



(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)



1-0026007

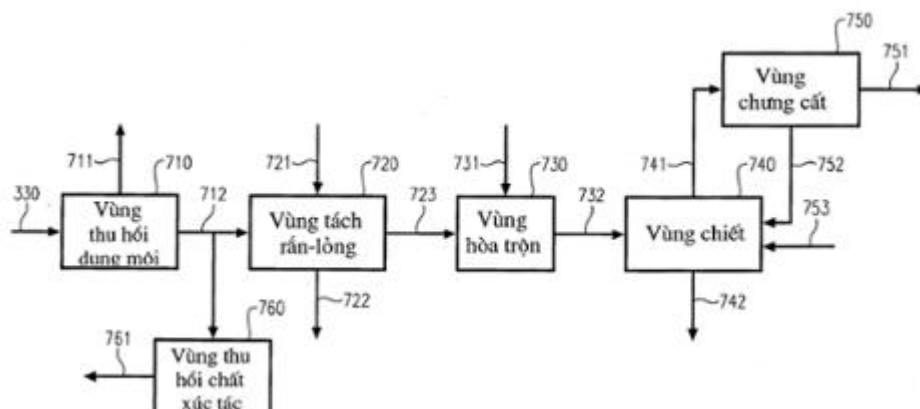
(51)⁷ C07D 307/34; C07D 307/48; C07D 307/36

(13) B

- (21) 1-2016-04266 (22) 06/05/2015
(86) PCT/US2015/029381 06/05/2015 (87) WO2015/171704 12/11/2015
(30) 61/990,140 08/05/2014 US; 14/317,588 27/06/2014 US
(45) 26/10/2020 391 (43) 25/05/2017 350A
(73) EASTMAN CHEMICAL COMPANY (US)
200 South Wilcox Drive, Kingsport, TN 37660, United States of America
(72) PARKER, Kenny, Randolph (US); JANKA, Mesfin, Ejerssa (IN); SHAIKH, Ashfaq, Shahanawaz (IN); PARTIN, Lee, Reynolds (US).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH TẠO RA DÒNG NƯỚC CÁI TẮY TẠP

(57) Sáng chế đề cập tới quy trình tạo ra dòng nước cái tẩy tạp trong sản xuất axit furan-2,5-đicarboxylic, bao gồm bước (a) đưa dòng nước cái vào vùng thu hồi dung môi để tạo ra dòng phế liệu giàu tạp chất, và (b) dẫn một phần dòng phế liệu giàu tạp chất này tới vùng tách rắn-lỏng để tạo ra dòng nước cái tẩy tạp.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan tới quy trình sản xuất axit furan-2,5-dicarboxylic. Cụ thể, sáng chế đề cập tới phương pháp thu hồi một phần dung môi oxy hóa, một phần chất xúc tác oxy hóa, và loại bỏ một phần các sản phẩm phụ của quá trình oxy hóa và các tạp chất của nguyên liệu thô ra khỏi dòng dung môi được tạo ra trong quy trình sản xuất axit furan-2,5-dicarboxylic (FDCA).

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các axit dicarboxylic thơm như axit terephthalic và axit isophthalic hoặc các dieste của chúng, ví dụ như dimethyl terephthalat, được sử dụng để tạo ra nhiều sản phẩm polyeste, đặc biệt là poly(etylen terephthalat) và các copolyme của chúng. Các axit dicarboxylic thơm này được tổng hợp bằng cách oxy hóa xúc tác các hợp chất dialkyl thơm tương ứng lấy từ nhiên liệu hóa thạch (US2006/0205977A1). Este hóa các điaxit này bằng rượu dư sẽ tạo ra các dieste tương ứng (US2010/0210867A1). Việc sử dụng các nguồn nguyên liệu có thể tái tạo trong công nghiệp hóa học ngày càng được quan tâm chủ yếu do các nguồn dự trữ nhiên liệu hóa thạch đang dần cạn kiệt và tác động xấu của chúng với môi trường.

Axit furan-2,5-dicarboxylic (FDCA) là một hợp chất trung gian đa năng và được coi là chất có nguồn gốc sinh học có triển vọng thay thế axit terephthalic và axit isophthalic. Giống như các điaxit thơm, FDCA có thể được ngưng tụ với các diol như etylen glycol để tạo thành nhựa polyeste tương tự polyetylen terephthalat (PET) (Gandini, A.; Silvestre, A. J.; Neto, C. P.; Sousa, A. F.; Gomes, M., *J. Poly. Sci. A* 2009, 47, 295). FDCA được điều chế bằng cách oxy hóa 5-(hydroxymetyl) furfural (5-HMF) trong không khí với sự có mặt của các chất xúc tác đồng thể (US2003/0055271A1 và Partenheimer, W.; Grushin, V. V., *Adv. Synth. Catal.* 2001, 343, 102-111), nhưng hiệu suất tối đa chỉ đạt 44,8% khi dùng hệ chất xúc tác Co/Mn/Br và 60,9% khi dùng tổ hợp các chất xúc tác Co/Mn/Br/Zr. Gần đây, người nộp đơn đã có báo cáo về quy trình sản xuất axit furan-2,5-dicarboxylic

(FDCA) với hiệu suất cao bằng cách oxy hóa 5-HMF hoặc các dẫn xuất của nó trong pha lỏng với sự có mặt của hệ chất xúc tác Co/Mn/Br nhằm giảm thiểu tổn hao dung môi và nguyên liệu ban đầu do sự cháy của cacbon (Đơn patent Mỹ số 13/228803, 13/228809, 13/228816 và 13/228799, được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn).

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến phương pháp thu hồi một phần dung môi oxy hóa, một phần chất xúc tác oxy hóa, và loại bỏ một phần các sản phẩm phụ của quá trình oxy hóa và các tạp chất của nguyên liệu thô ra khỏi dòng dung môi được tạo ra trong quy trình sản xuất axit furan-2,5-đicarboxylic (FDCA). Quy trình này bao gồm bước oxy hóa dòng cấp chứa ít nhất một hợp chất có thể oxy hóa được chọn từ nhóm gồm: 5-(hydroxymetyl)furfural (5-HMF), các este của 5-HMF (5-R(CO)OCH₂-furfural trong đó R là alkyl, xycloalkyl và aryl), các ete của 5-HMF (5-R'OCH₂-furfural, trong đó R' là alkyl, xycloalkyl và aryl), 5-alkyl furfural (5-R"-furfural, trong đó R" là alkyl, xycloalkyl và aryl), hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và các este của 5-HMF và hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và các ete của 5-HMF và hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và 5-alkyl furfural để tạo ra huyền phù axit carboxylic thô chứa axit furan-2,5-đicarboxylic (FDCA) trong vùng oxy hóa, làm nguội huyền phù axit carboxylic thô này trong vùng làm nguội để tạo ra huyền phù axit carboxylic thô nguội, loại bỏ các tạp chất khỏi huyền phù axit carboxylic thô nguội trong vùng tách rắn-lỏng để tạo ra dòng axit carboxylic ít tạp chất và dòng nước cái, dẫn ít nhất một phần dòng nước cái này tới vùng tẩy tạp nước cái để tạo ra dòng dung môi oxy hóa quay vòng, dòng giàu chất xúc tác quay vòng, dòng dịch tàn dư, và dòng phế liệu giàu tạp chất.

Cụ thể, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra dòng nước cái tẩy tạp, bao gồm các bước sau:

- (a) đưa dòng nước cái vào vùng thu hồi dung môi để tạo ra dòng phế liệu giàu tạp chất, trong đó dòng nước cái này được tạo ra trong quá trình oxy hóa 5-HMF để thu được huyền phù axit carboxylic thô chứa axit furan-2,5-đicarboxylic;

- (b) dẫn một phần dòng phế liệu giàu tạp chất này tới vùng tách rắn-lỏng để tạo ra dòng nước cái tẩy tạp.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 minh họa các phương án khác nhau của quy trình tạo ra axit carboxylic khô 410.

Fig.2 minh họa một phương án của sáng chế, trong đó có tạo ra dòng tẩy tạp. Fig. này là minh họa chi tiết của vùng 700 trong Fig.1 .

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế

Cần hiểu rằng phần dưới đây không phải là danh sách đầy đủ các thuật ngữ được định nghĩa. Các định nghĩa khác có thể được hiểu từ phần mô tả trên, ví dụ như khi đi cùng với việc sử dụng một thuật ngữ đã được xác định theo ngữ cảnh.

Các mạo từ "a", "an" và "the" trong nguyên bản tiếng Anh có nghĩa là một hoặc nhiều.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "và/hoặc", khi được sử dụng trong danh sách gồm hai hoặc nhiều thành tố, có nghĩa là bất kỳ một trong số các thành tố được liệt kê có thể có mặt hoặc tổ hợp bất kỳ của hai hoặc nhiều thành tố được liệt kê này có thể có mặt. Ví dụ, nếu một hỗn hợp được mô tả là chứa các hợp phần A, B và/hoặc C, thì hỗn hợp này có thể chứa một mình A; một mình B; một mình C; A và B kết hợp; A và C kết hợp, B và C kết hợp; hoặc A, B và C kết hợp.

Trong bản mô tả này, các thuật ngữ "chứa" và "bao gồm" là các thuật ngữ chuyển tiếp mở được dùng để chuyển tiếp từ đối tượng được nêu trước thuật ngữ này tới một hoặc nhiều phần tử được nêu sau thuật ngữ này, trong đó phần tử hoặc các phần tử được liệt kê sau thuật ngữ chuyển tiếp không nhất thiết phải là các phần tử duy nhất tạo thành đối tượng.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "có" cũng có nghĩa mở như các thuật ngữ "chứa" và "bao gồm" nêu trên.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "gồm có" cũng có nghĩa mở như các thuật ngữ "chứa" và "bao gồm" nêu trên.

Bản mô tả này sử dụng các khoảng trị số để định lượng các thông số nhất định của sáng chế. Khi các khoảng trị số được nêu ra, thì các khoảng này cần được xem là sự bộc lộ cụ thể minh họa cho các dấu hiệu của yêu cầu bảo hộ chỉ xác định giá trị dưới của khoảng này cũng như các dấu hiệu của yêu cầu bảo hộ chỉ xác định giá trị trên của khoảng này. Ví dụ, việc mô tả một khoảng trị số nằm trong khoảng từ 10 tới 100 được xem là sự bộc lộ cụ thể minh họa cho điểm yêu cầu bảo hộ có thông số "lớn hơn 10" (không có giới hạn trên) và điểm yêu cầu bảo hộ có thông số "nhỏ hơn 100" (không có giới hạn dưới).

Bản mô tả này sử dụng các trị số cụ thể để định lượng các thông số nhất định của sáng chế, khi các trị số cụ thể này không được thể hiện một cách rõ ràng là một phần của một khoảng trị số. Cần hiểu rằng mỗi trị số cụ thể được đưa ra ở đây phải được xem là sự bộc lộ cụ thể của một khoảng rộng, trung bình và hẹp của trị số đó. Khoảng rộng của mỗi trị số cụ thể là trị số này cộng trừ 60 phần trăm của trị số này, làm tròn tới hai chữ số có nghĩa. Khoảng trung bình của mỗi trị số cụ thể là trị số này cộng trừ 30 phần trăm của trị số này, làm tròn tới hai chữ số có nghĩa. Khoảng hẹp của mỗi trị số cụ thể là trị số này cộng trừ 15 phần trăm của trị số này, làm tròn tới hai chữ số có nghĩa. Ví dụ, nếu bản mô tả đề cập tới nhiệt độ cụ thể là 62°F, thì việc mô tả như vậy là sự bộc lộ cụ thể của một khoảng rộng các trị số từ 25°F tới 99°F (62°F +/- 37°F), khoảng trung bình các trị số từ 43°F tới 81°F (62°F +/- 19°F), và khoảng hẹp các trị số từ 53°F tới 71°F (62°F +/- 9°F). Các khoảng trị số rộng, trung bình và hẹp này được áp dụng không những cho các giá trị cụ thể đã nêu, mà còn được áp dụng cho khoảng chênh lệch giữa các giá trị cụ thể đó. Do đó, nếu bản mô tả đề cập tới áp suất thứ nhất là 110 psia và áp suất thứ hai là 48 psia (chênh lệch nhau 62 psi), thì các khoảng rộng, trung bình và hẹp của độ chênh lệch áp suất giữa hai dòng này lần lượt sẽ là 25 tới 99 psi, 43 tới 81 psi, và 53 tới 71 psi.

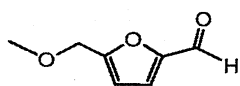
Một phương án của sáng chế được minh họa trong các Fig.1 và 2. Sáng chế đề xuất quy trình thu hồi một phần dung môi oxy hóa, một phần chất xúc tác oxy hóa, và loại bỏ một phần các sản phẩm phụ của quá trình oxy hóa và các tạp chất

của nguyên liệu thô ra khỏi dòng dung môi được tạo ra trong quy trình sản xuất axit furan-2,5-đicarboxylic (FDCA).

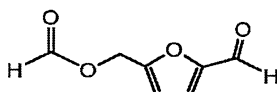
Bước (a) của quy trình theo sáng chế bao gồm việc nạp dung môi oxy hóa, hệ chất xúc tác, dòng khí chứa oxy, và nguyên liệu thô có thể oxy hóa chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm các hợp chất có công thức: 5-(hydroxymetyl)furfural (5-HMF), các este của 5-HMF (5-R(CO)OCH₂-furfural trong đó R = alkyl, xycloalkyl và aryl), các ete của 5-HMF (5-R'OCH₂-furfural, trong đó R' = alkyl, xycloalkyl và aryl), 5-alkyl furfural (5-R"-furfural, trong đó R" = alkyl, xycloalkyl và aryl), hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và các este của 5-HMF, hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và các ete của 5-HMF, và hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và 5-alkyl furfural vào vùng oxy hóa 100 để tạo ra huyền phù axit carboxylic thô 110 chứa furan-2,5-đicarboxylic (FDCA).

Công thức cấu tạo của các hợp chất được ưu tiên trong nguyên liệu thô có thể oxy hóa là như sau:

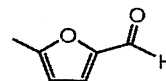
Dẫn xuất 5-HMF được ưu tiên làm nguyên liệu:



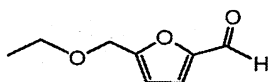
5-metoxymethylfurfural



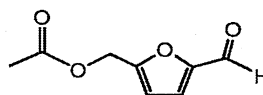
5-formoxymethylfurfural



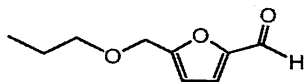
5-methylfurfural



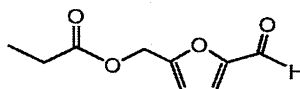
5-ethoxymethylfurfural



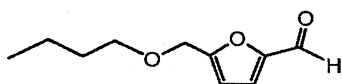
5-axetoxymethylfurfural



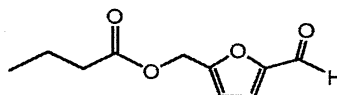
5-propoxymethylfurfural



5-propionoxymethylfurfural

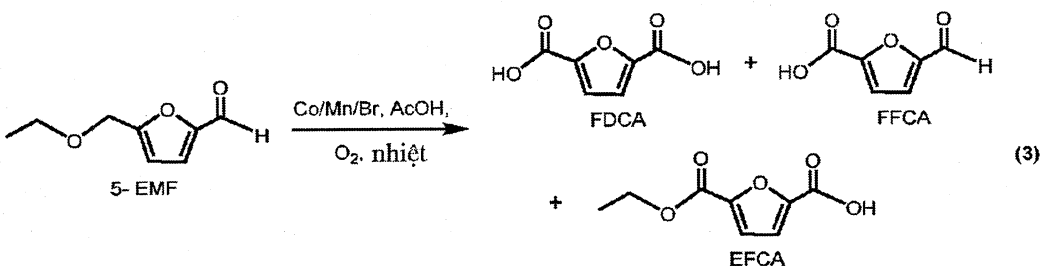
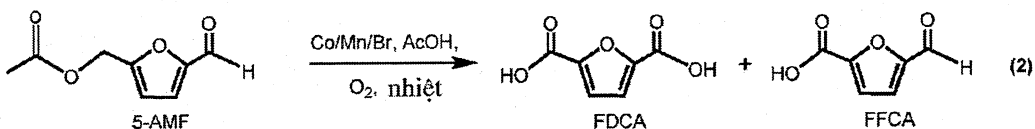
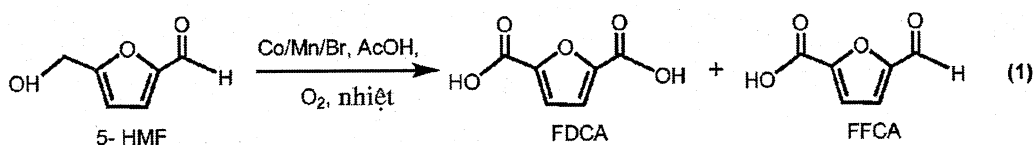


5-butoxymethylfurfural



5-butyroxymethylfurfural

Nguyên liệu 5-HMF được oxy hóa bằng O₂ nguyên tố trong phản ứng nhiều bước để tạo ra FDCA với 5-formyl furan-2-carboxylic axit (FFCA) là chất trung gian chủ yếu (Phương trình phản ứng 1). Oxy hóa 5-(axetoxymetyl)furfural (5-AMF), có lẫn este có thể oxy hóa và các gốc aldehyt, tạo ra FDCA, FFCA, và axit axetic (Phương trình phản ứng 2). Tương tự, oxy hóa 5-(etoxymetyl)furfural (5-EMF) tạo ra FDCA, FFCA, axit 5-(etoxycarbonyl)furan-2-carboxylic (EFCA) và axit axetic (Phương trình phản ứng 3).



Các dòng được dẫn vào vùng oxy hóa đầu tiên 100 bao gồm dòng khí 10 chứa oxy, dòng 30 chứa dung môi oxy hóa, và dòng 20 chứa nguyên liệu thô có thể oxy hóa. Theo một phương án thực hiện khác, các dòng được dẫn vào vùng oxy hóa 100 này bao gồm dòng khí 10 chứa oxy và dòng 20 chứa dung môi oxy hóa, chất xúc tác và nguyên liệu thô có thể oxy hóa. Theo một phương án thực hiện khác nữa, dung môi oxy hóa, khí chứa oxy, hệ chất xúc tác và các nguyên liệu thô có thể oxy hóa được nạp vào vùng oxy hóa 100 này dưới dạng các dòng riêng rẽ và đơn lẻ hoặc được kết hợp theo thành phần bất kỳ trước khi đi vào vùng oxy hóa 100, trong

đó các dòng cấp này có thể được đưa vào vùng oxy hóa 100 tại một vị trí hoặc tại nhiều vị trí.

Hệ chất xúc tác thích hợp chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ, nhưng không chỉ giới hạn ở, các hợp chất coban, brom và mangan hòa tan được trong dung môi oxy hóa đã chọn. Hệ chất xúc tác được ưu tiên bao gồm coban, mangan và brom, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa coban và mangan trong hỗn hợp phản ứng nằm trong khoảng từ 10 tới 400 và tỷ lệ khối lượng giữa coban và brom nằm trong khoảng từ 0,7 tới 3,5. Số liệu thể hiện trong các Bảng từ 1 đến 3 chứng tỏ rằng có thể thu được hiệu suất tạo thành FDCA rất cao từ 5-HMF hoặc các dẫn xuất của nó khi sử dụng hỗn hợp chất xúc tác này.

Các dung môi oxy hóa thích hợp gồm có, nhưng không chỉ giới hạn ở, các axit mono-carboxylic béo, tốt hơn là chứa từ 2 tới 6 nguyên tử cacbon, và hỗn hợp của chúng, và hỗn hợp của các hợp chất này với nước. Theo một phương án thực hiện, dung môi oxy hóa này bao gồm axit axetic, trong đó tỷ lệ khối lượng của axit axetic trong dung môi oxy hóa này là lớn hơn 50%, lớn hơn 75%, lớn hơn 85%, và lớn hơn 90%. Theo một phương án thực hiện khác, dung môi oxy hóa này bao gồm axit axetic và nước, trong đó tỷ lệ giữa axit axetic và nước là lớn hơn 1:1, lớn hơn 6:1, lớn hơn 7:1, lớn hơn 8:1, và lớn hơn 9:1.

Nhiệt độ trong vùng oxy hóa có thể dao động trong khoảng từ 100°C tới 220°C, hoặc từ 100°C tới 200°C, hoặc từ 130°C tới 180°C, hoặc từ 100°C tới 180°C và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 110°C tới 160°C. Theo một phương án thực hiện khác, nhiệt độ trong vùng oxy hóa này có thể dao động trong khoảng từ 105°C tới 140°C.

Một ưu điểm của điều kiện oxy hóa theo sáng chế là tốc độ cháy cacbon thấp như được minh họa trong các bảng từ 1 đến 3. Dòng khí xả chứa chất oxy hóa 120 được dẫn vào vùng xử lý khí xả chứa chất oxy hóa 800 để tạo ra dòng khí tro 810, dòng chất lỏng 820 chứa nước, và dòng dung môi oxy hóa được thu hồi 830 chứa dung môi ngưng tụ. Theo một phương án thực hiện, ít nhất một phần dòng dung môi oxy hóa được thu hồi 830 được dẫn vào dòng dung môi rửa 320 để trở thành một phần của dòng dung môi rửa 320 được dùng để rửa phần chất rắn có mặt trong

vùng tách rắn-lỏng. Theo một phương án thực hiện khác, dòng khí trơ 810 có thể được thải vào khí quyển. Theo một phương án thực hiện khác nữa, ít nhất một phần dòng khí trơ 810 có thể được sử dụng làm khí trơ trong quy trình tạo môi trường trơ trong các bình chứa và/hoặc dùng làm khí vận chuyển chất rắn trong quy trình này. Theo một phương án thực hiện khác, ít nhất một phần năng lượng trong dòng 120 được thu hồi dưới dạng hơi nước và hoặc điện.

Theo một phương án thực hiện khác, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất axit furan-2,5-dicarboxylic (FDCA) với hiệu suất cao bằng cách oxy hóa pha lỏng theo cách sao cho có thể giảm thiểu tổn hao dung môi và nguyên liệu ban đầu do sự cháy của cacbon. Quy trình này bao gồm bước oxy hóa ít nhất một hợp chất có thể oxy hóa trong dòng nguyên liệu thô có thể oxy hóa 30 với sự có mặt của dòng khí oxy hóa 10, dòng dung môi oxy hóa 20, và ít nhất một hệ chất xúc tác trong vùng oxy hóa 100, trong đó hợp chất có thể oxy hóa này là 5-(hydroxymetyl)furfural (5-HMF), dòng dung môi này chứa axit axetic cùng với hoặc không cùng nước, hệ chất xúc tác này chứa coban, mangan và brom, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa coban và mangan trong hỗn hợp phản ứng nằm trong khoảng từ 10 tới 400. Trong quy trình này, nhiệt độ có thể dao động trong khoảng từ 100°C tới 220°C, từ 105°C tới 180°C, và từ 110°C tới 160°C. Nồng độ coban của hệ chất xúc tác có thể nằm trong khoảng từ 1000ppm tới 6000ppm, và nồng độ mangan có thể nằm trong khoảng từ 2ppm tới 600ppm, và nồng độ brom có thể nằm trong khoảng từ 300ppm tới 4500ppm so với tổng khối lượng của chất lỏng trong môi trường phản ứng.

Bước (b) của quy trình theo sáng chế bao gồm bước dẫn huyền phù axit carboxylic thô 110 chứa FDCA vào vùng làm nguội 200 để tạo ra dòng huyền phù axit carboxylic thô nguội 210 và dòng hơi thứ nhất 220 chứa hơi của dung môi oxy hóa. Việc làm nguội dòng huyền phù axit carboxylic thô 110 có thể được thực hiện bằng phương tiện bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Thông thường, vùng làm nguội 200 là thiết bị tách nhanh. Theo phương án thực hiện khác, một phần tối đa tới 100% dòng huyền phù axit carboxylic thô 110 được dẫn trực tiếp vào vùng tách rắn-lỏng 300, do đó không cần phải làm nguội phần tối đa 100% này trong

vùng làm nguội 200. Nhiệt độ của dòng 210 có thể dao động trong khoảng từ 35°C tới 210°C, từ 55°C tới 120°C, và tốt hơn là từ 75°C tới 95°C.

Bước (c) của quy trình theo sáng chế bao gồm phân lập, rửa, và khử nước phần chất rắn có mặt trong dòng huyền phù axit carboxylic thô nguội 210 trong vùng tách rắn-lỏng 300 để tạo ra dòng axit carboxylic thô dạng bánh ướt 310 chứa FDCA. Các công đoạn này có thể được thực hiện trong một thiết bị tách rắn-lỏng duy nhất hoặc nhiều thiết bị tách rắn-lỏng. Vùng tách rắn-lỏng này bao gồm ít nhất một thiết bị tách rắn-lỏng có khả năng phân tách phần chất rắn và phần chất lỏng, rửa phần chất rắn bằng dòng dung môi rửa 320, và làm giảm độ ẩm của phần chất rắn sau khi rửa xuống mức thấp hơn 30% khối lượng, thấp hơn 20 khối lượng, thấp hơn 15% khối lượng, và tốt hơn là thấp hơn 10% khối lượng.

Phương tiện thích hợp để dùng trong vùng tách rắn-lỏng này có thể là ít nhất một trong các loại thiết bị sau: máy ly tâm, xyclon, bộ lọc dạng trống quay, bộ lọc dạng băng truyền, bộ lọc lá áp lực, bộ lọc dạng nền, và các loại tương tự. Thiết bị tách rắn-lỏng được ưu tiên để dùng trong vùng tách rắn-lỏng này là bộ lọc dạng trống quay áp lực.

Nhiệt độ của dòng huyền phù axit carboxylic thô nguội 210 được dẫn vào vùng tách rắn-lỏng 300 có thể dao động trong khoảng từ 35°C tới 210°C, từ 55°C tới 120°C, và tốt hơn là từ 75°C tới 95°C. Dòng dung môi rửa 320 bao gồm chất lỏng thích hợp để đẩy và rửa sạch nước cái ra khỏi phần chất rắn. Theo một phương án thực hiện, dung môi rửa thích hợp bao gồm axit axetic. Theo một phương án thực hiện khác, dung môi rửa thích hợp bao gồm axit axetic và nước. Theo một phương án thực hiện khác nữa, dung môi rửa thích hợp bao gồm nước và có thể là 100% nước. Nhiệt độ của dung môi rửa này có thể dao động trong khoảng từ 20°C tới 160°C, từ 40°C tới 110°C, và tốt hơn là từ 50°C tới 90°C.

Lượng dung môi rửa cần dùng được xác định theo tỷ lệ dịch rửa, tỷ lệ này bằng khối lượng của dịch rửa chia cho khối lượng của phần chất rắn cần rửa theo mẻ hoặc liên tục. Tỷ lệ dịch rửa này có thể nằm trong khoảng từ 0,3 tới 5, từ 0,4 tới 4, và tốt hơn là từ 0,5 tới 3. Sau khi được rửa trong vùng tách rắn-lỏng này, phần chất rắn được khử nước. Việc khử nước làm giảm độ ẩm của phần chất rắn tới mức

thấp hơn 30% tính theo khối lượng, thấp hơn 25% tính theo khối lượng, thấp hơn 20% tính theo khối lượng, và tốt nhất là thấp hơn 15% tính theo khối lượng, để tạo ra dòng axit carboxylic thô dạng bánh ướt 310 chứa FDCA.

Theo một phương án, việc khử nước được thực hiện trong thiết bị lọc bằng cách thổi dòng chứa khí qua phần chất rắn để đẩy chất lỏng tự do thoát ra sau khi phần chất rắn đã được rửa bằng dung môi rửa. Theo một phương án, việc khử nước phần chất rắn của bánh ướt trong vùng tách rắn-lỏng 300 có thể được tiến hành trước khi rửa và sau khi rửa phần chất rắn của bánh ướt trong vùng 300 để giảm thiểu lượng dung môi chứa chất oxy hóa có mặt trong dòng chất lỏng rửa 340. Theo một phương án thực hiện khác, việc khử nước được hoàn thành bằng lực ly tâm trong máy ly tâm thành đục lỗ hoặc máy ly tâm lắng.

Dòng nước cái 330 được tạo ra trong vùng tách rắn-lỏng 300 chứa dung môi oxy hóa, chất xúc tác và các tạp chất. Từ 5% tới 95% khối lượng, từ 30% tới 90% khối lượng, và tốt nhất là từ 40% tới 80% khối lượng nước cái có mặt trong huyền phù axit carboxylic thô 110 được phân lập trong vùng tách rắn-lỏng 300 để tạo ra dòng nước cái 330, khiến cho chất tan chứa các tạp chất có mặt trong dòng nước cái 330 không được chuyển đi tiếp trong quy trình này.

Theo một phương án thực hiện, một phần dòng nước cái 330 được dẫn tới vùng tẩy tạp nước cái 700, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng, ít nhất 25% khối lượng, ít nhất 45% khối lượng, ít nhất 55% khối lượng, ít nhất 75% khối lượng, hoặc ít nhất 90% khối lượng. Theo một phương án thực hiện khác, ít nhất một phần dòng nước cái 330 được dẫn quay trở lại vùng oxy hóa 100, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng. Theo một phương án thực hiện khác nữa, ít nhất một phần dòng nước cái 330 được dẫn tới vùng tẩy tạp nước cái 700 và tới vùng oxy hóa 100, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng. Theo một phương án thực hiện, vùng tẩy tạp nước cái 700 bao gồm bước hóa hơi để tách dung môi oxy hóa từ dòng 330 bằng cách làm bay hơi. Phần chất rắn có thể có mặt trong dòng nước cái 330 nằm trong khoảng từ 5% khối lượng tới 0,5% khối lượng. Theo một phương án thực hiện khác nữa, phần dòng nước cái 330 cần dẫn tới vùng tẩy tạp nước cái trước tiên được cho qua thiết bị tách rắn-lỏng để điều chỉnh phần chất rắn

có mặt trong dòng 330 tới mức thấp hơn 1% khối lượng, thấp hơn 0,5% khối lượng, thấp hơn 0,3% khối lượng, hoặc thấp hơn 0,1% khối lượng. Phương tiện tách rắn-lỏng thích hợp bao gồm máy ly tâm chồng đĩa và thiết bị tách rắn-lỏng lọc áp suất theo mẻ. Thiết bị tách rắn-lỏng được ưu tiên cho ứng dụng này là bộ lọc dạng nền theo mẻ.

Dòng chất lỏng rửa 340 được tạo ra trong vùng tách rắn-lỏng 300 này và chứa một phần nước cái có mặt trong dòng 210 và dung môi rửa, trong đó tỷ lệ giữa khối lượng nước cái và khối lượng dung môi rửa là nhỏ hơn 3 và tốt hơn là nhỏ hơn 2. Theo một phương án, ít nhất một phần dòng chất lỏng rửa 340 được dẫn vào vùng oxy hóa 100, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng. Theo phương án khác, ít nhất một phần dòng chất lỏng rửa này được dẫn vào vùng tẩy tạt nước cái 700, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng. Theo một phương án khác nữa, ít nhất một phần dòng chất lỏng rửa 340 được dẫn vào vùng oxy hóa 100 và vùng tẩy tạt nước cái 700, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng.

Theo một phương án thực hiện khác, ít nhất một phần dòng huyền phù axit carboxylic thô 110 với mức tối đa là 100% khối lượng được dẫn trực tiếp vào vùng tách rắn-lỏng 300, do vậy phần này sẽ không đi qua vùng làm nguội 200. Theo phương án này, nguyên liệu nạp vào vùng tách rắn-lỏng 300 chứa ít nhất một phần dòng huyền phù axit carboxylic thô 110 và dòng dung môi rửa 320 để tạo ra dòng axit carboxylic thô dạng bánh ướt 310 chứa FDCA. Phần chất rắn trong huyền phù nạp được phân lập, rửa, và khử nước trong vùng tách rắn-lỏng 300. Các công đoạn này có thể được thực hiện trong một thiết bị tách rắn-lỏng duy nhất hoặc nhiều thiết bị tách rắn-lỏng. Vùng tách rắn-lỏng này bao gồm ít nhất một thiết bị tách rắn-lỏng có khả năng phân tách phần chất rắn và phần chất lỏng, rửa phần chất rắn bằng dòng dung môi rửa 320, và làm giảm độ ẩm của phần chất rắn sau khi rửa tới mức thấp hơn 30% khối lượng, thấp hơn 20 khối lượng, thấp hơn 15% khối lượng, và tốt hơn là thấp hơn 10% khối lượng. Phương tiện thích hợp để dùng trong vùng tách rắn-lỏng này có thể là ít nhất một trong các loại thiết bị sau: máy ly tâm, xyclon, bộ lọc dạng trống quay, bộ lọc dạng băng truyền, bộ lọc lá áp lực, bộ lọc dạng nền, và các loại tương tự. Thiết bị tách rắn-lỏng được ưu tiên để dùng trong vùng tách rắn-

lòng 300 này là bộ lọc dạng trống quay áp lực liên tục. Nhiệt độ của dòng huyền phù axit carboxylic thô được dẫn vào vùng tách rắn-lòng 300 này có thể dao động trong khoảng từ 40°C tới 210°C, từ 60°C tới 170°C và tốt hơn là từ 80°C tới 160°C. Dòng dung môi rửa 320 chứa chất lỏng thích hợp để đẩy và rửa sạch nước cái ra khỏi phần chất rắn. Theo một phương án thực hiện, dung môi rửa thích hợp bao gồm axit axetic và nước. Theo một phương án thực hiện khác, dung môi rửa thích hợp chứa tới 100% là nước. Nhiệt độ của dung môi rửa này có thể dao động trong khoảng từ 20°C tới 180°C, từ 40°C và 150°C, và tốt hơn là từ 50°C tới 130°C. Lượng dung môi rửa cần dùng được xác định theo tỷ lệ dịch rửa, tỷ lệ này bằng khối lượng của dịch rửa chia cho khối lượng của phần chất rắn cần rửa theo mẻ hoặc liên tục. Tỷ lệ dịch rửa này có thể nằm trong khoảng từ 0,3 tới 5, khoảng 0,4 tới 4, và tốt hơn là từ 0,5 tới 3.

Sau khi được rửa trong vùng tách rắn-lòng, phần chất rắn được khử nước. Việc khử nước làm giảm độ ẩm của phần chất rắn tới mức thấp hơn 30% tính theo khối lượng, thấp hơn 25% tính theo khối lượng, thấp hơn 20% tính theo khối lượng, và tốt nhất là thấp hơn 15% tính theo khối lượng, từ đó tạo ra dòng axit carboxylic thô dạng bánh ướt 310. Theo một phương án thực hiện, việc khử nước được thực hiện trong thiết bị lọc bằng cách thổi dòng khí qua phần chất rắn để đẩy chất lỏng còn lưu lại sau khi phần chất rắn đã được rửa bằng dung môi rửa. Theo một phương án thực hiện khác, việc khử nước dòng bánh ướt này trong vùng tách rắn-lòng 300 có thể được tiến hành bằng phương pháp bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này trước khi rửa và sau khi rửa phần chất rắn trong vùng 300 để giảm thiểu lượng dung môi chứa chất oxy hóa có mặt trong dòng chất lỏng rửa 340. Theo một phương án thực hiện khác nữa, việc khử nước được hoàn thành bằng lực ly tâm trong máy ly tâm thành đục lỗ hoặc máy ly tâm lắng.

Dòng nước cái 330 được tạo ra trong vùng tách rắn-lòng 300 chứa dung môi oxy hóa, chất xúc tác và các tạp chất. Từ 5% khối lượng tới 95% khối lượng, từ 30% khối lượng tới 90% khối lượng, và tốt nhất là từ 40% khối lượng tới 80% khối lượng nước cái có mặt trong dòng huyền phù axit carboxylic thô 110 được phân lập trong vùng tách rắn-lòng 300 để tạo ra dòng nước cái 330, khiến cho chất tan chứa

các tạp chất có mặt trong dòng nước cái 330 không được chuyển đi tiếp trong quy trình này. Theo một phương án thực hiện, một phần dòng nước cái 330 được dẫn tới vùng tẩy tạp nước cái 700, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng, ít nhất 25% khối lượng, ít nhất 45% khối lượng, ít nhất 55% khối lượng, ít nhất 75% khối lượng, hoặc ít nhất 90% khối lượng. Theo một phương án thực hiện khác, ít nhất một phần dòng nước cái được dẫn quay trở lại vùng oxy hóa 100, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng. Theo một phương án thực hiện khác nữa, ít nhất một phần dòng nước cái 330 được dẫn tới vùng tẩy tạp nước cái và tới vùng oxy hóa 100, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng. Theo một phương án thực hiện, vùng tẩy tạp nước cái 700 bao gồm bước hóa hơi để tách dung môi oxy hóa từ dòng 330 bằng cách làm bay hơi.

Dòng chất lỏng rửa 340 được tạo ra trong vùng tách rắn-lỏng 300 và chứa một phần nước cái có mặt trong dòng 210 và dung môi rửa, trong đó tỷ lệ giữa khối lượng nước cái và khối lượng dung môi rửa là nhỏ hơn 3 và tốt hơn là nhỏ hơn 2. Theo một phương án, ít nhất một phần dòng chất lỏng rửa 340 được dẫn vào vùng oxy hóa 100, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng. Theo một phương án khác, ít nhất một phần dòng chất lỏng rửa 340 được dẫn vào vùng tẩy tạp nước cái 700, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng. Theo một phương án khác nữa, ít nhất một phần dòng chất lỏng rửa được dẫn vào vùng oxy hóa 100 và vùng tẩy tạp nước cái 700, trong đó một phần này là ít nhất 5% khối lượng.

Dòng nước cái 330 chứa dung môi oxy hóa, chất xúc tác, các sản phẩm trung gian hòa tan và các tạp chất hòa tan. Có lợi nếu quay vòng trực tiếp hoặc gián tiếp ít nhất một phần chất xúc tác và dung môi oxy hóa có mặt trong dòng nước cái 330 trở lại vùng oxy hóa 100, trong đó một phần này tính theo khối lượng là ít nhất 5%, ít nhất 25%, ít nhất 45%, ít nhất 65%, ít nhất 85%, hoặc ít nhất 95%. Việc quay vòng trực tiếp ít nhất một phần chất xúc tác và dung môi oxy hóa có mặt trong dòng nước cái 330 bao gồm việc dẫn trực tiếp một phần dòng 330 vào vùng oxy hóa 100. Việc quay vòng gián tiếp ít nhất một phần chất xúc tác và dung môi oxy hóa có mặt trong dòng nước cái 330 vào vùng oxy hóa 100 bao gồm việc dẫn ít nhất một phần dòng 330 vào ít nhất một vùng trung gian, trong đó dòng 330 được

xử lý để tạo ra một hoặc nhiều dòng chứa dung môi oxy hóa và/hoặc chất xúc tác mà sau đó sẽ được được dẫn vào vùng oxy hóa 100.

Bước (d) của quy trình theo sáng chế bao gồm phân tách các hợp phần của dòng nước cái 330 trong vùng tẩy tạp nước cái 700 để quay vòng nó trong quy trình này, đồng thời cũng phân lập các hợp phần chứa tạp chất không cần quay vòng. Các tạp chất trong dòng 330 có thể có nguồn gốc từ một hoặc nhiều nguồn khác nhau. Theo một phương án của sáng chế, các tạp chất trong dòng 330 bao gồm các tạp chất được đưa vào quy trình này theo các dòng nguyên liệu chứa tạp chất được nạp vào vùng oxy hóa 100. Các tạp chất trong nước cái bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm sau: 2,5-điformylfuran với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm tới 800ppm, từ 20ppm tới 1500ppm, từ 100ppm tới 5000ppm, từ 150ppm tới 2,0% khối lượng; axit levulinic với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm tới 800ppm, từ 20ppm tới 1500ppm, từ 100ppm tới 5000ppm, từ 150ppm tới 2,0% khối lượng; axit succinic với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm tới 800ppm, từ 20ppm tới 1500ppm, từ 100ppm tới 5000ppm, từ 150ppm tới 2,0% khối lượng; axit axetoxaxetic với lượng nằm trong khoảng từ 5ppm tới 800ppm, từ 20ppm tới 1500ppm, từ 100ppm tới 5000ppm, từ 150ppm tới 2,0% khối lượng.

"Tạp chất" ở đây được hiểu là mọi phân tử không cần thiết cho quá trình vận hành bình thường của vùng oxy hóa 100. Ví dụ, dung môi oxy hóa, hệ chất xúc tác, khí chứa oxy và nguyên liệu thô có thể oxy hóa chứa ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm các hợp chất có công thức: 5-(hydroxymetyl)furfural (5-HMF), các este của 5-HMF (5-R(CO)OCH₂-furfural trong đó R = alkyl, xycloalkyl và aryl), các ete của 5-HMF (5-R'OCH₂-furfural, trong đó R' = alkyl, xycloalkyl và aryl), 5-alkyl furfural (5-R''-furfural, trong đó R'' = alkyl, xycloalkyl và aryl), hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và các este của 5-HMF, hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và các ete của 5-HMF, và hỗn hợp nguyên liệu gồm 5-HMF và 5-alkyl furfural là các phân tử cần thiết cho quá trình vận hành bình thường của vùng oxy hóa 100 và không được coi là các tạp chất. Ngoài ra, các sản phẩm hóa học trung gian được tạo thành trong vùng oxy hóa 100 sẽ dẫn đến hoặc tham gia vào các phản ứng hóa học dẫn đến các sản phẩm mong muốn cũng không được coi là các tạp chất. Các sản

phẩm phụ của quá trình oxy hóa không dẫn đến các sản phẩm mong muốn được xác định là các tạp chất. Các tạp chất có thể lọt vào vùng oxy hóa 100 theo các dòng quay vòng được dẫn vào vùng oxy hóa 100 hoặc theo các dòng nguyên liệu thô không tinh khiết được nạp vào vùng oxy hóa 100.

Theo một phương án thực hiện, có lợi nếu phân lập được một phần các tạp chất từ dòng nước cái chứa chất oxy hóa 330 và tẩy bỏ hoặc loại bỏ chúng ra khỏi quy trình này dưới dạng dòng tẩy tạp 751. Theo một phương án của sáng chế, từ 5% tới 100% khối lượng của dòng nước cái 330 được tạo ra trong vùng tách rắn-lỏng 300 được dẫn vào vùng tẩy tạp nước cái 700, trong đó một phần các tạp chất có mặt trong dòng 330 được phân lập và thoát ra khỏi quy trình này dưới dạng dòng tẩy tạp 751. Phần dòng nước cái 330 được dẫn tới vùng tẩy tạp nước cái 700 có thể chiếm 5% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn, 25% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn, 45% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn, 65% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn, 85% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn, hoặc 95% tính theo khối lượng hoặc lớn hơn. Dòng dung môi oxy hóa quay vòng 711 chứa dung môi oxy hóa được tách ra từ dòng 330 và có thể được quay vòng trong quy trình này. Dòng dịch tàn dư 742 chứa chất xúc tác oxy hóa được tách ra từ dòng 330 tùy ý cũng được quay vòng trong quy trình này. Theo một phương án thực hiện, dòng dịch tàn dư 742 được quay vòng đến vùng oxy hóa 100 và chứa lớn hơn 30% khối lượng, lớn hơn 50% khối lượng, lớn hơn 80% khối lượng, hoặc lớn hơn 90% khối lượng chất xúc tác được đưa vào vùng tẩy tạp nước cái 700 theo dòng 330. Theo một phương án thực hiện khác, ít nhất một phần dòng nước cái 330 được dẫn trực tiếp vào vùng oxy hóa 100 mà không cần xử lý trước trong vùng tẩy tạp nước cái 700. Theo một phương án thực hiện, vùng tẩy tạp nước cái 700 bao gồm bước hóa hơi để tách dung môi oxy hóa từ dòng 330 bằng cách làm bay hơi.

Một phương án của vùng tẩy tạp nước cái 700 bao gồm việc dẫn ít nhất một phần dòng nước cái chứa chất oxy hóa 330 tới vùng thu hồi dung môi 710 để tạo ra dòng dung môi oxy hóa quay vòng 711 chứa dung môi oxy hóa và dòng phế liệu giàu tạp chất 712 chứa các phụ phẩm của quá trình oxy hóa và chất xúc tác. Mọi công nghệ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể được sử dụng để phân tách

dung môi dễ bay hơi từ dòng 330. Ví dụ về các công cụ thích hợp bao gồm , nhưng không chỉ giới hạn ở, phương tiện làm bay hơi theo mẻ và làm bay hơi liên tục vận hành ở áp suất cao hơn áp suất khí quyển, ở áp suất khí quyển hoặc trong chân không. Phương pháp hóa hơi một bước hoặc nhiều bước có thể được sử dụng. Theo một phương án của sáng chế, dung môi oxy hóa được làm bay hơi từ dòng 330 với lượng đủ để tạo ra dòng 712 dưới dạng huyền phù đặc có tỷ lệ khối lượng các chất rắn lớn hơn 10% khối lượng, 20% khối lượng, 30% khối lượng, 40% khối lượng, hoặc 50% khối lượng. Ít nhất một phần dòng giàu tạp chất 712 có thể được dẫn tới vùng thu hồi chất xúc tác 760 để tạo ra dòng giàu chất xúc tác 761. Ví dụ về các công cụ thích hợp để dùng trong vùng thu hồi chất xúc tác 760 bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, lò thiêu hoặc lò đốt để thu hồi chất xúc tác kim loại không cháy trong dòng 761.

Một phương án thực hiện khác của vùng tẩy tạp nước cái 700 bao gồm dẫn ít nhất một phần dòng nước cái 330 tới vùng thu hồi dung môi 710 để tạo ra dòng dung môi oxy hóa quay vòng 711 chứa dung môi oxy hóa và dòng phế liệu giàu tạp chất 712 chứa các phụ phẩm của quá trình oxy hóa và chất xúc tác. Mọi công nghệ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể được sử dụng để phân tách dung môi dễ bay hơi từ dòng 330. Ví dụ về các công cụ thích hợp gồm có, nhưng không chỉ giới hạn ở, phương tiện làm bay hơi theo mẻ và liên tục vận hành ở áp suất cao hơn áp suất khí quyển, ở áp suất khí quyển hoặc trong chân không. Phương pháp hóa hơi một bước hoặc nhiều bước có thể được sử dụng. Dung môi oxy hóa được làm bay hơi từ dòng 330 với lượng đủ để tạo ra dòng phế liệu giàu tạp chất 712 dưới dạng huyền phù đặc có tỷ lệ khối lượng các chất rắn lớn hơn 5% khối lượng, 10% khối lượng, 20% khối lượng, và 30% khối lượng. Ít nhất một phần dòng phế liệu giàu tạp chất 712 được dẫn vào vùng tách rắn-lỏng 720 để tạo ra dòng nước cái tẩy tạp 723 và dòng bánh ướt 722 chứa các tạp chất. Theo một phương án thực hiện khác của sáng chế, toàn bộ dòng 712 được dẫn vào vùng tách rắn-lỏng 720. Dòng 722 có thể được loại ra khỏi quy trình này dưới dạng dòng chất thải. Dòng dịch rửa 721 cũng có thể được dẫn vào vùng tách rắn-lỏng 720 để tạo thành chất lỏng rửa trong dòng 723. Lưu ý rằng vùng 720 là một vùng riêng biệt và khác với vùng 300.

Mọi công nghệ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này để phân tách phần chất rắn ra khỏi huyền phù có thể được sử dụng. Ví dụ về các công cụ thích hợp bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các bộ lọc theo mẻ hoặc liên tục, các máy ly tâm theo mẻ hoặc liên tục, máy ép lọc, bộ lọc dạng băng truyền trong chân không, bộ lọc dạng trống trong chân không, bộ lọc dạng trống áp lực liên tục, bộ lọc dạng nền, bộ lọc dạng lá, các máy ly tâm dạng đĩa, các máy ly tâm lắng gạn, các máy ly tâm dạng giỏ, và các loại tương tự. Bộ lọc dạng trống áp lực liên tục là thiết bị được ưu tiên để dùng trong vùng tách rắn-lỏng 720.

Dòng nước cái tẩy tạp 723 chứa chất xúc tác và các tạp chất và dòng 731 chứa dung môi chất xúc tác được dẫn tới vùng hòa trộn 731 và được hòa trộn tới mức đủ để tạo ra dòng liệu chiết 732. Theo một phương án thực hiện, dòng 731 chứa nước. Việc hòa trộn được để cho diễn ra trong ít nhất 30 giây, 5 phút, 15 phút, 30 phút, hoặc 1 giờ. Mọi công nghệ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể được sử dụng cho công đoạn hòa trộn này, chẳng hạn máy trộn tĩnh trực tiếp, bể khuấy liên tục, các loại máy trộn, các thiết bị trộn cơ học trực tiếp có lực cắt lớn và các loại tương tự.

Dòng liệu chiết 732, dòng dung môi chiết quay vòng 752 và dòng dung môi chiết mới 753 được dẫn tới vùng chiết lỏng-lỏng 740 để tạo ra dòng chất chiết 741 chứa các tạp chất và dung môi chiết, và dòng dịch tàn dư 742 chứa dung môi chất xúc tác và chất xúc tác oxy hóa có thể được quay vòng trực tiếp hoặc gián tiếp tới vùng oxy hóa 100. Vùng chiết lỏng-lỏng 740 có thể bao gồm một hoặc nhiều thiết bị chiết. Thiết bị chiết này có thể là thiết bị chiết theo mẻ và/hoặc liên tục. Chẳng hạn, phương tiện thích hợp để dùng cho vùng chiết 740 có thể gồm nhiều thiết bị chiết một giai đoạn. Một ví dụ khác về phương tiện thích hợp để dùng cho vùng chiết 740 là một cột chiết lỏng-lỏng liên tục nhiều giai đoạn. Dòng chất chiết 741 được dẫn vào vùng chưng cất 750, nơi mà dung môi chiết được phân lập bằng cách làm bay hơi và ngưng tụ để tạo ra dòng dung môi chất chiết quay vòng 752. Dòng tẩy tạp 751 cũng được tạo ra và có thể được loại ra khỏi quy trình này dưới dạng dòng chất thải tẩy tạp. Thiết bị chưng cất theo mẻ hoặc liên tục có thể được sử dụng trong vùng chưng cất 750.

Theo một phương án thực hiện khác, nguồn dòng nước cái chứa chất oxy hóa 330 nạp vào vùng tẩy tạp nước cái 700 có thể hình thành từ dòng nước cái bất kỳ chứa dung môi oxy hóa, chất xúc tác oxy hóa và các tạp chất được tạo ra trong quy trình sản xuất axit furan-2,5-đicarboxylic (FDCA). Ví dụ, vùng hoán đổi dung môi nằm sau vùng oxy hóa 100 nơi phân lập ít nhất một phần dung môi oxy hóa FDCA từ dòng 110 có thể là một nguồn của dòng 330. Phương tiện thích hợp để dùng trong vùng hoán đổi dung môi bao gồm các thiết bị tách rắn-lỏng như máy ly tâm và các bộ lọc. Ví dụ về phương tiện thích hợp để hoán đổi dung môi bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, máy ly tâm chông đĩa hoặc bộ lọc dạng trống áp lực liên tục.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được minh họa dưới đây bằng một số ví dụ về các phương án thực hiện của nó, nhưng cần hiểu rằng các ví dụ này được đưa ra chỉ nhằm mục đích minh họa chứ không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế trừ khi có chỉ dẫn đặc biệt khác.

Tiến hành oxy hóa 5-HMF/5-AMF/5-EMF bằng không khí có sử dụng hệ các chất xúc tác coban, mangan và ion brom trong dung môi axit axetic. Sau phản ứng, hỗn hợp dị thể được lọc để phân lập FDCA thô. FDCA thô này được rửa hai lần bằng axit axetic và sau đó hai lần bằng nước khử ion. FDCA thô thu được sau khi rửa được sấy khô trong lò ở nhiệt độ 110°C trong chân không qua đêm. Phần rắn và phân lọc được phân tích bằng sắc ký khí có sử dụng phương pháp tạo dẫn xuất bằng BSTFA. Trị số b^* của phần rắn được đo bằng cách sử dụng dụng cụ Hunter Ultrascan XE. Như được thể hiện trong các bảng từ 1 đến 3, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra điều kiện thích hợp để thu được hiệu suất tạo ra FDCA cao tới 89,4%, $b^* < 6$, và tốc độ cháy cacbon thấp ($< 0,00072$ mol/phút $\text{CO} + \text{CO}_2$)

Bảng 1. Kết quả thu được từ các phản ứng bán liên tục sử dụng nguyên liệu 5-HMF*

Mã phản ứng	Ví dụ	Nguồn bromua	Nồng độ Co (ppm)	Nồng độ Mn (ppm)	Nồng độ Br (ppm)	Hiệu suất FDCA (%)	Hiệu suất FFCA (%)	CO (tổng mol)	CO ₂ (tổng mol)	CO _x (mol/phút)	Màu (b*)
Ex-000250-187	1a	rắn NaBr	2000	93,3	3000	81,6	0,81	0,013	0,078	0,000758	13,91
Ex-000186-019	1b	rắn NaBr	2000	93,3	3000	82,6	0,87	0,013	0,092	0,000875	14,14
Ex-000186-004	2a	nước HBr	2000	93,3	3000	89,4	0,58	0,003	0,061	0,000533	5,845
Ex-000186-016	2b	nước HBr	2000	93,3	3000	88,6	0,8	0,0037	0,061	0,000539	6,175

*P = 130 psig (896,3 kPa), CO_x (mol/phút) = CO (mol/phút) + CO₂ (mol/phút).

Bảng 2. Kết quả thu được từ các phản ứng bán liên tục sử dụng nguyên liệu 5-AMF*

Mã phản ứng	Ví dụ	Nồng độ Co (ppmw)	Nồng độ Mn (ppmw)	Nồng độ Br (ppmw)	Nhiệt độ (°C)	Hiệu suất FDCA (%)	Hiệu suất FFCA (%)	CO (tổng mol)	CO ₂ (tổng mol)	CO _x (mol/phút)	Màu (b')
186-026	2a	2500	116,8	2500	130	88,2	0,25	0,0052	0,08	0,00071	4,4
186-044	2b	2000	93,5	3000	130	90,2	0,16	0,005	0,046	0,000425	6,8

*P = 130 psig (896,3 kPa), CO_x (mol/phút) = CO (mol/phút) + CO₂ (mol/phút).

Bảng 3. Kết quả thu được từ các phản ứng bán liên tục sử dụng nguyên liệu 5-EMF*

Mã phản ứng	Ví dụ	Nồng độ Co (ppmw)	Nồng độ Mn (ppmw)	Nồng độ Br (ppmw)	Nhiệt độ (°C)	Hiệu suất FDCA (%)	Hiệu suất FFCA (%)	Hiệu suất EFCA (%)	CO (tổng mol)	CO ₂ (tổng mol)	CO _x (mol/phút)	màu (b')
186-028	3a	2500	116,8	2500	130	88,8	0,02	0,225	0,008	0,068	0,00063333	3,97
186-031	3b	2000	93,5	3000	130	88,0	0,09	0,43	0,008	0,078	0,00071667	2,48
186-034	3c	2000	93,5	3000	105	86,0	2,92	1,4	0,005	0,046	0,000425	6,66
186-038	3d	2500	116,8	2500	130	87,4	0,42	1,3	0,009	0,064	0,00060833	2,74

*P= 130 psig (896,3 kPa), CO_x (mol/phút) = CO (mol/phút) + CO₂ (mol/phút).

Phạm vi yêu cầu bảo hộ không chỉ giới hạn ở các phương án nêu trên

Các dạng ưu tiên của sáng chế nêu ở phần trên chỉ được sử dụng để minh họa, chứ không được sử dụng để tạo ra giới hạn khi giải thích phạm vi của sáng chế này. Các phương án được lấy làm ví dụ nêu trên có thể được cải biến một cách dễ dàng bởi chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật này mà không vượt ra ngoài phạm vi của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tạo ra dòng nước cái tẩy tạp, bao gồm các bước:
 - (a) đưa dòng nước cái vào vùng thu hồi dung môi để tạo ra dòng phế liệu giàu tạp chất, trong đó dòng nước cái này được tạo ra trong quá trình oxy hóa 5-HMF để thu được huyền phù axit carboxylic thô chứa axit furan-2,5-dicarboxylic;
 - (b) dẫn một phần dòng phế liệu giàu tạp chất này tới vùng tách rắn-lỏng để tạo ra dòng nước cái tẩy tạp.
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước dẫn một phần dòng nước cái này tẩy tạp vào vùng hòa trộn để tạo ra dòng liệu chiết.
3. Quy trình theo điểm 2, trong đó quy trình này còn bao gồm bước dẫn dòng liệu chiết này vào vùng chiết để tạo ra dòng tẩy tạp và dòng chất chiết.
4. Quy trình theo điểm 3, trong đó vùng thu hồi dung môi gồm ít nhất một thiết bị làm bay hơi.
5. Quy trình theo điểm 4, trong đó dòng phế liệu giàu tạp chất là huyền phù đặc có hàm lượng phần chất rắn lớn hơn 10% khối lượng.
6. Quy trình theo điểm 4, trong đó dòng phế liệu giàu tạp chất là huyền phù đặc có hàm lượng phần chất rắn lớn hơn 30% khối lượng.

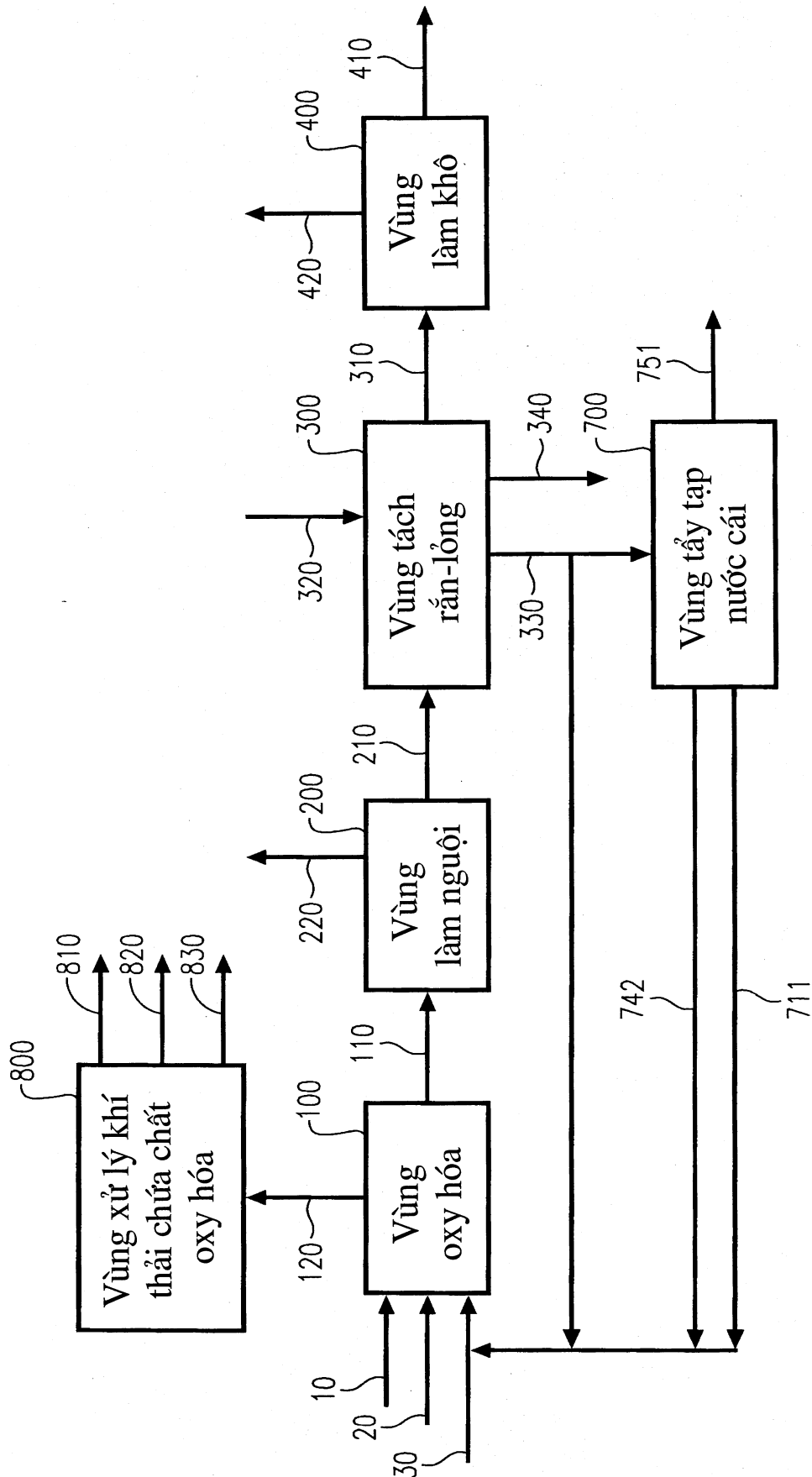


FIG.1

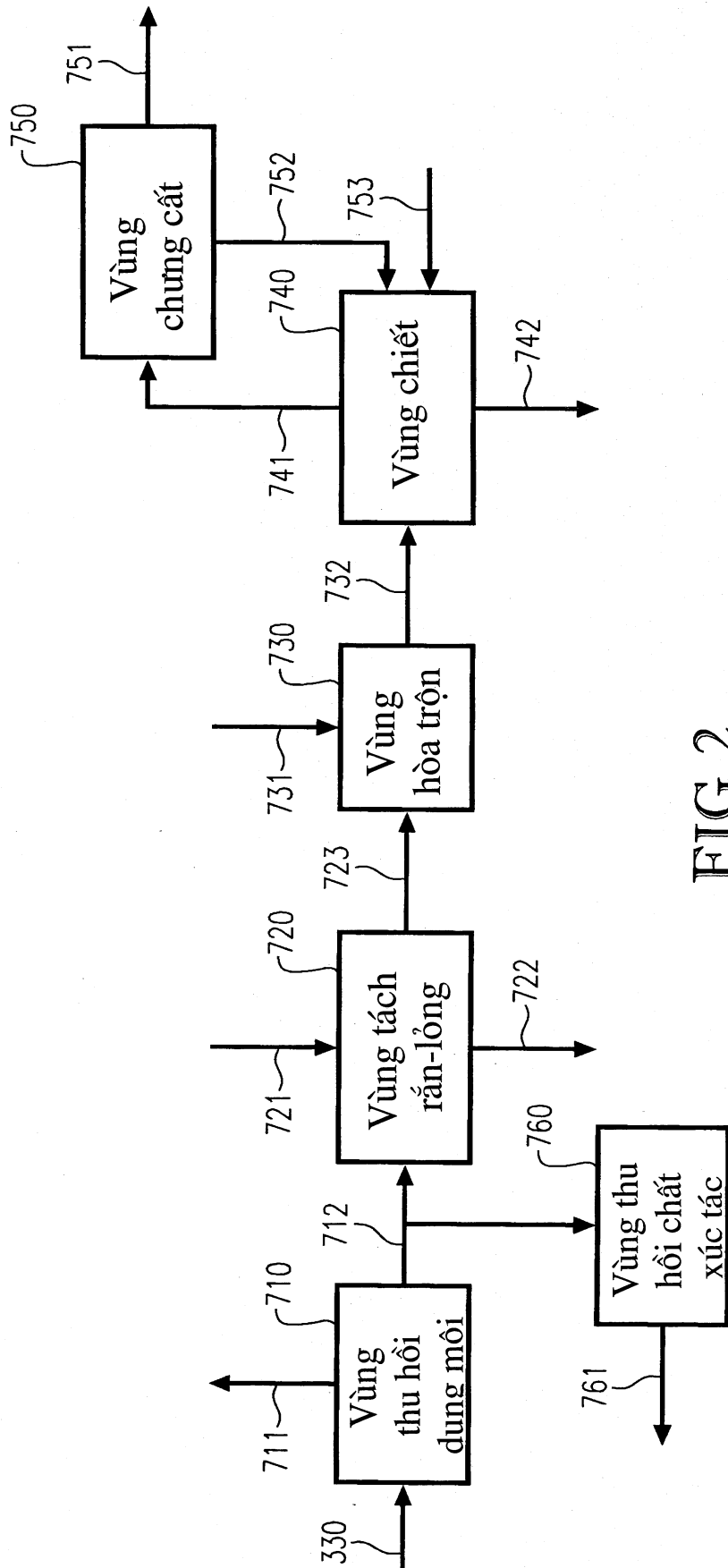


FIG. 2