glycol và axit carboxylic đi qua thiết bị phản ứng thứ nhất R-100 phản ứng với nhau.

Tức là trong phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, cột chưng cất thứ nhất V-100 có thể là cột chưng cất phản ứng để thu hồi chất không phản ứng và nước tạo ra ở phần trên của nó và thu hồi este glycol chứa axit carboxylic không phản ứng và tạp chất ở phần dưới của nó.

Để làm ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế, cột chưng cất thứ nhất V-100 có thể là cột chưng cất phản ứng có tất cả các kiểu đóng gói có thể nạp chất vào cột như đóng gói có cấu trúc, đóng gói thành kiện và kiểu tương tự, dưới dạng cột có nạp chất xúc tác, để thực hiện đồng thời quá trình phản ứng và tách như thể hiện trên Fig.2.

Cụ thể hơn, như thể hiện trên Fig.2, trong cột chưng cất thứ nhất V-100, phản ứng có thể xảy ra trong vùng phản ứng có nạp chất xúc tác, và đồng thời, quá trình tách sản phẩm và chất không phản ứng có thể xảy ra ở vùng tinh cất và vùng cất phân nhẹ nằm trên và dưới vùng phản ứng.

Nói chung, do phản ứng este hóa để tạo ra este glycol là phản ứng cân bằng như trên Sơ đồ phản ứng (1) nên có sự giới hạn tốc độ chuyển hóa cần đạt được trong điều kiện phản ứng.

Tuy nhiên, trong cột chưng cất thứ nhất V-100 theo sáng chế, ngay khi sản phẩm được tạo ra, sản phẩm này được tách bởi cột chưng cất, nên áp suất riêng phần của sản phẩm trong vùng phản ứng giảm đi. Do đó, tốc độ tạo sản phẩm có thể tăng lên theo nguyên lý Le Chatelier nên tốc độ phản ứng có thể tăng đến mức tối đa.

Trong trường hợp này, nếu coi chất phản ứng ete glycol là chất phản ứng làm giới hạn thì tốc độ chuyển hóa có thể được xác định như sau.

Tổng tốc độ chuyển hóa của ete glycol (%) = $\frac{[\text{Lượng ete glycol đưa vào thiết bị phản ứng} - \text{Lượng ete glycol tháo ra từ cột chưng cất phản ứng}]}{[\text{Lượng ete glycol đưa vào thiết bị phản ứng}]} \times 100$

Công thức (1)

Trong phương pháp điều chế este glycol của sáng chế, do tốc độ chuyển hóa ete glycol tăng lên, lượng ete glycol tái tuần hoàn giảm đi đáng kể, nhờ đó có thể điều chỉnh một cách hiệu quả lượng nguyên liệu nạp vào.

Ngoài ra, do tốc độ chuyển hóa tăng lên, lượng tổn hao ete glycol trong phần trên của cột chưng cất thứ nhất V-100 giảm đi, nên không xảy ra hiện tượng đồng sôi tối thiểu của ete glycol không chuyển hóa và nước tạo ra.

Do đó, sự tổn hao este glycol trong phần trên của cột chưng cất thứ nhất V-100 có thể giảm đến mức tối thiểu. Để làm ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế, tỷ lệ este glycol bị tổn hao trong phần trên với este glycol tạo ra từ cột chưng cất thứ nhất V-100 có thể lớn hơn 0% trọng lượng nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn 0% trọng lượng nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 0,5% trọng lượng.

Ngoài ra, este glycol chứa axit carboxylic không phản ứng và tạp chất có thể được thu hồi ở phần dưới của cột chưng cất thứ nhất V-100 theo sáng chế.

Các chất khác trừ este glycol, là sản phẩm mong muốn theo sáng chế, có thể chứa trong tạp chất. Để làm ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế, kim loại có thể chứa trong tạp chất.

Để làm ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế, lượng tạp chất có trong este glycol thu hồi được trong phần dưới của cột chưng cất thứ nhất V-100 có thể lớn hơn 0% trọng lượng nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn 0% trọng lượng nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 0,5% trọng lượng, nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở đó.

Trong phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, không cần dung môi đồng sôi hoặc thiết bị chưng cất đồng sôi riêng biệt, và không cần thực hiện quá trình tách sau đó để thu hồi ete glycol không chuyển hóa và dung môi đồng sôi nhờ làm giảm đến mức tối thiểu lượng ete glycol trong chất không phản ứng thu hồi được trong phần trên của cột chưng cất thứ nhất V-100 để không xảy ra hiện tượng đồng sôi tối thiểu của nước tạo ra và ete glycol.

Ngoài ra, chất không phản ứng và nước tạo ra có thể được tách bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai V-200, và chất không phản ứng tách ra từ cột chưng cất thứ hai V-200 có thể được tái tuần hoàn vào thiết bị phản ứng thứ nhất R-100 hoặc cột chưng cất thứ nhất V-100.

Phần lớn chất không phản ứng được tái tuần hoàn vào thiết bị phản ứng thứ nhất R-100 là axit carboxylic, và lượng vết ete glycol có thể có mặt trong đó.

Axit carboxylic tái tuần hoàn có thể phản ứng với ete glycol trong thiết bị phản ứng thứ nhất R-100 và cột chưng cất thứ nhất V-100 để thu được este glycol.

Axit carboxylic không phản ứng tháo ra từ phần dưới của cột chưng cất thứ nhất V-100 theo sáng chế tác dụng như chất làm giới hạn trong quá trình điều chế este glycol có độ tinh khiết cao có thể dùng trong ngành điện tử, và để tách axit carboxylic không phản ứng này, cột chưng cất riêng biệt có thể được bố trí.

Nói chung, để tách hai chất có điểm sôi gần bằng nhau, chỉ trong trường hợp quá trình chưng cất được thực hiện dưới áp suất giảm, sự khác nhau về khả năng bay hơi tương đối có thể tăng lên, nên quá trình tách có thể được thực hiện dễ dàng. Tuy nhiên, trong trường hợp este glycol và axit carboxylic theo sáng chế, khi áp suất tăng lên, quá trình tách có thể được thực hiện dễ dàng hơn.

Điều kiện áp suất bất kỳ có thể được sử dụng làm điều kiện gia áp miễn là áp suất này là bằng hoặc cao hơn áp suất khí quyển mà ở đó este glycol và axit carboxylic theo sáng chế có thể được tách riêng, nhưng áp suất này có thể được ấn định khi tính đến vấn đề có thể xảy ra hiện tượng nhiệt phân este glycol ở nhiệt độ cao khi nhiệt độ của phần dưới của cột chưng cất thứ ba V-300 tăng lên do sự tăng áp suất. Trong cột chưng cất, nhiệt độ phụ thuộc vào áp suất và sự tăng áp suất ở đỉnh cột sẽ làm tăng nhiệt độ ở đáy cột.

Để làm ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế, điều kiện áp suất có thể là áp suất nằm trong khoảng từ 1 đến 4,0bar ($1-4,0 \times 10^5 \text{Pa}$), tốt hơn là 1,1 đến 2,0bar ($1,1-2 \times 10^5 \text{Pa}$).

Este glycol chứa axit carboxylic không phản ứng và tạp chất có thể được tách bằng cột chưng cất thứ ba V-300 theo sáng chế để có thể thu được este glycol có độ tinh khiết cao có thể dùng trong ngành điện tử, và theo sáng chế, lượng dư axit carboxylic có thể được bổ sung vào thiết bị phản ứng thứ nhất R-100 so với số mol este glycol.

Trong trường hợp phương pháp điều chế este glycol được thực hiện trong điều kiện mà ở đó lượng dư ete glycol được bổ sung, ete glycol đi qua thiết bị phản ứng và nước tạo ra sẽ có hiện tượng đồng sôi tối thiểu, và do đó tạo ra ranh giới chung cất cùng với hiện tượng đồng sôi tối thiểu của este glycol và nước tạo ra, nên có thể có sự tổn hao este glycol và ete glycol ở phần trên của cột chưng cất.

Ngoài ra, trong trường hợp bổ sung lượng dư axit carboxylic, vấn đề ăn mòn do axit carboxylic sẽ xảy ra tùy thuộc vào nhiệt độ vận hành thiết bị phản ứng hoặc cột chưng cất, và có thể có khó khăn trong quá trình sản xuất sản phẩm có độ tinh khiết cao bằng cách tách axit carboxylic và este glycol ở quá trình tách sau đó.

Tuy nhiên, trong phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, có thể ngăn chặn sự tạo ranh giới chung cất bằng cách làm giảm đến mức tối thiểu lượng ete glycol không phản ứng đi qua thiết bị phản ứng thứ nhất R-100 và cột chưng cất thứ nhất V-100 vận hành ở nhiệt độ thấp, và axit carboxylic không phản ứng tháo ra từ phần dưới của cột chưng cất thứ nhất V-100 có thể được loại bỏ hữu hiệu bằng cách vận hành cột chưng cất thứ ba V-300 trong điều kiện gia áp, nên ban đầu có thể bổ sung lượng dư axit carboxylic để điều chế este glycol có độ tinh khiết cao có thể dùng trong lĩnh vực điện tử mà không gây ra vấn đề ăn mòn.

Tức là, trong phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, trong số các chất phản ứng được bổ sung ban đầu, lượng dư axit carboxylic có thể được bổ sung so với số mol ete glycol.

Ở đây, bổ sung lượng dư axit carboxylic có nghĩa là khi điều chỉnh tỷ lệ mol ete glycol và axit carboxylic tương ứng với các chất phản ứng đưa vào thiết bị phản ứng thứ nhất R-100, số mol axit carboxylic là cao hơn số mol ete glycol.

Để làm ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế, trong phương pháp điều chế este glycol, lượng axit carboxylic bổ sung vào có thể nằm trong khoảng từ 1,01 đến 1,5 mol, tốt hơn là 1,1 đến 1,3 mol cho 1 mol ete glycol.

Các tạp chất có thể có mặt trong este glycol đi qua cột chưng cất thứ ba V-300 theo sáng chế, và để loại bỏ các tạp chất này, cột chưng cất thứ tư V-400 có thể được bố trí.

Cột chưng cất thứ tư V-400 theo sáng chế có thể bao gồm tất cả các loại cột chưng cất dùng để tách este glycol tinh khiết ra khỏi tạp chất có trong este glycol.

Ví dụ, cột chưng cất thứ tư V-400 theo sáng chế có thể tách este glycol tinh khiết ở phần trên của cột và tách tạp chất nặng ở phần dưới của nó.

Trong phương pháp điều chế este glycol từ ete glycol và axit carboxylic theo sáng chế, ete glycol bao gồm tất cả các ete glycol có thể đạt được mục đích của sáng chế.

Ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế về ete glycol theo sáng chế có thể bao gồm etylen glycol monobutyl ete, etylen glycol monoethyl ete, dietylen glycol mono butyl ete, hoặc ete tương tự.

Theo một ví dụ cụ thể hơn, trong phương pháp điều chế este glycol, ete glycol có thể là propylen glycol monomethyl ete (PM).

Trong phương pháp điều chế este glycol từ ete glycol và axit carboxylic theo sáng chế, axit carboxylic có thể bao gồm tất cả các axit carboxylic có thể tạo ra este glycol theo sáng chế.

Ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế về axit carboxylic có thể bao gồm axit propionic, axit iso-butyric, axit butyric mạch thẳng, hoặc axit tương tự.

Theo một ví dụ cụ thể hơn, trong phương pháp điều chế este glycol, axit carboxylic có thể là axit axetic (AA), nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở đó.

Tức là trong trường hợp trong đó ete glycol theo sáng chế là propylen glycol monometyl ete (PM) và axit carboxylic là axit axetic (AA), este glycol thu được có thể là propylen glycol monometyl ete axetat (PMA).

Propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) như được mô tả ở trên có thể điều chế được từ thiết bị phản ứng thứ nhất và các cột chưng cất từ cột thứ nhất đến cột thứ tư và là propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) có độ tinh khiết cao có thể dùng trong lĩnh vực điện tử, có hàm lượng axit axetic (AA) thấp.

Lượng axit axetic (AA) để điều chế propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) có thể dùng trong lĩnh vực điện tử có thể nhỏ hơn hoặc bằng 200ppm. Theo sáng chế, lượng này có thể là 200ppm theo trọng lượng hoặc tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 20ppm theo trọng lượng. Trong trường hợp của sáng chế, ngay cả khi lượng dư axit axetic (AA) được sử dụng, lượng axit axetic (AA) có thể giảm tới mức nhỏ hơn hoặc bằng 200ppm theo trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 20ppm theo trọng lượng trong điều kiện gia áp bằng cách tìm ra điều kiện vận hành cột thích hợp để tách propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) và axit axetic (AA) ra khỏi nhau.

Ngoài ra, trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) thu được theo sáng chế, lượng propylen glycol monometyl ete có thể nhỏ hơn hoặc bằng 0,1% trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,05% trọng lượng, và lượng kim loại có thể nhỏ hơn hoặc bằng 20ppb, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 10ppb.

Nhiệt độ phản ứng của thiết bị phản ứng thứ nhất R-100 theo sáng chế có thể bao gồm tất cả các điều kiện nhiệt độ thấp mà ở đó không xảy ra hiện tượng ăn

mòn bởi axit carboxylic, nhưng tốt hơn nếu nhiệt độ phản ứng có thể nằm trong khoảng từ 60 đến 90°C, và tốt hơn nữa là từ 70 đến 80°C.

Trong phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, điều kiện nhiệt độ của phần dưới của cột chưng cất thứ nhất V-100 và điều kiện áp suất của phần trên của nó có thể bao gồm tất cả các điều kiện nhiệt độ và áp suất để điều chế este glycol theo sáng chế.

Để làm ví dụ không làm giới hạn phạm vi sáng chế, trong phương pháp điều chế este glycol, nhiệt độ của phần dưới của cột chưng cất thứ nhất V-100 theo sáng chế có thể nằm trong khoảng từ 80 đến 110°C, tốt hơn là 90 đến 100°C, và áp suất của phần trên của nó có thể nằm trong khoảng từ 0,13 đến 0,27bar (0,13-0,27 x 10⁵Pa), tốt hơn là từ 0,13 đến 0,2bar (0,13-0,2 x 10⁵Pa).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, mặc dù các ví dụ để mô tả chi tiết hơn sáng chế sẽ được đưa ra, sáng chế không chỉ giới hạn ở các Ví dụ sau đây mà sáng chế bao gồm các phương án được suy ra dễ dàng bởi người có trình độ trung bình trong lĩnh vực này.

Ví dụ 1. Tổng tốc độ chuyển hóa phụ thuộc vào tỷ lệ mol PM:AA trong trường hợp sử dụng thiết bị phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất

Propylen glycol monometyl ete (PM) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 1:1,3 và được sử dụng làm nguyên liệu. Trong trường hợp đầu tiên cho propylen glycol monometyl ete (PM) và axit axetic (AA) phản ứng với nhau trong thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định (FBR), 52,14% propylen glycol monometyl ete (PM) được chuyển hóa thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA). Lúc này, sản phẩm tạo ra được bổ sung liên tục vào cột chưng cất thứ nhất dùng làm cột chưng cất phản ứng có nạp chất xúc tác ở phần giữa của cột chưng cất này. Trong

trường hợp này, nguyên liệu được bổ sung liên tục ở điều kiện vận hành của cột chưng cất thứ nhất mà ở đó áp suất của phần trên của cột được duy trì ở 0,173319bar ($0,173319 \times 10^5 \text{Pa}$), và nhiệt độ ở phần dưới của cột được duy trì ở 98°C. Tỷ lệ hồi lưu trong phần trên của cột thể hiện trên Fig.2 được duy trì ở mức 1,6. Sản phẩm được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là tốc độ chuyển hóa của propylen glycol monometyl ete (PM) thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) là lớn hơn hoặc bằng 99,9%.

Ví dụ 2. Tổng tốc độ chuyển hóa phụ thuộc vào tỷ lệ mol PM:AA trong trường hợp sử dụng thiết bị phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất

Propylen glycol monometyl ete (PM) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 1:1,18 và được sử dụng làm nguyên liệu. Trong trường hợp đầu tiên cho propylen glycol monometyl ete (PM) và axit axetic (AA) phản ứng với nhau trong thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định (FBR), 49,42% propylen glycol monometyl ete (PM) được chuyển hóa thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA). Lúc này, sản phẩm tạo ra được bổ sung liên tục vào cột chưng cất thứ nhất dùng làm cột chưng cất phản ứng có nạp chất xúc tác ở phần giữa của cột chưng cất. Trong trường hợp này, nguyên liệu được bổ sung liên tục ở điều kiện vận hành của cột chưng cất thứ nhất ở đó áp suất của phần trên của cột được duy trì ở 0,173319bar ($0,173319 \times 10^5 \text{Pa}$), và nhiệt độ ở phần dưới của cột được duy trì ở 98°C. Tỷ lệ hồi lưu trong phần trên của cột thể hiện trên Fig.2 được duy trì ở 2,0. Sản phẩm được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là ngay cả khi tỷ lệ các nguyên liệu giảm đi trong thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định (FBR), tốc độ chuyển hóa của propylen glycol monometyl ete (PM) thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) là lớn hơn hoặc bằng 99,9%.

Ví dụ so sánh 1. Tổng tốc độ chuyển hóa phụ thuộc vào tỷ lệ mol PM:AA trong trường hợp chỉ sử dụng thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định

Propylen glycol monometyl ete (PM) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 1:1,3 và được bổ sung liên tục vào thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định (FBR) trong Ví dụ 1. Sản phẩm được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là tốc độ chuyển hóa của propylen glycol monometyl ete (PM) thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) chỉ bằng 52,14%.

Ví dụ so sánh 2. Tổng tốc độ chuyển hóa phụ thuộc vào tỷ lệ mol PM:AA trong trường hợp chỉ sử dụng thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định

Propylen glycol monometyl ete (PM) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 1:1,18 và được bổ sung liên tục vào thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định (FBR) trong Ví dụ 2. Sản phẩm được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là tốc độ chuyển hóa của propylen glycol monometyl ete (PM) thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) chỉ bằng 49,42%.

Bảng 1

Tốc độ chuyển hóa của ete glycol qua thiết bị phản ứng và cột chưng cất phản ứng

Ví dụ	Tỷ lệ mol PM : AA	Tốc độ chuyển hóa PM (%) trong thiết bị phản ứng	Tốc độ chuyển hóa PM (%) trong cột chưng cất phản ứng	Tổng tốc độ chuyển hóa PM (%)
Ví dụ 1	1 : 1,30	52,14	> 99,90	> 99,90
Ví dụ 2	1 : 1,18	49,42	> 99,90	> 99,90
Ví dụ so sánh 1	1 : 1,30	52,14	-	52,14
Ví dụ so sánh 2	1 : 1,18	49,42	-	49,42

Như được thể hiện trong bảng 1, trong trường hợp chỉ sử dụng thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định (FBR), tốc độ chuyển hóa của ete glycol bị giới hạn bởi phản ứng cân bằng nên không thể chuyển hóa hoàn toàn thành este glycol, nhưng tổng tốc độ chuyển hóa có thể tăng lên nhờ bố trí thiết bị phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất theo sáng chế.

Ví dụ 3. tỷ lệ tổn hao PMA trong phần trên và lượng tạp chất trong PMA trong phần dưới trong trường hợp sử dụng lượng AA dư

Ở điều kiện sử dụng lượng dư axit axetic (AA) trong Ví dụ 2, thành phần chất trong phần trên và phần dưới của cột chưng cất thứ nhất được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là như được thể hiện trong bảng 2, đã khẳng định được rằng tỷ lệ propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) bị tổn hao trong phần trên là 0,01% trọng lượng, độ tinh khiết của propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) tách ra trong phần dưới là 98,5% trọng lượng, và

thành phần còn lại là axit axetic (AA, 1,2% trọng lượng) và tạp chất (0,3% trọng lượng).

Ví dụ so sánh 3. tỷ lệ tổn hao PMA trong phần trên và lượng tạp chất trong PMA trong phần dưới trong trường hợp sử dụng lượng PM dư

Propylen glycol monometyl ete (PM) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 1,4:1 và được bổ sung liên tục vào thiết bị phản ứng thứ nhất trong Ví dụ 3. Sản phẩm của thiết bị phản ứng thứ nhất được đưa vào cột chưng cất thứ nhất, và trong sản phẩm đi qua thiết bị phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất, tổng tốc độ chuyển hóa tính theo axit axetic (AA) là lớn hơn hoặc bằng 98%. Trong trường hợp này, điều kiện vận hành của cột chưng cất thứ nhất là giống như trong Ví dụ 3. Thành phần chất trong phần trên và phần dưới của cột chưng cất thứ nhất được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là như được thể hiện trong bảng 2, đã khẳng định được rằng tỷ lệ tổn hao propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) trong phần trên là 7,0% trọng lượng, độ tinh khiết của propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) tách ra trong phần dưới là 96,1% trọng lượng, và thành phần còn lại là axit axetic (AA, 1,4% trọng lượng), propylen glycol monometyl ete (PM, 0,1% trọng lượng) và tạp chất (2,4% trọng lượng).

Bảng 2

Tỷ lệ tổn hao PMA trong phần trên và lượng tạp chất trong PMA trong phần dưới phụ thuộc vào tỷ lệ mol PM/AA

Ví dụ	Tỷ lệ mol PM : AA	Tổng tốc độ chuyển hóa (%)	Tỷ lệ tổn hao PMA (% trọng lượng) trong phần trên	Lượng tạp chất (% trọng lượng) trong PMA trong phần dưới
Ví dụ 3	1 : 1,18	99,9	0,01	0,3

Ví dụ so sánh 3	1,4 : 1	98,0	7,0	2,4
--------------------	---------	------	-----	-----

Như được thể hiện trong bảng 2, có thể thấy rằng trong trường hợp bổ sung lượng dư axit axetic (AA) vào thiết bị phản ứng thứ nhất theo sáng chế so với số mol propylen glycol monometyl ete (PM), tỷ lệ tổn hao propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) trong phần trên của cột chưng cất thứ nhất giảm đi, và lượng tạp chất trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) thu hồi được trong phần dưới của cột chưng cất thứ nhất giảm đi.

Ví dụ 4. Lượng AA trong este glycol phụ thuộc vào điều kiện gia áp của cột chưng cất thứ ba

Nguyên liệu trong đó propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 95:5 được tách trong điều kiện áp suất 1,1bar ($1,1 \times 10^5 \text{Pa}$). Lúc này, nhiệt độ ở phần dưới của cột chưng cất thứ ba được duy trì ở 150°C , và tỷ lệ hồi lưu trong phần trên của nó được duy trì ở 65,0. Thành phần chất trong phần dưới của cột được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là đã khẳng định được rằng lượng axit axetic (AA) trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) là 20ppm theo trọng lượng.

Ví dụ 5. Lượng AA trong este glycol phụ thuộc vào điều kiện gia áp của cột chưng cất thứ ba

Nguyên liệu trong đó propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 95:5 được tách trong điều kiện áp suất là 2,0bar ($2,0 \times 10^5 \text{Pa}$). Lúc này, nhiệt độ ở phần dưới của cột được duy trì ở 172°C , và tỷ lệ hồi lưu trong phần trên của nó được duy trì ở 33,0. Thành phần chất trong phần dưới của cột được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và

kết quả là không quan sát được lượng axit axetic (AA) trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA).

Ví dụ 6. Lượng AA trong este glycol phụ thuộc vào điều kiện gia áp của cột chưng cất thứ ba

Nguyên liệu trong đó propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 95:5 được tách trong điều kiện áp suất bằng 4,0bar ($4,0 \times 10^5 \text{Pa}$). Lúc này, nhiệt độ ở phần dưới của cột được duy trì ở 200°C , và tỷ lệ hồi lưu trong phần trên của nó được duy trì ở 30,0. Thành phần chất trong phần dưới của cột được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là không quan sát được lượng axit axetic (AA) trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA).

Ví dụ so sánh 4. Lượng AA trong este glycol phụ thuộc vào điều kiện gia áp của cột chưng cất thứ ba

Nguyên liệu trong đó propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 95:5 được tách trong điều kiện áp suất bằng 0,5bar ($0,5 \times 10^5 \text{Pa}$). Lúc này, nhiệt độ ở phần dưới của cột được duy trì ở 128°C , và tỷ lệ hồi lưu trong phần trên của nó được duy trì ở 85,0. Thành phần chất trong phần dưới của cột được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là đã khẳng định được rằng lượng axit axetic (AA) trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) là 95ppm theo trọng lượng.

Ví dụ so sánh 5. Lượng AA trong este glycol phụ thuộc vào điều kiện gia áp của cột chưng cất thứ ba

Nguyên liệu trong đó propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) và axit axetic (AA) được trộn lẫn ở tỷ lệ mol 95:5 được tách trong điều kiện áp suất bằng

0,3bar ($0,3 \times 10^5 \text{Pa}$). Lúc này, nhiệt độ ở phần dưới của cột được duy trì ở 116°C , và tỷ lệ hồi lưu trong phần trên của nó được duy trì ở 120,0. Thành phần chất trong phần dưới của cột được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí, và kết quả là đã khẳng định được rằng lượng axit axetic (AA) trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) là 323ppm theo trọng lượng.

Bảng 3

Tỷ lệ hồi lưu và lượng AA trong PMA phụ thuộc vào điều kiện áp suất của cột chưng cất thứ ba

Ví dụ	Tỷ lệ mol PMA : AA	Điều kiện áp suất (bar)	Tỷ lệ hồi lưu trong phần trên của cột	Lượng AA trong PMA
Ví dụ 4	95 : 5	1,1	65,0	20ppm theo trọng lượng
Ví dụ 5	95 : 5	2	33,0	-
Ví dụ 6	95 : 5	4	30,0	-
Ví dụ so sánh 4	95 : 5	0,5	85,0	95ppm theo trọng lượng
Ví dụ so sánh 5	95 : 5	0,3	120,0	323ppm theo trọng lượng

Như được thể hiện trong bảng 3, trong các trường hợp vận hành ở điều kiện áp suất mà ở đó áp suất của cột chưng cất thứ ba theo sáng chế bằng hoặc cao hơn áp suất khí quyển, do lượng axit axetic (AA) trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) tương ứng với sản phẩm là thấp nên có thể điều chế một cách hiệu quả PMA có thể dùng trong lĩnh vực điện tử, và tỷ lệ hồi lưu của chất được hồi lưu từ phần trên của cột qua bộ ngưng tụ có thể giảm đi.

Qua các ví dụ và ví dụ so sánh nêu trên, có thể hiểu rằng trong phương pháp điều chế este glycol theo sáng chế, hiệu suất chuyển hóa este glycol có thể lớn hơn

hoặc bằng 99,9% ngay cả khi tỷ lệ mol của nguyên liệu thấp, nên lượng tái tuần hoàn giảm đi một phần ba hoặc ít hơn so với phương pháp điều chế PMA đã biết không sử dụng công nghệ chưng cất phản ứng, nên phương pháp theo sáng chế có ưu điểm là kích thước thiết bị và mức sử dụng thiết bị có thể giảm đi như được thể hiện trong bảng 4.

Bảng 4

So sánh tổng tốc độ chuyển hóa phụ thuộc vào lượng tái tuần hoàn

Phương pháp	Tỷ lệ mol AA:PM	Tổng tốc độ chuyển hóa (%)	Tính theo lượng tái tuần hoàn theo phương pháp điều chế PMA theo sáng chế
Phương pháp điều chế PMA theo sáng chế	1 : 1,18	99,90	1 lần
Phương pháp điều chế PMA đã biết	1 : 1,18	90,00 (giả thiết)	3,3 lần

Ngoài ra, trong trường hợp sử dụng lượng dư axit axetic (AA), tỷ lệ tồn hao propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) có thể giảm đến mức tối thiểu trong môi trường axit hơn, và lượng tạp chất có thể giảm đi so với phương pháp đã biết nhờ sử dụng lượng dư ete glycol. Ngay cả khi tỷ lệ mol của chất phản ứng được bổ sung dư là thấp, tổng tốc độ chuyển hóa có thể tăng lên, lượng propylen glycol monometyl ete (PM) không chuyển hóa có thể giảm đến mức tối thiểu, và tỷ lệ sử dụng propylen glycol monometyl ete (PM) đắt tiền có thể tăng tới mức tối đa, nên điều kiện vận hành kinh tế có thể được thiết lập.

Ngoài ra, lượng axit axetic (AA) trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) trong phần dưới của cột có thể đủ thỏa mãn điều kiện giới hạn để điều chế PMA có thể dùng trong lĩnh vực điện tử theo sáng chế nhờ điều kiện tách gia áp trong cột chưng cất thứ ba.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp điều chế este glycol bao gồm các bước:

cho ete glycol và axit carboxylic phản ứng với nhau bằng cách sử dụng thiết bị phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất;

tạo ra chất không phản ứng và nước được tạo ra ở phần trên của cột chưng cất thứ nhất và tạo ra este glycol chứa axit carboxylic không phản ứng và tạp chất ở phần dưới của nó;

tách chất không phản ứng và nước được tạo ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai và tái tuần hoàn chất không phản ứng vào thiết bị phản ứng thứ nhất hoặc cột chưng cất thứ nhất; và

tách axit carboxylic không phản ứng được tạo ra trong phần dưới của cột chưng cất thứ nhất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba trong điều kiện gia áp,

trong đó lượng axit carboxylic được đưa vào thiết bị phản ứng thứ nhất là lượng dư so với số mol ete glycol, và cột chưng cất thứ nhất là cột chưng cất phản ứng.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó tỷ lệ este glycol bị tổn hao trong phần trên với este glycol thu được từ cột chưng cất thứ nhất là lớn hơn 0% trọng lượng nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% trọng lượng.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nhiệt độ của phần dưới của cột chưng cất thứ nhất nằm trong khoảng từ 80 đến 110°C, và áp suất trong phần trên của nó nằm trong khoảng từ 0,13 đến 0,27bar (0,13-0,27 x 10⁵ Pa).

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng tạp chất có trong este glycol tách ra từ phần dưới của cột chưng cất thứ nhất là lớn hơn 0% trọng lượng nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% trọng lượng.
5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lượng axit carboxylic bổ sung vào nằm trong khoảng từ 1,01 đến 1,5 mol trên 1 mol ete glycol.
6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thiết bị phản ứng thứ nhất là thiết bị phản ứng kiểu tầng cố định được nạp chất xúc tác dị thể.
7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nhiệt độ phản ứng của thiết bị phản ứng thứ nhất nằm trong khoảng từ 60 đến 90°C.
8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước cho axit carboxylic không phản ứng tách ra từ cột chưng cất thứ ba vào cột chưng cất thứ hai.
9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước tách tạp chất có trong este glycol tách ra từ cột chưng cất thứ ba bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ tư.
10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó ete glycol là propylen glycol monometyl ete (PM).
11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó axit carboxylic là axit axetic (AA).
12. Phương pháp theo điểm 9, trong đó este glycol được tách bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ tư là propylen glycol monometyl ete axetat (PMA).

13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó lượng axit axetic (AA) có trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) là nhỏ hơn hoặc bằng 20ppm theo trọng lượng.

14. Phương pháp theo điểm 12, trong đó trong propylen glycol monometyl ete axetat (PMA), lượng propylen glycol monometyl ete là nhỏ hơn hoặc bằng 0,1% trọng lượng, và lượng kim loại là nhỏ hơn hoặc bằng 20ppb.

15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9 và 12 đến 14, trong đó tốc độ chuyển hóa của ete glycol là lớn hơn hoặc bằng 99%.

Fig.1

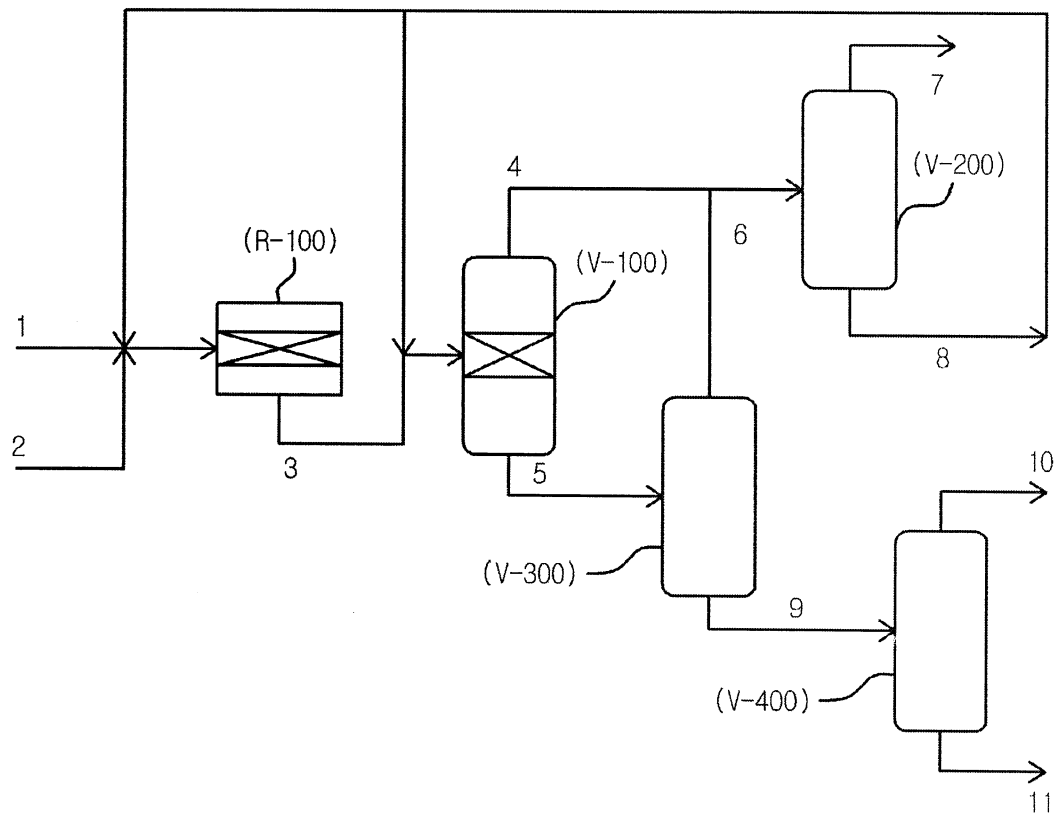


Fig.2

