



[11] رقم البراءة: ٢٨٥٤  
[45] تاريخ المنح: ١٤٣٣/٠٣/٢٠  
الموافق: ٢٠١٢/٠٢/١٢ م

## براءة اختراع [12]

<p>[30] بيانات الأسبقية:</p> <table border="1"> <tbody> <tr><td>٢٠٠٧/٠١/١٢</td><td>٦٢٢٨٩٦/١١</td><td>US</td></tr> <tr><td>٢٠٠٧/٠١/١٢</td><td>٦٢٢٩٢٥/١١</td><td>US</td></tr> <tr><td>٢٠٠٧/٠١/١٢</td><td>٦٢٢٩٤١/١١</td><td>US</td></tr> </tbody> </table> <p>[51] التصنيف الدولي (IPC<sup>8</sup>): B01J 29/06 : C07C 2/68</p> <p>[36] المراجع:</p> <table border="1"> <tbody> <tr><td>١٩٩٤/٠٥/٣١</td><td>٥٥٣٦٦٨٧</td><td>US</td></tr> <tr><td>١٩٩٣/٠٥/٠٤</td><td>٥٢٠٧٨٩٢</td><td>US</td></tr> <tr><td>١٩٩٢/١١/٠٣</td><td>٠٥١٦٠٠٣٣</td><td>US</td></tr> <tr><td>١٩٨٥/٠٣/٠٥</td><td>٠٤٥٠٣٠٢٣</td><td>US</td></tr> </tbody> </table> <p>اسم الفاحص: عادل بن عبدالله السليمان</p>	٢٠٠٧/٠١/١٢	٦٢٢٨٩٦/١١	US	٢٠٠٧/٠١/١٢	٦٢٢٩٢٥/١١	US	٢٠٠٧/٠١/١٢	٦٢٢٩٤١/١١	US	١٩٩٤/٠٥/٣١	٥٥٣٦٦٨٧	US	١٩٩٣/٠٥/٠٤	٥٢٠٧٨٩٢	US	١٩٩٢/١١/٠٣	٠٥١٦٠٠٣٣	US	١٩٨٥/٠٣/٠٥	٠٤٥٠٣٠٢٣	US	<p>[72] اسم المخترع: دينج. يانج جان، روبرت جيمس شميدت، ماياز بول كولجالك، توماس ماشيو رينولدز، كريستوفر جون جارييت، جوي ب. ولسي، اليناز. مورووكاس</p> <p>[73] مالك البراءة: يو او بي ال ال سي عنوانه: ٢٥ ايست الجونكتيون رود، ٥٠١٧، دي بلينز، الليزيز ٦٠٠١٧ - ٥٠١٧، الولايات المتحدة الأمريكية جنسيته: أمريكية</p> <p>[74] الوكيل: سليمان ابراهيم العمار</p> <p>[21] رقم الطلب: ٠٨٢٩٠٠٧</p> <p>[22] تاريخ الإيداع: ١٤٢٩/٠١/٠٣ هـ</p> <p>الموافق: ٢٠٠٨/٠١/١٢ م</p>
٢٠٠٧/٠١/١٢	٦٢٢٨٩٦/١١	US																				
٢٠٠٧/٠١/١٢	٦٢٢٩٢٥/١١	US																				
٢٠٠٧/٠١/١٢	٦٢٢٩٤١/١١	US																				
١٩٩٤/٠٥/٣١	٥٥٣٦٦٨٧	US																				
١٩٩٣/٠٥/٠٤	٥٢٠٧٨٩٢	US																				
١٩٩٢/١١/٠٣	٠٥١٦٠٠٣٣	US																				
١٩٨٥/٠٣/٠٥	٠٤٥٠٣٠٢٣	US																				

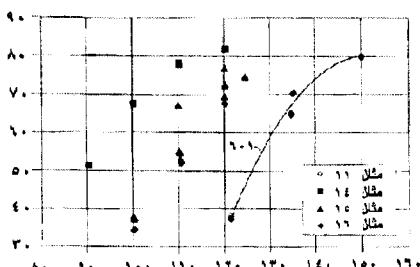
[54] اسم الاختراع: مركبات زيلوليت Y-85 و LZ-210

معدلة

### Y-85 and Modified LZ-210 Zeolites

[57] الملخص: يتعلق الاختراع بالكشف عن محفزات لتحويل مركبات الكيل متعدد عطرية polyalkylaromatics ، aromatics monoalkylated ، وصفة خاصة ethyl benzene و cumene والتي تشتمل على zeolites LZ- 210 أو zeolites Y- 85 معدل. لإنتاج ethyl benzene و cumene ، محفز مكتشف عنه، مصنوع من٪ ٨٠ بالوزن رابط alumina على أساس خالٍ من التطاير ، له واحدة أو أكثر من الخصائص الطبيعية التالية: (١) شدة مطلقة لا zeolites LZ- 210 أو zeolites Y- 85 معدن كما هو مقاس بواسطة حبيبات الأشعة السينية X-ray diffraction (XRD) بصورة مفضلة ٥٠ على الأقل (٢) إطار الومنيوم framework aluminum على الأقل لا zeolites LZ- 210 أو zeolites Y- 85 بصورة مفضلة ٦٠ على الأقل framework aluminum لا zeolites LZ- 210 أو zeolites Y- 85 معدن.

شكل (١)



## مركبات زيوليت Y-85 و 210- LZ- معدلة

### Y-85 and Modified LZ-210 Zeolites

#### الوصف الكامل

#### خلفية الاختراع

يتم الكشف في هذه البراءة عن مركبات zeolites 85- Y و 210- LZ- معدلة مع طرق لتصنيعها والتي يمكن أن يتم استخدامها كمحفزات catalysts في الأكلة التبادلية transalkylation لمركبات cumene متعدد عطرية polyalkylaromatics ، على سبيل المثال، PIPBs وPEBs، إلى cumene . ethyl enzene ° .

سوف يشير الوصف التالي لمرجع محدد لاستخدام المحفزات المكتشفة عنها في هذه البراءة في الأكلة التبادلية transalkylation لمركبات benzene مع polyisopropylbenzenes (PIPBs) ليعطي cumene ، ولكن يجب أن تتم معرفة أنه يتم عمل هذا بصورة مفردة بغرض وضوح وبساطة الشرح. سوف يشار إلى مرجعية متكررة في هذه البراءة إلى المجال الداخلي لهذا الطلب للتأكد.

١٠ يعتبر cumene منتج تجارة رئيسي، على أن يكون أحد استخداماته الرئيسية عبارة عن مصدر acetone وphenol عن طريق أكسدته بالهواء air oxidation وتحلل محفز بالحمض للهيدرو بيروكسيد الوسيط intermediate hydroperoxide .

١٥ بسبب أهمية كل من acetone وphenol ككيماويات سلعية، يتم التأكيد الشديد على تحضير cumene وتكون الوثائق متخمة بعمليات لتصنيعه. تكون الطريقة الأكثر شيوعاً وربما الطريقة الأكثر مباشرة لتحضير cumene هي الأكلة البنزين alkylation of benzene مع propylene ، وبصفة خاصة باستخدام محفز حمضي acid catalyst .

تكون طريقة شائعة أخرى لتحضير cumene هي الألكلة التبادلية للبنزين transalkylation of benzene

مع PIPB، وبصفة خاصة :

di-isopropylbenzene (DIPB) and tri-isopropylbenzene (TIPB)  
 محفز حمضي acid catalyst . يجب أن تفي أي عملية ملائمة تجاريًّا بالمطالب لتحويل عالي  
 لمركبات عطرية معالجة بواسطة ألكيل متعدد polyalkylated وانتقائية عالية لمنتجات معالجة  
 بواسطة ألكيل أحدادي monoalkylated .

يناظر التوجه السائد لتفاعل البنزين reaction of benzene cumene إلى PIPB المؤدي إلى  
 إضافة Markownikoff لمجموعة propyl . على أي حال، تحدث كمية صغيرة ولكن هامة جدًا  
 لتفاعل عن طريق إضافة مضادة لـ Markownikoff ليعطي n-propylbenzene (NPB). تكون  
 أهمية تكوين الـ NPB هي أنها تتدخل مع أكسدة الكيومين cumene oxidation إلى phenol  
 acetone ، ونتيجة لذلك أن يكون cumene المستخدم للأكسدة oxidation نقى تماماً بالنسبة  
 لمحتوى NPB.

لأنه يكون من الصعب فصل cumene و NPB بواسطة وسائل تقليدية (على سبيل المثال، تقطير  
 distillation)، يجب أن يتم تنفيذ إنتاج cumene عن طريق الألكلة التبادلية للبنزين  
 للاتخاذ في الاعتبار هو أن استخدام محفز حمضي acid catalyst للألكلة التبادلية يؤدي إلى  
 تكوين PIPB زائد مع زيادة درجة الحرارة.

بذلك، لتقليل تكوين PIPB، يجب أن يتم تنفيذ الألكلة التبادلية في درجة حرارة منخفضة للفضة  
 silver بقدر الإمكان.

حيث يكون DIPB و TIPB ليست فقط التغذيات المشتركة للأكلة التبادلية transalkylation للبنزين alkylation of benzene مع PIPBs ولكن أيضاً المنتجات الثانوية الشائعة للأكلة البنزين benzene مع propylene عند تكوين cumene تتم بصورة شائعة ممارسة الأكلة التبادلية في توليفة مع الأكلة لتنقیل إنتاج منتجات ثانوية ذات قيمة أقل وإنتاج cumene إضافي. في عملية توليفة مثل هذه، يتم ب بصورة نمطية استخلاص cumene المنتج بواسطة كلاً من الأكلة alkylation والأكلة التبادلية في تيار منتج مفرد.

حيث يتم أيضاً تكوين DIPB وتزيد كمية تكوين في الأكلة وتزيد كمية تكوين DIPB في الأكلة مع زيادة درجة الحرارة، فجب أن يتم تغيير إنتاج DIPB في كلاً من الأكلة والأكلة التبادلية بالنسبة لبعضها البعض بحيث يكون تيار منتج cumene خالي من DIPB نسبياً.

١٠ يكون ما يتم الاحتياج إليه هو محفز الأكلة تبادلية مثالي، على سبيل المثال، لإنتاج cumene أو ethyl benzene ، بنشاط كافي للتأثير على الأكلة تبادلية بمعدلات تفاعل مقبولة في درجات حرارة منخفضة للفضة silver بصورة كافية لتجنب تكوين DIPB غير مقبول. لأن مركبات Y zeolites تظهر نشاط أكبر إلى حد كبير من الكثير من مركبات zeolites ، فإنها قد يتم استقبالها تفحص قريب كمحفز في الأكلة تبادلية عطرية aromatic transalkylation . على أي حال، توجد مشكلة في ١٥ أن مركبات Y zeolites تحدث الأكلة تبادلية بمعدلات منخفضة للفضة silver غير مقبولة في درجات الحرارة المنخفضة للفضة silver المرغوبة لتنقیل تكوين NPB. لذلك، ومن أجل عملية تجارية على أساس مركبات Y zeolites لتصبح حقيقة، يكون من الضروري زيادة نشاط المحفز، أي، يزيد معدل إنتاج cumene أو ethyl benzene عند درجة حرارة أقل معلومة.

### الوصف العام للختراع

في وفاء للحاجة المشار إليها من قبل، يتم الكشف عن محفزات والتي تشتمل على Y zeolites . metal hydrogenation component .

يتم تحضير أحد مرکبات Y معدل بواسطة sodium Y zeolite متبادل أيونياً ion- . يتم إنتاج أول إنتاج zeolites low-sodium ammonium exchanging مع . يحتوي على sodium cations ، له محتوى sodium أقل من ٣٪ بالوزن  $\text{NaO}_2$  على أساس وزن zeolites على Y منخفض الصوديوم ، على أساس خالي من الماء، وله حجم خلية cell size low-sodium ، على أساس خالي من الماء، وله حجم خلية cell size . بعد ذلك، يتم بصورة مائية حرارية تبخير Y zeolites منخفض الصوديوم low-sodium في درجة حرارة تتراوح من ٥٥٠ م (١٠٢٢ ف) إلى ٨٥٠ م (١٥٦٢ ف) لإنتاج zeolites Y مبخر يحتوي على sodium cations ، له نسبة جزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية أولى، وله حجم خلية cell size وحدة ثانية أقل من حجم خلية cell size الوحدة الأولى. في النهاية، تتم ملامسة المبخر بكمية كافية من محلول مائي aqueous solution ل ammonium ions وله رقم hidrogenي pH أقل من ٤، ومن المفضل يتراوح من ٢ إلى ٤، لزمن كافي لتبادل بعض sodium على الأقل في Y المبخر ل ammonium ions وإنتاج zeolites Y المعدل له نسبة جزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية ثانية أكبر من النسبة الجزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  الظاهرة الأولى، ومن المفضل، في المدى من ٦.٥ إلى ٢٧. يكون حجم خلية cell size الوحدة لا Y المعدل في المدى من ٢٤.٣٤ إلى ٢٤.٥ أنجستروم.

يتم تحضير Y معدل آخر بواسطة معالجة مادة بداية، مثل Y-74 zeolites أو Y-54 ، مع محلول fluorosilicate مائي يؤدي إلى LZ-210 zeolites وله حجم خلية cell size وحدة

أولى. بعد ذلك، يتم إخضاع عينات معالجة بواسطة fluorosilicate إلى تبخير في درجات حرارة تتراوح من ٥٥٠ م (١٠٢٢ ف) إلى ٨٥٠ م (١٥٦٢ ف) لإنتاج zeolites LZ-210 مبخر يحتوي على sodium cations ، له نسبة جزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية أولى، وله حجم خلية cell size وحدة ثانية أقل من حجم خلية cell size الوحدة الأولى. في النهاية، تتم ملامسة zeolites LZ-210 المبخر بكمية كافية من محلول مائي aqueous solution لـ ammonium ions وله رقم هيدروجيني pH أقل من ٤ لزمن كافي لتبادل بعض sodium cations على الأقل في LZ-210 zeolites المبخر لـ ammonium ions وإنتاج LZ-210 المعدل له نسبة جزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية ثانية أكبر من النسبة الجزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  الظاهرية الأولى، وفي المدى من ٦٠٥ إلى ٢٠. يكون حجم خلية cell size الوحدة لـ Y المعدل في المدى من ٢٤٠٣٤ إلى ٢٤٠٥ أنجستروم. عندئذ، يمكن أن يتم إجراء استخلاص حمض لإزالة ammonium الإطار الزائد. قبل أن تتم معالجة الـ zeolites Y بملح fluorosilicate أو بعد، أو كلاهما، قد يتم إخضاع المحفز إلى تبادل (تبادلات) لخفض محتوى sodium إلى % بالوزن  $\text{Na}_2\text{O}$  بمقدار ١% بالوزن أو أقل مع الحفاظ على النسبة الجزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  الظاهرية الأولى. في نموذج آخر، يمكن أن يكون Y المعالج بواسطة fluorosilicate (أو LZ-210 zeolites) متبادل مع ammonium ، بدون الذهاب إلى خطوة التبخير، لخفض محتوى  $\text{Na}_2\text{O}$  إضافياً لإنتاج مادة مناسبة لهذا الكشف.

تؤثر تقنيات التصنيع المكشوف عنها على عدد وطبيعة ammonium الإطار الزائد (موقع Lewis)، كما هو مبين بواسطة نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  متغيرة وحجم خلية cell size ووحدة متغيرة مما يحسن بذلك خصائص الدمج، وزيادة نشاط المحفز، وخفض تكوين الا-NPB.

يشتمل أحد المحفزات المكشوف عنها على zeolites ومادة رابطة binder وله خاصية واحدة على الأقل مختارة من المجموعة المكونة من: (١) شدة مطلقة لا Y المعدل كما هو مقاس بواسطة حيود الأشعة السينية حيود الأشعة السينية (XRD) X-ray diffraction على مقدار ٥٠ ° على الأقل و (٢) إطار ألومنيوم framework aluminum لا Y المعدل بصورة مفضلة ٦٠٪ على الأقل.

في أحد الأمثلة، يكون للمحفز النهائي لإنتاج cumene منتج بشدة مطلقة لا Y المعدل كما هو مقاس بواسطة XRD و٪ إطار ألومنيوم لا aluminum في Y المعدل والذي يكون أكبر من ٤٢٠٠.

في مثال آخر، يكون للمحفز النهائي لإنتاج cumene منتج بشدة مطلقة لا Y المعدل كما هو مقاس بواسطة XRD و٪ إطار aluminum لا zeolites في Y المعدل والذي يكون أكبر من ٤٥٠٠.

يتم شرح نماذج أخرى للعملية المكشوف عنها في هذه البراءة في الوصف التفصيلي.

#### شرح مختصر للرسومات

يوضح شكل ١، بيانياً، تحويل DIPB (المحور - y، %) مقابل درجة الحرارة (المحور - x، °م) للمحفزات المحضرة طبقاً للأمثلة ٢ - ٤ و ٧ لهذا الكشف مقابل الأمثلة المقارنة ١ و ٥؛ و

يوضح شكل ٢، بيانياً، نسبة NPB (المحور - y، وزن - جزء في المليون) في المنتج مقابل تحويل DIPB (المحور - x، %) لمحفزات الأمثلة ٢ - ٤ و ٧ لهذا الكشف مقابل الأمثلة المقارنة ١ و ٥؛ و

يوضح شكل ٣، بيانياً، تحويل DIPB (المحور - y، %) مقابل درجة الحرارة (المحور - x، °م)

لمحفز المثال رقم ٣ قبل التجديد (مثال رقم ٧) وبعد التجديد (مثال رقم ٩) ومقابل المثال المقارن

١؛ و

يوضح شكل ٤، بيانيًّا، نسبة NPB إلى cumene (المحور - y، وزن - جزء في المليون) في المنتج مقابل تحويل DIPB (المحور - x، %) لمحفز المثال رقم ٣ قبل التجديد (مثال رقم ٧) وبعد التجديد (مثال رقم ٩) ومقابل المثال المقارن ١؛ و

يوضح شكل ٥، بيانيًّا، تحويل DEB (المحور - y، %) مقابل درجة الحرارة (المحور - x، م°) لمحفز المثال رقم ٢ لهذا الكشف مما ينشئ بذلك أن المحفزات المكشف عنها تؤدي جيدًا مع مجموعات alkyl غير propyl ومقابل المثال المقارن ١؛ و

يوضح شكل ٦، بيانيًّا، تحويل DIPB (المحور - y، %) مقابل درجة الحرارة (المحور - x، م°) للحفزات المحضرة طبقاً للأمثلة ١٤ - ١٦ لهذا الكشف مقابل المثال المقارن ١١؛ و

يوضح شكل ٧، بيانيًّا، نسبة NPB إلى cumene (المحور - y، وزن - جزء في المليون) في المنتج مقابل تحويل DIPB (المحور - x، %) لمحفزات الأمثلة ١٤ - ١٦ لهذا الكشف مقابل المثال المقارن ١١؛ و

يوضح شكل ٨، بيانيًّا، تحويل DIPB (المحور - y، %) مقابل درجة الحرارة (المحور - x، م°) لمحفز المثال رقم ١٤ قبل التجديد وبعد التجديد (مثال رقم ٩) ومقابل المثال المقارن ١١؛ و

يوضح شكل ٩، بيانيًّا، نسبة NPB إلى cumene (المحور - y، وزن - جزء في المليون) في المنتج مقابل تحويل DIPB (المحور - x، %) لمحفز المثال رقم ١٤ قبل التجديد وبعد التجديد (مثال رقم ٩) ومقابل المثال المقارن ١١.

الوصف التفصيلي :

يتم الكشف عن محفزات محسنة والتي تشمل على منخل جزيئي زيلوبيلتي متبلر crystalline . تكون المناخل الجزيئية molecular sieves للاستخدام في المحفز zeolitic molecular sieve المكشوف عنه عبارة عن مركبات zeolites ، مثل مركبات Y- 85 و LZ- 210.

#### مركبات Y- 85 zeolites

بالإشارة أولاً إلى مركبات Y zeolites لهذا الكشف، تشرح البراءة الامريكية رقم ٣١٣٠٠٧ ، والتي يتم دمجها بكمال محتواها في هذه البراءة بصفة مرجع، مركبات zeolites من نوع Y. يتم بصفة عامة انتقال مركبات Y zeolites المعدلة المناسبة للاستخدام في تحضير المحفز المكشوف عنه في هذه البراءة من مركبات Y zeolites بواسطة معالجة والتي تؤدي إلى تعديل كبير لبنية وتركيبية إطار Y zeolites، وفي العادة زيادة في النسبة الجزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  الظاهرية إلى قيمة أعلى بصورة نمطية من ٦.٥ و/أو خفض في حجم خلية cell size الوحدة. سوف يتم الفهم، على أي حال، أنه في تحويل مادة بداية Y zeolites إلى معدل مفيد في العملية المكشوف عنها في هذه البراءة، فقد لا يكون لا Y zeolites المعدل الناتج نفس نموذج حيود الأشعة السينية على المسحوق تماماً لمركبات Y zeolites كما هو موضح في البراءة الامريكية رقم ٣١٣٠٠٧ .

قد يكون لا Y zeolites المعدل نموذج حيود الأشعة السينية على المسحوق مماثل لذلك البراءة الأمريكية رقم ٣١٣٠٠٧ ولكن بتباينات d مزاجة بعض الشيء بسبب، كما سوف يدرك ذوو المهارة في المجال، عمليات تبادل الكاتيون، عمليات التحميص، الخ، والتي تكون ضرورية بصفة عامة لتحويل Y zeolites إلى صورة فعالة تحفيزياً وثابتة catalytically active and stable form .

يكون لمركبات Y zeolites المعدل المكشوف عنها في هذه البراءة حجم خلية cell size وحدة من ٢٤.٣٤ إلى ٢٤.٥٨ أنجستروم. يكون لمركبات Y zeolites المعدل نسبة جزئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية من ٦.٥ إلى ٦.٣.

في تحضير مكون Y zeolites معدل للمحفزات المكشوف عنها، قد تكون مادة البداية عبارة عن Y zeolites في صورة معدن قلوي (على سبيل المثال، sodium) كما هو موضح في البراءة الأمريكية رقم ٣١٣٠٠٧ . يتم التبادل الأيوني ion-exchanged للـ Y zeolites لصورة المعدن القلوي alkali metal مع ammonium ions ، أو مواد أولية لـ ammonium مثل ammonium cations organic تحتوي على nitrogen ، لخفض محتوى المعدن القلوي alkali metal إلى أقل من ٤ % بالوزن، ومن المفضل أقل من ٣ % بالوزن، وأكثر تفضيلاً أقل من ٢.٥ % بالوزن، عبر عنه كـ oxide المعدن القلوي alkali metal (على سبيل المثال،  $\text{Na}_2\text{O}$ ) على الأساس الجاف. كما هو مستخدم في هذه البراءة، يعني وزن zeolites على أساس خالي من الماء أو جاف هو وزن zeolites بعد الحفاظ على وزن zeolites في درجة ٩٠٠ م° (١٦٥٢ ف) لمدة ساعتين تقريباً.

بصورة اختيارية، يمكن أن يحتوي zeolites البداية أيضاً أو يتم في مرحلة معينة من إجراء التعديل تبادله أيونياً ليحتوي على كاتيونات أقلاع أرضية earth cations إلى درجة أن يشكل محتوى الأقلاع الأرضية مثل  $\text{RE}_2\text{O}_3$  من ١٠.١ % إلى ١٢.٥ % بالوزن من zeolites (أساس لا مائي)، ومن المفضل من ٨.٥ % إلى ١٢ % بالوزن. سوف يتم الفهم بواسطة ذوي المهارة في المجال أنه تقل قدرة التبادل الأيوني ion-exchanged لإدخال كاتيونات الأقلاع الأرضية أثناء دورة عملية المعالجة المكشوف عنها. تبعاً لذلك، إذا تم تبادل كاتيون الأقلاع الأرضية، على سبيل المثال، كالخطوة النهائية للعملية التحضيرية، فقد يكون من غير الممكن إدخال حتى الكمية

المفضلة من كاتيونات الأقلاء الأرضية. يمكن أن تكون النسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  للإطار لمادة البداية

داخل المدى أقل من ٣ إلى ٦، ولكن تكون بصورة مفيدة أكبر من ٤.٨ zeolites Y

لا تكون طريقة تنفيذ هذا التبادل الأيوني ion-exchanged الأولى لك ammonium عامل حرج

ويمكن أن يتم تنفيذه بواسطة وسيلة معروفة في المجال. على سبيل المثال، يتم تنفيذ عمليات تبادل

أيوني تقليدية مثل هذه لا ammonium عند قيم رقم هيدروجيني pH أعلى من ٤. يكون من المفيد

استخدام إجراء من ثلاثة مراحل مع محلول ammonium nitrate مائي ١٥٪ بالوزن بأجزاء بحيث

تكون نسبة الوزن الأولى في كل مرحلة لملح ammonium zeolites عبارة عن ١. يكون زمن

التلمس بين zeolites ووسط التبادل exchange medium عبارة عن ساعة واحدة لكل مرحلة

وتكون درجة الحرارة ٨٥ م (١٨٥ ف). يتم غسل zeolites بين المراحل بواسطة ٧.٥ لتر (٢

جalon) من الماء لكل ٠٠٤٥ كجم (١ رطل) zeolites . يتم وبالتالي تجفيف zeolites المتبادل في

درجة ١٠٠ م (٢١٢ ف) إلى فقد عند الإشعال (LOI) في درجة ١٠٠٠ م لـ ٢٠٪ بالوزن. إذا تم

استخدام كاتيونات أقلاء أرضية earth cations ، يكون من المفضل ملامسة الصورة المتبادلة مع

ammmonium من قبل لا zeolites مع محلول مائي aqueous solution من أملاح أقلاء أرضية

بالطريقة المعروفة.

يمكن أن تتم إضافة ملح كلوريد أقلاء أرضية مخلوط إلى ملاط مائي slurry من aqueous

zeolites Y متبادل مع ammonium RECl<sub>3</sub> لكل جرام (٠.٣٨٦ جرام zeolites ) في درجة حرارة

تتراوح من ٨٥ م إلى ٩٥ م لإنتاج منتج zeolites به محتوى أقلاء أرضية بصفة عامة في المدى

من ٨٠.٥ إلى ٨١٪ بالوزن أقلاء أرضية مثل RE<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

بعد أن يتم إكمال التبادل الأيوني ion-exchanged ammonium مع zeolites ، يتم تنفيذ تبخير المتبادل مع ammonium ، والمتبادل اختيارياً مع أقلاء أرضية بواسطة تلام مع بيئة بخارية تحتوي على بخار بضغط مطلق ١٤٠٦٠١٤ كيلو جرام / متر مربع، وبصورة مفضلة بخار ١٠٠٪ في درجة حرارة من ٥٥٠ ٨٥٠ م (١٠٢٢ ف إلى ١٥٦٢ ف)، أو من ٦٠٠ ٧٥٠ م (١١١٢ ف إلى ١٣٨٢ ف)، لفترة من الزمن كافية لخفض حجم خلية cell size الوحدة إلى أقل من ٢٤٠٦٠ أنجستروم، ومن المفضل إلى المدى من ٢٤٠٣٤ إلى ٢٤٠٥٨ أنجستروم. يمكن أن يتم استخدام بخار بتركيز ١٠٠٪ ودرجة حرارة من ٦٠٠ ٧٢٥ م (١١١٢ ف إلى ١٣٣٧ ف) لمدة ساعة واحدة. يجب أن تتم ملاحظة أن خطوة التبخير steaming step ليست مطلوبة لبداية Y zeolites مع نسب  $\text{Si}/\text{Al}_2$  بمقدار ٦.٥ أو أعلى كما هو ممثل بواسطة مواد معالجة بواسطة fluorosilicate ، حيث تضفي نسب  $\text{Si}/\text{Al}_2$  أعلى ثبات كافي للبقاء على عمليات معالجة استخلاص حمض acid extraction treatment تحضير محفز catalyst وتحويل هيدروكربون hydrocarbon conversion .

يكون تبادل الأيون ion exchange مع ammonium منخفض الرقم الهيدروجيني pH سمة حاسة لتحضير مكون Y zeolites المعدل للمحفز المستخدم في العملية المكتشف عنه في هذه البراءة.

يمكن أن يتم تنفيذ هذا التبادل بنفس الطريقة كما في حالة تبادل ammonium الأولي ما عدا أنه يتم خفض الرقم الهيدروجيني pH لوسيط التبادل exchange medium إلى أقل من ٤، ومن المفضل إلى أقل من ٣، على الأقل أثناء جزء معين من إجراء التبادل الأيوني ion-exchanged . يتم بسهولة خفض الرقم الهيدروجيني pH بواسطة إضافة حمض معدني أو عضوي mineral or organic acid ملائم إلى محلول ammonium ion . يكون Nitric acid مناسب بصفة خاصة لهذا الغرض. بصورة مفضلة، يتم تجنب الأحماض التي تكون أملاح الومنيوم غير قابلة للذوبان

ammonium ion-exchanged insoluble aluminum salts . في إجراء التبادل الأيوني exchange منخفض الرقم الهيدروجيني pH ، تكون كلاً من الرقم الهيدروجيني pH لوسط التبادل medium وكمية وسط التبادل بالنسبة إلى zeolites وزمن تلامس zeolites مع وسط التبادل عوامل هامة. لقد تم اكتشاف أنه طالما كان وسط التبادل برقم هيدروجيني pH أقل من ٤، يتم تبادل كايونات الصوديوم sodium cations are exchanged لcationات الهيدروجين hydrogen في zeolites وبإضافة إلى ذلك، يتم استخلاص بعض aluminum على الأقل، وبصورة سائدة غير إطار وبعض إطار. يتم تحسين كفاءة العملية، على أي حال، بواسطة تحميض وسط التبادل الأيوني باستخدام حمض أكثر من مما يتم الاحتياج إليه لخفض الرقم الهيدروجيني pH أقل من ٤ مباشرة. كما سوف يكون واضحاً من البيانات المبينة فيما يلي، كلما يكون وسط التبادل أكثر حموضة، كلما كان الميل أكبر لاستخلاص إطار وأيضاً aluminum غير إطار من zeolites . يتم تنفيذ إجراء الاستخلاص إلى درجة كافية لإنتاج منتج zeolites له نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية من ٦.٥ إلى ٣٥. في نماذج أخرى، تكون النسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  الظاهرية من ٦.٥ إلى ٢٣، وأكثر تفضيلاً من ٦.٥ إلى ٢٠.

تحتوي Y نمطي له Y zeolites معدل - Y كلية - alumina - إلى - silica مستخدم في محفز العملية المكتشف عنها في هذه البراءة على Y zeolites مسمى ٨٥-Y . تشرح البراءات الأمريكية ٥٠١٣٦٩٩ و ٥٢٠٧٨٩٢ ، مدمجة في هذه البراءة بصفة مرجع، ٨٥-Y zeolites وتحضيره، لذلك ليس من الضروري في هذه البراءة شرح هذه بالتفصيل.

كما هو موضح في الأشكال ١ - ٥ والأمثلة التالية، توفر المحفزات catalysts المكتشف عنها زيادة نشاط المحفز، وفي حالة إنتاج cumene ، خفض تكوين NPB.

في حالة إنتاج ethyl benzene من مركبات ethyl benzene متعدد (شكل ٥)، بينما تكون الأزمرة الداخلية internal isomerization لمجموعات ethyl باهتمام قليل ورغم ذلك تكون مجموعة ethyl أصغر من مجموعة propyl ، تبدو خصائص دمج المحفزات المكشوف عنها أن تكون مهمة.

- ٥ بالرغم أنه قد يحتوي المحفز المكشوف عنه على مكون معدني تحفيزي للهدرجة metal
- ٦ قد يكون مكون مثل هذا مطلباً. على أساس وزن المحفز، hydrogenation catalytic component قد يكون مكون معدني تحفيزي للهدرجة مثل هذا موجوداً عند مستوى أقل من ٢٪ بالوزن أو أقل من ١٪ بالوزن محسوب كأول oxide oxide المناظر لمكون المعدني، أو قد يكون المحفز خالياً من أي مكون معدني تحفيزي للهدرجة. إن وجد، يمكن أن يكون المكون المعدني التحفيزي للهدرجة داخل تركيب المحفز النهائي على هيئة مركب مثل oxide و sulfide وما شابه ذلك، أو في الحالة المعدنية العنصرية. كما هو مستخدم في هذه البراءة، يكون التعبير "مكون معدني تحفيزي للهدرجة" شاملاً هذه الصور المختلفة لمركبات المعادن. يمكن أن يتم الاحتواء على المعادن النشط تحفيزياً داخل منطقة الامتزاز adsorption الداخلية، أي، نظام المسام. لمكون ٧ zeolites ، أو على السطح الخارجي للبلورات outer surface of the zeolite crystals أو موصله إلى أو محمول بواسطة مادة رابطة binder أو مادة مخففة diluent أو مكون آخر، إذا تم استخدام مثل هذا. يمكن أن يتم تضمين المعادن إلى التركيبة الكلية بأي طريقة والتي سوف تؤدي إلى اكتساب حالة مشتتة بشدة. من بين الطرق المناسبة يكون التشريب impregnation ، والامتزاز ٨ adsorption ، والتبادل الكاتيوني cation exchange ، والخلط المركز. يمكن أن يكون المعادن عبارة عن نحاس copper ، أو فضة silver ، أو ذهب gold ، أو titantium ، أو chromium ، أو ٩ molybdenum ، أو vanadium ، أو tungsten ، أو manganese ، أو rhenium ، أو zinc ، أو

أي من العناصر في IUPAC المجموعات ٨-١٠ وصفة خاصة platinum ، palladium ، rhodium ، cobalt ، nickel . قد يتم استخدام خلائط من المعادن.

يمكن أن تحتوي تركيبات المحفز النهائي على المكونات الرابطة المعتادة بكميات والتي تكون في المدى من ١٠ إلى ٢٥٪ بالوزن، ومن المفضل من ١٥ إلى ٥٠٪ بالوزن. تكون المادة الرابطة بصورة عادية عبارة عن oxide غير عضوي أو خلائط منها. يمكن أن يتم استخدام غير المتبلرة والمتبلرة. تشتمل أمثلة المواد الرابطة مناسبة على alumina - silica و alumina و مواد طفلة clays و zirconia و silica و boria . تكون alumina مادة رابطة binder مفضلة.

لإنتاج cumene ، يكون للمحفز النهائي، المصنوع من ٨٠٪ بالوزن zeolites و ٢٠٪ بالوزن رابط alumina على أساس خالي من التطوير، بصورة مفضلة واحدة، وأكثر تفضيلاً كلاً من، الخصائص التالية: (١) شدة مطلقة لـ Y المعدل كما هو مقاس بواسطة حيود الأشعة السينية X-ray (XRD) aluminun diffraction بمقدار ٥٠٪ على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٦٠٪ على الأقل، و(٢) إطار لـ Y zeolites المعدل بصورة مفضلة بمقدار ٦٠٪ على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٧٠٪ على الأقل من cumene zeolites Y aluminum المنتج بشدة مطلقة لـ Y zeolites المعدل كما هو مقاس بواسطة XRD و ٪ aluminum الإطار لـ Y zeolites في Y zeolites المعدل والذي يكون أكبر من ٤٢٠٠. لإنتاج ethyl benzene ، يكون للمحفز النهائي بصورة مفضلة واحدة، وأكثر تفضيلاً كلاً من، الخصائص التالية: (١) شدة مطلقة لـ Y zeolites المعدل كما هو مقاس بواسطة حيود الأشعة السينية (XRD) بمقدار ٦٥٪ على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٧٥٪ على الأقل، و(٢) إطار لـ Y zeolites المعدل بصورة zeolites Y aluminum مفضلة بمقدار ٦٠٪ على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٥٠٪ على الأقل من zeolites Y aluminum.

المعدل. في أحد الأمثلة، يكون للمحفز النهائي لإنتاج cumene منتج بشدة مطلقة للـ Y zeolites المعدل كما هو مقاس بواسطة XRD و % aluminum الإطار للـ zeolites Y في Y . المعدل والذي يكون أكبر من ٤٥٠٠.

في أحد النماذج، تستخدم العملية المكشوف عنها في هذه البراءة محفز والذي يكون جافاً إلى حد كبير. لا يتم بصورة ضرورية إتباع التبادل الأيوني ion-exchanged ammonium مع منخفض الرقم الهيدروجيني pH بواسطة خطوة تحميص والتي تبعد كل الماء الموجود إلى حد كبير. لقد تم اكتشاف أنه يتم تحسين أداء المحفز في العملية المشروحة في هذه البراءة بواسطة إزالة الماء. من أجل الحفاظ على نشاط عالي وتكوين NPB منخفض، فقد تم الإكتشاف أن محتوى ماء zeolites جب أن يكون منخفض نسبياً قبل أن يتم استخدامه في عملية الألكلة التبادلية transalkylation .

١٠ قد يقل الماء الزائد عدد المواقع الفعالة ويقيد الدمج إليها بذلك فإنه لا يحفز بكفاءة الألكلة تبادلية. لتحديد وحل هذه المشكلة، قد يتم تنفيذ نزع ماء جسيمات المحفز لتحتوي بذلك على الكمية المرغوبة من الماء، قبل البدء، بواسطة عامل تجفيف والذي قد يتم إدخاله إلى منطقة تفاعل الألكلة التبادلية ، حيث قد يتم ببطء زيادة درجة الحرارة في منطقة التفاعل قبل أن يتم إدخال مادة الأساس العطرية أو المادة العضوية القابلة للألكلة التبادلية. أثناء فترة التسخين الأولى هذه، يتم تحديد محتوى الماء للـ zeolites بواسطة الإتزان بين ، والمحفز، وعامل التجفيف، وكمية الماء في منطقة التفاعل، إن وجدت، في درجات الحرارة في منطقة التفاعل. يكون الجزء zeolites للمحفز أليف للماء جداً ويتم التحكم في مستوى الجفاف بواسطة ضبط المعدل الذي يمر به عامل التجفيف فوق المحفز over the catalyst ودرجة الحرارة أثناء خطوة الجفاف. قد يكون عامل التجفيف أي عامل والذي يزيل الماء ولا يكون له أثر ضار على المحفز، مثل nitrogen جزيئي، أو هواء، أو benzene . يتم الحفاظ على درجة الحرارة أثناء خطوة الجفاف بين ٢٥ و ٥٠٠ م ° (٧٧ إلى ٢٠

٩٣٢ م). يتم حساب محتوى الماء للمحفز بواسطة قياس فقد الوزن عند الإشعال (LOI)، والذي يتم بصورة طبيعية تحديده بواسطة فقد الوزن بعد التسخين لمدة ساعتين في درجة ٩٠٠ م°، وعنده طرح الكمية من فقد الوزن بسبب تحلل ammonium ion إلى ammonia . حيث يحتوي المحفز على ماء بكمية زائدة عن المرغوب، أي، أكبر من كمية ماء الإتزان سوف يحتوي المحفز في أي وقت أثناء بدء العملية، سوف يفقد ماء بمجرد أن يتم بناء الإتزان أثناء البدء، فإنه غير ضروري، بالرغم من ذلك قد يكون من المرغوب، خطوة الجفاف dehydration step أن يتم تنفيذها لإعطاء المحفز كمية من الماء والتي تساوي أو أقل من كمية الإتزان equilibrium amount .

١٠ يتم تحقيق بعض الخصائص المرغوبة للمحفز، مثل متانة العصر crush strength وتركيز ammonium ion ، بواسطة التحكم في الزمن وظروف درجة الحرارة controlling the time and ، التي يتم عندها تحميص جسيمات المحفز المبثوقة extruded catalyst temperature conditions . في بعض الحالات، سوف يترك تحميص في درجات حرارة أعلى الكمية المطلوبة من الماء في المحفز و يجعل بذلك من غير الضروري تنفيذ خطوة جفاف مفضلة. بذلك، يعني "تجفيف"dehyrating و "جفاف" dehydration كما هو مستخدم في هذه البراءة ليس فقط خطوة منفصلة تتم فيها إزالة الماء للمحفز بعد التحميص ولكن تشتمل أيضاً على خطوة تحميص منفذة تحت ظروف بحيث تظل الكمية المرغوبة من الماء على جسيمات المحفز catalyst particles .

٢٠ يكون إجراء الجفاف dehydration المشروع من قبل عبارة عن جزء من العملية الفعلية لصنع المحفز المكشوف catalyst عنه في وحدة التصنيع plant manufacturing . سوف يتم الفهم، على أي حال، أنه يمكن أن يتم استخدام إجراءات أخرى غير المشروحة من قبل لجفاف المحفز إما في

وحدة التصنيع في وقت أن يتم صنع المحفز أو في وقت معين آخر في وحدة التصنيع أو مكان آخر. على سبيل المثال، يمكن أن يتم تجفيف جسيمات المحفز المبثوقة في مكانها في مفاعل الألكلة التبادلية transalkylation بواسطة مرور غاز يحتوي على نقص في الماء، مثل نيتروجين جزيئي جاف dry molecular nitrogen أو مادة تفاعل جافة dry reactant ، مثل مادة أساس عطرية aromatic substrate (على سبيل المثال، benzene) أو مادة عطرية قابلة للألكلة التبادلية over dry transalkylatable aromatic (على سبيل المثال DIPB أو TIPB)، فوق المحفز the catalyst في درجات حرارة عالية نسبياً حتى يحتوي المحفز على الكمية المرغوبة من المادة في خطوة جفاف في مكانها، يحتوي الغاز على نقص في الماء أو مادة متفاعلة بصورة نمطية على أقل من ٣٠ جزء في المليون بالوزن ماء ويتم عمل الملامسة في درجة حرارة بين ٢٥ م° (٧٧ ف°) إلى ٥٠٠ م° (٩٣٢ ف°). في أحد الأمثلة، تتم ملامسة المحفز مع nitrogen جاف متذبذب في الطور الغازي gas phase في درجة ٢٥٠ م° (٤٨٢ ف°). تتم ملامسة المحفز مع بنزين جاف متذبذب في الطور السائل liquid phase ، على سبيل المثال، flowing dry benzene in the liquid phase ، على سبييل المثال، ١٣٠ م° (٢٦٦ ف°) إلى ٢٦٠ ف° (٥٠٠ ف°)، أو ١٦٠ م° (٣٢٠ ف°) إلى ٢١٠ م° (٤١٠ ف°)، أو ١٨٠ م° (٣٥٦ ف°) إلى ٢٠٠ م° (٣٩٢ ف°)، أو ١٥٠ م° (٣٠٢ ف°) إلى ١٨٠ م° (٣٥٦ ف°). أيضاً، يمكن أن يتم تخزين جسيمات المحفز catalyst particles في وحدة التصنيع أو مكان آخر بحيث تكون في تلامس مع غاز محيط حتى يتم مج كمية المادة المرغوبة.

بصورة نمطية تكون الـ LOI للمحفز الذي تتم تعبئته في مفاعل الألكلة المتبادلة transalkylation في المدى من ٢ إلى ٤ % بالوزن. بعد التعبئة في المفاعل، وبصورة مفضلة قبل استخدام المحفز لتعزيز تفاعلات الألكلة التبادلية transalkylation reactions ، قد يتم إخضاع المحفز إلى

خطوة جفاف لتقليل محتوى الماء للمحفز. يتم أيضاً بصورة مفضلة تقليل محتوى nitrogen للحفز.

يكون المحفز المكشوف عنه مفيد في الأكلة التبادلية لمركبات عطرية قابلة للأكلة التبادلية. تقبل عملية الأكلة التبادلية المكشوف عنها في هذه البراءة بصورة مفضلة كتغذية هيدروكربون قابل للأكلة التبادلية feed a transalkylatable hydrocarbon . تتكون الهيدروكربونات القابلة للأكلة التبادلية aromatic substrate transalkylatable من مركبات عطرية والتي تتميز بتكوين جزء على أساس مادة أساس عطرية hydrocarbons مع مركب عامل الكلة واحد أو أكثر تأخذ مكان ذرة هيدروجين hydrogen atoms واحدة أو أكثر حول البنية الحلقة لمادة الأساس العطرية . aromatic substrate ring structure

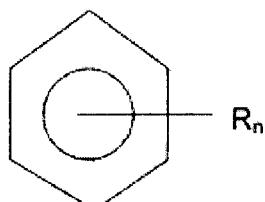
١٠

تشتمل مركبات عامل الكلة alkylating agent compounds والتي قد يتم اختيارها من مجموعة مواد مختلفة على :

acetylenic hydrocarbons ، و polyolefins ، و diolefins ، و monoolefins ، وأيضاً : alkylsulfates ، ethers ، و يشتمل الأخير على esters ، و alcohols ، و alkylhalides . various esters of carboxylic acids و alkylphosphates .  
١٥ تكون المركبات العاملة ك olefin المفضلة عبارة عن olefinic hydrocarbons والتي تشتمل على monoolefins تحتوي على رابطة مزدوجة واحدة لكل جزء. تكون monoolefins التي قد يتم استخدامها كمركبات تعمل ك olefin في العملية المكشوف عنها إما غازية بصورة طبيعية أو سائلة بصورة طبيعية وتشتمل على :

liquid olefins ، وأوليفينات سائلة ethylene, propylene, 1-butene, 2- butene, isobutylene  
عالية الوزن الجزيئي بصورة طبيعية مثل مركبات pentenes ومركبات hexenes ومركبات  
ال المختلفة، ومازال أوليفينات سائلة عالية الوزن الجزيئي، وتشتمل الأخيرة على  
olefin oligomers مختلفة بها ٩ إلى ١٨ ذرة كربون لكل جزيء بما في ذلك propylene trimer و  
propylene tetramer و C<sub>9</sub> normal olefins و propylene pentamer . الخ. قد يتم استخدام أوليفينات عادي  
إلى C<sub>18</sub> مثل مركبات أوليفين حلقي cyclopentene مثل cycloolefins و methylcyclopentene و  
و cyclohexene methylcyclohexene و الخ، قد يتم استخدامها، بالرغم أنه ليس من الضروري  
مع نتائج مكافئة. يكون من المفضل أن يحتوي أوليفين أحادي monoolefin على ٢ وما لا يزيد  
عن ١٤ ذرة كربون على الأقل. وأكثر تحديداً، يكون من المفضل أن يكون أوليفين أحادي  
monoolefin عبارة عن propylene . تكون مركبات عامل الألكلة alkylating agent بصورة  
مفضلة عبارة عن هيدروكربونات أليفاتية C<sub>2</sub>-C<sub>14</sub> aliphatic hydrocarbons، وأكثر تفضيلاً  
· propylene .

قد يتم اختيار مادة الأساس العطرية المفيدة كجزء من التغذية إلى عملية الألكلة التبادلية  
من مجموعة المركبات العطرية التي تشتمل بصورة أحادية وفي مزيج مع  
monocyclic alkyl substituted benzene benzene وبذرین به استبدال بواسطة ألكيل أحادي الحلقة  
لها البنية:



حيث تكون R عبارة عن هيدروكربون يحتوي على ١ إلى ٤ ذرة كربون، وتكون n عبارة عن عدد صحيح من ١ إلى ٥. بعبارة أخرى، قد يكون جزء مادة الأساس العطرية لشحنة التغذية عبارة عن benzene ، و benzene يحتوي على من ١ إلى ٥ مجموعة استبدال لمجموعة alkyl وخلائط منها. تشمل أمثلة غير محددة لمركبات شحنة تغذية مثل هذه على benzene ، toluene ، cumene و xylene و mesitylene (1,3,5-trimethylbenzene) ، و ethyl benzene ، و propylbenzene و butylbenzene ، و dodecylbenzene ، و tetradecylbenzene ، و خلائط منها. يتم تحديداً تفضيل أن تكون مادة الأساس العطرية عبارة عن بنزين aromatic substrate is benzene .

قد يكون لعملية الألكلة التبادلية transalkylation المكشوف عنها عدد من الأغراض. في إحداها، يتم استخدام المحفز لمنطقة تفاعل الألكلة التبادلية لإزالة مركبات عامل الألكلة alkylating agent في زيادة من واحدة من البنيات الحلقية للمركبات العطرية المعالجة بواسطة ألكيل متعدد aromatic substrate ونقل مركب عامل الألكلة إلى جزء مادة أساس عطرية polyalkylated والتي لم يتم بعد معالجتها بواسطة ألكيل، وزيادة بذلك كمية المركبات العطرية المرغوبة المنتجة بواسطة العملية. في غرض متعلق، يشتمل التفاعل المجرى في منطقة تفاعل الألكلة التبادلية على إزالة كل مكونات عامل الألكلة alkylating agent من المركب العطري به استبدال ويعمل هذا، تحويل مادة الأساس العطرية إلى benzene .

يكون لخليط التغذية تركيز ماء ومركبات تحتوي على oxygen في التغذية المدمجة بصورة مفضلة أقل من ٢ جزء في المليون بالوزن على أساس وزن مادة الأساس العطرية والمادة العطرية القابلة للألكلة المتبادلة المارة إلى منطقة التفاعل. لا تكون الطريقة التي يتم بواسطتها اكتساب مثل هذه التركيزات المنخفضة للفضة silver في خليط التغذية حاسمة للعملية المكشوف عنها في هذه

البراءة. في العادة، يتم تزويد تيار واحد يحتوي على مادة عطرية قابلة للأكلة التبادلية، مع كل تيار له تركيز ماء ومواد أولية لمركبات تحتوي على oxygen بحيث يكون لخليط التغذية المكون بواسطة دمج التيارات كل على حدة التركيز المفضل.

يمكن أن تتم إزالة الماء والمركبات المحتوية على oxygen إما من التيارات كل على حده أو خليط التغذية بواسطة طرق تقليدية، مثل تجفيف، أو إمتزاز، أو فصل. قد تكون المركبات المحتوية على oxygen عبارة عن أي alcohol ، أو epoxide ، أو aldehyde ، أو ketone ، أو phenol أو ether والتي يكون لها وزن جزيئي أو درجة غليان داخل مدى الأوزان الجزيئية أو درجات غليان للهيدروكربونات في خليط التغذية feed mixture .

لإجراء الكلة تبادلية لمركبات بولي ألكيل عطرية polyalkylaromatics مع مادة أساس عطرية aromatic substrate ، يتم بصورة مستمرة أو غير متقطعة إدخال خليط تغذية يحتوي على مادة أساس عطرية aromatic substrate ومركبات عطرية معالجة بواسطة بولي ألكيل بنسب جزيئية تتراوح من ١ : ١ إلى ٥٠ : ١ وبصورة مفضلة من ١ : ١ إلى ١٠ : ١ في منطقة تفاعل الكلة تبادلية تحتوي على المحفز المكشوف عنه في ظروف الكلة تبادلية بما في ذلك درجة حرارة من ٦٠ إلى ٣٩٠ م (١٤٠ إلى ٧٣٤ ف)، وبصفة خاصة من ٧٠ إلى ٢٠٠ م (١٥٨ إلى ٣٩٢ ف).

تكون الضغوط التي تكون مناسبة للاستخدام في هذه البراءة بصورة مفضلة أعلى من ١ ضغط جوي (١٠١.٣ كيلو باسكال (مطلق)) ولكن لا يجب أن تزيد عن ١٣٦٩ ضغط جوي (١٣١٦٩ كيلو باسكال (مطلق)). يكون مدى ضغط مرغوب بصفة خاصة من ١٠ إلى ٤٠ ضغط جوي (٤٠٥٢ كيلو باسكال (مطلق)). يكون من المرغوب سرعة وزن فضائية في الساعة (١٠١٣ إلى ٤٠٥٢ كيلو باسكال (مطلق)).

(WHSV) من ٠.١ إلى ٥٠ ساعة<sup>-١</sup>، وبصفة خاصة من ٠.٥ إلى ٥ ساعة<sup>-١</sup>، على أساس معدل تغذية البولي ألكيل العطرية polyalkylaromatics والوزن الكلي للمحفز على أساس جاف. بينما قد

يتم إجراء العملية المكشوف عنها في هذه البراءة في الطور البخاري vapor phase ، يجب أن تتم ملاحظة أن توليفة درجة الحرارة والضغط المستخدمة في منطقة تفاعل الألكلة التبادلية يتم تفضيل أن تكون بحيث تحدث تفاعلات الألكلة التبادلية transalkylation reactions في الطور السائل بالضرورة. في عملية الألكلة تبادلية طور سائل لإنتاج مركبات عطرية لألكيل أحادي monoalkylated ، يتم بصورة مستمرة غسل المحفز مع المواد المتفاعلة، مما يمنع بذلك تراكم المواد الأولية للـ coke على المحفز. يؤدي هذا إلى كميات مخفضة للفضة silver من تكوين كربون على المحفز المذكور والذي يتم إمتداد تكوين coke ويكون تهميد المحفز مشكلة رئيسية. بصورة إضافية، تكون الانقائية إلى إنتاج مادة عطرية لألكيل أحادي ، وبصفة خاصة إنتاج cumene أعلى في تفاعل الألكلة التبادلية التحفيزية للطور السائل liquid phase في هذه البراءة كما هو مقارن مع تفاعل الألكلة التبادلية التحفيزية لطور غازي gas phase .

تشتمل ظروف الألكلة التبادلية transalkylation للعملية المكشوف عنها في هذه البراءة على نسب جزئية لمجموعات حلقة عطرية لكل مجموعة ألكيل بصفة عامة من ١:١ إلى ٢٥:١. قد تكون النسبة الجزئية أقل من ١:١ ، ويعتقد أنه قد تكون النسبة الجزئية ٠٠٧٥:١ أو أقل. بصورة مفضلة، تكون النسبة الجزئية لمجموعات حلقة عطرية لكل مجموعة ألكيل propyl (أو لكل مجموعة propyl ، في إنتاج cumene ) أقل من ٦:١ .

في ظروف الألكلة التبادلية transalkylation ، تحتوي جسيمات المحفز بصورة نمطية على ماء بكمية بصورة مفضلة أقل من ٤٪ بالوزن، وأكثر تفضيلاً أقل من ٣٪ بالوزن، وأكثر تفضيلاً أيضاً أقل من ٢٪ بالوزن، كما هو مقاس بواسطة معايرة Karl Fisher، و nitrogen بكمية بصورة مفضلة أقل من ٠٠٥٪ بالوزن كما هو مقاس بواسطة تحليل دقيق (CHN) (كربون - hydrogen - nitrogen .)

تكون كل المراجعات في هذه البراءة إلى مجموعات عناصر الجدول الدوري إلى IUPAC "تدوين جديد" على الجدول الدوري للعناصر في الغطاء الأمامي الداخلي للكتاب بعنوان :

the book entitled CRC Handbook of Chemistry and Physics, ISBN 0-8493-0480-6, CRC Press, Boca Raton, Florida, U.S.A., 80<sup>th</sup> Edition, 1999-2000.

٥ . كما هو مستخدم في هذه البراءة، يتم تعريف النسبة الجزئية للمجموعات الحلقيّة العطرية لكل مجموعة أكيل كما يلي. يكون ترقيم هذه النسبة هي عدد مولات المجموعات الحلقيّة العطرية المارة خلال منطقة التفاعل أثناء فترة محددة من الزمن. يكون عدد المولات للمجموعات الحلقيّة العطرية هي مجموع كل المجموعات الحلقيّة العطرية، بغض النظر عن المركب الذي يتم فيه حدوث المجموعة الحلقيّة العطرية. على سبيل المثال، في إنتاج cumene ، تساهُم كل من مول واحد من benzene ، ومول واحد من cumene ، ومول واحد من DIPB، ومول واحد من TIPB مع مول واحد من مجموعة حلقيّة عطرية إلى مجموع المجموعات الحلقيّة العطرية. في إنتاج ethyl benzene واحد من مجموعة (EB)، يساهُم كل من مول واحد من benzene ، ومول واحد من EB، وواحد مول من di-ethylbenzene (DEB) مع مول واحد من المجموعة الحلقيّة العطرية إلى مجموع المجموعات الحلقيّة العطرية. يكون مقام هذه النسبة هو عدد مولات مجموعات alkyl والتي لها نفس عدد ذرات الكربون مثل تلك لمجموعة أكيل على المادة العطرية المعالجة بواسطة أكيل أحادي المرغوب والتي تمر خلال منطقة التفاعل أثناء نفس الفترة الزمنية المحددة. يكون عدد مولات مجموعات alkyl عبارة عن مجموع كل مجموعات alkyl و alkenyl مع نفس عدد ذرات الكربون مثل تلك لمجموعة alkyl على المادة العطرية المرغوبة المعالجة بواسطة أكيل أحادي monoalkylated ، بغض النظر عن المركب الذي يتم فيه حدوث مجموعة alkyl أو ما عدا أنه لا يتم الاشتغال على paraffins . بذلك، يكون عدد مولات مجموعات alkenyl ١٠

عبارة عن مجموع كل propyl ، iso-propyl ، n-propyl ، مجموعات propenyl ، بعض النظر عن المركبات التي يحدث فيها iso-propyl ، n-propyl ، أو مجموعة propenyl n-butane ، ما عدا أنه لا يتم الاشتمال على paraffins مثل propane ، و propenyl و isobutane ، وأعلى من حساب عدد مولات مجموعات propyl . على سبيل المثال، يساهم واحد مول propylene ، واحد مول cumene ، واحد مول NPB في واحد مول لمجموعة propyl إلى مجموع مجموعات propyl إلى مجموع مجموعات propyl ، بينما يساهم واحد مول DIPB ٢ مول لمجموعات propyl ويساهم واحد مول tri-propylbenzene ٣ مولات مجموعات propyl لتوزيع الثلاث مجموعات بين iso-propyl و n-propyl . يساهم كل من واحد مول ethylene واحد مول EB واحد من مجموعات ethyl لجمع مجموعات ethyl ، بينما يساهم واحد مول DEB ٢ مول من مجموعات ethyl ويساهم واحد مول ri-ethylbenzene ٣ مولات مجموعات ethyl . لا يساهم ethane أي مولات مجموعات ethyl .

كما هو مستخدم في هذه البراءة يعني WHSV سرعة الوزن الفضائية في الساعة، والتي يتم تعينها على هيئة معدل تدفق الوزن في الساعة مقسوم بواسطة وزن المحفز، حيث يكون معدل تدفق الوزن وزن المحفز بنفس وحدات الوزن.

كما هو مستخدم في هذه البراءة، يتم تعين تحويل DIPB على هيئة فرق بين مولات DIPB في التغذية والمولات DIPB في المنتج، مقسوماً على مولات DIPB في التغذية مضروباً في ١٠٠٪.

يتم حساب كل المرجعيات في هذه البراءة إلى مساحة السطح باستخدام نقاط بيانات  $P/P_0$  لضغط نيتروجين جزئي nitrogen partial pressure يتراوح من ٣٠٠٠ إلى ٣٠ باستخدام طريقة نموذج BET (Brunauer-Emmett-Teller) كما هو مشروح في:

Standard Test Method for Determining Micropore Volume and <sup>a</sup>ASTM D4365-95

Zeolite Area of a Catalyst.

وفي المثال بواسطة :

.S. Brunauer et al, J. Am. Chem. Soc, 60(2), 309-319 (1938)

كما هو مشار إليه في هذه البراءة، تم قياس الشدة المطلقة absolute intensity بواسطة حبود الأشعة السينية على المسحوق zeolites X-ray powder (XRD) لمادة Y الطبيعى لحالات الشدة لقى رقم XRD قليلة مختارة لمادة Y وقسمة هذا المجموع على المجموع الطبيعي لقيم الشدة لقى رقم XRD قليلة لمعيار شدة alpha-alumina 674a NBS، والذي يكون المعيار الرئيسي والذي يؤكد بواسطة المعهد القومى للمعايير والتكنولوجيا (NIST)، وكالة لإدارة التجارة الأمريكية. تكون الشدة المطلقة لل Y zeolites absolute intensity عبارة عن ناتج قسمة المجموع مضروباً بواسطة ١٠٠ :

$$\frac{(\text{الشدة المطلقة لقى رقم مادة Y zeolites})}{(\text{الشدة المطلقة لقى رقم عيارية لـ alpha-alumina})} = \text{الشدة المطلقة}$$

يتم في جدول (١) بيان معاملات المسح لمادة zeolites ومعيار alpha-alumina

جدول (١)

١٥

المادة	قيمة مدى 2T	Y zeolites	المعيار
٥٦-٤			-٣٤.٢ ، ٢٦.٦-٢٤.٦
			٤٤.٤-٤٢.٤ ، ٣٦.٢

زمن الخطوة	خطوة أو أكثر اعتماداً على محتوى zeolites	اث / خطوة
القسم	عرض الخطوة	٠٠٢
(٦٦٤)، (٥٥٥) + (٦٦٠.٨٢٢)	(١١٣)، (١٠٤)، (٠١٢)، (٤٤٠)، (٥٣٣)، (٦٤٢)، (٥١١.٣٣٣)	٠٠١

لأغراض هذا الكشف، يمكن أن يتم حساب الشدة المطلقة  $I_{\text{Y}}$  absolute intensity zeolites لـ  $I_{\text{Y}}$  والذى يتم خلطه مع رابط غير zeolites ليعطى خليط Z جزء بالوزن و( ١٠٠ - Z ) جزء بالوزن من الرابط غير zeolites على أساس جاف من الشدة المطلقة absolute intensity للخليط باستخدام البيغة، حيث تكون  $A = C(100/Z)$ ، عبارة عن الشدة المطلقة لا  $I_{\text{Y}}$  zeolites وتكون  $C$  عبارة عن الشدة المطلقة للخليط. على سبيل المثال، حيثما يتم خلط  $I_{\text{Y}}$  مع  $\text{PeralSB}$  alumina تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  لتعطي خليط من ٨٠ جزء بالوزن zeolites و ٢٠ جزء بالوزن رابط  $\text{Al}_2\text{O}_3$  على أساس جاف، وتكون الشدة المطلقة absolute intensity المقاسة للخليط ٦٠، يتم حساب الشدة المطلقة لا  $I_{\text{Y}}$  zeolites ليكون  $(60 \times (60/100))$  أو ٧٥.

كما هو مستخدم في هذه البراءة، يعني حجم خلية cell size الوحدة، والذي يتم في بعض الأحيان الإشارة إليه باسم معامل هيكل البلورة، حجم خلية الوحدة المحسوب باستخدام طريقة والتي استخدمت شكل تواافق لإيجاد مواضع قمة XRD للقسم (٦٤٢)، و(٨٢٢)، و(٥٥٥)، و(٨٤٠)، و(٦٤٤) لموقع  $\text{faujasite}$  وقمة  $\text{silicon}$  (١١١) لعمل التصحيح.

كما هو مستخدم في هذه البراءة، تكون النسبة الجزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  الظاهرة لا zeolites عبارة عن نسبة جزيئية silica إلى  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\text{SiO}_2$  إلى  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) كما هو محدد على أساس الكمية الإجمالية أو الكلية لا  $\text{aluminum}$  و  $\text{silicon}$  (إطار وغير إطار) الموجودة في zeolites ، ويتم في بعض الأحيان الإشارة إليه باسم silica إلى alumina الكلية في هذه البراءة النسبة الجزيئية ( $\text{SiO}_2$  إلى

( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). يتم الحصول على النسبة الجزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  بواسطة تحويل كيميائي تقليدي والتي تشتمل على كل صور aluminum و silicon الموجودة بصورة طبيعية.

كما هو مستخدم في هذه البراءة، يتم حساب جزء zeolites لـ aluminum والذى يكون عبارة عن إطار تركيبة كتلة ومعادلة aluminum لـ Kerr-Dempsey من المقال بواسطة :

G. T. Kerr, A. W. Chester, and D. H. Olson, Acta. Phys. Chem., 1978, 24, 169  
بواسطة .G. T. Kerr, Zeolites, 1989, 9, 350

كما هو مستخدم في هذه البراءة، يعني أساس جاف على أساس الوزن بعد التجفيف في هواء متدفق في درجة حرارة بمقدار ٩٠٠ م (١٦٥٢ ف) لمدة ساعة واحدة.

يتم تقديم الأمثلة التالية لأغراض التوضيح فقط ولا يقصد بها تحديد مجال هذا الكشف.

#### ١٠ مثال رقم ١ - مقارن

تم عمل ملاط slurried من عينة zeolites Y- 74 في محلول مائي aqueous solution ١٥ % بالوزن وتم جعل درجة حرارة المحلول ٧٥ م (١٦٧ م). يكون  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  عبارة عن Y sodium zeolites متنزب بنسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهيرية بمقدار ٥.٢ تقريباً وحجم خلية cell size وحدة ٢٤.٥٣ تقريباً، ومحتوى sodium ٢٠.٧ % بالوزن تقريباً محسوب على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. يتم تحضير zeolites Y- 74 من Y sodium zeolites بنسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهيرية بمقدار ١٥ تقريباً وحجم خلية cell size وحدة ٢٤.٦٧ تقريباً، ومحتوى sodium ٩٠.٤ % بالوزن تقريباً محسوب على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف والذي يتم تبادله مع ammonium لإزالة ٧٥ % تقريباً من الـ Na وعندئذ نزع alumina بخارياً عند درجة ٦٠٠ م (١١١٢ ف) بواسطة إتباع الخطوات

(١) و (٢) بصفة عامة للإجراء المشرح في العمود ٤ سطر ٤٧ إلى عمود ٥ سطر ٢ للبراءة الأمريكية ٥٣٢٤٨٧٧ . يتم إنتاج zeolites Y-74 وتم الحصول عليه من UOP LLC, Des Plaines, Illinois USA. بعد ساعة واحدة من التلمس في درجة ٧٥ °م (١٦٧ °م)، تم ترشيح الملاط filtercake was washed بكمية مفرطة من slurry was filtered . تم غسل عجينة المرشح de-ionized water . تم تكرار هذه الخطوات من تبادل أيون ion exchange .  
ماء دافئ منزوع الأيونات de-ionized water . تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried الناتجة إلى مستوى رطوبة ملائم، وحجم خلية cell size وحدة بالمقدار ٢٤.٥٧٢ أنجستروم وشدة مطلقة ٩٦ كحيود الأشعة السينية المحدد. تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried الناتجة إلى مستوى رطوبة ملائم، وخلطها مع SB alumina تم جعلها شبه غروية بواسطة HNO<sub>3</sub> لتعطي خليط ٨٠ جزء بالوزن من zeolites Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> على أساس جاف وضبط الرطوبة ليعطي نسيج عجين ملائم وعندئذ بتقطه إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١٠.٥٩ مم (١٦/١ بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة ٦٠٠ °م (١١١٢ °ف) تقريباً لمدة ساعة واحدة في هواء متدفق. كان هذا المحفز مماثل للفن الموجود.  
كان لهذا المحفز حجم خلية cell وحدة بمقدار ٢٤.٤٩٤ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٦١.١ و ٥٧.٢ % كنسبة مئوية من aluminum zeolites في المعدل.

## مثال رقم ٢

تم عمل ملاط من عينة أخرى من Y-74 zeolites المستخدم في المثال رقم ١ في محلول مائي ١٥ % NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> aqueous solution pH من ٤ إلى ٢

بواسطة إضافة كمية كافية من محلول  $\text{HNO}_3$  ١٧٪ بالوزن. بعد ذلك تم تسخين درجة حرارة الملاط حتى  $٧٥^{\circ}\text{C}$  ( $١٦٧^{\circ}\text{F}$ ) والحفظ عليها لمدة ساعة واحدة. بعد ساعة واحدة من التلامس في درجة  $٧٥^{\circ}\text{C}$  ( $١٦٧^{\circ}\text{F}$ ), تم ترشيح الملاط filtercake slurry was filtered وتم غسل عجينة المرشح was washed بكمية مفرطة من ماء دافئ منزوع الأيونات de-ionized . تم تكرار هذه الخطوات من استخلاص الحمض في وجود تبادل أيوني ion exchange مع  $\text{NH}_4^+$ , وترشيح، وغسل بالماء مرة واحدة، وكان لعجينة المرشح الناتجة نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهيرية بمقدار ١١.٥ ومحتوى sodium أقل من ٠٠٠١٪ بالوزن محدد على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف، وحجم خلية cell size وحدة بالمقدار ٢٤.٤٧ أنجستروم. تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried الناتجة إلى مستوى رطوبة ملائم، وخلطها مع Pural SB alumina تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  لتعطي خليط ١٠ جزء بالوزن من zeolites و ٢٠ جزء بالوزن من رابط  $\text{Al}_2\text{O}_3$  على أساس جاف وضبط الرطوبة ليعطي نسيج عجين ملائم وعندئذ ينبع إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١.٥٩ مم ( $١/٦$  بوصة).

تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة  $٦٠٠^{\circ}\text{C}$  ( $١١١٢^{\circ}\text{F}$ ) لمدة ساعة واحدة في هواء متدفق. كانت خصائص المحفز حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٢٤.٤٥٦ أنجستروم وشدة zeolites XRD مطلقة بمقدار ٦٦.٥ و ٩٢.٢٪  $\text{aluminum}$  كنسبة مؤوية من  $\text{Y}$  في  $\text{Y}$  المعدل ومساحة سطح BET بمقدار  $٧٠.٨ \text{ متر}^2/\text{جرام}$ .

### مثال رقم ٣

تم عمل ملاط من عينة أخرى من 74 Y- zeolites المستخدم في المثال رقم ١ في محلول مائي  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  aqueous solution ١٥٪ بالوزن. تمت إضافة كمية كافية من محلول  $\text{HNO}_3$  ١٧٪ بالوزن على مدى فترة ٣٠ دقيقة لإزالة جزء من aluminum الإطار الزائد. بعد ذلك تم تسخين

درجة حرارة الملاط حتى ٧٩ م (١٧٥ م) والحفظ عليها لمدة ٩٠ دقيقة. بعد ٩٠ دقيقة من التلمس في درجة ٧٩ م (١٧٥ م)، تم ترشيح الملاط slurry was filtered وتم غسل عجينة المرشح filtercake was washed بواسطة محلول ammonium nitrate بواسطة كمية مفرطة من ماء دافئ منزوع الأيونات de-ionized . على عكس المثال رقم ٢، لم يتم تكرار استخلاص الحمض في وجود ammonium nitrate للمرة الثانية. كان لعجينة المرشح الناتجة نسبة ظاهرية بمقدار ٨٠.٥٢ ومحتوى sodium ٠٠١٨ % بالوزن محدد على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried وخلطها مع alumina تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$ ، وبقائها dried ، تجفيفها extruded ، وتحميصها calcined بالطريقة المشروحة للمثال رقم ٢. كانت خصائص المحفز حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٦٥.٨ و ٨١.١ % كنسية ammonium بمقدار ٢٤.٤٨٦ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٦٩٨ متر<sup>٢</sup>/جرام.

#### مثال رقم ٤

تم إتباع نفس الإجراء المشروح في المثال رقم ٣ في المثال رقم ٤ باستثناء أنه في مقارنة مع المثال رقم ٣، تم استخدام زيادة من  $\text{HNO}_3$  ٣٣ %. تم عمل ملاط من نفس الـ ٧٤-Y المتنز المستخدم في المثال رقم ١ في محلول مائي  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  aqueous solution كافية من محلول  $\text{HNO}_3$  ١٧ % بالوزن على مدى فترة ٣٠ دقيقة لإزالة ammonium الإطار الزائد. بعد ذلك تم تسخين درجة حرارة الملاط حتى ٧٩ م (١٧٥ م) والحفظ عليها لمدة ٩٠ دقيقة. بعد ٩٠ دقيقة من التلمس في درجة ٧٩ م (١٧٥ م)، تم ترشيح الملاط slurry was filtered وتم غسل عجينة المرشح filtercake was washed بواسطة كمية مفرطة من ماء دافئ منزوع الأيونات ion exchange . على عكس المثال رقم ٢، لم يتم تكرار هذه الخطوات تبادل أيوني de-ionized

مع  $\text{NH}_4^+$ ، والترشيح، والغسل بالماء. كان لعجينة المرشح الناتجة نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية بمقدار ١٠٠.١٦٪ بالوزن محدد على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried alumina Pural SB تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  وبنقها extruded ، وجفيفتها، وتحميصها calcined بالطريقة المشروحة للمثال رقم ٢. كانت خصائص المحفز حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٤٣٤-٤٣٤ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٥٣.٦٪ و ٧٤.٩٪ ammonium كنسبة مئوية من ammonium في zeolites Y المعدل ومساحة سطح BET بمقدار ٧٣٢ متر<sup>٢</sup>/جرام.

#### مثال رقم ٥ - مقارن

تم إتباع نفس الإجراء المشروح في المثال رقم ٣ في المثال رقم ٤ باستثناء أنه في مقارنة مع المثال رقم ٣، تم استخدام زيادة من  $\text{HNO}_3$  ٥٢٪. تم عمل ملاط من نفس الـ ٧٤-Y المتنزن المستخدم في المثال رقم ١ في محلول مائي aqueous solution  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  ١٥٪ بالوزن. تمت إضافة كمية كافية من محلول  $\text{HNO}_3$  ١٧٪ بالوزن على مدى فترة ٣٠ دقيقة لزيادة نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  الطاهرية. بعد ذلك تم تسخين درجة حرارة الملاط حتى ٧٩ م (١٧٥ م) والحفظ عليها لمدة ٩٠ دقيقة. بعد دقيقة من التلمس في درجة ٧٩ م (١٧٥ م)، تم ترشيح الملاط slurry was filtered وتم غسل عجينة المرشح filtercake was washed بواسطة كمية مفرطة من ماء دافئ منزوع الأيونات de-ionized . على عكس المثال رقم ٢، لم يتم تكرار هذه الخطوات تبادل أيوني ion exchange مع  $\text{NH}_4^+$ ، والترشيح، والغسل بالماء. كان لعجينة المرشح الناتجة نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية بمقدار ١١.١٥٪ بالوزن محدد على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried alumina Pural SB تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  لتعطي خليط ٨٠ جزء بالوزن من zeolites Y و ٢٠ جزء

بالوزن من رابط  $\text{Al}_2\text{O}_3$  على أساس جاف وعندئذ يُثقب إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١.٥٩ مم (٦/١ بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة ٦٠٠ م (١١١٢ ف) تقريباً لمدة ساعة واحدة في هواء متدايق. كانت خصائص المحفز حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٢٤.٤١٨ ammonium أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٤٤.٨٪ و ٧٥.٢٪  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  كنسبة مئوية من zeolites Y في المعدل ومساحة سطح BET بمقدار ٧٥٦ متر<sup>٢</sup>/جرام.

#### مثال رقم ٦

تم عمل ملاط من نفس zeolites Y- 74 المستخدم في المثال رقم ١ في محلول مائي aqueous  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  solution ١٥٪ بالوزن. تكون الكمية الكلية من  $\text{HNO}_3$  في هذا المثال مثل تلك في المثال رقم ٥. على أي حال، بدلاً من إجراء استخلاص الحمض في خطوة مفردة كما هو مشروح في المثال رقم ٥، يتم إجراء استخلاص الحمض في خطوتين بواسطة ٨٥٪ من حمض  $\text{HNO}_3$  الكلي المستخدم في الخطوة الأولى واستخدام الـ ١٥٪ من الحمض الكلي المتبقية في الخطوة الثانية. كان إجراء/حالة استخلاص الحمض في كل من الخطوتين كل على حده مماثل لذاك المشروح في المثال رقم ٥. تمت إضافة محلول  $\text{HNO}_3$  ١٧٪ بالوزن إلى الملاط المصنوع من Y- 74 ومحلول  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ . بعد ذلك تم تسخين درجة حرارة الملاط حتى ٧٩ م (١٧٥ م) والحفظ عليها لمدة ٩٠ دقيقة. بعد ٩٠ دقيقة من التلمس في درجة ٧٩ م (١٧٥ م)، تم ترشيح الملاط وتم غسل عجينة المرشح filtercake was washed بواسطة كمية مفرطة من ماء دافئ منزوع الأيونات de-ionized . تم تكرار خطوات استخلاص الحمض (مع الـ ١٥٪ من  $\text{HNO}_3$  المتبقية المستخدمة)، وترشيحه، والغسل بالماء، وكان لعجينة المرشح الناتجة نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$  ظاهرية بمقدار ١١.١٤ ومحتوى sodium ٠٠٠٩٪ بالوزن محدد على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried الناتجة إلى مستوى رطوبة ملائم،

وخلطها مع Pural SB alumina تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$ ، لتعطي خليط ٨٠ جزء بالوزن من zeolites و ٢٠ جزء بالوزن من رابط  $\text{Al}_2\text{O}_3$  على أساس جاف، وعندئذ بثقه إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١٠.٥٩ مم (١٦/١ بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة ٦٠٠ م° (١١١٢ ف) تقريباً لمدة ساعة واحدة في هواء متدفق. كانت خصائص المحفز حجم خلية cell ammonium size وحدة بمقدار ٢٤.٤١١ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٥٦.١٪ /٧٢.٥٪ . كنسبة مؤوية من ammonium في Y zeolites المعدل ومساحة سطح BET بمقدار ٧٦٣ متر٢/جرام.

مثال رقم ٧

تم عمل ملاط من نفس ٧٤ Y- zeolites المستخدم في المثال رقم ٣ في محلول ammonium sulfate إلى هذا محلول تمت إضافة محلول sulfuric acid ١٧٪ على مدى ١٨٪ بالوزن. تم تسخين الدفعه إلى درجة ٧٩ م° (١٧٥ م°) وتثبيتها لمدة ٩٠ دقيقة. تم إزالة ٣٠ دقيقة. تم عندئذ تسخين الدفعه إلى درجة ٦٢ م° (١٤٣ ف) وترشيحها. تم عندئذ إعادة تكوين ملاط من مادة Y في ammonium sulfate وترشيحها. تم تجفيف عجينة الملاط بمقدار ٧٧٥ م° (١٧٥ م°) لمدة ساعة واحدة. تم عندئذ ترشيح المادة وغسلها بالماء. كان لعجينة المرشح الناتجه نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهريه بمقدار ٧.٧١ ومحتوى sodium ٠.٠١٦٪ . بالوزن محدد على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried extruded تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$ ، وبثيقها الناتجه، وخلطها مع Pural SB alumina تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$ ، وبثيقها ، وتجفيفها dried ، وتحميصها calcined بالطريقة المشروحة للمثال رقم ٢. كانت خصائص المحفز حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٢٤.٤٨٩ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٦٥.٣٪ . و ٧٥.٧٪ كنسبة مؤوية من ammonium في Y zeolites المعدل. يلخص جدول ٢ خصائص المحفزات المحضرة في الأمثلة ١ إلى ٧.

جدول ٢

٧	٦	٥	٤	٣	٢	١	مثال رقم
مثال	مثال	مقارن	مثال	مثال	مثال	مقارن	نوع المثال
٤-١	لا يوجد	٢-١	٢-١	٢-١	٥،٢-١	٥-١	أشكال مع بيانات الدورة
٧.٧١	١١.١٤	١١.١٥	١٠.١٠	٨.٥٢	١١.٥٠	٥.٢٠	النسبة الجزيئية Si/Al <sub>2</sub> الظاهرة لـ zeolites Y
٢٤.٤٨٩	٢٤.٤١١	٢٤.٤١٨	٢٤.٤٣٤	٢٤.٤٨٦	٢٤.٤٥٦	٢٤.٤٩٤	حجم خلية وحدة size zeolites Y أحيستروم
٦٥.٣	٥٦.١	٤٤.٨	٥٣.٦	٦٥.٨	٦٦.٥	٦١.١	الشدة المطلقة absolute intensity لـ XRD
٨١.٦	٧٠.١	٥٦	٦٧	٨٢.٣	٨٣.١	٧٦.٤	الشدة المطلقة absolute intensity لـ XRD Y zeolites
٧٥.٧	٧٢.٥	٧٥.٢	٧٤.٩	٨١.١	٩٢.٢	٥٧.٢	aluminum zeolites إطار ٪ ذري من aluminum الكلي
--	٧٦٣	٧٥٦	٧٣٢	٦٩٨	٧٠٨	--	مساحة سطح لـ BET متر <sup>٢</sup> / جرام

مثال رقم ٨

تم اختبار المحفزات المحضرة في الأمثلة أرقام ١ إلى ٥ و ٧ لأداء الأكلة التبادلية transalkylation

باستخدام تغذية تحتوي على benzene ومركبات benzene معالجة بواسطة ألكيل متعدد

polyalkylated . تم تحضير التغذية بواسطة مزج مركبات benzene معالجة بواسطة ألكيل متعدد °

تم الحصول عليها من وحدة الكلة تبادلية مع benzene. يمثل مزيج التغذية polyalkylated المحضر تركيبة تغذية نمطية لأكلة تبادلية بنسبة جزيئية مجموعة حلقية عطرية إلى مجموعة propyl ٢٠٣ تقريباً. لقد بينت المحفزات المحضرة بواسطة العملية المكشوف عنها في هذه البراءة توفير نفس المميزات عند معالجة التغذيات بنسب تغذية جزيئية أقل أو أعلى أساساً. تم في جدول ٣ تلخيص تركيبة التغذية كما هو مقاس بواسطة chromium انوجراف الغاز. تم عمل الاختبار في مفاعل طبقة ثابتة بأسلوب نفاذ مرة واحدة تحت ظروف ٤٤٧ كيلو باسكال (قراءة المقياس) ٥٠٠ رطل لكل بوصة مربعة (قراءة المقياس) لضغط المفاعل، نسبة جزيئية لمجموعات حلقية عطرية إلى مجموعة DIPB propyl ٢٠٣ تقريباً، و ٠٠٨٠ ساعة-١ سرعة فضائية في الساعة لـ على مدى درجات حرارة التفاعل.

تمت إتاحة تحقيق المفاعل ظروف حالة مستقرة بالضرورة في كل درجة حرارة، وتم عمل عينات المنتج للتحليل. لم يحدث الضرورة تهميد محفز أثناء الاختبار.

قبل إدخال التغذية، تم إخضاع كل محفز إلى إجراء تجفيف بواسطة الملائمة مع تيار nitrogen متدفق يحتوي على أقل من ١٠ بالوزن - جزء في المليون ماء في درجة ٢٥٠ م (٤٨٢ ف) لمدة ٦ ساعات.

جدول ٣

ال التركيز ، % بالوزن	المكون
٦٣.٨٣٢	benzene
٠٠٠٣٨	مواد غير عطرية nonaromatics
٠٠٠٠٢	toluene
٠٠٠٠٠	ethyl benzene
٠.٨٨٠	cumene
٠٠٠٠٢	NPB
٠٠٠٧١	butylbenzene
٠٠٠٢١	Pentylbenzene
٢٠.٧٧٦	m- DIPB
٠.٥٢٠	o- DIPB
١٣.٤٧٢	p- DIPB
٠.٣٠٨	Hexylbenzene
٠٠٠٢٩	TIPB -٥ ، ٣ ، ١
٠٠٠١٢	TIPB -٤ ، ٢ ، ١
٠٠٠٠٣	Tetra-isopropylbenzene
٠٠٠٠٤	Nonylbenzene
٠٠٠٣٠	مواد غير معروفة
١٠٠	إجمالي

تبين هذه الأمثلة فوائد النشاط العالى ونقاء المنتج في نواتج الألكلة التبادلية transalkylation للأكيل متعدد polyalkylated معزو إلى المحفزات المحضره بواسطة العملية cumene المكشف عنها في هذه البراءة.

٥ مثال رقم ٩ - التجديد

تم اختبار عينة من المحفز المحضر في المثال رقم ٧ بالطريقة المنشورة في المثال رقم ٨، كما هو موضح من قبل. بعد الاختبار، تم وضع المحفز المستفاد في طبق سيراميك ceramic dish ، والذي تم وضعه في فرن محكم. عندما يمر الهواء المتتدفق خلال الفرن المحكم، تم رفع درجة الفرن من  $70^{\circ}\text{F}$  (١٥٨°F) إلى  $55^{\circ}\text{F}$  (١٠٢٢°F) بمعدل  $1^{\circ}\text{F}$  (٠.٨°C) في الدقيقة، وتثبيتها عند  $55^{\circ}\text{F}$  (١٠٢٢°F) لمدة ٦ ساعات، وتبريدها عندها إلى  $110^{\circ}\text{F}$  (٢٣٠°C). بعد التجديد، تم اختبار المحفز مرة ثانية بالطريقة المنشورة في المثال رقم ٨.

تبين الأشكال ٣ و ٤ نتائج الاختبار للمحفزات قبل التجديد (م رقم "مثال رقم ٧") وبعد التجديد (م رقم "مثال رقم ٩"). تبين النتائج أنه للمحفزات قبل وبعد التجديد أنشطة متماثلة وحالات نقاء منتج والتي كانت كلاً منها أفضل من المنحنى لمحفز المثال رقم ١، ولذلك تبين قابلية تجديد محفز جيدة.

#### ١٠ المثال رقم ١٠

تم تقييم عينات المحفزات المحضرة في الأمثلة ١ و ٢ للأكلة التبادلية ل ethyl benzene متعدد. تم اختبار كل محفز باستخدام تغذية مكونة من مزيج من benzene ٦٣.٦٪ بالوزن و ٣٦.٤٪ بالوزن من (p-DEB) para-diethyl benzene. تمت تعبئة المحفز في مفاعل وعندئذ تم تجفيف المحفز بواسطة الملامسة مع تيار nitrogen متتدفق يحتوي على أقل من ١٠ ٪ بالوزن - جزء في المليون ماء في درجة  $250^{\circ}\text{F}$  (٤٨٢°C) لمدة ٦ ساعات. تم تنفيذ كل اختبار عند WHSV p- DEB بمقدار ٢ ساعة<sup>-١</sup> وعلى مدى من درجات حرارة التفاعل من  $170^{\circ}\text{F}$  (٣٣٨°C) إلى  $230^{\circ}\text{F}$  (٤٤٦°C). تمت إتاحة تحقيق المفاعل ظروف حالة مستقرة بالضرورة في كل درجة حرارة تفاعل، وتم عمل عينات للمنتج للتحليل. لم يحدث الضرورة تهميد محفز أثناء الاختبار. يعرض شكل ٥ النتائج لكلا المحفزين. تبين النتائج أن المحفز المحضر في المثال رقم ٢ له نشاط وثبات مماثل أو

أفضل من المنحنى لمحفز المثال رقم ١، ويمكن أن يتم استخدامها في عمليات الأكلة التبادلية

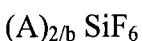
. poly-ethyl benzene لـ transalkylation

يتم توفير ملخص للبيانات بواسطة الأشكال ١ - ٥. في شكل ١، يكون تحويل DIPB للأمثلة ٤-٢ و ٧ أعلى أساساً من ذلك المعروض للأمثلة ١ و ٥، على أن يتم تمثيل المثال رقم ١ بواسطة الخط ٥ ١٠١. في شكل رقم ٢، تكون النسبة cumene/NPB أقل للأمثلة ٤-٢ و ٧ كما هو مقارن مع المثال رقم ١، والذي يتم تمثيله بواسطة الخط ٢٠١. في الشكل ٣، يكون تحويل DIPB أعلى للمحفز غير المجدد للمثال رقم ٧ والمحفز المجدد للمثال رقم ٩ في مقارنة مع المثال رقم ١، والذي يتم تمثيله بواسطة الخط ١٠١ من الشكل رقم ١. في شكل ٤، تكون النسبة cumene/NPB أقل للمحفز غير المجدد والمجدد للأمثلة رقم ٧ ورقم ٩ على الترتيب كما هو مقارن مع المثال رقم ١، والذي يتم تمثيله بواسطة الخط ٢٠١ من الشكل رقم ٢. وفي شكل ٥، يظهر المثال رقم ٢ تحويل DEB فائق يفوق المثال رقم ١، والذي يتم تمثيله بواسطة الخط ٥٠١. يتم الاعتقاد أن النشاط الأقل ونقاء المنتج المتدينية للمحفز المحضر في المثال المقارن رقم ٥ يكون بسبب ظروف استخلاص الحمض والتي كانت خطيرة جداً. بذلك، يمكن خفض ظروف استخلاص الحمض الخطيرة تبلور .Y zeolites crystallinity

قد يتم استخدام مركبات Y zeolites في العملية المكشوف عنها في هذه البراءة وقد يتم تحضيرها بواسطة نزع ألومنيوم zeolites Y dealuminating له نسبة جزيئية silica إلى alumina كلية أقل من ٥ ويتم الكشف عنه بالتفصيل في البراءات الأمريكية ٤٥٠٣٠٢٣ ، ٤٥٩٧٩٥٦ ، و ٤٧٣٥٩٢٨ ، و ٥٢٧٥٧٢٠ والتي يتم دمجها بالكامل في هذه البراءة بصفة مرجع. تكشف البراءة

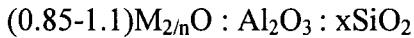
الأمريكية رقم ٤٥٠٣٠٢٣ عن إجراء آخر لنزع الألومنيوم Y zeolites تشتمل على ملامسة zeolites Y مع محلول مائي aqueous solution fluorosilicate من ملح fluorosilicate باستخدام نسب مقننة، ودرجات حرارة، وحالات رقم هيدروجيني pH والتي تتجنب استخلاص aluminum بدون استبدال silicon . تكشف البراءة ٤٥٠٣٠٢٣ أنه يتم استخدام ملح fluorosilicate كناتج استخلاص silicon وأيضاً كمصدر للـ silicon الغريب والذي يتم إدخاله في بنية Y zeolites في مكان aluminum .

ال المستخلص. يكون للملح الصيغة العامة:



حيث تكون A عبارة عن كاتيون معدني أو غير معدني metallic or nonmetallic cation غير  $\text{H}^+$  له التكافؤ "b". تكون Cations الممثلة بواسطة "A" عبارة عن alkylammonium ، و  $\text{Fe}^{++}$ ،  $\text{Mg}^{++}$ ،  $\text{NH}_4^+$   $\text{Li}^+$ ،  $\text{Na}^+$ ،  $\text{K}^+$ ،  $\text{Ba}^{++}$ ،  $\text{Cu}^{++}$ ،  $\text{Cd}^{++}$ ،  $\text{H}^+$ ،  $\text{Ca}^{++}$ ،  $\text{Cs}^+$ ،  $\text{Zn}^{++}$ ،  $\text{Co}^{++}$ ،  $\text{Pb}^{++}$ ،  $\text{Mn}^{++}$ ،  $\text{Rb}^+$ ،  $\text{Ag}^+$ ،  $\text{Sr}^{++}$ ،  $\text{Ti}^+$ ،  $\text{O}^{++}$ .

تتم معرفة عضو مفضل من هذه المجموعة من مركبات Y zeolites باسم LZ-210، وهو منخل منخل جزيئي ألومنيو م سليكات aluminosilicate molecular sieve described zeolites في البراءة ٤٥٠٣٠٢٣ . يتم بصورة ملائمة تحضير مركبات LZ-210 zeolites ومركبات أخرى من هذه المجموعة من مادة بداية zeolites Y. في أحد النماذج، يكون للـ zeolites LZ-210 zeolites نسبة جزيئية كلية silica إلى alumina من ٥ إلى ١١ . يتراوح حجم خلية cell size الوحدة من ٢٤.٣٨ إلى ٢٤.٥٠ أنجستروم، ومن المفضل من ٢٤.٤٤ إلى ٢٤.٤٠ أنجستروم. يكون للفئة LZ-210 من مركبات zeolites المستخدمة في العملية والتركيبة المكثفوف عنها في هذه البراءة تركيبة معبر عنها بدلالة النسب الجزيئية للأكسيد كما في الصيغة التالية:



حيث تكون "M" عبارة عن كاتيون له التكافؤ "n" وتكون لـ "X" قيمة من ٥ إلى ١١.

بصفة عامة، قد يتم تحضير مركبات dealuminating zeolites LZ-210 بواسطة نزع الألومنيوم fluorosilicate zeolites من نوع Y باستخدام محلول مائي aqueous solution من ملح ammonium . ومن المفضل محلول hexafluorosilicate . يمكن أن يتم تنفيذ نزع ammonium بواسطة وضع Y، بصورة طبيعية ولكن ليس بالضرورة zeolites Y متبادل مع ammonium ، في وسط تفاعل مائي مثل محلول مائي aqueous solution ، بالإضافة ببطء لمحول مائي ammonium fluorosilicate . بعد أن يتم السماح للتفاعل بالتقدم، يتم إنتاج zeolites له نسبة جزيئية alumina إلى silica كلية زائدة. يعتمد مقدار الزيادة جزئياً على الأقل على كمية محلول fluorosilicate zeolites المترافق مع زمان التفاعل المسموح. بصورة طبيعية، يكون زمان تفاعل بين ١٠ و ٢٤ ساعة كافياً لأن يتم تحقيق الإنزال. يكون الناتج الصلب الناتج، والذي يمكن أن يتم فصله من وسط التفاعل المائي بواسطة تقنيات ترشيح تقليدية، هو صورة LZ-210 zeolites. في بعض الحالات قد يتم إخضاع هذا المنتج إلى تحميص بخاري بواسطة طرق معروفة في المجال. على سبيل المثال، قد تتم ملامسة المنتج مع بخار ماء عند ضغط جزئي بمقدار ١٠٤ كيلو باسكال (مطلق) (٠٠٢ رطل لكل بوصة مربعة (مطلق)) لفترة بين ١/٤ إلى ٣ ساعات في درجة حرارة بين ٤٨٢ م (٩٠٠ ف) و ٦١٦ م (١٥٠٠ ف) من أجل توفير ثبات بلوري crystalline stability أكبر. في بعض الحالات قد يتم إخضاع ناتج التحميص البخاري إلى تبادل مع ammonium بواسطة طرق معروفة في المجال. على سبيل المثال، قد يتم عمل ملاط من المنتج مع ماء تتم بعده إضافة ملح ammonium إلى الملاط. يتم بصورة نمطية تسخين الخليط الناتج لفترة من الساعات، وترشيحه، وغسله بالماء. يتم

رشح طرق لتبخير zeolites LZ-210 ومبادلته مع ammonium في البراءات الأمريكية أرقام ٥٢٧٥٧٢٠، ٤٧٣٥٩٢٨، ٤٥٠٣٠٢٣.

في أحد النماذج، يتم إتباع التبادل مع ammonium بواسطة المعالجة بواسطة محلول مائي في aqueous solution من ملح fluorosilicate لزيادة نسبة Si/Al<sub>2</sub>، وتعزيز البتات المائي الحراري وخفض النزعة الطبيعية لتكوين ammonium إطار زائد.

يمكن أن يتم تنفيذ التبادل الأيوني ion-exchanged لـ ammonium مع zeolites LZ-210 في حالة التبادل النهائي منخفض الرقم الهيدروجيني pH ، والذي يتم تفضيله، بنفس الطريقة كما في حالة التبادل الأولي مع ammonium zeolites LZ-210 (وأو zeolites Y) كما هو مشرح من قبل) ما عدا أنه يتم خفض الرقم الهيدروجيني pH لوسط التبادل exchange medium إلى أقل من ٤، ومن المفضل أقل من ٣، أثناء جزء على الأقل من إجراء التبادل الأيوني ion-exchanged . يتم بسهولة تنفيذ خفض الرقم الهيدروجيني pH بواسطة إضافة حمض معدني أو عضوي mineral or organic acid ملائم إلى محلول ammonium . يكون Nitric acid مناسب بصفة خاصة لهذا الغرض. بصورة مفضلة، يتم تجنب الأحماض التي تكون أملاح غير قابلة للذوبان insoluble aluminum salts . في إجراء التبادل الأيوني ion-exchanged مع ammonium منخفض الرقم الهيدروجيني pH ، تكون كلاً من الرقم الهيدروجيني pH لوسط التبادل exchange medium وكمية وسط التبادل exchange medium بالنسبة إلى zeolites وזמן تلامس zeolites مع وسط التبادل exchange medium عوامل هامة. لقد تم اكتشاف أنه طالما كان وسط التبادل exchange medium sodium cations are sodium medium برقم هيدروجيني pH أقل من ٤، يتم تبادل كايونات الـ hydrogen cations في zeolites وبالإضافة إلى ذلك، يتم تبادل exchanged لكايونات الهيدروجين على الأقل، وبصورة سائدة غير إطار وبعض إطار. يتم تحسين استخلاص بعض ammonium على الأقل، وبصورة سائدة غير إطار وبعض إطار. يتم تحسين

كفاءة العملية، على أي حال، بواسطة تحميس وسط التبادل exchange medium الأيوني ion-exchanged باستخدام حمض أكثر من مما يتم الاحتياج إليه لخفض الرقم الهيدروجيني pH أقل من ٤ مباشرة. كما سوف يكون واضحاً من البيانات المبينة فيم يلي، كلما يكون وسط التبادل ammonium exchange medium أكثر حمضية، كلما كان الميل أكبر لاستخلاص إطار وأيضاً zeolites غير إطار من zeolites . يتم تنفيذ إجراء الاستخلاص إلى درجة كافية لإنتاج منتج له نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهيرية من ٦٠.٥ إلى ٣٥. في نماذج أخرى، تكون النسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  الظاهيرية من ٦٠.٥ إلى ٢٣، وأكثر تفضيلاً من ٦٠.٥ إلى ٢٠.

يتم تقديم أمثلة LZ-210 لأغراض التوضيح فقط ولا يقصد بها تحديد مجال هذا الكشف.

#### مثال رقم ١١ - مقارن

١٠ تم عمل ملاط من عينة zeolites Y-74 في محلول مائي aqueous solution  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ٪ ١٥ zeolites Y-74 عبارة عن  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهيرية بمقدار ٧٥ م (١٦٧ م). يكون  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. يتم بالوزن وتم جعل درجة حرارة محلول zeolites Y-74 مترافقاً وحجم خلية cell size sodium Y متزن بنسبة ٢٤.٥٣ تقربياً وحجم خلية cell size sodium Y تقربياً، ومحتوى sodium Y ٪ ٢٠.٧ بالوزن تقربياً محسوب على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. يتم تحضير zeolites Y-74 zeolites Y-74 من  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهيرية بمقدار ٤.٩ تقربياً وحجم خلية cell size sodium ٪ ٩٠.٤ بالوزن تقربياً محسوب على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف والذي يتم تبادله مع ammonium على الإزالة ٪ ٧٥ تقربياً من الـ Na وعندئذ نزع alumina بخارياً عند درجة ٦٠٠ م (١١١٢ ف) بواسطة إتباع الخطوات (١) و(٢) بصفة عامة للإجراء المشروع في العمود ٤ سطر ٤٧ إلى عمود ٥ سطر ٢ للبراءة الأمريكية ٣٢٤٨٧٧ UOP LLC, Des Plaines، وتم الحصول عليه من zeolites Y-74 . يتم إنتاج

slurry. بعد ساعة واحدة من التلامس في درجة ٧٥ م (١٦٧ °م)، تم ترشيح الملاط slurry. Illinois USA وتم غسل عجينة المرشح filtercake was washed بكمية مفرطة من ماء دافئ was filtered منزوع الأيونات de-ionized . تم تكرار هذه الخطوات من تبادل أيون ion exchange . تم تجفيف عجينة المرشح إلى مستوى رطوبة ملائم، وترشيح، وغسل بالماء مرتين إضافيتين، وكان لعجينة المرشح نسبة ظاهرية  $\text{Si}/\text{Al}_2$   $\text{NH}_4^+$ ، وبنسبة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف بمقادير ٥٪ و ١٣٪ بالوزن محسوب على هيئة sodium . وحجم خلية cell size وحدة بالمقدار ٢٤.٥٧٢ أنجستروم وشدة مطلاقة ٩٦ كحيود الأشعة السينية وخلطها مع Pural SB alumina لتعطي خليط ٨٠ جزء zeolites بالوزن من  $\text{Al}_2\text{O}_3$  و ٢٠ جزء بالوزن من رابط zeolites على أساس جاف وضبط الرطوبة ليعطي نسيج عجين ملائم وعندئذ يتبخر إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١٠.٥٩ مم (١٦/١ بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة ٦٠٠ م (١١١٢ °ف) تقربياً لمدة ساعة واحدة في هواء متدفق. كان هذا المحفز مماثل للفن الموجود. كان لهذا المحفز حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٢٤.٤٩٤ aluminum وشدة XRD مطلاقة بمقدار ٦١.١ و ٥٧.٢٪ كنسبة مؤدية من  $\text{Y}$  zeolites في المعدل.

١٥: مثال رقم (١٢):

تم تبادل ٥٤- $\text{Y}$  zeolites مع ammonium وعندئذ معالجته بواسطة fluorosilicate طبقاً للإجراء المنشور في البراءة الأمريكية 4,503,03. يكون ٥٤- $\text{Y}$  عبارة عن ammonium sodium zeolites  $\text{Y}$  بنسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية بمقدار ٤.٩ تقربياً، وحجم خلية cell size وحدة بمقدار ٢٤.٦٧، ومحظى sodium ٩٠.٤٪ بالوزن محسوب على هيئة  $\text{Na}_2\text{O}$  على أساس جاف. يتم إنتاج ٥٤- $\text{Y}$  zeolites UOP LLC, Des Plaines, Illinois USA وتم الحصول عليه من إنتاج ٥٤- $\text{Y}$ .

تبخير Y zeolites الناتج، والذي كان له نسبة جزئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية بمقدار ٦.٥ في درجة ٦٠٠ م (١١١٢° ف) بواسطة بخار ١٠٠٪ لمرة ساعة واحدة، وعندئذ تبادله مع ammonium . تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried الناتجة إلى مستوى رطوبة ملائم، وخلطها مع Pural SB alumina تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  لتعطي خليط ٨٠ جزء بالوزن من zeolites و ٢٠ جزء بالوزن من رابط  $\text{Al}_2\text{O}_3$  على أساس جاف وضبط الرطوبة ليعطي نسيج عجين ملائم وعندئذ بثقه إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١.٥٩ مم (١٦/١ بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة ٦٠٠ م (١١١٢° ف) تقريباً لمدة ساعة واحدة في هواء متدفق. كان للمحفز الناتج حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٢٤.٤٢٦ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٨١.٦ و ٦٣.٢٪ إطار كنسية مئوية من aluminum zeolites في Y المعدل.

١٠. مثال رقم ١٣

تم تبادل ٥٤ zeolites Y- مخلق مع ammonium وعندئذ معالجته بواسطة fluorosilicate zeolites Y ammonium طبقاً للإجراء المshروح في البراءة الأمريكية ٤٥٠٣٠٣. تمت تبخير Y zeolites الناتج، والذي له نسبة جزئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية بمقدار ٩ وتمت الإشارة إليه باسم (9) LZ-210 في درجة ٦٠٠ م (١١١٢° ف) بواسطة بخار ١٠٠٪ لمرة ساعة واحدة. تم أولاً تحضير ملاط مصنوع من ٢٢٨ جرام (9) LZ- 210 مبخر و ٦٧٢ جرام  $\text{H}_2\text{O}$ . تمت عندئذ إضافة محلول  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  مصنوع من ٢١٢ جرام  $\text{H}_2\text{O}$  و ٦٦٧ جرام من  $(\text{NH}_4)\text{NO}_3$  ٥٠٪ بالوزن إلى الملاط (9) LZ- 210 المبخر. تم عندئذ رفع درجة حرارة الخليط الناتج إلى ٨٥ م (١٨٥° ف) وخلطه عندئذ لمدة ١٥ دقيقة. إلى هذا الخليط، تمت إضافة ٥.٧ جرام من  $\text{HNO}_3$  ٦٦٪ بالوزن، وتم الحفاظ على الخليط الناتج في ٨٥ م (١٨٥° ف) مع التقليل المستمر لمدة ٦٠ دقيقة. في نهاية استخلاص الحمض، تم ترشيح الخليط وتم غسل العجينة بواسطة ١٠٠٠ مل  $\text{H}_2\text{O}$ ، وعندئذ تجفيفه في درجة ١٠٠ م

٢١٢ ف) طوال الليل. في الجزء الثاني، تمت إضافة ٢٠٠ جرام من العجينة الجافة إلى محلول مصنوع من ٦٦٧ جرام من  $(\text{NH}_4\text{NO}_3)$  ٥٠٪ بالوزن و ٦٥٠ جرام  $\text{H}_2\text{O}$ ، وتمت إليه إضافة ٢٠ جرام من  $\text{HNO}_3$  ٦٦٪ بالوزن. تم خلط الملاط الناتج لمدة ٦٠ دقيقة. بعد ذلك، تم ترشيح الخليط وغسله بواسطة ١٠٠٠ مل  $\text{H}_2\text{O}$  وتم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried في الفرن في درجة ١٠٠ م (٢١٢ ف) طوال الليل. كان للzeolites الناتج نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية ١٠.٨٢ و ٠٠٠٢٦  $\text{Na}_2\text{O}$ ٪ بالوزن. تم خلط مسحوق zeolites مع Pural alumina تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  ليعطي خليط ٨٠ جزء بالوزن من zeolites و ٢٠ جزء بالوزن من رابط  $\text{Al}_2\text{O}_3$  على أساس جاف وضبط الرطوبة ليعطي نسيج عجين ملائم وعندئذ بقى إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١٠.٥٩ مم (١٦/١ بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة ٦٠ م (١١٢ ف) تقريباً لمدة ساعة واحدة في هواء متدفق. كان للمحفز الناتج حجم خلية cell size ٧٨.٤٪  $\text{Al}$  وحدة بمقدار ٢٤.٤٣٠ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٧٧.٨٪  $\text{Al}$  إطار ومساحة سطح BET بمقدار ٦٦١ متر<sup>٢</sup>/جرام.

#### مثال رقم ١٤

تم تبادل ٥٤ zeolites Y- مع ammonium وعندئذ معالجته بواسطة fluorosilicate ٥٣- ٤٥٠٣٠٣. تمت تبخير Y zeolites ammonium طبقاً للإجراء المشروح في البراءة الأمريكية ٩ (LZ-210) في الناتج، والذي له نسبة جزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية بمقدار ٩ وتمت الإشارة إليه باسم (9) درجة ٦٠٠ م (١١٢ ف) بواسطة بخار ١٠٠٪ لمدة ساعة واحدة. تمت إضافة كمية من ٢٥٦ جرام (9) LZ-210 مبخر إلى ١١٤٠ جرام من  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  ٢٢٪ بالوزن. إلى ملاط zeolites ، تمت ببطء إضافة ٣٦٨ جرام من  $\text{HNO}_3$  ١٧٪ بالوزن على مدى ٣٠ دقيقة. تم عندئذ تسخين الملاط إلى درجة ٨٠ م (١٧٦ ف) وتنبيته عند درجة ٨٠ م (١٧٦ ف) لمدة ٩٠ دقيقة. في نهاية ٢٠

استخلاص الحمض، تم إخماد الملاط بواسطة  $1246\text{ g}$   $\text{H}_2\text{O}$  وترشيحه وغسله بواسطة  $1140\text{ g}$   $\text{NH}_4\text{NO}_3$   $22\%$  بالوزن وغسله بواسطة  $1000\text{ mL}$   $\text{H}_2\text{O}$ ، وعندئذ تجفيفه في درجة  $100^\circ\text{C}$  (212 ف) طوال الليل. كان لـ zeolites الناتج نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2 = 14.38$  و  $\text{Na}_2\text{O} = 14.38$  (47٪) بالوزن. تم خلط مسحوق zeolites مع alumina SB Pural تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  ليعطي خليط  $80$  جزء بالوزن من zeolites و  $20$  جزء بالوزن من رابط  $\text{Al}_2\text{O}_3$  على أساس جاف وضبط الرطوبة ليعطي نسيج عجين ملائم وعندئذ بثقه إلى ناتج بثق اسطواني بقطر  $1.059\text{ mm}$  ( $16/1$  بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة  $600^\circ\text{C}$  (112 ف) تقريباً لمدة ساعة واحدة في هواء متدفق. كان للمحفز الناتج حجم خلية cell size وحدة بمقدار  $24.393\text{ nm}$  أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار  $79.6\%$  وألومنيوم إطار ومساحة سطح BET بمقدار  $749\text{ m}^2/\text{g}$ .

## ١٥. مثل رقم ١٥

تم تبادل  $Y$ - zeolites  $54$  مع ammonium وعندئذ معالجته بواسطة fluorosilicate طبقاً للإجراء المشروح في البراءة الأمريكية US 4,503,03. تمت تبخير  $Y$  zeolites ammonium الناتج، والذي له نسبة جزيئية  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهيرية بمقدار  $12$  وتمت الإشارة إليه باسم LZ-210 (12) في درجة  $600^\circ\text{C}$  (112 ف) بواسطة بخار  $100\%$  لمدة ساعة واحدة. تم أولاً تحضير ملاط مصنوع من  $231\text{ g}$  LZ-210 (12) مبخر و  $668\text{ g}$   $\text{H}_2\text{O}$ . تمت عندئذ إضافة محلول  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  مصنوع من  $212\text{ g}$   $\text{H}_2\text{O}$  و  $667\text{ g}$   $\text{NH}_4\text{NO}_3$   $50\%$  بالوزن إلى الملاط (12) LZ-210 المبخر. تم عندئذ رفع درجة حرارة الخليط الناتج إلى  $85^\circ\text{C}$  (185 ف) وخلطه عندئذ لمدة  $15$  دقيقة. إلى هذا الخليط، تمت إضافة  $33.4\text{ g}$   $\text{HNO}_3$   $66\%$  بالوزن، وتم الحفاظ على الخليط الناتج في  $85^\circ\text{C}$  (185 ف) مع التقليل المستمر لمدة  $60$  دقيقة. في نهاية ٢٠ استخلاص الحمض، تم ترشيح الخليط وتم غسل العجينة بواسطة  $1000\text{ mL}$   $\text{H}_2\text{O}$ ، وعندئذ تجفيفه

في درجة ١٠٠ م (٢١٢ ف) طوال الليل. في الجزء الثاني، تمت إضافة ٢٠٠ جرام من العجينة الجافة إلى محلول مصنوع من ٦٦٧ جرام من  $(\text{NH}_4\text{NO}_3)$  ٥٠٪ بالوزن و ٦٥٠ جرام  $\text{H}_2\text{O}$ ، وتتم إليه إضافة ١٠ جرام من  $\text{HNO}_3$  ٦٦٪ بالوزن. تم خلط الملاط الناتج لمدة ٦٠ دقيقة. بعد ذلك، تم ترشيح الخليط وغسله بواسطة ١٠٠٠ مل  $\text{H}_2\text{O}$  وتم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried في الفرن في درجة ١٠٠ م (٢١٢ ف) طوال الليل. كان للzeolites الناتج نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية ٥٠٪ في الفرن في درجة ١٠٠ م (٢١٢ ف) طوال الليل. كان للzeolites الناتج نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية ١٧.٢٤٪  $\text{Na}_2\text{O}$  و ١٧.٢٤٪  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . تم خلط مسحوق zeolites مع alumina SB Pural تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  ليعطي خليط ٨٠ جزء بالوزن من zeolites و ٢٠ جزء بالوزن من رابط على أساس جاف وضبط الرطوبة ليعطي نسيج عجين ملائم وعندئذ بتقها إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١٠.٥٩ مم (١٦/١ بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة ٦٠٠ م (١١٢ ف) تقريباً لمدة ساعة واحدة في هواء متافق. كان للمحفز الناتج حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٢٤.٣٩١ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٨١.٢٪  $\text{Al}$  إطار ومساحة سطح BET بمقدار ٦٧٧ متر<sup>٢</sup>/جرام.

#### مثال رقم ١٦

تمت إضافة ٢٥٠ جرام من (12) LZ- 210 من المثال رقم ١٥ (قبل التبخير) إلى محلول  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  مصنوع من ٥٠٠ جرام من  $(\text{NH}_4\text{NO}_3)$  ٥٠٪ و ٦٢٥ جرام من  $\text{H}_2\text{O}$ . تم تسخين الملاط حتى ٩٥ م (٢٠٣ ف) وتنبيته في درجة الحرارة لمدة ساعتين. تم عندئذ ترشيح الملاط slurry was وغسله بالماء. تم تبادل العجينة عندئذ مع  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  وغسلها بالماء مرة ثانية بإتباع نفس الإجراء. تم تجفيف عجينة المرشح filter cake was dried في الفرن في درجة ١٠٠ م (٢١٢ ف) طوال الليل. كان للzeolites الناتج نسبة  $\text{Si}/\text{Al}_2$  ظاهرية ١٢.٦٢٪  $\text{Na}_2\text{O}$  و ٠٠٥٪ بالوزن. تم خلط مسحوق zeolites مع alumina SB Pural تم جعلها شبه غروية بواسطة  $\text{HNO}_3$  ليعطي خليط ٨٠ جزء بالوزن من zeolites و ٢٠ جزء بالوزن من رابط  $\text{Al}_2\text{O}_3$  على أساس جاف وضبط الرطوبة ليعطي نسيج عجين ملائم وعندئذ بتقها إلى ناتج بثق اسطواني بقطر ١٦/١ م (١٠.٥٩ مم).

بوصة). تم تجفيف ناتج البثق وتحميصه في درجة ٦٠٠ م (١١٢ ف) تقريباً لمدة ساعة واحدة في هواء متدفق. كان للمحفز الناتج حجم خلية cell size وحدة بمقدار ٢٤.٤٣١ أنجستروم وشدة XRD مطلقة بمقدار ٧٧.٣ و ٨٩.٢ % aluminum إطار ومساحة سطح BET بمقدار ٦٦٠ متر<sup>٢</sup>/جرام.

يلخص جدول ٤ خصائص المحفزات المحضرة في الأمثلة ١١ إلى ١٦.

جدول ٤

١٨	١٦	١٥	١٤	١٣	١٢	١١	مثال رقم
مثال	مثال	مثال	مثال	مثال	مثال	مقارن	نوع المثال
٧-٦	٧-٦	٧-٦	٩-٦	لا يوجد	لا يوجد	٩-٦	أشكال مع بيانات الدورة
١٢.٦٢	١٢.٦٢	١٧.٢٤	١٤.٣٨	١٠.٨٢	٨.٦١	٥.٢٠	النسبة الجزيئية الظاهرة $\text{Si}/\text{Al}_2$ zeolites Y
٢٤.٤٣٩	٢٤.٤٣١	٢٤.٣٩١	٢٤.٣٩٣	٢٤.٤٣٠	٢٤.٤٢٦	٢٤.٤٩٤	حجم خلية size وحدة zeolites Y أنجستروم
٧٧.٥	٧٧.٣	٨١.٢	٧٩.٦	٧٨.٤	٨١.٦	٦١.١	الشدة المطلقة absolute intensity للمحفز XRD
٩٠.٧	٩٧.٧	١٠١.٥	٩٩.٥	٩٨	١٠٢	٧٦.٤	الشدة المطلقة absolute intensity لـ XRD Y zeolites
٩٢.٦	٨٩.٢	٩٤.٩	٨١.٨	٧٧.٨	٦٣.٢	٥٧.٢	aluminum zeolites إطار ذري من Y، % aluminum الكلي
٦٦٠	٦٦٠	٦٧٧	٧٤٩	٦٦١	--	--	مساحة سطح BET للمحفز متر <sup>٢</sup> /جرام

المثال رقم ١٧

تم اختبار المحفزات المحضرة في الأمثلة ١١ و ١٤-١٦ بالنسبة لأداء الألكلة التبادلية باستخدام تغذية تحتوي على benzene و مركبات benzene معالجة بواسطة transalkylation. تم تحضير التغذية بواسطة مزج مركبات benzene المعالجة بواسطة polyalkylated benzene ي يتم تخليص تركيبة polyalkylated . المتحصل عليها من وحدة ألكلة تبادلية تجارية مع benzene . التغذية كما هو مقاس بواسطة chromium اتوجراف الغاز في الجدول (٢) السابق. تم عمل الاختبار في مفاعل طبقة ثابتة بأسلوب نفاذ مرة واحدة تحت ظروف ٣٤٤٧ كيلو باسكال (قراءة قراءة المقياس) (٥٠٠) رطل لكل بوصة مربعة (قراءة المقياس) لضغط المفاعل، نسبة جزيئية لمجموعات حلقية عطرية إلى مجموعة propyl ٢٠٣ تقريباً، و ٠.٨٠ ساعة-١ سرعة فضائية في الساعة لـ DIPB على مدى درجات حرارة التفاعل. تمت إتاحة تحقيق المفاعل ظروف حالة مستقرة بالضرورة في كل درجة حرارة، وتم عمل عينات للمنتج للتحليل. لم يحدث الضرورة تهميد محفز أثناء الاختبار. قبل إدخال التغذية، تم إخضاع كل محفز إلى إجراء تجفيف بواسطة الملامة مع تيار nitrogen متدفق يحتوي على أقل من ١٠ بالوزن- جزء في المليون ماء في درجة ٢٥٠ م° (٤٨٢ ف°) لمدة ٦ ساعات.

١٥. تبين الأشكال (٦) و (٧) نتائج الاختبار للمحفزات المحضرة في الأمثلة ١١ و ١٤-١٦. في شكل (٦)، تبين المحفز المحضرة في الأمثلة ١٤-١٦ أنشطة أعلى (أي، تحويل DIPB أعلى في درجة حرارة معلومة) كما هو مقارن مع المنحنى ٦٠١ للمثال رقم ١١. في شكل (٧)، تظهر المحفزات المحضرة في الأمثلة ١٤-١٦ قيم نقاط منتج أفضل (أي، cumene / NPB أقل في تحويل DIPB معلوم) عن المنحنى ٧٠١ للمحفز المحضر في المثال رقم ١. بالإشارة إلى الأشكال ٦ و ٧، تبين ٢٠ البيانات للمثال رقم ١٦ أنه لا يتم الاحتياج إلى خطوات تبخير واستخلاص حمض في تحضير

المحفز ، حيث أنه يتم تحقيق أداء جيد حتى عندما يتم حذف كلاهما. بالإضافة إلى الأشكال (٦) و (٧) أيضاً، تبين البيانات للمثال رقم ١٤ أنه يمكن أن يتم تحقيق نشاط فائق ونقاء منتج مساوي باستخدام استخلاص حمض بعد تبخير في خطوة مفردة، بدلاً من استخلاص حمض من خطوتين بمثال رقم ١٥ ، بالرغم أن تكون ظروف استخلاص الحمض أكثر خطورة.

#### ١٨ . مثال رقم ١٨

تم اختيار عينة من المحفز المحضر في المثال رقم ١٦ بالطريقة المنشورة في المثال رقم ١٧ ، كما هو موضح من قبل. بعد الاختبار ، تم وضع المحفز المستنفد في طبق سيراميك ، والذي تم وضعه في فرن محمك. بينما يتم مرور الهواء المتتدفق خلال الفرن النحيم ، ثم رفع درجة حرارة الفرن من  $٧٠^{\circ}\text{م}$  ( $١٥٨^{\circ}\text{ف}$ ) إلى  $٥٥٠^{\circ}\text{م}$  ( $١٠٢٢^{\circ}\text{ف}$ ) بمعدل  $١^{\circ}\text{م}$  ( $١.٨^{\circ}\text{ف}$ ) في الدقيقة ، وتثبيتها عند  $٥٥٠^{\circ}\text{م}$  ( $١٠٢٢^{\circ}\text{ف}$ ) لمدة ٦ ساعات ، وعندئذ التبريد إلى  $١١٠^{\circ}\text{م}$  ( $٢٣٠^{\circ}\text{ف}$ ). كان للمحفز المجدد حجم خلية cell size وحدة  $٢٤.٤٣٩$  أنجستروم وشدة XRD مطافقة  $٧٢.٥$  ، و aluminum إطار  $٩٢.٦\%$  ومساحة سطح BET  $٦٦٠$  متر<sup>٢</sup> / جرام. يلخص جدول ٤ خصائص المحفز المجدد. بعد التجديد ، تم اختيار المحفز مرة ثانية بالطريقة المنشورة في المثال رقم ١٧ . كان للمحفزات قبل وبعد التجديد أنشطة متماثلة (أي تحويل DIPB في درجة حرارة معلومة) وقيم نقاء منتج (أي NPB cumene عند تحويل DIPB معلوم) ولذلك تبين إمكانية تجديد محفز جيدة.

#### ١٩ . مثال رقم ١٩

تم اختيار عينة من المحفز المحضر في المثال رقم ١٤ بالطريقة المنشورة في المثال رقم ١٧ ، كما هو موضح من قبل. بعد الاختبار ، تم تجديد المحفز المستنفد بالطريقة المنشورة في المثال رقم ١٨ . بعد التجديد تم اختيار المحفز مرة ثانية بالطريقة المنشورة في المثال رقم ١٧ .

توضيح الأشكال (٨) و (٩) بيانات نتائج الاختبار للمحفزات قبل التجديد (مرقم "مثال رقم ١٤") وبعد التجديد (مرقم "مثال رقم ١٩"). تبين النتائج أن للمحفزات قبل وبعد التجديد أنشطة مماثلة (أي، تحويل DIPB أعلى في درجة حرارة معروفة) وقيم نقاء منتج أفضل (أي، cumene /NPB أقل في تحويل DIPB معلوم) وأنها كانت أفضل من المنحنيات ٦٠١، ٧٠١ للأشكال (٨) و (٩) على الترتيب لمحفز المثال رقم ١١، ولذلك تبين إمكانية تجديد محفز جيدة.

٥ تبين الأمثلة السابقة الفوائد للنشاط العالي ونقاء المنتج في الأكلاة التبادلية transalkylation لمركبات الكيلات متعددة مثل DIPB و TIPB إلى cumene DEB معزو إلى المحفزات المحضر بواسطة العملية المكشوف عنها في هذه البراءة.

٦ بالرغم أنه قد يحتوي المحفز المكشوف عنه على مكون معدني تحفيزي للهدرجة metal hydrogenation catalytic component ، لا يكون مكون مثل هذا مطلباً على أساس وزن المحفز، قد يكون مكون معدني تحفيزي للهدرجة metal hydrogenation catalytic component مثل هذا موجوداً عند مستوى أقل من ٠.١٪ بالوزن أو أقل من ٠.٢٪ بالوزن محسوب كأول oxide المناظر للمكون المعدني، أو قد يكون المحفز خالياً من أي مكون معدني تحفيزي للهدرجة. إن وجد، يمكن أن يكون المكون المعدني التحفيزي للهدرجة داخل تركيب المحفز النهائي على هيئة مركب مثل halide و sulfide و oxide وما شابه ذلك، أو في الحالة المعدنية العنصرية. كما هو مستخدم في ١٥ هذه البراءة، يكون التعبير "مكون معدني تحضيري للهدرجة" metal hydrogenation catalytic component يشمل هذه الصور المختلفة لمركبات المعادن. يمكن أن يتم الاحتواء على المعدن النشط تحفيزياً داخل منطقة الامتزاز adsorption الداخلية، أي، نظام المسام. لمكون zeolites ، أو على السطح الخارجي للبلورات outer surface of the zeolite crystals أو موصله إلى أو ٢٠ محمول بواسطة مادة رابطة binder أو مادة مخففة diluent إذا تم استخدام مثل

هذا. يمكن أن يتم تضمين المعدن إلى التركيبة الكلية بأي طريقة والتي سوف تؤدي إلى اكتساب حالة مشتتة بشدة. من بين الطرق المناسبة يكون التشريب impregnation ، والامتزاز adsorption ، والتبادل الكاتيوني cation exchange ، والخلط المركز. يمكن أن يكون المعدن عبارة عن نحاس ، أو فضة للفضة silver ، أو ذهب gold ، أوchromium ، أو titanium ، أو copper ، أو zinc ، أو vanadium ، أو tungsten ، أو manganese ، أو rhenium ، أو molybdenum ، أو palladium ، أو platinum ، أو rhodium ، أو cobalt ، أو nickel . قد يتم استخدام خلائط من المعادن.

يمكن أن تحتوي تركيبات المحفز النهاية على المكونات الرابطة المعتادة بكميات والتي تكون في المدى من ١٠ إلى ٩٥٪ بالوزن، ومن المفضل من ١٥ إلى ٥٠٪ بالوزن. تكون المادة الرابطة بصورة عادية عبارة عن oxide غير عضوي أو خلائط منها. يمكن أن يتم استخدام غير المتبلرة والمتبلرة. تشمل أمثلة المواد الرابطة مناسبة على alumina - silica و alumina و مواد طفلة clays و zirconia و silica و boria . تكون الـ alumina مادة رابطة binder مفضلة.

لإنتاج cumene ، يكون للمحفز النهائي، المصنوع من zeolites ٨٠٪ بالوزن و ٢٠٪ بالوزن رابط على أساس خالي من التطوير، بصورة مفضلة واحدة، وأكثر تفضيلاً كلاً من، alumina ١٥ الخصائص التالية: (١) شدة مطلقة للـ Y المعدل كما هو مقاس بواسطة حيود الأشعة السينية (XRD) بمقدار ٥٠٪ على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٦٠٪ على الأقل، و(٢) ألومنيوم إطار للـ zeolites Y المعدل بصورة مفضلة بمقدار ٦٠٪ على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٧٠٪ على الأقل من ألومنيوم Y المعدل. في أحد الأمثلة، يكون للمحفز النهائي لإنتاج cumene منتج بشدة zeolites Y المعدل كما هو مقاس بواسطة XRD و ٪ aluminum الإطار للـ zeolites Y مطلقة للـ Y المعدل كما هو مقاس بواسطة aluminum الإطار للـ ٢٠

في Y المعدل والذي يكون أكبر من ٤٢٠٠ . لإنتاج ethyl benzene ، يكون للمحفز النهائي بصورة مفضلة واحدة، وأكثر تفضيلاً كلاً من، الخصائص التالية: (١) شدة مطلقة للzeolites Y بمقدار X-ray diffraction (XRD) المعدل كما هو مقاس بواسطة حيود الأشعة السينية (XRD) zeolites Y على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٧٥ على الأقل، و(٢) إطار للzeolites aluminum على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٦٥ على الأقل من zeolites aluminum . بحسب مقدار ٥٠٪ على الأقل، وأكثر تفضيلاً ٦٠٪ على الأقل من zeolites aluminum . في أحد الأمثلة، يكون للمحفز النهائي لإنتاج cumene منتج بشدة مطلقة للzeolites Y المعدل كما هو مقاس بواسطة XRD و٪ aluminum الإطار للzeolites Y المعدل والذي يكون أكبر من ٤٥٠٠ .

١٠ بينما قد تم بيان نماذج معينة فقط، فسوف تكون بدائل وتعديلات واضحة من الوصف السابق لذوي المهارة في المجال. يتم اعتبار هذه وبدائل أخرى مكافئات وداخل روح ومجال هذا الكشف وعناصر الحماية الملحة.

### عناصر الحماية

- ١ - محفز عطري لعملية الألكلة التحويلية aromatic transalkylation catalyst يشتمل على  
٢ zeolite معدل LZ-210 بنسبة تتراوح من حوالي ٥٪ بالوزن إلى حوالي ٩٠٪ بالوزن على  
٣ أساس الوزن الخالي من المواد الطيارة volatile-free basis ، ومادة رابطة من الألومينا  
٤ alumina binder ؛ وتكون النسبة المolarية لمادة zeolite المعدل LZ-210 المحتوية على كتلة  
٥ % Si/Al<sub>2</sub> في حدود تتراوح من حوالي ٦٠.٥ إلى حوالي ٢٧؛ وتكون هناك نسبة تتراوح من ٦٣٪  
٦ إلى ٩٥٪ من aluminum في مادة zeolite المعدل LZ-210 في صورة المنيوم إطاري  
٧ . framework aluminum
- ١ - المحفز وفق عنصر الحماية (١)، حيث تكون النسبة المolarية لمادة zeolite المعدل LZ-  
٢ المحتوي على كتلة Si/Al في حدود تتراوح من ٦٠.٥ إلى ٢٣.
- ١ - المحفز وفق عنصر الحماية (١)، حيث تكون الشدة المطلقة لمادة zeolite المعدل LZ-  
٢ ٢10 حوالي ٥٠ على الأقل وفق قياسات حيود أشعة X-ray diffraction .
- ١ - المحفز وفق عنصر الحماية (١)، حيث تكون الشدة المطلقة لمادة zeolite المعدل LZ-  
٢ ٢10 حوالي ٦٠ على الأقل وفق قياسات حيود أشعة X-ray diffraction .
- ١ - المحفز وفق عنصر الحماية (١)، حيث تكون الشدة المطلقة لمادة zeolite المعدل LZ-  
٢ ٢10 حوالي ٧٥ على الأقل وفق قياسات حيود أشعة X-ray diffraction .
- ١ - المحفز وفق عنصر الحماية (١)، حيث يكون محتوى Na<sub>2</sub>O في zeolite المعدل LZ-210

- ٢ أقل من ٣٪ بالوزن على أساس وزن zeolite الخالي من الماء.
- ١ ٧ - المحفز وفق عنصر الحماية (١)، حيث تتراوح نسبة الفقد في مادة المحفز عند الحرق
- ٢ تحت درجة ٩٠٠° م من حوالي ٢٥٪ بالوزن إلى حوالي ٤٪ بالوزن.
- ١ ٨ - المركب وفق عنصر الحماية (١)، حيث يتراوح حجم الخلية الواحدة في مادة zeolite
- ٢ المعدل LZ-210 من حوالي ٢٤.٣٤ إلى حوالي ٢٤.٥٨ أنجستروم.
- ١ ٩ - المحفز وفق عنصر الحماية (١)، حيث يحتوي على نسبة تتراوح من حوالي ٥٠٪ بالوزن
- ٢ إلى حوالي ٨٥٪ بالوزن zeolite LZ-210 خالي من المواد المتطايرة volatile-free . basis ٣
- ١ ١٠ - المحفز catalyst وفق عنصر الحماية (١)، حيث يكون المحفز حالياً من مكونات
- ٢ هدرجة الفلزات metal hydrogen ation .
- ١ ١١ - المحفز catalyst وفق عنصر الحماية (١)، حيث يشتمل على مكون لهدرجة الفلزات
- ٢ .catalyst بنسبة تقل عن ٢٪ على أساس وزن المحفز metal hydrogenation .
- ١ ١٢ - محفز عطري لعملية الألكلة التحويلية aromatic transalkylation catalyst يشتمل على
- ٢ zeolite LZ-210 بنسبة تتراوح من حوالي ٥٪ بالوزن إلى حوالي ٩٠٪ بالوزن على
- ٣ أساس الوزن الخالي من المواد الطيارة volatile-free basis ، ومادة رابطة من الألومينا
- ٤ alumina binder ؛ وتكون الشدة المطلقة لمادة zeolite LZ-210 وفق قياسات حيود
- ٥ أشعة X-ray diffraction هي ٥٠٪ على الأقل؛ وتكون هناك نسبة تتراوح من ٦٣٪ إلى ٩٥٪

- ٦ من framework aluminum في مادة zeolite LZ-210 المعدل في صورة ألمنيوم إطاري . aluminum ٧
- ١٣ - المحفز catalyst وفق عنصر الحماية (١٢)، حيث يكون ناتج الشدة المطلقة لمادة zeolite LZ-210 وفق قياسات حيود أشعة X-ray diffraction ، مع النسبة المئوية لألمنيوم الإطاري framework aluminum في مادة zeolite LZ-210 المعدل عبارة عن قيمة تزيد في مجموعها عن ٤٢٠٠ . ٤
- ١٤ - المحفز catalyst وفق عنصر الحماية (١٢)، حيث تكون النسبة المولارية لمادة zeolite LZ-210 المحتوي على كتلة Alz/Si في حدود تتراوح من حوالي ٦٠٥ إلى حوالي ٢٧، ويكون حجم الخلية الواحدة في حدود تتراوح من حوالي ٢٤٠٣٤ إلى حوالي ٢٤٠٥٨ أنجستروم. ٣
- ١٥ - عملية الأكلة تحويلية لمركبات عطرية aromatics transalkylating ، وفيها يتم تمرير المركب العطري القابل للأكلة التحويلية transalkylating aromatics مع ركيزة المركب العطري إلى منطقة التفاعل؛ وتم ملامسة المركب العطري القابل للأكلة التحويلية وركيزة المركب العطري مع المحفز وفق عنصر الحماية (١) في منطقة التفاعل تحت ظروف مناسبة للأكلة التحويلية، أي تحت درجة حرارة تتراوح من حوالي ١٠٠°م إلى ٣٩٠°م، وتحت ضغط يتراوح من ١ إلى ١٣٠ جوي، وبتركيز من الماء يقل عن حوالي ٢٠ جزء بالمليون على أساس مجموع وزن المركب العطري القابل للأكلة التحويلية ومادة الركيزة المارة إلى منطقة التفاعل .reaction zone ٨
- ١٦ - العملية وفق عنصر الحماية (١٥)، حيث تتراوح درجة الحرارة أثناء عملية الأكلة التحويلية transalkylation من حوالي ١١٠°م إلى حوالي ٢٧٥°م، ويتراوح الضغط من حوالي ٢

٣ ١٠ إلى حوالي ٤٠ جوي.

١ ١٧ - العملية وفق عنصر الحماية (١٥)، حيث يكون المركب العطري القابل للأكلة التحويلية  
٢ محتوياً على واحد على الأقل من مركبات البولي ألكيل العطرية transalkylating aromatics  
٣ والمختار من مجموعة تتكون من مركبات polyisopropylbenzenes و polyalkylaromatic  
٤ .polyethylbenzenes

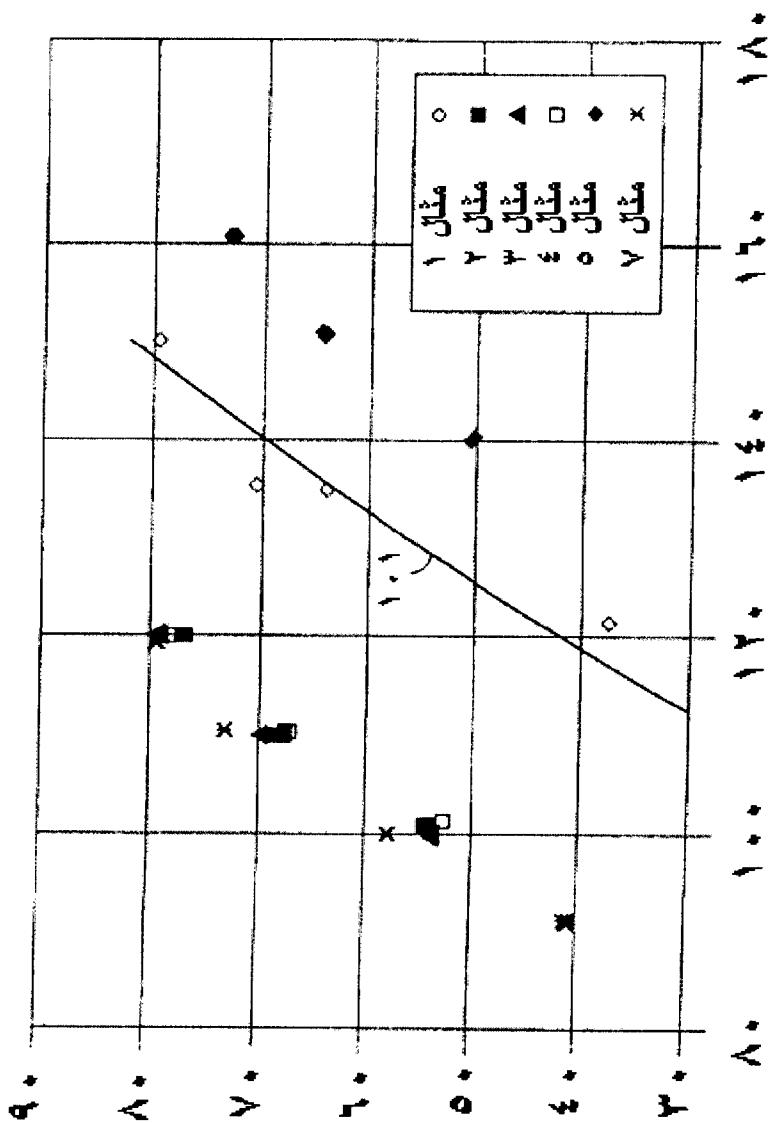
١ ١٨ - عملية الكلة تحويلية لمركبات عطرية transalkylating aromatics ، وفيها يتم تمرير  
٢ المركب العطري القابل للأكلة التحويلية transalkylating aromatics مع ركيزة المركب  
٣ العطري إلى منطقة التفاعل؛ وتتم ملامسة المركب العطري القابل للأكلة التحويلية  
٤ وركيزة المركب العطري مع المحفز وفق عنصر الحماية (١٢) transalkylating aromatics  
٥ في منطقة التفاعل reaction zone تحت ظروف مناسبة للأكلة التحويلية، أي تحت درجة  
٦ حرارة تتراوح من حوالي  $100^{\circ}\text{م}$  إلى  $390^{\circ}\text{م}$ ، وتحت ضغط يتراوح من ١ إلى ١٣٠ جوي،  
٧ ويتراوح من الماء يقل عن حوالي ٢٠ جزء بالمليون على أساس مجموع وزن المركب العطري  
٨ القابل للأكلة التحويلية transalkylating aromatics ومادة الركيزة المارة إلى منطقة التفاعل  
٩ .reaction zone

١ ١٩ - العملية وفق عنصر الحماية (١٨)، وفيها تتراوح درجة الحرارة أثناء عملية الأكلة  
٢ التحويلية transalkylating من حوالي  $110^{\circ}\text{م}$  إلى  $275^{\circ}\text{م}$ ، ويتراوح الضغط من حوالي  
٣ ١٠ إلى حوالي ٤٠ جوي.

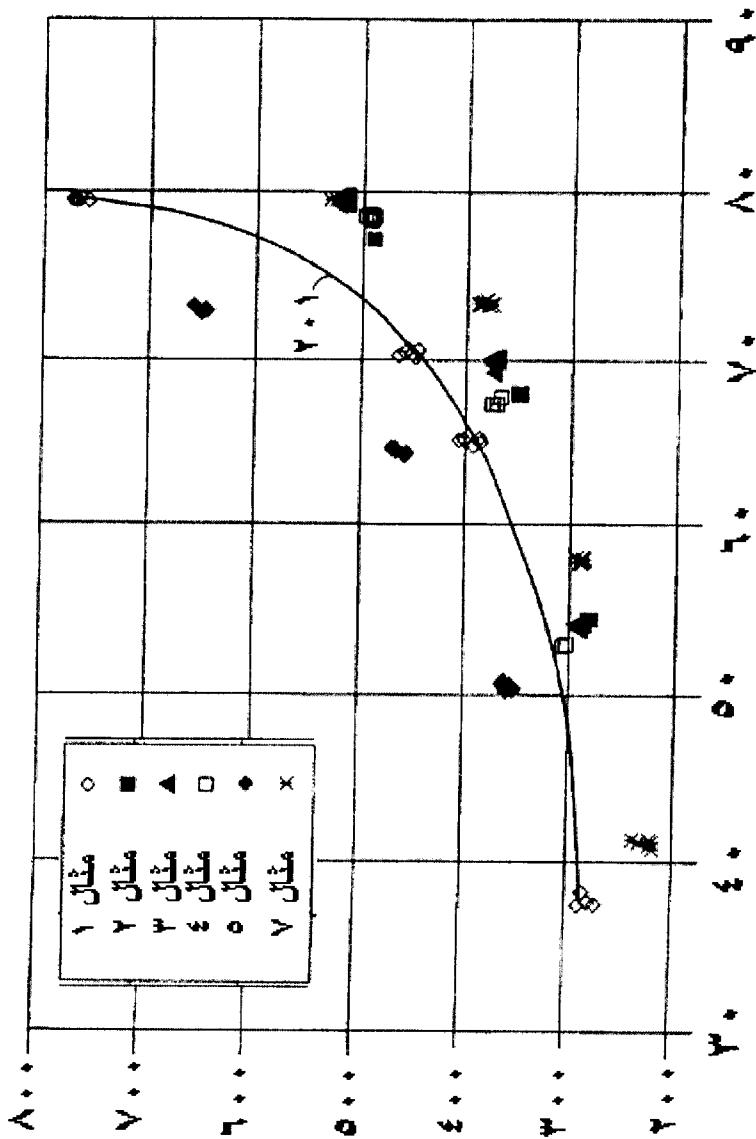
١ ٢٠ - العملية وفق عنصر الحماية (١٨)، حيث يكون المركب العطري القابل للأكلة التحويلية

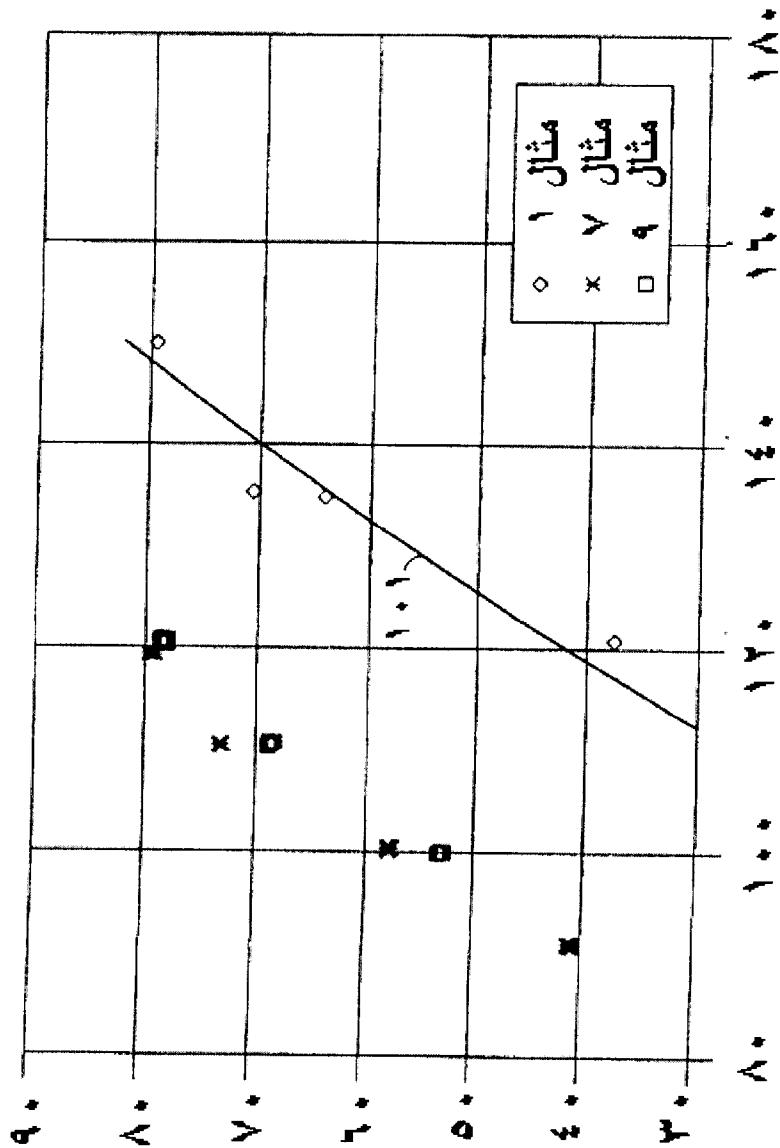
- ٢ محتوياً على واحد على الأقل من مركبات البولي ألكيل العطرية polyalkylaromatic و المختار .  
٣ من مجموعة تكون من مركبات polyethylbenzenes و polyisopropylbenzenes

شكل رقم (١)

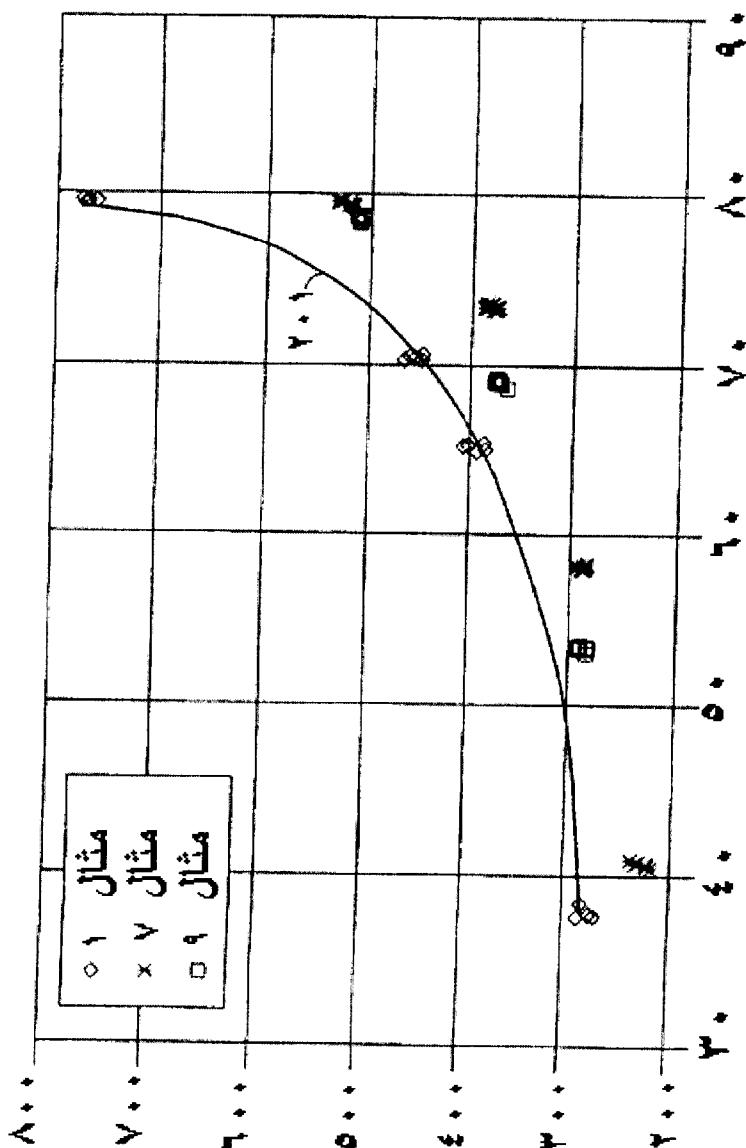


شکل رقم (۲)



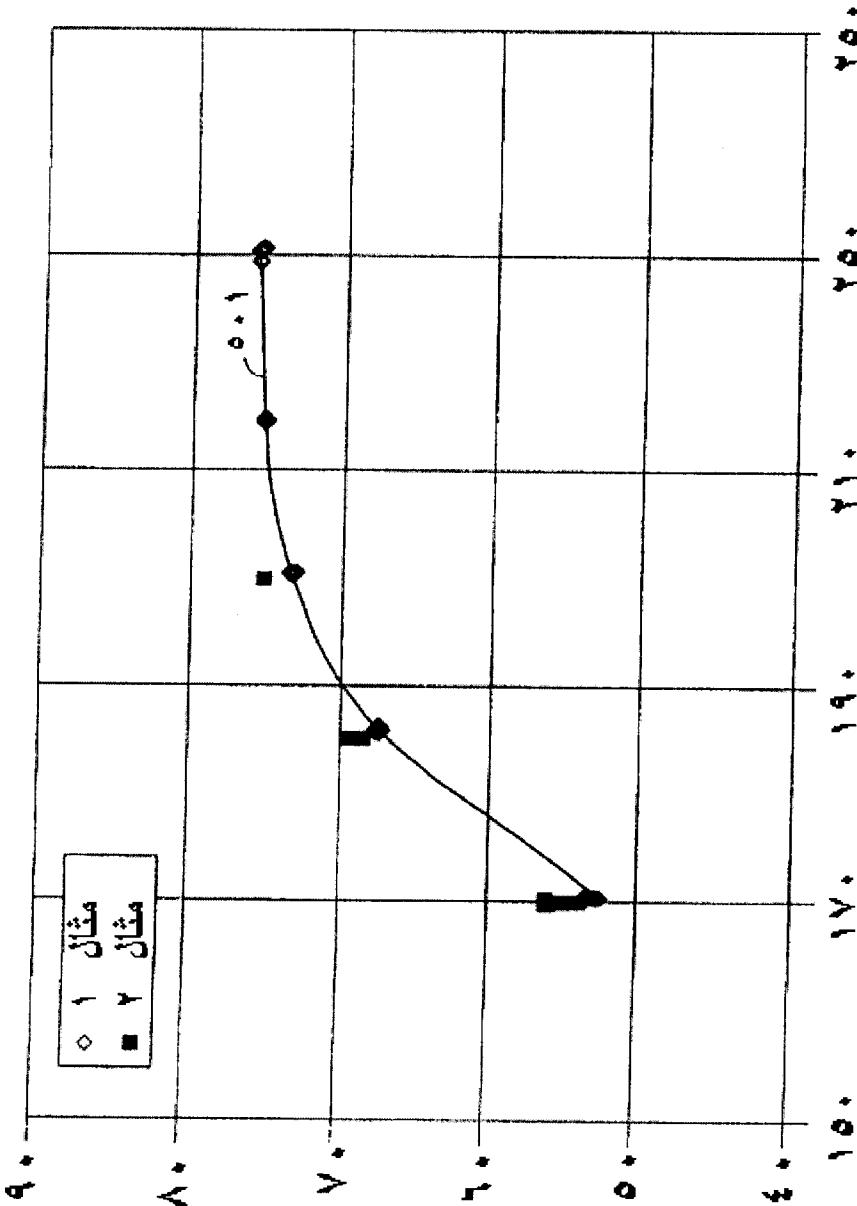


شكل رقم (٣)

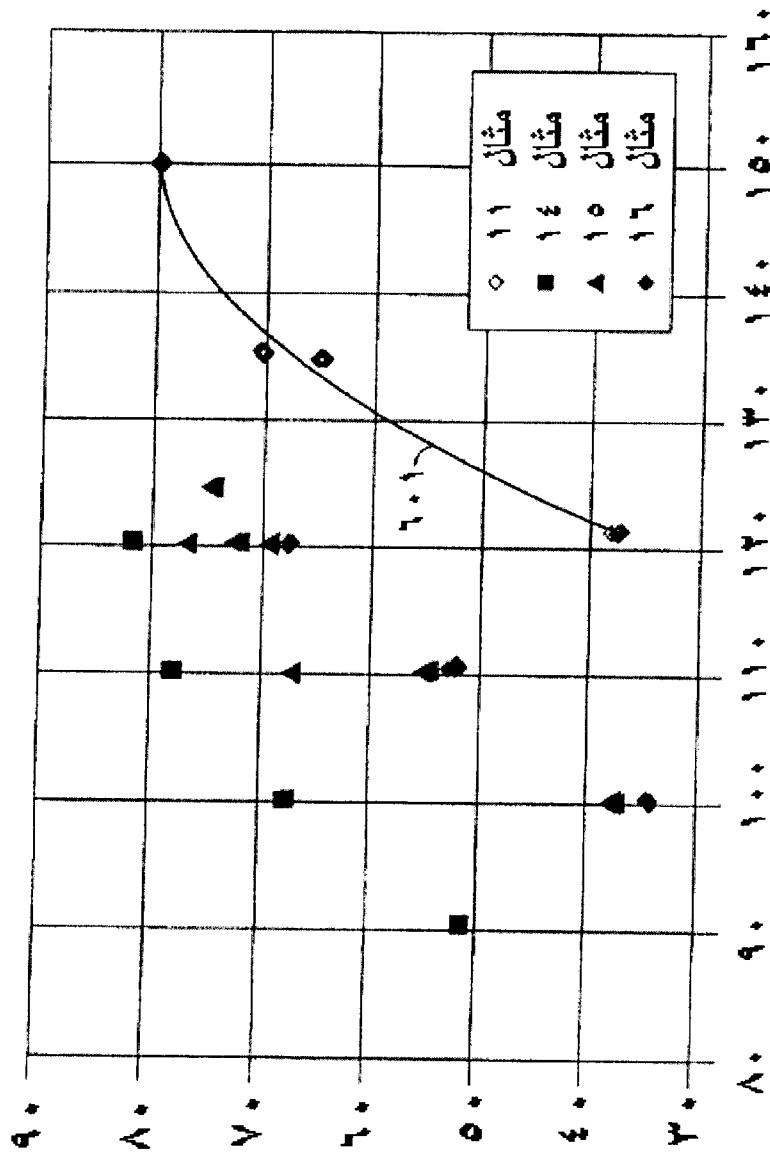


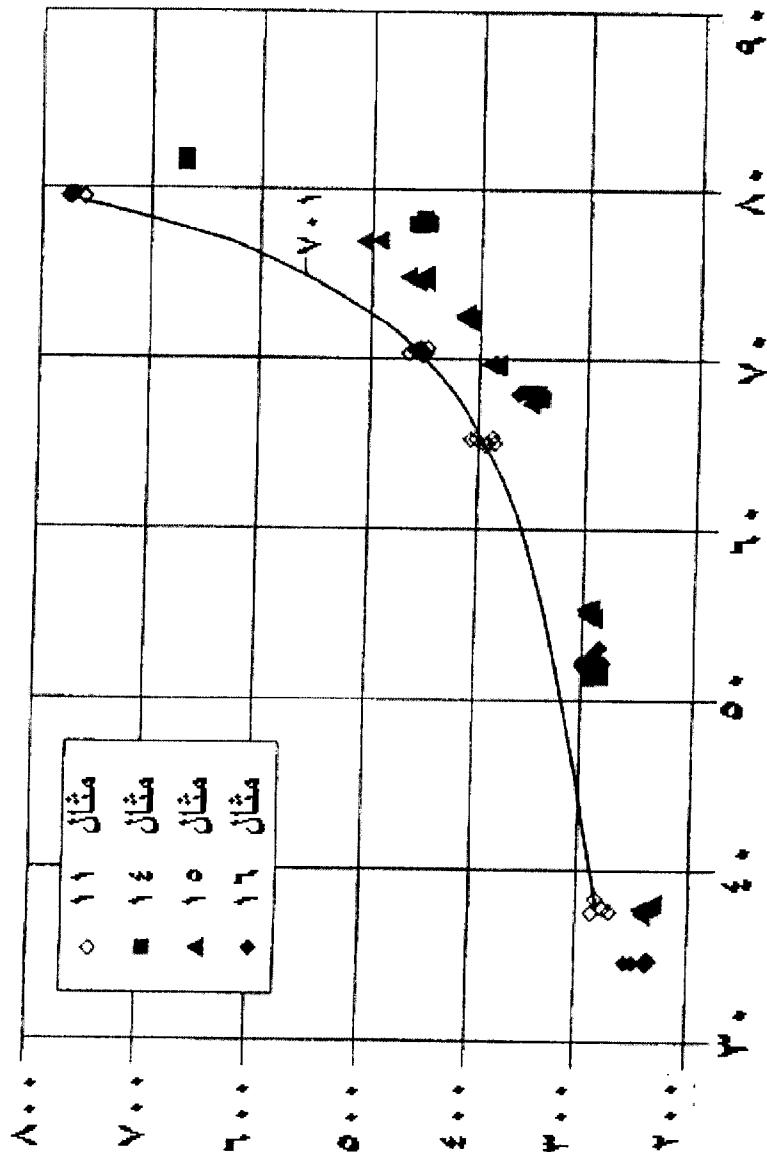
شكل رقم (٤)

شکل رقم (۵)



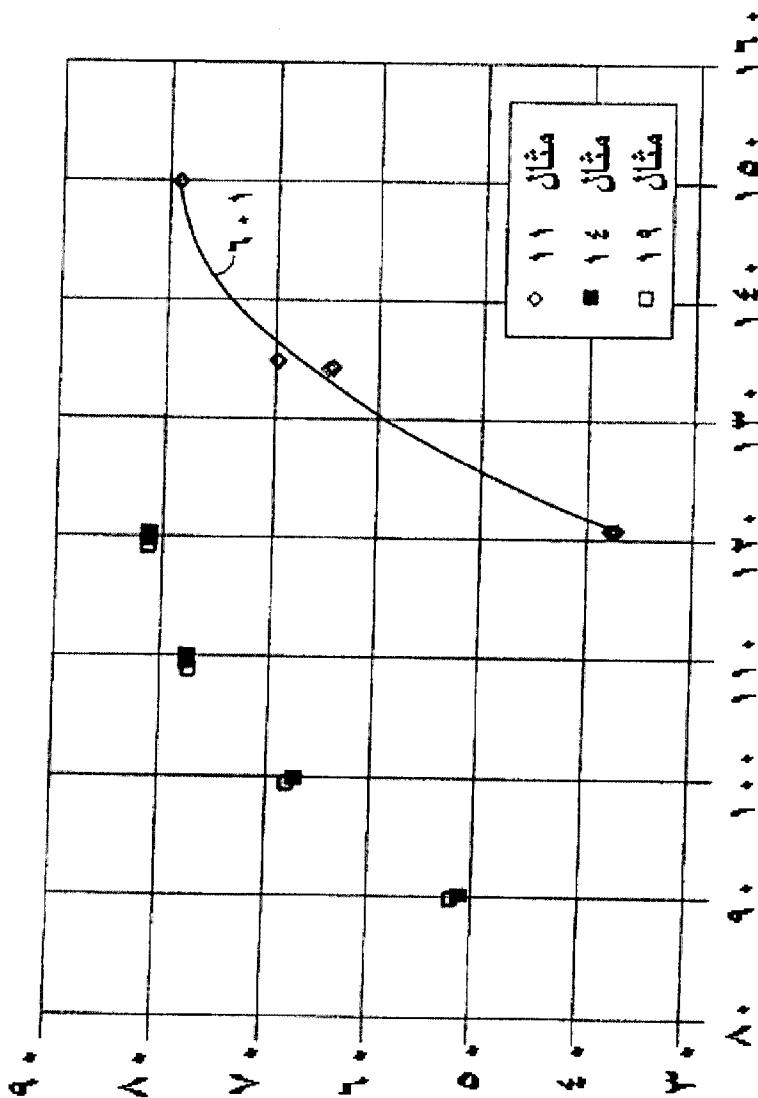
شكل (ن)

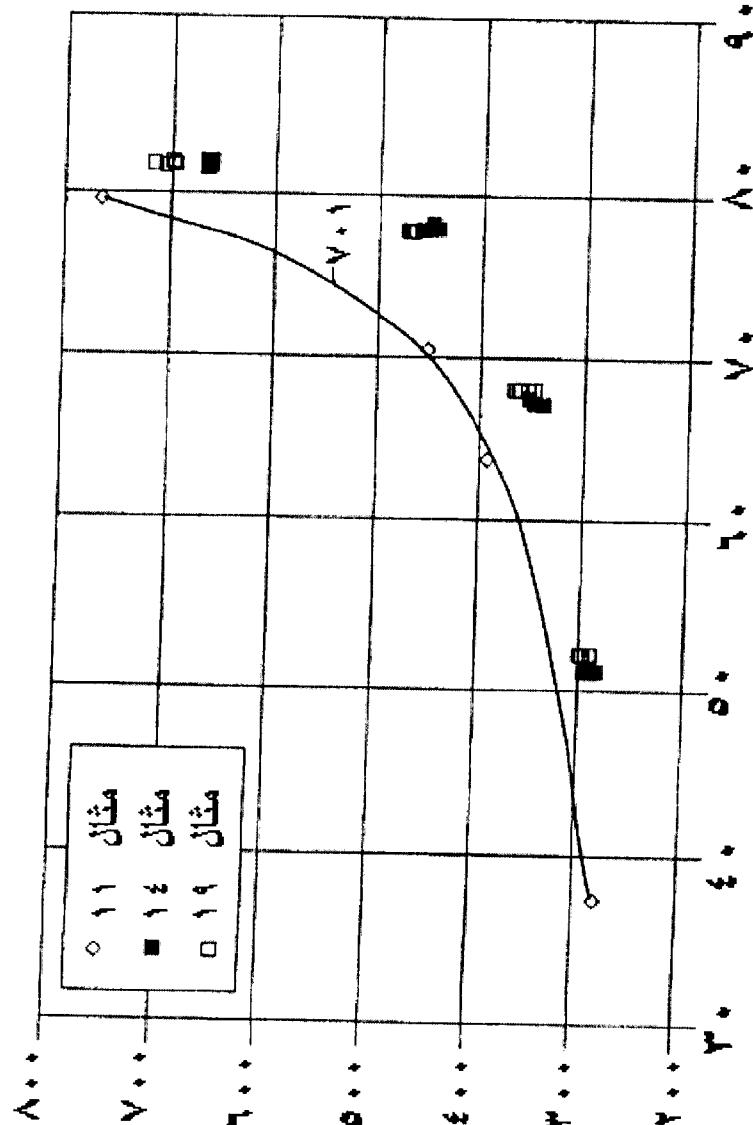




شكل رقم (٧)

شكل رقم (٨)





شكل رقم (٩)