



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0039510

(51)^{2020.01} C08G 65/26

(13) B

(21) 1-2020-07281 (22) 27/09/2019
(86) PCT/CN2019/108647 27/09/2019 (87) WO 2020/063900 02/04/2020
(30) 201811134936.8 27/09/2018 CN
(45) 25/04/2024 433 (43) 26/07/2021 400
(73) Jiahua Chemicals (Fushun) New Material Co. Ltd. (CN)
No. 3 Qilong East Street, Dongzhou District, Fushun, Liaoning, 113000 China
(72) MA, Caifeng (CN); LAI, Ke (CN); LI, Yubo (CN).
(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Vàng (GINTASSET CO., LTD.)

(54) QUY TRÌNH TỔNG HỢP ĐỂ SẢN XUẤT TRONG MỘT BƯỚC POLYETE
MONOME DÙNG CHO CHẤT KHỬ NƯỚC AXIT POLYCARBOXYLIC

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic, trong đó polyete monome được tổng hợp trong một bước bằng cách trộn chất khơi mào và chất xúc tác ở một nhiệt độ và áp suất, và tiếp đó đưa hỗn hợp này vào bình phản ứng cùng với epoxit ở tỷ lệ nhất định để polyme hóa mở vòng. Quy trình tổng hợp theo sáng chế thực hiện việc sản xuất liên tục mà không cần tổng hợp trước tiên chất tiền polyme và tiếp đó tổng hợp polyete monome phân tử lớn theo từng bước, nhờ đó cải thiện hiệu quả sản xuất, bằng cách tách bốn công đoạn, tức là thay thế, polyme hóa, hóa rắn và trung hòa, trong quy trình monome hóa sản phẩm polyete thông thường, sáng chế kiểm soát hiệu quả hơn mỗi công đoạn và tăng hiệu quả sử dụng của bình phản ứng; ngoài ra, quy trình này dễ kiểm soát, cấu trúc của sản phẩm là ổn định và mức giữ liên kết đôi là cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực tổng hợp polyete, và cụ thể hơn đề cập đến quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Dưới dạng vật liệu xây dựng không thể thiếu hiện nay, bê tông đã đi vào thời kỳ thương mại hóa và đặc tính cao. Sự thương mại hóa và đặc tính cao của bê tông được lợi từ các chất phụ gia bê tông, trong số đó yếu tố chính và quan trọng nhất là chất khử nước. Chất khử nước axit polycarboxylic, mà là mới và thân thiện với môi trường có đặc tính cao, là thế hệ chất khử nước tốt nhất và triển vọng nhất. Chúng có khả năng phân tán mạnh, và một lượng nhỏ có thể cho thấy hiệu suất khử nước cao trong việc ứng dụng công nghệ, không chỉ tạo ra độ lỏng cao của bê tông mà còn cải thiện cấu trúc lỗ xốp và độ rắn chắc của bê tông và kiểm soát tổn hao sụt của bê tông.

Chất khử nước polycarboxylat là polyme dạng lược phân tử thấp có tính chất lưỡng tính, thường được tổng hợp bằng cách copolyme hóa monome của ete alkenyl alkylen polyoxyetylen đầu cuối với các liên kết đôi đầu cuối và monome phân tử nhỏ axit carboxylic chưa no với sự có mặt của chất khơi mào, vì vậy polyete monome là nguyên liệu cơ bản dùng cho ngành công nghiệp chất khử nước axit polycarboxylic.

Hiện nay, polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic được sản xuất phần lớn bằng các phương pháp sản xuất gián đoạn truyền thống. Ví dụ, Shirui, XU và các đồng tác giả, (Shirui XU, Xin ZHAO, và Gang HAO, Study on reaction catalyst for monomeric polyether for polycarboxylic acid water-reducing agent [J]. Henan Chemical Industry, 2016, 33(10): 24-26.) mô tả thử nghiệm tổng hợp polyete monome dùng cho chất khử nước axit

polycarboxylic, bao gồm các bước sau: 1) điều chế chất xúc tác, và trộn đồng đều chất xúc tác này với rượu metalylic trong bình phản ứng; 2) điều chế hợp chất trung gian bằng cách đưa etylen oxit vào bình phản ứng; 3) tiếp tục bổ sung chất xúc tác vào bình phản ứng, và đưa toàn bộ etylen oxit còn lại vào bình phản ứng để thu được hỗn hợp, và cho hỗn hợp này qua bước giảm áp và hóa rắn để thu được polyete monome. Phương pháp sản xuất gián đoạn theo truyền thống này không thể đạt được sự tổng hợp một bước và sản xuất liên tục, vì phương pháp này yêu cầu tổng hợp trước tiên chất tiền polyme có trọng lượng phân tử thấp, và tiếp đó sử dụng chất tiền polyme làm nguyên liệu để lặp lại toàn bộ quy trình polyme hóa để tổng hợp polyete monome có trọng lượng phân tử thấp. Bởi vậy, phương pháp sản xuất gián đoạn theo truyền thống có hiệu quả sản xuất thấp, đi kèm với một loạt các vấn đề như chất lượng sản phẩm không ổn định và nhóm monome cao. Đối với các vấn đề này, một số nhà nghiên cứu đã tiến hành các cải tiến. Ví dụ, đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Trung Quốc số CN105273181A mô tả quy trình liên tục để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic, trong đó, rượu chưa no, ete của rượu chưa no hoặc amin chưa no được sử dụng làm các nguyên liệu để thực hiện việc polyme hóa epoxit trong nhiều bình phản ứng để thực hiện việc tổng hợp liên tục trong các điều kiện gồm nhiệt độ nhất định, áp suất nhất định và chất xúc tác để thu được sản phẩm. Mặc dù công nghệ này thực hiện việc sản xuất liên tục, nhưng công nghệ này được thực hiện bằng cách bổ sung thiết bị trên cơ sở phương pháp gián đoạn, làm tăng tính phức tạp của quy trình, và không thoát khỏi phương pháp tạo ra chất tiền polyme trước tiên và tiếp đó polyme hóa thành monome polyete phân tử lớn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết bởi sáng chế là khắc phục vấn đề rằng giải pháp kỹ thuật đã biết yêu cầu tổng hợp chất tiền polyme trước tiên và tiếp đó tổng hợp dần monome polyete phân tử lớn, và rằng giải pháp kỹ thuật đã biết có hiệu quả sản xuất thấp, chất lượng sản phẩm không ổn định, các nhóm

monome cao, và rằng giải pháp kỹ thuật đã biết không thể thực hiện sản xuất liên tục.

Với mục đích này, sáng chế đề xuất quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic, bao gồm các bước sau:

1) điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách trộn nguyên liệu với chất xúc tác trong môi trường không chứa oxy;

2) đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và epoxit vào bình phản ứng trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và epoxit được trộn và phản ứng để tạo ra hỗn hợp thứ hai; và

3) cho hỗn hợp thứ hai qua bước hóa rắn, loại khí, và trung hòa để thu được sản phẩm polyete monome.

Tốt hơn nếu quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic bao gồm các bước sau:

1) điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung nguyên liệu và chất xúc tác vào bình phản ứng A, và thay thế không khí trong bình phản ứng bằng N_2 có độ tinh khiết cao trong chân không;

2) đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và epoxit vào bình phản ứng B theo hệ số tỷ lệ nhất định trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và epoxit được trộn và phản ứng để tạo ra hỗn hợp thứ hai; và

3) đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C để thực hiện việc hóa rắn và loại khí để thu được hỗn hợp thứ ba; và đưa hỗn hợp thứ ba và axit carboxylic vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa để thu được sản phẩm polyete monome.

Tốt hơn nếu nguyên liệu được chọn từ nhóm gồm rượu chưa no, ete của rượu chưa no và amin chưa no.

Tốt hơn nữa nếu nguyên liệu được chọn từ nhóm gồm rượu allylic, rượu metalylic, rượu isopentenyllic, rượu crotonylic, heptenal, ete glycol của rượu allylic, ete glycol của rượu metalylic, ete 4-hydroxybutyl vinyl, rượu 4-hydroxybutyl metalylic, alylamin, dialylamin, metalylamin, etyl alylamin và các

chất đồng đẳng của chúng, gồm các isome của các chất đồng đẳng của chúng.

Tốt hơn nếu epoxit là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm gồm etylen oxit, propylen oxit và butylen oxit.

Tốt hơn nếu chất xúc tác là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm gồm kim loại kiềm, kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm hydrua, kim loại kiềm thổ hydroxit, kim loại kiềm alkoxy, kim loại kiềm thổ oxit và chất xúc tác kiềm hữu cơ.

Tốt hơn nữa nếu chất xúc tác là như sau: kim loại kiềm là natri hoặc kali; kim loại kiềm hydroxit là kali hydroxit, natri hydroxit hoặc lithi hydroxit; kim loại kiềm hydrua là natri hydrua hoặc kali hydrua; kim loại kiềm thổ hydroxit là magie hydroxit hoặc canxi hydroxit; kim loại kiềm alkoxy là natri metoxit, natri etoxit, kali metoxit hoặc kali glyxerolat; kim loại kiềm thổ oxit là magie oxit hoặc canxi oxit; và chất xúc tác kiềm hữu cơ là etanolamin, dietanolamin, trietanolamin, dimetylamin, trimetylamin, dietylamin hoặc trietylamin.

Tốt hơn nếu trong bước 1), hỗn hợp thứ nhất được gia nhiệt đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 100°C, và tốt hơn nếu đến nhiệt độ 80°C.

Tốt hơn nếu trong bước 1), không khí trong bình phản ứng được thay thế bằng N₂ có độ tinh khiết cao trong chân không, và N₂ được đưa vào liên tục để đạt đến áp suất nằm trong khoảng từ 0,2 MPa đến 0,5 MPa, tốt hơn là 0,3 MPa, trong bình phản ứng.

Tốt hơn nếu trong bước 2), hỗn hợp thứ nhất và epoxit được phản ứng ở nhiệt độ trong khoảng từ 100°C đến 125°C và áp suất trong khoảng từ 0MPa < P ≤ 0,4MPa.

Tốt hơn nếu trong bước 2), hỗn hợp thứ nhất được đưa vào bình phản ứng ở tốc độ trong khoảng từ 30 kg/giờ đến 150 kg/giờ.

Tốt hơn nếu trong bước 3), việc hóa rắn và loại khí đều được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 100°C đến 125°C, và việc trung hòa được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 70°C đến 100°C.

Tốt hơn nếu trong bước 3), việc trung hòa được thực hiện bằng axit axetic băng.

Tốt hơn nếu tỷ lệ mol giữa nguyên liệu với epoxit là 1: (21 đến 112); tốt hơn là 1:(50 đến 71). Tỷ lệ mol giữa nguyên liệu với epoxit trong hệ phản ứng sẽ tác động đến tốc độ polyme hóa của toàn bộ hệ, và tác động đến trọng lượng phân tử, độ tinh khiết và đặc tính của sản phẩm.

Tốt hơn nếu chất xúc tác chiếm từ 0,02% đến 0,08%, tốt hơn là 0,04% tổng lượng vật liệu cấp.

Dưới dạng thành phần quan trọng của bê tông đặc tính cao, các chất khử nước axit polycarboxylic đã nhận được sự chú ý gia tăng. Do đó, cách thiết kế quy trình tổng hợp mà có thể sản xuất liên tục các sản phẩm có đặc tính cao, chất lượng ổn định và khó khăn vận hành thấp có ý nghĩa thực tiễn quan trọng đối với sự phát triển của ngành vật liệu xây dựng. Theo sáng chế, hỗn hợp thứ nhất và epoxit được trộn trong quá trình đưa chúng vào bình phản ứng, sao cho phản ứng được hoàn thành tức thời, và việc sản xuất trong một bước sản phẩm đích được hoàn thành bằng cách kiểm soát tỷ lệ và tốc độ của các chất phản ứng đưa vào. Bởi vậy, bốn bước bao gồm thay thế, polyme hóa, hóa rắn và trung hòa có trong quy trình sản xuất thông thường đối với polyete monome được tách ra, giúp kiểm soát mỗi bước và có thể tăng hiệu quả sử dụng của bình phản ứng. Bằng cách giới hạn nhiệt độ của bình phản ứng A có thể cho phép trộn tốt hơn nguyên liệu và chất xúc tác và có thể gia nhiệt sơ bộ chúng để thúc đẩy phản ứng. Áp suất của bình phản ứng A được thiết lập dưới dạng áp suất dương, một mặt có thể đảm bảo độ kín của bình phản ứng, và mặt khác có thể thực hiện việc chuyển vật liệu từ bình phản ứng A đến bình phản ứng B nhờ áp suất và kiểm soát tốc độ truyền. Nhiệt độ phản ứng tác động trực tiếp đến tốc độ polyme hóa mở vòng của epoxit, và cũng có tác động lớn đến chất lượng sản phẩm. Nhiệt độ của bình phản ứng B được kiểm soát nằm trong khoảng từ 100°C đến 125°C và áp suất được kiểm soát nằm trong khoảng từ 0MPa $P \leq 0,4\text{MPa}$, có thể khiến cho phản ứng ổn định và có thể kiểm soát, và có thể thực hiện việc sản xuất liên tục theo nghĩa thực. Ngoài ra, lượng chất xúc tác đóng vai trò quan trọng trong quá trình phản ứng. Lượng chất xúc tác dư sẽ khiến cho phản ứng quá nhanh, tạo ra sự tỏa nhiệt, và cần làm nguội liên tục để kiểm soát nhiệt độ phản ứng, và cũng

sẽ dẫn đến sự tăng sản phẩm phụ. Lượng chất xúc tác quá nhỏ sẽ làm giảm tốc độ phản ứng, dẫn đến phản ứng không hoàn tất, và tăng thời gian xử lý và chi phí. Lượng chất xúc tác trong sáng chế ít hơn nhiều lượng chất xúc tác trong giải pháp kỹ thuật đã biết, mà được xác định bởi bản thân quy trình. Việc đưa vào đồng thời nguyên liệu và epoxit ở tỷ lệ nhất định để thực hiện sự tổng hợp một bước có thể cải thiện lớn tốc độ sử dụng và hiệu quả xúc tác của chất xúc tác.

So với giải pháp kỹ thuật đã biết, sáng chế có các ưu điểm sau:

1. Sáng chế đề xuất quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic. Trước tiên, hỗn hợp thứ nhất được điều chế bằng cách trộn nguyên liệu với chất xúc tác trong môi trường không chứa oxy, và tiếp đó hỗn hợp thứ nhất và epoxit được đưa đồng thời vào bình phản ứng trong môi trường không chứa oxy. Điều quan trọng nhất đó là hỗn hợp thứ nhất và epoxit được trộn trong quá trình đưa vào. Hỗn hợp thứ nhất và epoxit có thể được đưa vào theo kiểu cùng dòng, vì vậy hỗn hợp thứ nhất và epoxit được trộn lẫn và phản ứng trong quá trình cấp liệu cùng dòng. Sáng chế thực hiện việc tổng hợp một bước polyete monome bằng cách đưa đồng thời hỗn hợp của nguyên liệu và chất xúc tác và epoxit ở tỷ lệ nhất định vào bình phản ứng, sao cho các nguyên liệu phản ứng trong quá trình trộn, bởi vậy thực hiện việc tổng hợp một bước polyete monome. Không cần tổng hợp trước tiên chất tiền polyme và tiếp đó tổng hợp monome polyete phân tử lớn theo từng bước, vì vậy hiệu quả sản xuất được cải thiện trong sáng chế. Ngoài ra, quy trình này là đơn giản, và sản phẩm điều chế có cấu trúc ổn định và tỷ lệ duy trì liên kết đôi cao.

2. Quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic có thể thực hiện việc sản xuất liên tục. Việc đưa đồng thời hỗn hợp và epoxit ở tỷ lệ nhất định vào bình phản ứng A có thể khiến cho chúng phản ứng đồng thời mà cũng có thể đạt được mục đích phản ứng liên tục. Theo giải pháp kỹ thuật đã biết, một lượng nhất định của nguyên liệu được đưa vào trước tiên, và tiếp đó một phần epoxit được đưa vào để tạo ra hợp chất trung gian, và tiếp đó epoxit được tiếp tục đưa vào để phản ứng, vì vậy

sản phẩm không thể được tổng hợp trực tiếp. Tuy nhiên, theo sáng chế, nguyên liệu và epoxit được đưa vào đồng thời, bởi vậy phản ứng diễn ra tức thời, và trọng lượng phân tử cần thiết có thể thu được trực tiếp không có hợp chất trung gian. Sản phẩm được tạo ra liên tục và các chỉ số đặc tính là ổn định hơn.

3. Quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic có thể thực hiện việc điều chế polyete monome có trọng lượng phân tử có thể kiểm soát được. Quy trình này được tiến hành chủ yếu bằng cách đưa đồng thời nguyên liệu và epoxit vào bình phản ứng B, và kiểm soát trọng lượng phân tử bằng cách điều chỉnh tốc độ cấp liệu của nguyên liệu và epoxit. Ngoài ra, polyete có trọng lượng phân tử tương ứng được tổng hợp trực tiếp chỉ trong bình phản ứng B, và không cần sử dụng nhiều bình phản ứng.

4. Quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic có thể thực hiện việc điều chỉnh có thể kiểm soát với mỗi bước trong phản ứng. Bằng cách tách bốn công đoạn, tức là thay thế, polyme hóa, hóa rắn và trung hòa có trong quy trình monome hóa sản phẩm polyete lần lượt thành bốn bình phản ứng A, B, C, D, các bình phản ứng dùng cho các bước khác nhau được bố trí riêng biệt, không chỉ có thể kiểm soát mỗi công đoạn hiệu quả hơn, mà còn có thể tăng hiệu quả sử dụng của bình phản ứng, bởi vậy vài thiết bị không hoạt động. Hơn nữa, số bình phản ứng được trang bị với mỗi bình phản ứng có thể là khác nhau theo các điều kiện chu trình khác nhau trong mỗi bình phản ứng, nhằm đạt được mục đích có được năng suất tối đa với số bình phản ứng tối thiểu.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án sau được đưa ra để hiểu sáng chế tốt hơn, mà không chỉ giới hạn ở phương án tốt nhất, và không có nghĩa là giới hạn nội dung và phạm vi bảo hộ của sáng chế. Sản phẩm bất kỳ giống hoặc tương tự với sáng chế thu được bằng cách kết hợp các dấu hiệu của giải pháp kỹ thuật đã biết và các dấu hiệu của sáng chế đều nằm trong phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Nếu các bước hoặc điều kiện thử nghiệm cụ thể không được xác định trong các phương án này, thì có thể được thực hiện theo các bước thử nghiệm thông thường được mô tả trong giải pháp kỹ thuật đã biết. Các chất phản ứng hoặc thiết bị được sử dụng mà không thể hiện nhà sản xuất đều là các sản phẩm chất phản ứng thông thường có bán trên thị trường.

Phương án 1

Điều chế ete polyoxyetylen của rượu metalylic

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 1350 kg rượu metalylic và 20 kg natri metal vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,3 MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $80^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 50 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1:53, và tổng lượng 43650 kg etylen oxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $100^\circ C$ đến $120^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $0 < P \leq 0,4$ MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ trong khoảng từ $110^\circ C$ đến $120^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ dưới $100^\circ C$, đưa 55 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, và làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $80^\circ C$ khi dung dịch nước chứa 1% ete polyoxyetylen của rượu metalylic có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete polyoxyetylen của rượu metalylic.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn dạng phiến màu trắng hoặc trắng sữa và có độ màu ≤ 50 Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có lượng nước $\leq 0,15\%$, trị số hydroxyl trong khoảng từ 22,4 mgKOH/g đến 24,4 mgKOH/g, trị số độ pH trong khoảng từ 6,0 đến 7,0, và tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 96,5\%$.

Phương án 2

Điều chế ete isopentenol polyoxyetylen

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 1600 kg isopentenol và 20 kg natri kim loại vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,3 MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $80^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 80 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1:52,5, và tổng lượng 43000 kg etylen oxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $105^\circ C$ đến $110^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $0 < P \leq 0,4$ MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ trong khoảng từ $105^\circ C$ đến $110^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ dưới $100^\circ C$, và đưa 55 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, và làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $80^\circ C$ khi dung dịch nước chứa 1% ete isopentenol polyoxyetylen có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete isopentenol polyoxyetylen.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn dạng phiến màu trắng hoặc trắng sữa và có độ màu ≤ 50 #Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có trị số hydroxyl trong khoảng từ 22,4 mgKOH/g đến 24,4 mgKOH/g, lượng nước $\leq 0,15\%$, trị số độ pH trong khoảng từ 5,5 đến 7, và tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 96,5\%$.

Phương án 3

Điều chế ete isopentenol polyoxyetylen

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 3870 kg isopentenol và 20 kg natri metal vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,3 MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $80^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit vào bình phản ứng B, trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 150 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1:21, và tổng lượng 41130 kg etylen oxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $105^\circ C$ đến $110^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $0 < P \leq 0,4$ MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ trong khoảng từ $105^\circ C$ đến $110^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ dưới $100^\circ C$, và đưa 55 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, và làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $80^\circ C$ khi dung dịch nước chứa 1% ete isopentenol polyoxyetylen có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete isopentenol polyoxyetylen.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn màu trắng và có độ màu ≤ 50 #Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có trị số hydroxyl trong khoảng từ 55,7 mgKOH/g đến 57,7 mgKOH/g, trị số độ pH trong khoảng từ 5,0 đến 7, và tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 96,5\%$.

Phương án 4

Điều chế ete polyoxyetylen của rượu metalylic

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 1080 kg rượu metalylic và 20 kg natri metal vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,3 MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $80^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 30 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1:66, và tổng lượng 43920 kg etylen oxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $100^\circ C$ đến $120^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $0 < P \leq 0,35$ MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ trong khoảng từ $110^\circ C$ đến $120^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ dưới $100^\circ C$, và đưa 55 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, và làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $80^\circ C$ khi dung dịch nước chứa 1% ete polyoxyetylen của rượu metalylic có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete polyoxyetylen của rượu metalylic.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn dạng phiến màu trắng hoặc trắng sữa và có độ màu ≤ 50 #Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có trị số hydroxyl trong khoảng từ 17,5 mgKOH/g đến 18,7 mgKOH/g, lượng nước $\leq 0,15\%$, và trị số độ pH trong khoảng từ 6,0 đến 7,0.

Phương án 5

Điều chế ete polyoxyetylen của rượu metalylic

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 1350 kg rượu metalylic và 35 kg natri hydrua vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,3 MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $80^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 60 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1:53, và tổng lượng 43650 kg etylen oxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $100^\circ C$ đến $120^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $0 < P \leq 0,4$ MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ trong khoảng từ $110^\circ C$ đến $120^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ dưới $100^\circ C$, và đưa 92 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $80^\circ C$ khi dung dịch nước chứa 1% ete polyoxyetylen của rượu metalylic có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete polyoxyetylen của rượu metalylic.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn dạng phiến màu trắng hoặc trắng sữa và có độ màu ≤ 50 #Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có lượng nước $\leq 0,15\%$, trị số hydroxyl trong khoảng từ 22,4 mgKOH/g đến 24,4 mgKOH/g, trị số độ pH trong khoảng từ 6,0 đến 7,0, và tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 96,5\%$.

Phương án 6

Điều chế ete alylamin polyoxyetylen

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 1070 kg alylamin và 18 kg natri kim loại vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,3MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $80^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 30 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1:53, và tổng lượng 43650 kg etylen oxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $100^\circ C$ đến $120^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $0 < P \leq 0,4$ MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ trong khoảng từ $110^\circ C$ đến $120^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ dưới $100^\circ C$, và đưa 48 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, và làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $80^\circ C$ khi dung dịch nước chứa 1% ete alylamin polyoxyetylen có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete alylamin polyoxyetylen.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn dạng phiến màu trắng hoặc trắng sữa và có độ màu ≤ 50 #Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có lượng nước $\leq 0,15\%$, trị số hydroxyl trong khoảng từ 22,4 mgKOH/g đến 24,4 mgKOH/g, trị số độ pH trong khoảng từ 6,0 đến 7,0, và tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 96,5\%$.

Phương án 7

Điều chế ete isopentenol polyoxyetylen polyoxypropylen

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 3870 kg isopentenol và 20 kg natri kim loại vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,3MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $80^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và epoxit (bao gồm etylen oxit và propylen oxit ở tỷ lệ mol bằng 2,86:1) vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và epoxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 100 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và epoxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1:19, và tổng lượng 41130 kg epoxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $105^\circ C$ đến $110^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B nằm trong khoảng từ $0 < P \leq 0,4$ MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ trong khoảng từ $105^\circ C$ đến $110^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ dưới $100^\circ C$, và đưa 92 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $80^\circ C$ khi dung dịch nước chứa 1% ete isopentenol polyoxyetylen polyoxypropylen có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete isopentenol polyoxyetylen polyoxypropylen.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với epoxit đề cập đến tỷ lệ mol

giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với epoxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất lỏng trong suốt không màu đến có màu vàng nhạt, và có độ màu ≤ 50 Pt-Co, trị số hydroxyl trong khoảng từ 21 mgKOH/g đến 25 mgKOH/g, mức chua no $\geq 0,37$ mgKOH/g, tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 90\%$, và trị số độ pH (đối với dung dịch nước chứa 1% ete isopentenol polyoxyetylen polyoxypropylen) trong khoảng từ 5 đến 7.

Phương án 8

Điều chế ete metalyamin polyoxybuten

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 1350g metalyamin, 5 g natri hydroxit và 5g magie hydroxit vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,2 MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $70^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và butylen oxit vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và butylen oxit được trộn, và giữ tỷ lệ mol giữa metalyamin với butylen oxit bằng 1:31,5, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 30 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và butylen oxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1: 31,5, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B đến $100^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B đến 0,2 MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ $120^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $90^\circ C$, và đưa 30 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, và làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ $70^\circ C$ khi dung dịch nước chứa 1%

ete metalyamin polyoxybuten có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete metalyamin polyoxybuten.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với butylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với butylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn dạng phiến màu trắng hoặc trắng sữa và có độ màu ≤ 40 #Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có lượng nước $\leq 0,08\%$, trị số hydroxyl trong khoảng từ 24,2 mgKOH/g, trị số độ pH bằng 6,5, và tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 97,5\%$.

Phương án 9

Điều chế ete polyoxyetylen ete glycol của rượu allylic

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 408g ete glycol của rượu allylic, 10 g dietanolamin và 20 g kali kim loại vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N_2 có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N_2 vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,4 MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ $90^\circ C$.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 30 kg/giờ, và hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được đưa vào ở tỷ lệ mol bằng 1:53, và tổng lượng 9328 g etylen oxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B đến $110^\circ C$, và áp suất của bình phản ứng B đến 0,1 MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ $115^\circ C$ trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội nhiệt độ xuống $90^\circ C$, và đưa 40 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút, và làm nguội

bình phản ứng D đến nhiệt độ 70°C khi dung dịch nước chứa 1% ete polyoxyetylen ete glycol của rượu alylic có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete polyoxyetylen ete glycol của rượu alylic.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn dạng phiến màu trắng hoặc trắng sữa và có độ màu ≤ 30 #Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có lượng nước $\leq 0,10\%$, trị số hydroxyl trong khoảng từ 23,02 mgKOH/g, trị số độ pH bằng 6,8, và tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 98,0\%$.

Phương án 10

Điều chế ete polyoxyetylen của rượu metalylic

(1) Điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách bổ sung 1350 kg rượu metalylic và 20 kg natri kim loại vào bình phản ứng A, thay thế không khí trong bình phản ứng A bằng N₂ có độ tinh khiết cao, tiếp tục đưa N₂ vào cho đến khi áp suất của bình phản ứng A bằng 0,5 MPa, và gia nhiệt bình phản ứng A đến nhiệt độ 100°C.

(2) Đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit vào bình phản ứng B trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và etylen oxit được trộn, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào ở tốc độ 30 kg/giờ, và etylen oxit được đưa vào ở tốc độ 970 kg/giờ, và tổng lượng 43650 g etylen oxit được đưa vào, tiếp đó điều chỉnh nhiệt độ của bình phản ứng B đến 120°C, và áp suất của bình phản ứng B đến 0,4 MPa, và phản ứng để thu được hỗn hợp thứ hai.

(3) Đưa hỗn hợp thứ hai vào bình phản ứng C trong đó hỗn hợp thứ hai được hóa rắn dưới áp suất giảm ở nhiệt độ 110°C trong 1 giờ để thu được hỗn hợp đã hóa rắn, loại khí hỗn hợp đã hóa rắn dưới chân không trong 30 phút để thu được hỗn hợp thứ ba. Đưa hỗn hợp thứ ba vào bình phản ứng D, làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ 80°C, và đưa 55 kg axit axetic băng vào bình phản ứng D để thực hiện phản ứng trung hòa trong thời gian phản ứng 30 phút,

và làm nguội bình phản ứng D đến nhiệt độ 70°C khi dung dịch nước chứa 1% ete polyoxyetylen của rượu metalylic có trị số độ pH nhỏ hơn 7,00, bởi vậy thu được ete polyoxyetylen của rượu metalylic.

Trong đó, tỷ lệ mol giữa hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit đề cập đến tỷ lệ mol giữa nguyên liệu trong hỗn hợp thứ nhất với etylen oxit, tức là, lượng chất xúc tác được bỏ qua vì lượng của nó là rất nhỏ trong sản xuất công nghiệp.

Mẫu thử cắt lát được thử nghiệm và các kết quả là như sau: sản phẩm là chất rắn dạng phiến màu trắng hoặc trắng sữa và có độ màu ≤ 40 Pt-Co khi sản phẩm được nung chảy, và sản phẩm có lượng nước $\leq 0,13\%$, trị số hydroxyl trong khoảng từ 23,4 mgKOH/g, trị số độ pH bằng 6,3, và tỷ lệ duy trì liên kết đôi $\geq 98,0\%$.

Rõ ràng là các phương án nêu trên chỉ là các ví dụ được minh họa để mô tả rõ ràng sáng chế, chứ không phải giới hạn các cách thực hiện của nó. Đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, các thay đổi và cải biến khác nhau theo các dạng khác nhau có thể được tiến hành trên cơ sở phân mô tả nêu trên. Không cần và không thể liệt kê hết tất cả các cách thực hiện ở đây. Tuy nhiên, các thay đổi hoặc cải biến hiển nhiên bất kỳ xuất phát từ phân mô tả nêu trên được dự tính là đều nằm trong phạm vi bảo hộ của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tổng hợp để sản xuất trong một bước polyete monome dùng cho chất khử nước axit polycarboxylic, bao gồm các bước sau:

1) điều chế hỗn hợp thứ nhất bằng cách trộn nguyên liệu với chất xúc tác trong môi trường không chứa oxy;

2) đưa đồng thời hỗn hợp thứ nhất và epoxit vào bình phản ứng trong môi trường không chứa oxy, trong đó hỗn hợp thứ nhất và epoxit được trộn và phản ứng để tạo ra hỗn hợp thứ hai, trong đó hỗn hợp thứ nhất được đưa vào bình phản ứng ở tốc độ trong khoảng từ 30 kg/giờ đến 150 kg/giờ; và

3) cho hỗn hợp thứ hai qua bước hóa rắn, loại khí, và trung hòa để thu được sản phẩm polyete monome.

2. Quy trình tổng hợp theo điểm 1, trong đó nguyên liệu được chọn từ nhóm gồm rượu chưa no, ete của rượu chưa no và amin chưa no.

3. Quy trình tổng hợp theo điểm 1, trong đó epoxit là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm gồm etylen oxit, propylen oxit và butylen oxit.

4. Quy trình tổng hợp theo điểm 1, trong đó chất xúc tác là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm gồm kim loại kiềm, kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm hydrua, kim loại kiềm thổ hydroxit, kim loại kiềm alkoxy, kim loại kiềm thổ oxit và chất xúc tác kiềm hữu cơ.

5. Quy trình tổng hợp theo điểm 1, trong đó trong bước 1), hỗn hợp thứ nhất được gia nhiệt đến nhiệt độ trong khoảng từ 70°C đến 100°C.

6. Quy trình tổng hợp theo điểm 1, trong đó, trong bước 2), hỗn hợp thứ nhất và epoxit được phản ứng ở nhiệt độ trong khoảng từ 100°C đến 125°C và áp suất nằm trong khoảng từ $0\text{MPa} < P \leq 0,4\text{MPa}$.

7. Quy trình tổng hợp theo điểm 1, trong đó, trong bước 3), việc hóa rắn và loại khí đều được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 100°C đến 125°C, và việc trung hòa được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 70°C đến 100°C.

8. Quy trình tổng hợp theo điểm 1, trong đó tỷ lệ mol giữa nguyên liệu với epoxit là 1: (21 đến 112).

9. Quy trình tổng hợp theo điểm 1, trong đó chất xúc tác chiếm từ 0,02% đến 0,08% tổng lượng vật liệu cấp.

10. Quy trình tổng hợp theo điểm 2, trong đó epoxit là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm gồm etylen oxit, propylen oxit và butylen oxit.

11. Quy trình tổng hợp theo điểm 2, trong đó chất xúc tác là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm gồm kim loại kiềm, kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm hydrua, kim loại kiềm thổ hydroxit, kim loại kiềm alkoxy, kim loại kiềm thổ oxit và chất xúc tác kiềm hữu cơ.

12. Quy trình tổng hợp theo điểm 3, trong đó chất xúc tác là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm gồm kim loại kiềm, kim loại kiềm hydroxit, kim loại kiềm hydrua, kim loại kiềm thổ hydroxit, kim loại kiềm alkoxy, kim loại kiềm thổ oxit và chất xúc tác kiềm hữu cơ.

13. Quy trình tổng hợp theo điểm 2, trong đó, trong bước 1), hỗn hợp thứ nhất được gia nhiệt đến nhiệt độ trong khoảng từ 70°C đến 100°C.

14. Quy trình tổng hợp theo điểm 3, trong đó, trong bước 1), hỗn hợp thứ nhất được gia nhiệt đến nhiệt độ trong khoảng từ 70°C đến 100°C.

15. Quy trình tổng hợp theo điểm 2, trong đó, trong bước 2), hỗn hợp thứ nhất và epoxit được phản ứng ở nhiệt độ trong khoảng từ 100°C đến 125°C và áp suất trong khoảng từ $0\text{MPa} < P \leq 0,4\text{MPa}$.

16. Quy trình tổng hợp theo điểm 2, trong đó, trong bước 3), việc hóa rắn và loại khí đều được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 100°C đến 125°C, và việc trung hòa được thực hiện ở nhiệt độ trong khoảng từ 70°C đến 100°C.

17. Quy trình tổng hợp theo điểm 2, trong đó tỷ lệ mol giữa nguyên liệu

với epoxit là 1: (21 đến 112).

18. Quy trình tổng hợp theo điểm 2, trong đó chất xúc tác chiếm từ 0,02% đến 0,08% tổng lượng vật liệu cấp.