



(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



1-0026526

(51)⁸ C07D 303/04 (13) B

-
- (21) 1-2017-03869 (22) 19/04/2016
(86) PCT/EP2016/058638 19/04/2016 (87) WO 2016/173887 03/11/2016
(30) 15165410.0 28/04/2015 EP
(45) 25/12/2020 393 (43) 25/01/2018 358A
(73) 1. Evonik Operations GmbH (DE)
Rellinghauser Straße 1-11, 45128 Essen, Germany
2. THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG (DE)
ThyssenKrupp Allee 1, 45143 Essen, Germany
(72) JAHN, Rober (CZ); WÖLL, Wolfgang (DE); JAEGER, Bernd (DE); PASCALY,
Matthias (DE).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)
-

(54) QUY TRÌNH EPOXY HÓA PROPEN

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình epoxy hóa propen bao gồm các bước: cho propen phản ứng với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit và dung môi metanol; tách propen không phản ứng và propen oxit ra khỏi hỗn hợp phản ứng thu được để thu được hỗn hợp dung môi bao gồm metanol và nước với lượng kết hợp ít nhất là 90% khối lượng; và nạp hỗn hợp dung môi này ở dạng dòng nạp vào cột chưng cất metanol vận hành liên tục ở điểm nạp nằm ở phần giữa của cột này để tạo ra sản phẩm đỉnh bao gồm ít nhất 90% khối lượng metanol và sản phẩm đáy bao gồm ít nhất 90% khối lượng nước; bổ sung chất khử bọt dạng lỏng, có độ hòa tan trong dòng nạp nhỏ hơn 10 mg/kg ở 25°C và sức căng bề mặt trên bề mặt lỏng-không khí nhỏ hơn 22 mN/m ở 20°C, ở điểm nạp hoặc bên trên điểm nạp với lượng lớn hơn độ hòa tan của chất khử bọt dạng lỏng trong dòng nạp này để kìm hãm quá trình tạo bọt trong cột chưng cất metanol.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình epoxy hóa propen bằng hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit và dung môi metanol trong đó metanol được thu hồi.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Từ EP 0 100 119 A1 đã biết quy trình epoxy hóa propen bằng hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit. Quy trình epoxy hóa thường được thực hiện với sự có mặt của dung môi metanol để có được tốc độ phản ứng cao. Việc xử lý hỗn hợp phản ứng bằng cách tách propen không phản ứng và propen oxit và sau đó chưng cất hỗn hợp gồm các thành phần chính là metanol và nước để thu hồi metanol đã được mô tả trong các giải pháp kỹ thuật đã biết, ví dụ, trong WO 01/57010, WO 02/02544, WO 02/02545, WO 2004/009566 và WO 2006/066673.

Đã phát hiện ra rằng việc vận hành cột chưng cất liên tục để tách metanol ra khỏi hỗn hợp bao gồm metanol và nước, mà hỗn hợp này thu được bằng cách tách propen không phản ứng và propen oxit ra khỏi hỗn hợp phản ứng của quá trình epoxy hóa propen bằng hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác silicalit và dung môi metanol, có thể bị cản trở bởi quá trình tạo bọt bên trong cột này, từ đó làm cho hiệu quả tách và dung tích cột bị giảm sút một cách trầm trọng. Vấn đề tạo bọt này không được phát hiện trong các giải pháp kỹ thuật đã biết. Hơn nữa, cũng đã phát hiện ra rằng quá trình tạo bọt như vậy có thể được ngăn ngừa một cách có hiệu quả bằng cách bổ sung chất khử bọt dạng lỏng có sức căng bề mặt trên bề mặt lỏng-không khí nhỏ hơn metanol và tạo ra pha lỏng riêng rẽ trong cột, ở điểm nạp hoặc bên trên điểm nạp vào cột này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình epoxy hóa propen bao gồm các bước:

a) cho propen phản ứng với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit và dung môi metanol;

b) tách propen không phản ứng và propen oxit ra khỏi hỗn hợp phản ứng thu được ở bước a) để thu được hỗn hợp dung môi bao gồm metanol và nước trong đó lượng kết hợp của metanol và nước ít nhất là 90% tính theo khối lượng; và

c) nạp hỗn hợp dung môi thu được ở bước b) ở dạng dòng nạp vào cột chưng cất metanol vận hành liên tục ở điểm nạp ở phần giữa của cột này để tạo ra sản phẩm đỉnh bao gồm ít nhất 90% khối lượng metanol và sản phẩm đáy bao gồm ít nhất 90% khối lượng nước;

trong đó chất khử bọt dạng lỏng có độ hòa tan trong dòng nạp nhỏ hơn 10 mg/kg ở 25°C và sức căng bề mặt trên bề mặt lỏng-không khí nhỏ hơn 22 mN/m ở 20°C được bổ sung vào cột chưng cất ở điểm nạp hoặc bên trên điểm nạp với lượng dư độ hòa tan của chất khử bọt dạng lỏng trong dòng nạp này.

Ở bước a) của quy trình theo sáng chế, propen được phản ứng với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit và dung môi metanol để tạo ra hỗn hợp phản ứng chứa propen oxit. Propen có thể được sử dụng làm hỗn hợp kỹ thuật với propan, tốt hơn là chứa 0,1 đến 15% thể tích propan. Hydro peroxit có thể được sử dụng làm dung dịch nước, tốt hơn là chứa 30% đến 75% khối lượng hydro peroxit và tốt nhất là 40% đến 70% khối lượng. Tốt hơn, nếu chất xúc tác titan silicalit có cấu trúc tinh thể MFI và MEL, và tốt nhất là titan silicalit-1 trong đó cấu trúc MFI đã biết từ EP 0 100 119 A1, được sử dụng. Tốt hơn, nếu chất xúc tác titan silicalit được sử dụng làm chất xúc tác tạo khuôn ở dạng hạt, chất ép đùn hoặc các thể tạo khuôn. Đối với quy trình tạo ra này, chất xúc tác có thể chứa 1% đến 99% khối lượng nguyên liệu kết dính hoặc chất mang, toàn bộ nguyên liệu kết dính và chất mang thích hợp mà không phản ứng với hydro peroxit hoặc với epoxit trong các điều kiện phản ứng đã được dùng cho quy trình epoxy hóa, tốt hơn nếu chất kết dính là silic oxit. Chất ép đùn có đường kính nằm trong khoảng từ 1 đến 5 mm, tốt hơn được sử dụng làm lớp xúc tác cố định. Dung môi metanol có thể là metanol loại kỹ thuật, dòng dung môi được thu hồi trong quá trình xử lý hỗn hợp phản ứng epoxy hóa hoặc hỗn hợp chứa cả hai loại này.

Bước a) của phản ứng epoxy hóa tốt hơn được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30°C đến 80°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C, và áp suất nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5MPa, tốt hơn nữa là nằm trong

khoảng từ 1,5 đến 3,5MPa. Tốt hơn, nếu phản ứng epoxy hóa được thực hiện cùng với việc bổ sung amoniac để cải thiện tính chọn lọc của propen oxit như được mô tả trong EP 0 230 949 A2. Tốt hơn, nếu amoniac được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 100 đến 3000ppm tính theo khối lượng của hydro peroxit. Tốt hơn, nếu quy trình epoxy hóa được thực hiện trong thiết bị phản ứng lớp cố định bằng cách cho hỗn hợp bao gồm propen, hydro peroxit và metanol đi qua lớp xúc tác cố định. Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng lớp cố định được trang bị bộ phận làm lạnh và được làm lạnh bằng môi trường làm lạnh lỏng. Profin nhiệt độ trong thiết bị phản ứng này tốt hơn được duy trì sao cho môi trường nhiệt độ làm lạnh của bộ phận làm lạnh này ít nhất là 40°C và nhiệt độ tối đa trong lớp xúc tác là 60°C, tốt hơn là 55°C. Tốt hơn, nếu hỗn hợp phản ứng epoxy hóa được cho đi qua lớp xúc tác theo chiều ngược, tốt hơn là với vận tốc bề mặt nằm trong khoảng từ 1 đến 100 m/giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 50 m/giờ, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 5 đến 30 m/giờ. Vận tốc bề mặt được xác định là tỷ lệ của tốc độ chảy theo thể tích/phần đi qua của lớp xúc tác. Ngoài ra, tốt hơn nếu cho hỗn hợp phản ứng này đi qua lớp xúc tác có vận tốc không gian của chất lỏng theo giờ (liquid hourly space velocity - LHSV) nằm trong khoảng từ 1 đến 20 giờ⁻¹, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,3 đến 15 giờ⁻¹. Đặc biệt tốt hơn, nếu duy trì được lớp xúc tác ở trạng thái tia nhỏ trong phản ứng epoxy hóa. Các điều kiện thích hợp để duy trì trạng thái tia nhỏ trong lớp trong phản ứng epoxy hóa được bộc lộ trong WO 02/085873 ở trang 8 dòng 23 đến trang 9 dòng 15. Tốt hơn, nếu propen được sử dụng với lượng dư so với hydro peroxit để thu được quá trình chuyển hóa hydro peroxit cao, thì tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit tốt hơn được chọn nằm trong khoảng từ 1,1 đến 30. Tốt hơn, nếu dung môi metanol được sử dụng trong quy trình epoxy hóa với tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 so với dung dịch hydro peroxit nước. Lượng chất xúc tác được sử dụng có thể thay đổi trong khoảng rộng và tốt hơn được chọn sao cho mức tiêu thụ hydro peroxit lớn hơn 90%, tốt hơn là lớn hơn 95%, đạt được trong thời gian từ 1 phút đến 5 giờ trong điều kiện phản ứng epoxy hóa. Hầu hết Tốt hơn, nếu phản ứng epoxy hóa được thực hiện với lớp xúc tác cố định đã được duy trì ở trạng thái tia nhỏ với áp suất gần với áp suất hơi của propen ở nhiệt độ phản ứng, bằng cách sử dụng lượng

đư propen mà tạo ra hỗn hợp phản ứng bao gồm hai pha lỏng, pha giàu metanol và pha lỏng giàu propen. Hai hoặc nhiều thiết bị phản ứng lớp cố định có thể được vận hành song song hoặc theo dãy để có thể vận hành quy trình epoxy hóa một cách liên tục khi hoàn nguyên chất xúc tác epoxy hóa. Việc hoàn nguyên chất xúc tác epoxy có thể được thực hiện bằng quy trình canxi hóa, bằng cách xử lý với khí gia nhiệt, tốt hơn là khí chứa oxy hoặc bằng cách chất rửa dung môi, tốt hơn là bằng cách hoàn nguyên theo chu kỳ đã được mô tả trong WO 2005/000827.

Ở bước b) của quy trình theo sáng chế, propen không phản ứng và propen oxit được tạo ra ở bước a) được tách khỏi hỗn hợp phản ứng thu được ở bước a) để thu được hỗn hợp dung môi bao gồm metanol và nước với hàm lượng kết hợp của metanol và nước ít nhất là 90% khối lượng. Propen không phản ứng có thể được tách riêng bằng cách chưng cất hoặc bằng cách làm giảm áp suất, tốt hơn là trong thiết bị làm bay hơi nhanh. Propen oxit được tạo ra ở bước a) có thể được tách riêng bằng cách chưng cất. Tốt hơn, nếu propen không phản ứng được tách bằng làm giảm áp suất tới áp suất nằm trong khoảng từ 0,16 đến 0,30 MPa, tiếp đó là giai đoạn chưng cất propen oxit trong đó sản phẩm đỉnh chứa propen oxit và metanol với lượng nằm trong khoảng từ 20% đến 60% được chứa trong hỗn hợp phản ứng thu được ở bước a) được tách ra khỏi sản phẩm đáy chứa nước và phần metanol còn lại. Sản phẩm nằm ở đáy này có thể được nạp ở dạng hỗn hợp dung môi tới bước c) của quy trình theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo một phương án được ưu tiên, sản phẩm đỉnh thu được từ giai đoạn chưng cất propen oxit, tùy ý sau khi loại propen còn sót lại bằng cách chưng cất, được đưa vào giai đoạn chiết chưng cất bằng cách sử dụng nước làm dung môi chiết. Sản phẩm ở đáy của quá trình chiết chưng cất, bao gồm metanol và nước, sau đó được kết hợp với sản phẩm ở đáy của giai đoạn chưng cất propen oxit để thu được hỗn hợp dung môi chứa metanol và nước với lượng kết hợp ít nhất là 90% khối lượng. Hỗn hợp dung môi này có thể được nạp trực tiếp vào bước c) của quy trình theo sáng chế. Tốt hơn, nếu quá trình chiết chưng cất được thực hiện bằng cách nạp bổ sung hợp chất chứa nhóm NH_2 không được thế và có khả năng

phản ứng với axetaldehyt trong quá trình chiết chung cất, như được mô tả trong WO 2004/048335.

Theo một phương án được ưu tiên, hỗn hợp dung môi bao gồm metanol và nước, thu được bằng cách loại bỏ propen không phản ứng và sản phẩm propen oxit, được đưa vào quy trình hydro hóa xúc tác cùng với hydro để loại bỏ hydro peroxit không được phản ứng còn sót lại từ bước a), như được mô tả trong WO 03/093255.

Ở bước c) của quy trình theo sáng chế, hỗn hợp dung môi được tách ra ở bước b), bao gồm metanol và nước với lượng kết hợp ít nhất là 90% khối lượng, được nạp ở dạng dòng nạp tới điểm nạp nằm ở phần giữa cột chưng cất metanol. Cột chưng cất metanol được vận hành liên tục để tạo ra sản phẩm đỉnh bao gồm ít nhất 90% khối lượng metanol và sản phẩm đáy bao gồm ít nhất 90% khối lượng nước. Cột chưng cất metanol có thể là cột dạng tấm, cột dạng khối hoặc cột có cấu trúc khối và tốt hơn là có 10 đến 40 giai đoạn tách lý thuyết. Tốt hơn, nếu cột chưng cất metanol được vận hành với áp suất nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,2 MPa.

Chất khử bọt dạng lỏng có độ hòa tan trong dòng nạp nhỏ hơn 10 mg/kg ở 25°C và sức căng bề mặt trên bề mặt lỏng-không khí nhỏ hơn 22 mN/m ở 20°C được bổ sung vào cột chưng cất metanol ở điểm nạp hoặc bên trên điểm nạp. Chất khử bọt dạng lỏng được bổ sung với lượng lớn hơn độ hòa tan của chất khử bọt dạng lỏng trong dòng nạp này. Tốt hơn, nếu chất khử bọt dạng lỏng được bổ sung với lượng nằm không quá 50ppm khối lượng và không nhỏ hơn 2ppm khối lượng được tính toán trên dòng nạp. Khả năng hòa tan kém trong dòng nạp này và chất khử bọt bổ sung với lượng lớn hơn độ hòa tan là cần thiết để kìm hãm lượng bọt đủ trong cột chưng cất metanol. Không bị ràng buộc bởi lý thuyết nào, các tác giả sáng chế tin rằng cả hai yếu tố này là cần thiết để duy trì pha lỏng thứ hai với lượng lớn trong chất khử bọt trong phần cột nằm dưới điểm nạp và sự có mặt của pha lỏng thứ hai này là cần thiết để kìm hãm sự tạo bọt bên trong cột chưng cất. Sức căng bề mặt nhỏ hơn 22 mN/m là cũng đủ để kìm hãm sự tạo bọt trong cột chưng cất metanol. Các chất khử bọt có sức căng bề mặt lớn hơn là không thích hợp để kìm hãm sự tạo bọt trong cột chưng cất metanol, ngay cả khi chúng

đủ để kìm hãm sự tạo bọt bằng các dung dịch nước như đáy cột sản phẩm chứa nhỏ hơn 3% khối lượng metanol. Việc bổ sung chất khử bọt dạng lỏng ở điểm nạp hoặc bên trên điểm nạp là cũng quan trọng đủ để kìm hãm sự tạo bọt trong cột chung cất metanol và việc bổ sung chất khử bọt vào thiết bị chung cất cột sẽ không kìm hãm được việc tạo bọt bên trong cột.

Tốt hơn, nếu chất khử bọt dạng lỏng bao gồm polydimetylsiloxan và tốt hơn nữa bao gồm polydimetylsiloxan với lượng lớn hơn 5% khối lượng. Tốt hơn, nếu polydimetylsiloxan có độ nhớt ở 20°C nằm trong khoảng từ 500 đến 1000 mPa*giây được xác định bằng máy đo độ nhớt dạng bóng rơi theo DIN 53015. Chất khử bọt dạng lỏng còn có thể bao gồm hạt silic oxit kỵ nước, tốt hơn là hạt silic oxit vô định hình kỵ nước và tốt hơn nữa là hạt silic oxit hun khói kỵ nước. Tốt nhất nếu, các chất khử bọt dạng lỏng bao gồm polydimetylsiloxan với lượng lớn hơn 5% khối lượng kết hợp với 0,5% đến 4% khối lượng hạt silic oxit hun khói kỵ nước. Tốt hơn, nếu chất khử bọt dạng lỏng được bổ sung ở dạng nhũ tương trong nước, tốt hơn là chứa chất khử bọt dạng lỏng với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 25% khối lượng phân tán trong pha nước. Nhũ tương trong nước thích hợp bao gồm polydimetylsiloxan và hạt silic oxit hun khói kỵ nước hiện đang có trên thị trường, ví dụ, chất khử bọt TEGO® Antifoam WM 20 do Evonik Industries cung cấp và nhũ tương khử bọt DOW CORNING® DB-110A (EU) do Dow Corning cung cấp.

Sản phẩm đỉnh thu được ở bước c), bao gồm ít nhất 90% khối lượng metanol, tốt hơn được tái tuần hoàn đến bước a) và được sử dụng làm dung môi methanol trong phản ứng epoxy hóa của bước a).

Theo một phương án được ưu tiên của quy trình, axit được bổ sung ở bước c) ở điểm nạp hoặc bên trên điểm nạp với lượng đủ để bổ sung một proton vào tất cả các amoniac và amin chứa trong dòng nạp. Axit có thể là axit vô cơ hoặc axit carboxylic. Các axit khoáng thích hợp là axit nitric, axit sulfuric, axit clohydric, axit phosphoric và axit pecloric. Các axit khoáng được ưu tiên là axit sulfuric và axit phosphoric. Tốt hơn, nếu axit carboxylic được chọn từ axit mono- hoặc dicarboxylic có 1 đến 12 nguyên tử cacbon như axit formic, axit axetic, axit propionic, axit butyric, axit pentanoic, axit hexanoic, axit heptanoic, axit octanoic,

axit nonanoic, axit decanoic, axit undecanoic hoặc axit dodecanoic, axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit maleic hoặc axit fumaric. Tốt nhất, nếu axit carboxylic là axit axetic. Tốt nhất, nếu axit là axit sulfuric. Axit có thể được đưa vào cột chưng cất metanol một cách riêng rẽ từ dòng nạp, kết hợp với dòng nạp hoặc kết hợp với chất khử bọt dạng lỏng. Tốt hơn, nếu axit được bổ sung, được trộn với chất khử bọt dạng lỏng. Việc bổ sung axit tránh được việc tuần hoàn các amin bằng dung môi metanol và nhờ đó làm giảm quá trình khử hoạt hóa chất xúc tác titan silicalit bởi các axit hữu cơ. Việc bổ sung axit được trộn với chất khử bọt dạng lỏng làm cho việc bố trí và vận hành cột chưng cất methanol một cách đơn giản.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Trong xưởng sản xuất thử nghiệm vận hành liên tục, hỗn hợp bao gồm propen và hydro peroxit trong dung môi metanol được cho đi qua lớp cố định chứa chất xúc tác titan silicalit. Propen không phản ứng và propen oxit được tách ra khỏi hỗn hợp phản ứng thu được bằng cách giảm áp suất và chưng cất và hỗn hợp dung môi bao gồm 79% khối lượng metanol, 18,6% khối lượng nước, 1% khối lượng 1,2-propandiol, 0,5% khối lượng 1-metoxy-2-propanol, 0,5% khối lượng 2-metoxy-1-propanol và 0,3% khối lượng sản phẩm phụ khác được thu hồi. 4,5 kg/giờ hỗn hợp dung môi này được nạp ở dạng dòng nạp vào phần giữa của cột tinh cất có 30 giai đoạn. 10-50mL/h 10% khối lượng dung dịch nước axit sulfuric được bổ sung vào dòng nạp ngay trước khi nạp nó vào cột. Cột tinh cất được vận hành liên tục ở áp suất 0,6 MPa và nhiệt độ ở đáy nằm trong khoảng từ 155°C đến 160°C, tạo ra sản phẩm đỉnh chứa methanol với hàm lượng lớn hơn 90% khối lượng và sản phẩm đáy chứa nước với hàm lượng lớn hơn 90% khối lượng. Trong quá trình vận hành cột, quá trình tạo bọt được quan sát trong phần cột cất phần nhẹ.

Ví dụ 2

Ví dụ 1 được lặp lại với 20 mg/kg chất khử bọt TEGO® Antifoam WM 20 được bổ sung vào dòng nạp. Chất khử bọt TEGO® Antifoam WM20 có sức căng

bề mặt trên bề mặt lỏng-không khí 20 mN/m ở 20°C và không tan trong nước và metanol. Không quan sát thấy quá trình tạo bọt trong quá trình vận hành cột.

Ví dụ 3

Ví dụ 1 được lặp lại với 20 mg/kg chất khử bọt TEGO® Antifoam 2290 cần được bổ sung vào dòng nạp. Chất khử bọt TEGO® Antifoam 2290 có sức căng bề mặt trên bề mặt lỏng-không khí là 30 mN/m ở 20°C và không tan trong nước và metanol. Quá trình tạo bọt được quan sát trong quá trình vận hành cột.

Ví dụ 4

Ví dụ 1 được lặp lại với 20 mg/kg chất khử bọt TEGILOXAN 1000 cần được bổ sung vào dòng nạp. Chất khử bọt TEGILOXAN 1000 có độ hòa tan trong dòng nạp lớn hơn 10 mg/kg ở 25°C và sức căng bề mặt trên bề mặt lỏng-không khí là 20 mN/m ở 20°C. Quá trình tạo bọt được quan sát trong quá trình vận hành cột.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình epoxy hóa propen bao gồm các bước:
 - a) cho propen phản ứng với hydro peroxit với sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit và dung môi metanol;
 - b) tách propen không phản ứng và propen oxit ra khỏi hỗn hợp phản ứng thu được ở bước a) để thu được hỗn hợp dung môi bao gồm metanol và nước với hàm lượng kết hợp của metanol và nước ít nhất là 90% khối lượng; và
 - c) nạp hỗn hợp dung môi thu được ở bước b) ở dạng dòng nạp vào cột chưng cất metanol vận hành liên tục ở điểm nạp nằm ở phần giữa của cột này để thu được sản phẩm đỉnh bao gồm ít nhất 90% khối lượng metanol và sản phẩm đáy bao gồm ít nhất 90% khối lượng nước;
trong đó chất khử bọt dạng lỏng có độ hòa tan trong dòng nạp nhỏ hơn 10 mg/kg ở 25°C và sức căng bề mặt trên bề mặt lỏng-không khí nhỏ hơn 22 mN/m ở 20°C được bổ sung vào cột chưng cất ở điểm nạp hoặc bên trên điểm nạp với lượng lớn hơn độ hòa tan của chất khử bọt dạng lỏng trong dòng nạp này.
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó chất khử bọt dạng lỏng bao gồm polydimetylsiloxan.
3. Quy trình theo điểm 2, trong đó chất khử bọt dạng lỏng bao gồm polydimetylsiloxan với hàm lượng lớn hơn 5% khối lượng.
4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chất khử bọt dạng lỏng bao gồm hạt silic oxit kỵ nước.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chất khử bọt dạng lỏng được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 2ppm khối lượng đến 50ppm khối lượng tính theo dòng nạp.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó sản phẩm đỉnh thu được ở bước c) được tái tuần hoàn đến bước a).
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chất khử bọt dạng lỏng được bổ sung vào dòng nạp trước khi nạp dòng nạp này vào cột chưng cất metanol.

8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó amoniac được bổ sung vào ở bước a).
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó axit được bổ sung vào ở bước c) ở điểm nạp hoặc bên trên điểm nạp với lượng đủ để bổ sung một proton vào tất cả các amoniac và amin có trong dòng nạp.
10. Quy trình theo điểm 9, trong đó axit được bổ sung vào, được trộn với chất khử bọt dạng lỏng.