



[19] المملكة العربية السعودية SA

مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

[11] رقم البراءة: ١٥٤٤

[45] تاريخ المنح: ١٤٢٧/١٠/٢٠ هـ

الموافق: ٢٠٠٦/١١/١١ م

[12] براءة اختراع

[51] التصنيف الدولي^٧ : Int. Cl.⁷:C07C 67/55 [56] المراجع: براءة أمريكية ٥٥٥٠٢٨١ ١٩٩٦/٠٨/٢٧ م اسم الفاحص: احمد بن محمد السلامة	[72] اسم المخترع: سيمون جيمس كيتشين، الاسدار ايان ثومسون، بروس ليو ويليامز [73] مالك البراءة: بي بي كيميكالز ليمتد عنوانه: شيرتسي رود، صنبري-اون-ثيمز، ميدلسيكس تي دبلو ١٦ بي بي، بريطانيا [74] الوكيل: سليمان ابراهيم العمار [21] رقم الطلب: ٠٠٢٠٠٩١٠ [22] تاريخ الإبداع: ١٤٢٠/١٠/٢٤ هـ الموافق: ٢٠٠٠/٠١/٣١ م
--	---

[54] اسم الاختراع: طريقة لإنتاج خلاات فينيل

[57] الملخص: في طريقة انتاج خلاات الفينيل بواسطة

تفاعل اثيلين حامض خليك وغاز محتوي على

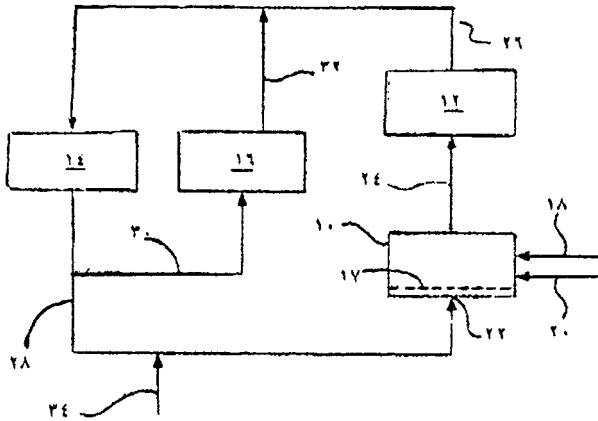
الأكسجين في مفاعل لانتاج تيار للطريقة يزال من

المفاعل كتيار خارج، تحسن الطريقة بواسطة بقاء

تركيز الأكسجين للتيار الخارج عند أو بالقرب من

حدود امكانية اشتعالة.

٢٠ عنصر حماية، شكلين



الشكل (١)

طريقة لانتاج خلاات فينيل

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يتعلق هذا الاختراع بطريقة لانتاج خلاات فينيل.

يمكن انتاج خلاات الفينيل بواسطة تحويل الاثيلين إلى اسيتوكسيل (عملية اسيتوكسيلية) في طريقة مفضلة لانتاج خلاات الفينيل، يدخل اثيلين، حامض خليك واكسجين في المفاعل عن طريق مدخل. وتتصل المواد المتفاعلة مع عامل حفاز محتوي علي بالليديوم ويتفاعل لينتج تيار خارج يزال من المفاعل ويبرد. ويكثف خلاات الفينيل والماء وحامض الخليك الغير متفاعل في التيار الخارج ويفصل لعملية تنقية أخرى وتضغط المكونات الغازية المتبقية من التيار الخارج (مثل الاثيلين) وتعاد دورتها.

١٠ ويزيد معدل الاسيتوكسيلية (التحويل إلى اسيتوكسيل) كلما زاد تركيز الأكسجين في المفاعل ولكن، علي اية حال، تحدد كمية الأكسجين التي يمكن ادخالها إلى المفاعل بواسطة حدود قابلية المخلوط المتفاعل علي الاشتعال. وتحدد حدود قابلية الاشتعال كأعلي تركيز للاكسجين في المخلوط يفشل في البقاء علي الاحتراق. واذا زاد تركيز الأكسجين عن حدود قابليته للاشتعال، يمكن أن يحدث حريق أو انفجار. ١٥

الوصف العام للاختراع

قد اتخذت عدة مراحل للتقليل من خطورة ذلك الحريق أو الانفجار إلى أدني حد. فمثلا في المفاعل ذي طبقة المهد السفلية الثابتة موضوع البراءة الأوروبية رقم ٠٨٤٥٤٥٣، يراقب تركيز الأكسجين في تركيب الغاز الداخل تماما ويظل عند أو بالقرب من قيمة البداية (عند الدخول). وتبين القيم التقريبية الرياضية المستخدمة لتحديد قيمة البداية في البراءة الأوروبية ٠٨٤٥٤٥٣ والتي تدخل في هذا الوصف ٢٠

- كمراجع، وعندما يزيد تركيز اكسيجين البداية عن قيمة البداية هذه، فانه يتم تشغيل
اشارة غلق وبطفاً التفاعل بواسطة منع دخول اكسيجين جديد إلى المفاعل
هناك مشكلة بالنسبة لهذا الترتيب تنحصر في ان تركيز الاكسيجين في
المفاعل يحدد بواسطة حدود قابلية الاشتعال لمخلوط الشحنة في المدخل، بخلاف
حدود قابلية الاشتعال لمخلوط التفاعل في المفاعل نفسه. وبوجه عام، يمكن السماح
بتركيز أعلى من الاكسيجين في الحالة الأخيرة، وتبعاً لذلك، يمكن تنشيط اشارة
الغلق فور وصول تركيز الأكسجين في المفاعل إلى القيمة المثلى.
- ويمكن تجنب المشكلة في المفاعل ذي طبقة المهد المائعة بواسطة ادخال
اكسيجين جديد عن طريق مدخل منفصل كما ذكر في البراءة الأمريكية
٠٥٥٥٠٢٨١. ولكن هذا الترتيب غير مناسب للاجهزة ذات الطبقة السفلية الثابتة.
- وقد قمنا الآن بتطوير طريقة لانتاج خلاات الفينيل وفيها لا يكون تركيز
الأكسجين في المفاعل غير محدد بكمية الاكسيجين الجديدة التي تدخل في المفاعل
عن طريق المدخل. ويمكن تطبيق هذه الطريقة لكل من المفاعلات ذات طبقة المهد
الثابتة والمائعة.
- طبقاً لهذا الاختراع، تعد طريقة لانتاج خلاات الفينيل، وتتضمن هذه الطريقة
علي المراحل التالية :
- (١) ادخال اثيلين، حامض خليك وغاز محتوي علي اكسيجين إلى مفاعل.
(ب) تفاعل الاثيلين، حامض الخليك والغاز المحتوي علي اكسيجين المذكور
في وجود عامل حفاز للتحويل إلى استيوكسيل (عملية اسيتوكسيلية) في المفاعل
المذكور لانتاج تيار للطريقة
- (ج) استبعاد تيار الطريقة المذكور من المفاعل كتيار خارج، والحفاظ علي
تركيز الأكسجين للتيار الخارج المذكور عند أو بالقرب من حدود قابلية للاشتعال.
وهذا الاختراع له ميزته التي تنحصر في انه بالحفاظ علي تركيز الاكسيجين
في التيار الخارج عند أو بالقرب من حدود قابلية للاشتعال، يلاحظ زيادة في انتاجية
أو انتقائية (الاستجابة للتفاعل) لطريقة انتاج خلاات الفينيل.

وكما سبق شرحه، تحدد قابلية الاشتعال للمخلوط كأعلى تركيز للاكسجين في المخلوط الذي يفشل في بقاء الاحتراق. ويمكن التعبير عن هذه الحدود كدالة للضغط درجة الحرارة وتركيب المخلوط، كما ذكر في المعادلات التجريبية المبينة في البراءة الاوربية ٠٨٤٥٤٥٣.

٥ في هذا الطلب تشير عبارة (تيار خارج) للدلالة علي التيار الابتدائي الذي يخرج مباشرة من المفاعل واي تيار يشتق بعد ذلك من التيار الابتدائي أو الأدنى، فيما عدا التيار الداخل إلي المفاعل عند مدخلة. فمثلا، بعد ترك المفاعل، يمكن اعادة التيار الخارج إلي المفاعل عن طريق حلقة لاعادة الدورة متضمنا ذلك مرحلة أو عدة مراحل للتشغيل. وفي احدي مراحل التشغيل، يمكن ادخال التيار الخارج من المفاعل إلي وحدة فصل حيث تزال مكونات التيار الخارج مثل خلات الفينيل، الماء و/أو حامض الخليك الغير متفاعل. ويمكن أن تتخذ وحدة الفصل شكل من اشكال عمود أو أعمدة التقطير.

١٥ في مرحلة تشغيل أخرى، يمكن ادخال بعض او كل التيار الخارج التشارك لوحدة الفصل إلي ضاغط (كومبريسور أو كباس). ثم يدخل بعض من التيار الخارج الذي يترك وحدة الفصل إلي وحدة ازالة ثاني اكسيد الكربون، وهنا، يزال بعض أو كل ثاني اكسيد الكربون في تيار الخروج. ثم يعاد توجيه التيار الخارج إلي الضاغط لاستكمال حلقة اعادة الدورة.

٢٠ ويختلف تركيب التيار الخارج عند نقط مختلفة علي طول دائرة اعادة الدورة فمثلا، نجد أن تركيب التيار الخارج من المفاعل يمكن أن يختلف عن تركيب التيار الخارج من كل من مراحل التشغيل المختلفة من دائرة اعادة الدورة أو اعادة الاستعمال سويًا مع التغيرات في درجة الحرارة والضغط نجد أن تلك الاختلافات في التركيب يمكن أن تسبب في تغير حدود قابلية الاشتعال للتيار الخارج عند نقط مختلفة علي طول دائرة اعادة الدورة فمثلا في احدي التجسيمات، يكون حد قابلية الاشتعال للتيار الخارج بين المفاعل ووحدة الفصل مختلف عن حد قابلية الاشتعال للتيار الخارج بين وحدة الفصل والضاغط ويمكن أيضا أن يتغير حد قابلية الاشتعال للتيار الخارج بعد الضغط، وبالتالي، بعدما يزال ثاني اكسيد الكربون. ولتجنب

خطورة الحريق/ الانفجار، يتحتم بقاء تركيز اكسيجين التيار الخارج عند أو أقل من حد قابلية الاشتعال عند جميع النقاط علي طول دائرة اعادة الدورة.

ويمكن تصل وتشتمل حدود قابلية الاشتعال في التيار الخارج إلي ١٠% اكسيجين بالحجم، فمثلا ٧% بالحجم اكسيجين ومن المناسب أن يظل تركيز الاكسيجين في التيار الخارج عند أو أقل ١٠% بالحجم اكسيجين. ٥

ويمكن ايضا ان تتضمن طريقة هذا الاختراع علي مرحلة غلق المفاعل في حالة أن تركيز الاكسيجين في التيار الخارج يزيد أو من المحتمل ان يزيد عن حدود قابليته للاشتعال ولتعيين ما اذا كان الغلق لازما أو غير لازم فانه يتم مراقبة تركيز اكسيجين التيار الخارج، فمثلا بواسطة كمبيوتر عند نقط مختلفة من دائرة اعادة الدورة، فمثلا في احدي التجسيمات، يراقب تركيز الاكسيجين في التيار الخارج عند اربع مراحل علي طول دائرة اعادة الدورة. ١٠

اولا: عند خروج التيار الخارج من المفاعل

ثانيا : عند خروجه من وحدة الفصل

ثالثا: عند خروجه من الضاغط

رابعا: عند خروجه من وحدة ازالة ثاني اكسيد الكربون وعندما يزيد تركيز الاكسيجين عند أي من تلك المراحل عن قيمة البداية التي تحددها حدود قابلية للاشتعال فان يتم تشغيل اشارة الغلق ١٥

في تجسيم بديل تتم مراقبة تركيز اكسيجين التيار الخارج عند مرحلة واحدة أو نقطة الترتيب (trip point) ومعناها نقطة الغلق الاوتوماتيكي للمفاعل التي تتم بواسطة اشارة من احدي الدوائر) وعندما يزيد تركيز الاكسيجين عند هذه النقطة عن قيمة البداية التي تحددها حدود قابلية الاشتعال فانه يشغل اشارة الغلق ونظريا، يمكن أن تحدد نقطة الترتيب بانها نقطة علي طول دائرة اعادة الدورة وعندها يكون التيار الخارج عند أو اقرب إلي حدود قابليتها للاشتعال وعند التشغيل نجد أن التقلبات في درجة الحرارة، الضغط وتركيب التيار الخارج يمكن ان يسبب التيار الخارج في زيادة قابلية اشتعاله عما هي عليه عند نقطة الترسيب وهذا يلزم اخذه في الاعتبار عند حساب التركيز الابتدائي للاكسيجين عند نقطة الترسيب ويمكن ان ٢٥

تحدد قيمة البداية بواسطة معادلة قابلية الاشتعال كالمذكورة في البراءة الأوروبية ١-٠٨٤٥٤٥٣ (الداخلية هنا كمرجع) مع السماح بالأخطاء (فمثلا ٩٥% من الحد الموثوق به) بالنسبة إلي زمن الإقامة عند اخذ العينات، بالنسبة لزمن استجابة مجموعة الترسيب بالنسبة لدقة المعدات وكذلك بالنسبة للتغيرات الطبيعية في تشغيل الجهاز. ٥

ومن المناسب أن تثبت قيمة البداية عند أو أقل من ١٠% بالحجم اكسيجين فمثلا مع حد قابلية اشتعال قدرة ٧% بالحجم يمكن تثبيت قيمة البداية ٤,٠% بالحجم اكسيجين، مع انه يمكن استعمال قيم أخرى متوقفا هذا علي العوامل السابق ذكرها. في احدي التجسيمات، يراقب التيار الخارج عند نقطة بين المفاعل ووحدة الفصل و تكون قيمة البداية المناسبة عند هذه النقطة ٤,٠% بالحجم وفي تجسيمات أخرى يراقب التيار الخارج عند نقط أخرى علي طول دائرة اعادة الدورة، فمثلا عند خروجه من وحدة الفصل و/ أو وحدة ازالة ثاني اكسيد الكربون. ١٠

ويمكن مراقبة تركيز الاكسيجين عند نقطة الترسيب باستخدام جهاز تحليل للاكسيجين فمثلا يمكن مراقبة تركيز الاكسيجين باستخدام جهاز تحليل يعمل علي قياس البارامغناطيسية (النفاذية المغناطيسية) للتيار الخارج عند خروجه من وحدة الفصل أو وحدة استبعاد ثاني اكسيد الكربون وتشمل اجهزة التحليل هذه (مثل SERVOMEX) علي مكونات تميل إلي التأثير عكسيا بواسطة ابخرة يمكن تكثيفها درجات حرارة عالية وضغوط عالية وتبعاً لذلك، لا يمكن استعمال اجهزة التحليل عند تواجد ظروف عالية الحرارة والضغط، بالقرب مثلا من مخرج المفاعل وعالية نجد انه لتحليل التيار الخارج عند خروجه من مخرج المفاعل، يجب ان يعالج التيار، فمثلا، بواسطة تبريد التيار لازالة الابخرة القابلة للتكثيف ورفع الضغط عنه. ١٥

وتركيز الاكسيجين للتيار الخارج عند خروجه من المفاعل يمكن ان يراقب بواسطة مسح الطول الموجي باستخدام مصدر ضوئي احادي اللون ويستحسن ان تجري العملية التقنية في الاشعة تحت الحمراء القريبة (NIR)، مع أن الأطوال الموجية الأخرى يمكن أن يستعمل (طول موجي مناسب في الاشعة تحت الحمراء القريبة مقداره ٧٠٠ إلي ١٠٠٠ نانومتر تقريبا، ويستحسن حوالي ٧٦٠ نانومتر أي ٢٥

± ٥ نانومتر) باستعمال جهاز مشتمل علي ليزر دايود مرسله وكشاف، ويصنع جهاز مناسب تحت الاسم التجاري LaserGas عن طريق شركة Optikk A/S Norsk Electro (النرويج)

ويعتمد سبكتروسكوب الليزر الثنائي (الدايود) علي اختيار خط امتصاص واحد، ويستحسن في معدل طيفي NIR لغاز الاكسيجين. ويتحتم الاهتمام بضمان ٥ الا يكون للغازات الاخرى خطوط امتصاص عند الطول الموجي المختار. وينغم تردد ليزر الدايود ليناظر خط الامتصاص الفردي للاكسيجين بواسطة ضبط درجة الحرارة وتيار ادارة الليزر. كما ان الاتساع الطيفي لليزر الدايود يكون أضيق كثيرا من الاتساع الطيفي لخط الامتصاص للاكسيجين. وعن طريق تغيير تيار ليزر الدايود، يسمح الطول الموجي لليزر الدايود عبر خط الامتصاص. ١٠

كما أن جزئيات الاكسيجين في الممر الضوئي بين ليزر الدايود والكشاف تمتص ضوء الليزر المرسل، سببا في تكثيف الليزر المكتشف للتغير كدالة الطول الموجي. وعليه نجد ان الشكل والحجم المكتشف لخط الامتصاص يمكن ان يستعمل لحساب كمية الاكسيجين بين المرسل والمستقبل.

هذا مع العلم بأن اجهزة التحليل Laser Gas tm سوف تسمح بدرجات حرارة ١٥ تصل إلي ١٠٠٠م وضغوط تصل إلي ٢٠٤١ بار. ويمكن مراقبة تركيز الاكسيجين في الغاز داخل المفاعل. ومن المهم ان حامض الخليك والمكونات الاخرى القابلة للتكثيف في تيار الغاز لايسمح لها بالتكثيف علي نوافذ الكشاف وللوصل إلي هذا يمكن تطهير النوافذ بغاز لا تتداخل مع طيف الامتصاص. ويجب اختيار طول الممر المناسب، ومن المفضل متر واحد، لضمان حساسية دقيقة للكشاف. ويمكن التوصيل ٢٠ إلي ذلك بواسطة وضع جهاز التحليل عبر وعاء أو مجموعة مواسير/ انابيب كبيرة. وعلي البديل من ذلك يمكن ان يتم ذلك ايضا بواسطة شحن الغاز المراد مراقبة في المركز الطولي لانبوبة بها غازات تطهير تشحن وسط نقطة شحن الغاز المراقب واطراف الانبوبة بحيث ان الغاز في وسط الانبوبة، يتضمن اساسا علي الغاز المراد مراقبة وتخرج تيارات غاز التطهير عند كل طرف من اطراف الانبوبة. عندئذ ٢٥

تركب نوافذ الكشاف عرضيا علي الانبوبة في المركز، في المنطقة المشتملة اساسا علي الغاز المراد مراقبته. ومن المناسب ان يستعمل الاثيلين كغاز تطهير.

ويمكن اجراء طريقة الاختراع في طبقة مهد ثابتة أو طبقة مهد مائعة. في

المفاعل ذي طبقة المهد الثابتة، يدخل مخلوط الاكسجين، حامض الخليك و الاثيلين

في مفاعل الطبقة الثابتة عن طريق مدخل. وفي مفاعل الطبقة المائعة، يدخل بوجه ٥

عام الاكسجين، الاثيلين وحامض الخليك كل علي حدة. وهذا يمنع خطورة احتراق

الاثيلين و/أو حامض الخليك قبل الدخول إلي المفاعل. ثم تتصل المواد المتفاعلة مع

مادة الحفز المائعة التي تخلط باستمرار مع المواد المتفاعلة لتكوين مخلوط متجانس

وهذا يسمح بحدوث العملية الاسيتوكسيلية تحت ظروف متساوية الحرارة، وبذلك

توزع بانتظام الحرارة المتولدة من العملية الاسيتوكسيلية خلال المفاعل وهذا يقلل ١٠

من خطورة الانفجار / أو الحريق الذي يحدث خلال المفاعل وعليه نجد ان كمية

الاكسجين التي يمكن ان تستخدم في المفاعل ذي الطبقة المائعة لم تكن مقيدة

بواسطة حد قابلية الاشتعال لمجموع مكونات شحنة مركبات التفاعل وذلك اذا شحن

جزء علي الاقل من الاكسجين إلي المفاعل متفصلا عن المكونات الاخرى من

الشحنة. ١٥

في كل من المفاعلات ذات طبقة المهد المائعة والثابتة، تضبط ظروف

التفاعل لضمان ان تركيز الاكسجين في التيار الخارج يظل عند أو بالقرب من

القيمة القصوي ويمكن الوصول إلي ذلك بواسطة ضبط معدل تحويل الاكسجين في

المفاعل، ذلك الذي يعتمد بدوره علي عدد من العوامل مثل طبيعة الحفاز، درجة

حرارة التفاعل، حجم المفاعل، ناتج الشحنة ٢٠

ويمكن ان يتضمن العامل الحفاز موضوع الاختراع علي معدن من المجموعة

الثامنة مثل البلاتين و/أو البالليديوم. ومن المستحسن، ان يستخدم البالليديوم. ويمكن

ان يتواجد المعدن بتركيز اكبر من ٠,٢ % بالوزن، ويفضل اكبر من ٠,٥ %

بالوزن وبالاخص اكبر من ١ % بالوزن معتمدا ذلك علي اساس الوزن الكلي للحفاز

كما ان تركيز المعدن يمكن ان يكون عاليا يصل إلي ١٠ % بالوزن وتشمل المصادر ٢٥

- المناسبة للبالليديوم علي كلوريد البالليديوم (II)، K_2PdCl_4 ، Na_2PdCl_4 ، H_2PdCl_4 ، خلاص البالليديوم، نترات البالليديوم (II) و/أو كبريتات البالليديوم (II) وبالإضافة إلي معدن المجموعة الثامنة، يمكن أن يشتمل الحفاز علي منشط ومن امثلة المنشطات المناسبة نجد الذهب، النحاس و/أو النيكل. والمنشط المفضل هو الذهب والمصادر المناسبة للذهب تشمل كلوريد الذهب، حامض كلوروأوريك ٥ (HAuCl_4) ، NaAuCl_4 ، KAuCl_4 ، خلاص ذهب ثنائي المثل، خلوات الباريوم، أو خلاص الذهب ويفضل $\text{HauCl}+$ ويمكن أن يتواجد المعدن المنشط بكمية تتراوح من ٠,١ إلي ١٠% بالوزن في الحفاز النهائي.
- ومن المستحسن أن يشمل التركيب الحفاز ايضاً علي مادة منشطة مصاحبه ١٠ ومن المنشطات المصاحبه المناسبة نجد المجموعة الاولى، المجموعة الثانية أو اللانثانيد أو الفلزات الانتقالية، مثل النحاس، الكاديوم، الباريوم، البوتاسيوم، الصوديوم، الحديد، المنجنيز، النيكل، الانتيموني، و/أو اللثانم، التي تتواجد في الحفاز النهائي علي شكل أملاح، مثل ملح الخلاص. والأملاح المفضلة هي خلاص البوتاسيوم أو الصوديوم. ويمكن أن يتواجد المنشط المصاحب في التركيب الحفاز بتركيز يصل إلي ١٥% وحيث يكون الحفاز عبارة عن حفاز طبقة مهد ثابت، فانه ١٥ من المفضل أن المنشط المصاحب يمكن ان يتواجد بتركيز يصل إلي ١١% بالوزن، ويستحسن ٣ إلي ٦% بالوزن من الحفاز الكلي.
- ويمكن أن تدعم المادة الحفاز. ومن امثله الدعائم المناسبة للمادة الحفاز نجد السيليكا المسامية، الألومينا، سيليكا /الومينا، سيليكا /تيتانيا، تيتانيا، زيركونيا أو كربون. ومن المفضل ان تكون الدعامة عبارة عن سيليكا. ومن المناسب، ان تكون ٢٠ الدعامة أو الركيزة لها حجم ثقبي من ٠,٢ إلي ٣,٥ مل لكل جرام من الدعامة، مساحة سطح من ٥ إلي ٨٠٠ متر مربع لكل جرام من الدعامة وكثافة ظاهرية كلية ١٠,٣ إلي ١,٥ جرام مل. ومن المناسب ان الدعامة لحفاز طبقة المهد المائعة لها توزيع حجمي للجزيئات بحيث ان ٦٠% من الجزيئات الحفازة لها قطر للجزيئات اقل من ٢٠٠ ميكرون ويستحسن علي الاقل ٥٠% اقل من ١٠٥ ميكرون ولايزيد ٢٥ عن ٤٠% من جزيئات الحفاز لها قطر اقل من ٤٠ ميكرون.

ويمكن تحضير العامل الحفاز بواسطة اية طريقة مناسبة. فمثلا يمكن ان تتضمن المرحلة الاولى لعملية تحضير الحفاز علي تشرب المادة الدعامية بمحلول الثامنة المطلوب ومعدن منشط علي شكل املاح قابلة للذوبان. ومن امثلة تلك الاملاح نجد مشتقات الهاليد القابلة للذوبان ويستحسن ان يكون محلول التشرب عبارة عن محلول مائي ويكون حجم المحلول المستعمل بحيث يناظر ما بين ٥٠، ١٠٠% من الحجم الثقيبي للدعامة، ويستحسن ٥٠ إلى ٩٩% من الحجم الثقيبي.

تجفف الدعامة المتشربة عند الضغط المحيط أو عند ضغط منخفض ومن درجة الحرارة المحيطة إلى ١٥٠°م، ويستحسن ٦٠ إلى ١٢٠°م قبل اختزال المعادن. ولتحويل تلك المواد إلى حالة فلزية، تعالج الدعامة المشربة بعامل اختزال مثل الاثيلين، الهيدرازين أو الفورمالدهيد أو الهيدروجين.

وإذا استعمل الهيدروجين، عادة ما يكون من الضروري تسخين الحفاز إلى ١٠٠ إلى ٨٥٠°م من أجل عمل الإختزال الكامل.

وبعد اجراء المراحل المذكورة من قبل، يغسل الحفاز المختزل بالماء ثم يجفف. ثم تشرب المادة الحامله المجففة بالكمية المطلوبه من المنشط المصاحب وبعد ذلك تجفف.

ويمكن أن تتغير طريقة تحضير الحفاز للوصول إلى افضل اداء للحفاز معتمدا علي زيادة ناتج وانتقائيه (مدي استجابة) خلاص الفينيل إلى أقصى حد.

ويمكن أن تتناقص فاعلية الحفاز بمرور الزمن. وهذا يمكن أن يحدث كلما تناقص تركيز المنشط المصاحب المتطاير في الحفاز مع الاستعمال. وللحفاظ علي التركيز ثابتا للمنشط المصاحب في الحفاز يمكن اضافة منشط مصاحب جديد إلى الحفاز أثناء التفاعل. ومن المناسب أن يتم ذلك بواسطة اضافة مادة المنشط المصاحب إلى شحنة حامض الخليك السائل أو إلى حامض خليك اعادة الدورة السائلة. وعلي البديل من ذلك، يمكن ادخال منشط مصاحب اضافي علي شكل محلول (فمثلا في ماء أو في حامض) بطريقة مباشرة بواسطة الرش خلال وسيلة حقن مناسبة كفوهة مثلا. وفي المفاعل ذي طبقة المهد المائعة، يمكن استبعاد المادة

الحفاز من المفاعل واستبدالها بحفاز جديد وذلك للحفاظ علي فاعلية الحفاز وتركيز الاكسجين في التيار الخارج / المعاد دورته عند المعدلات المرغوبة.

وتجري الطريقة في مفاعل ومن المناسب أن يشغل عند درجة حرارة من

١٠٠ إلي ٤٠٠°م، ويستحسن ١٤٠ - ٢١٠°م، والافضل عند ١٤٠ - ١٩٠م

٥ ويمكن أن يجري التفاعل عند ضغط ما بين ٠.٥ بار علي مقياس جوج، ٢٠ بار،

ويستحسن بين ٦ بار، ١٤ بار علي مقياس جوج، والأحسن ما بين ٧ بار، ١٢ بار

علي مقياس جوج.

ويمكن اجراء طريقة هذا الاختراع في مفاعل قادر علي حمل ١٠ إلي ٥٠

طن من الحفاز ذي طبقة المهد الثابتة أو ١٠ إلي ٣٠٠ طن، ويستحسن من ٣٠ إلي

١٥٠، وبالأخص ٥٠ إلي ١٠٠ طن من الحفاز مانع طبقة المهد. ويناقش التأثير

علي حجم المفاعل وعلي عملية الاستوكسيلة في طلب البراءة الأوروبي رقم

٠٨٤٧٩٨٢ - ١ / ورقم النشر ٩٧٣٣٠٩٥٥٤، والتي تدخل في هذا الوصف

كمراجع.

ويمكن أن يكون الاثيلين المستعمل في هذه الطريقة علي شكل نقي تماما أو

١٥ مخلوط مع واحد أو اكثر من نتروجين، ميثان، ايثان، ثاني اكسيد الكربون وماء علي

شكل بخار أو واحد أو اكثر من هيدروجين، الكينات بها من ٣ - ٤ ذرات كربون

أو الكانات.

ويمكن من المناسب أن يكون الغاز المحتوي علي الاكسجين عبارة عن

هواء أو غاز أغني أو أضعف في الأكسجين الجزيئ من الهواء. ومن المناسب، أن

٢٠ يكون الغاز هو اكسجين مخفف بواسطة مخفف مناسب مثل النتروجين، الارجون أو

ثاني اكسيد الكربون. ومن المستحسن أن يكون الغاز عبارة عن أكسجين. وفي

المفاعل ذي طبقة المهد المائعة، يمكن شحن جزء علي الأقل من الأكسجين إلي

المفاعل بطريقة منفصلة إلي المكونات الأخرى لكي تزيد الكمية من الأكسجين

المشحون عن حدود قابلية للاشتعال في الشحن الكلية إلي المفاعل

ويمكن ادخال حامض الخليك إلي المفاعل كسائل أو بخار. في مفاعل ذي طبقة ثابتة، ويدخل جميع حامض الخليك تماما كبخار. وفي مفاعل ذي طبقة مائعة، يمكن استخدام مخلوط من حامض خليك وسائل، ولكن يفضل حامض الخليك السائل. ويمكن ادخال حامض خليك سائل في مفاعل مائع الطبقة السفلية بواسطة أية وسيلة حقن مثل فوهة ويمكن أن تكون فوهة رذاذ تعمل بغاز أو فوهات من نوع رش فقط للسائل. وبالإضافة إلي ذلك، يمكن ادخال حامض خليك تعاد دورته في المفاعل. ويمكن خلط حامض الخليك المعاد دورته خلطا مسبقا مع حامض الخليك الخام أو يمكن ادخاله في المفاعل باستخدام وسيلة حقن منفصلة.

شرح مختصر للرسومات:

- ١٠ هذه الصور وغيرها من صور هذا الاختراع تبين الآن، علي سبيل التوضيح، بالإشارة إلي الأمثلة والرسومات المرفقة التي فيها.
- شكل ١ توضيح تخطيطي لجهاز اجراء الطريقة طبقا لتجسيم أول من هذا الاختراع.
- شكل ٢ توضيح تخطيطي لجهاز اجراء الطريقة طبقا لتجسيم ثاني من هذا الاختراع.
- ١٥

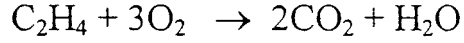
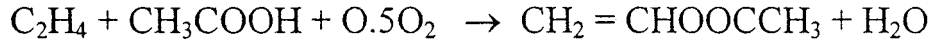
الوصف التفصيلي

- يبين شكل ١ جهاز ذي طبقة مهد مائعة لاجراء الطريقة طبقا لتجسيم من هذا الاختراع. ويشتمل الجهاز علي مفاعل ١٠، وحدة فصل ١٢، كباس أو ضاغط ١٤، ووحدة لازالة ثاني اكسيد الكربون ١٦. ويتضمن المفاعل ١٠ علي مدخلين ١٨، ٢٠ لادخال الاكسيجين وحامض الخليك السائل. كما يشتمل المفاعل ١٠ أيضا علي شبكة ١٧. ويدخل مخلوط من اثيلين جديد وغاز معاد دورته مشتمل علي اكسيجين واثيلين غير متفاعل في المفاعل ١٠ خلال اللوحة الشبكة ١٧ عن طريق مدخل ثالث ٢.
- ٢٠

- وعند التشغيل، يشحن المفاعل ١٠ بحفاز لتكوين طبقة مهد مائعة. وتدخل الشحنات في المفاعل ١٠ وتتصل بالحفاز لإنتاج تيار مشتمل علي خلايا فينيل ملء، ثاني أكسيد الكربون ومواد التفاعل الغير متفاعله. ويزال التيار من المفاعل ١٠، ويبرد ويدخل في وحدة الفصل ١٢ عن طريق الخط ٢٤. وتكثف خلايا الفينيل، الماء، وحامض الخليك الغير متفاعل في التيار وتفصل لتنقية أخرى، بينما تدخل المكونات الغازية الأخرى إلي الضاغط ١٤ عن طريق الخط ٢٦. وحالما يضغط، تعاد دورة المكونات الغازية إلي المفاعل عن طريق الخط ٢٨.
- ٥ ويدخل جزء من التيار في الخط ٢٨ إلي وحدة إزالة ثاني أكسيد الكربون ١٦ عن طريق الخط ٣٠. وتعمل الوحدة ١٦ علي استبعاد بعض أو جميع ثاني أكسيد الكربون والغاز الخامل الذي يمكن أن يتراكم في التيار. وحال معالجته، يمر التيار خلال الخط ٣٢ وفي الخط ٢٦ لإعادة دوره إلي المفاعل ١٠.
- ١٠ ويحفظ تركيز الأثيلين الداخل إلي المفاعل ١٠ عند المعدل المطلوب بواسطة ادخال اثيلين جديد في الخط ٢٨ عن طريق الخط ٣٤.
- وتجري الطريقة تحت ظروف معينة بحيث يظل تركيز الأكسجين في تيار الخطوط ٢٤، ٢٦، ٢٨، ٣٢ عند قيمة البداية تحت حدود قابلية الاشتعال.
- ١٥ يبين شكل ٢ جهاز ذي طبقة مهد ثابتة لأجراء الطريقة طبقاً لتجسيم ثابن لهذا الاختراع. ويستخدم جهاز شكل ٢ مفاعل ذي طبقة مهد ثابتة ١١٠ خلاف المفاعل ذي طبقة المهد المائعة ١٠. وبوجه عام، يكون الجهاز المبين في شكل ٢ مماثل للجهاز المبين في شكل ١، كما أن الأجزاء المتمثلة بشار إليها بأرقام متماثلة. ولكن، بعكس جهاز شكل ١، لا يدخل الأكسجين وحامض الخليك مباشرة في المفاعل ١١٠. وبدلاً من ذلك يدخل حامض الخليك في المفاعل ١١٠ علي شكل بخار باستخدام مبخر ١١٢. ويشحن حامض الخليك السائل إلي المبخر ١١٢ عن طريق الخط ١٢٠. وهناك اختلاف آخر ينحصر في ألا يشحن الأكسجين مباشرة إلي المفاعل ١١٠ ولكن في التيار عند النقطة "أ" عن طريق الخط ١١٨.
- أمثلة ٢٥

في الأمثلة التالية، تستخدم الافتراضات والتعاريف التالية:

١- التفاعلات الأساسية التي تحدث في المفاعل هي:



٢- يطبق القانون الأمثل للغاز

٥ ٣- تحدد النسبة المئوية لتحويل الأكسجين كنسبة مئوية كلية للاكسجين

المحول لاعطاء نواتج خلاات فينيل وثاني اكسيد الكربون.

٤- تحدد انتقائية أو استجابة الاثيلين كنسبة مئوية لعدد الجزيئات الجرامية

من الاثيلين المحول إلى خلاات الفينيل مقسوما علي العدد الكلي للجزيئات الجرامية

(المولات) من الاثيلين المحول إلى خلاات الفينيل وثاني اكسيد الكربون. بمعنى آخر:

١٠ الانتقائية (الاستجابة للتفاعل) = $100 \times (\text{مولات VAM الخارجة}) / (\text{مولات$

VAM الخارجة + ٢/١ مولات CO_2 خارجة).

٥- يؤخذ حد قابلية اشتعال المخلوط في المفاعل ليكون ١٠% بالحجم

اكسجين. يؤخذ حد قابلية الاشتعال في التيار الخارج كقيمة مثلي قدرها ٧% بالحجم

اكسجين. ويراقب تركيز الاكسجين علي طول الخط ٢٤ وتركيز البداية للاكسجين

١٥ الذي عنده يتم تشغيل اشارة الغلق يساوي ٤% بالحجم

مثال مقارنة أ

تدخل خلاات الفينيل باستخدام الجهاز المبين في شكل ٢. ويشحن المفاعل

١١٠ بعامل حفاز لعملية الاسيتوكسيلية لتكوين طبقة ثابتة.

ويشغل المفاعل ١١٠ عند ١٤٠ إلى ١٩٠م، ٦ إلى ١٢ بار علي مقياس

٢٠ جوج، ومعدل تحويل اكسجين ٧٠%، وانتقائية اثيلين قدرها ٩٠%. ويظل تركيز

الاكسجين الداخل إلى المفاعل ١١٠ عند حد قابلية اشتعال قدره ١٠% بالحجم من

الشحنات الكلية إلى المفاعل.

وتضبط ظروف المفاعل بحيث أن كمية الاكسجين الخارجة إلى المفاعل

١١٠ تكون ٣,١% بالحجم من الحجم الكلي للغاز الخارج من المفاعل ١١٠. ويكون

٢٥ تركيز الاكسجين هذا أقل كثيرا من قيمة البدايه للخط ٢٤ (٤,٠% بالحجم). وطبقا

لذلك، لا يدخل مثال المقارنة هذا ضمن نطاق هذا الاختراع.

يحسب تركيب التيار الخارج علي أساس الافتراضات السابقة وتبين النتائج في الجدول أ فيما يلي.

جدول أ

المكون	حجم شحنة المفاعل الكلية %	المولات الخارجة من المفاعل	حجم الخارج من المفاعل %
اكسجين	١٠	٣,٠	٣,١
اثيلين	٥٥	٤٥,٧	٤٧,٧
ثاني اكسيد الكربون	٢٠	٢١,٩	٢٢,٨
حامض خليك	١٥	٦,٦	٦,٩
خلات فينيل	صفر	٨,٤	٨,٨
ماء	صفر	١٠,٣	١٠,٧
الجزئيات الكلية	١٠٠	٩٥,٨	

مثال ١

- ٥ في هذا المثال، تنتج خلات الفينيل باستخدام الجهاز المبين في شكل ١. ويشحن المفاعل ١٠ بحفاز لتكوين طبقة مهد مائعة. وهذا يسمح بحدوث العملية الاسيتوكسيلية تحت ظروف متساوية الحرارة، وبذلك توزع الحرارة المتولدة بواسطة العملية الاسيتوكسيلية توزيعاً منتظماً خلال المفاعل. وهذا يخفف من خطورة الانفجار و/ أو الحريق الحادث خلال المفاعل. وعليه، يمكن استخدام تركيز الاكسجين في مفاعل ذي طبقة مائعة لايقيد بواسطة حد قابلية الاشتعال لمخلوط التفاعل. وعمل ذلك، يظل تركيز الاكسجين الداخل إلي المفاعل ١٠ أعلى من حد قابلية الاشتعال، عند ١٢,٧% بالحجم من الشحنات الكلية الداخلة إلي المفاعل.
- يشغل المفاعل ١٠ عند نفس درجة الحرارة، الضغط، معدل تحويل الاكسجين وانتقائية الاثيلين كما في المفاعل ١١٠ من مثال المقارنه أ. في المثال الحالي، يتزايد تركيز الاكسجين في الخط ٢٤ إلي قيمته القصوي وقدرها ٤,٠% ١٥ بالحجم بواسطة زيادة كمية الاكسجين الداخلة إلي المفاعل ١٠.

ويحسب تركيب التيار الخارج في مثال ١ علي اساس الافتراضات السابق ذكرها، وتبين النتائج في الجدول ١ فيما يلي

جدول ١

المكون	حجم الشحنة الكلية بالمفاعل %	المولات الخارجة من المفاعل	حجم الخارج من المفاعل %
اكسيجين	١٢,٧	٣,٨	٤,٠
اثيلين	٥٢,٣	٤٠,٤	٤٢,٧
ثاني اكسيد الكربون	٢٠	٢٢,٤	٢٣,٦
حامض الخليك	١٥	٤,٣	٤,٦
خلات الفينيل	صفر	١٠,٧	١١,٣
ماء	صفر	١٣,٠	١٣,٨
الجزئيات الجرامية الكلية	١٠٠	٩٤,٧	

تبين مقارنة جدول أ وجدول ١ أن معدلات الانتاج الاعلي لخلات الفينيل

٥ تكون ملحوظة عندما يظل تركيز الاكسيجين الخارج من المفاعل عند قيمة البداية التي يحددها حد قابلية الاشتعال بخلاف أنها تكون اقل منه.

مثال مقارنة ب

تكرر العملية المذكورة في مثال ١ باستثناء أن المفاعل ١٠ يعمل عند

معدل تحويل اكسيجين قدره ٦٠%. ويكون تركيب الشحنة الداخلة إلي المفاعل مماثل

١٠ لتركيب شحنة مثال المقارنة أ. وكما يري من الجدول ب فيما يلي، يكون، معدل

تحويل الاكسيجين المستخدم غير كافي لبقاء تركيز الاكسيجين في الخط ٢٤ عند أو

أقل من قيمة البداية وقدرها ٤,٠% بالحجم. وبدلا من ذلك، يكون تركيز الاكسيجين

في الخط ٢٤ مقداره ٤,١% بالحجم، أو ٠,١% بالحجم. أعلي من قيمة البداية.

جدول ب

المكون	حجم شحنة المفاعل الكلية %	المولات الخارجة من المفاعل	الحجم الخارج من المفاعل %
اكسجين	١٠	٤,٠	٤,١
اثيلين	٥٥	٤٥,٧	٤٨,٨
ثاني اكسيد الكربون	٢٠	٢١,٦	٢٢,٤
حامض خليك	١٥	٧,٨	٨,١
خلات فينيل	صفر	٧,٢	٧,٥
ماء	صفر	٨.٨	٩,١
المولات الكلية	١٠٠	٩٤,٧	

مثال ٢

في هذا المثال، تكرر عملية مثال المقارنة ب فيما عدا أن يستبدل ٢,٥% من الحفاز بحفاز جديد تحدد فاعليته بأنه ضعف الحفاز الغير منشط المذكور في مثال المقارنة ب وهذا يزيد من معدل تحويل الاكسجين إلى ٦١,٥%، وبذلك يخفض من تركيز الاكسجين في الخط ٢٤ إلى قيمة بدايته (٤,٠%).

ويحسب تركيب التيار الخارج علي اساس الافتراضات السابق ذكرها وذلك في الجدول التالي.

جدول ٢

المكون	الحجم الكلي لشحنة المفاعل %	المولات الخارجة من المفاعل	الحجم الخارج من المفاعل
اكسيجين	١٠	٣,٩	٤,٠
اثيلين	٥٥	٤٦,٨	٤٨,٦
ثاني اكسيد الكربون	٢٠	٢١,٦	٢٢,٥
حامض الخليك	١٥	٧,٦	٧,٩
خلات الفينيل	صفر	٧,٤	٧,٧
ماء	صفر	٩,٠	٩,٤
المولات الكلية	١٠٠	٩٤,٧	

بمقارنة نتائج مثال المقارنه ب ومثال ٢ تبين انه بالنسبة لتركيب شحنة معينة لوحظت معدلات انتاج أعلي من خلات الفينيل عندما يظل تركيز الاكسيجين في التيار الخارج عند حد قابليته للاشتعال بخلاف أن يكون اكبر منه.

عناصر الحماية

- ١ - عملية لإنتاج أسيتات فينيل vinyl acetate ، تشتمل على الخطوات : ١
- ٢ (أ) إدخال إيثيلين ethylene ، وحمض أسيتيك، وغاز يحتوي على الأكسجين ٢
- ٣ oxygen في مفاعل، (ب) تفاعل الإيثيلين ethylene المذكور، وحمض الأسيتيك ٣
- ٤ acetic acid ، والغاز المحتوي على أكسجين oxygen في وجود محفز إدخال (ب) ٤
- ٥ مجموعة أسيتوكسي acetoxylation في المفاعل المذكور لإنتاج تيار العملية؛ ٥
- ٦ (ج) إزالة تيار العملية المذكورة من المفاعل كتيار خارج، والحفاظ على تركيز ٦
- ٧ الأكسجين oxygen في التيار الخارج المذكور ليكون عند حد القابلية للاشتعال أو ٧
- ٨ بالقرب منه. ٨

- ١ ٢ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، حيث تتم إعادة التيار الخارج إلى ١
- ٢ المفاعل عن طريق حلقة إعادة تدوير تشتمل على مرحلة معالجة واحدة أو أكثر. ٢

- ١ ٣ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، حيث تشتمل حلقة إعادة التدوير على ١
- ٢ مرحلة معالجة يتم فيها إدخال التيار الخارج في وحدة فصل حيث تتم إزالة ٢
- ٣ المكونات السائلة في التيار الخارج المشتملة على أسيتات فينيل vinyl acetate ، ٣
- ٤ و/أو ماء، و/أو حمض أسيتيك acetic acid غير متفاعل. ٤

- ١ ٤ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (٣)، حيث يتم إدخال بعض أو كل التيار ١
- ٢ الخارج التارك لوحدة الفصل إلى ضاغط. ٢

- ١ ٥ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (٣)، حيث يتم إدخال بعض أو كل التيار
٢ الخارج التارك لوحدة الفصل إلى وحدة إزالة ثاني أكسيد الكربون
٣ .carbon dioxide

- ١ ٦ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، حيث يتم الحفاظ على تركيز الأكسجين
٢ oxygen في التيار الخارج عند ١٠٪ بالحجم أو أقل.

- ١ ٧ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (٣)، حيث يتم الحفاظ على تركيز الأكسجين
٢ oxygen في التيار الخارج عند ١٠٪ بالحجم أو أقل.

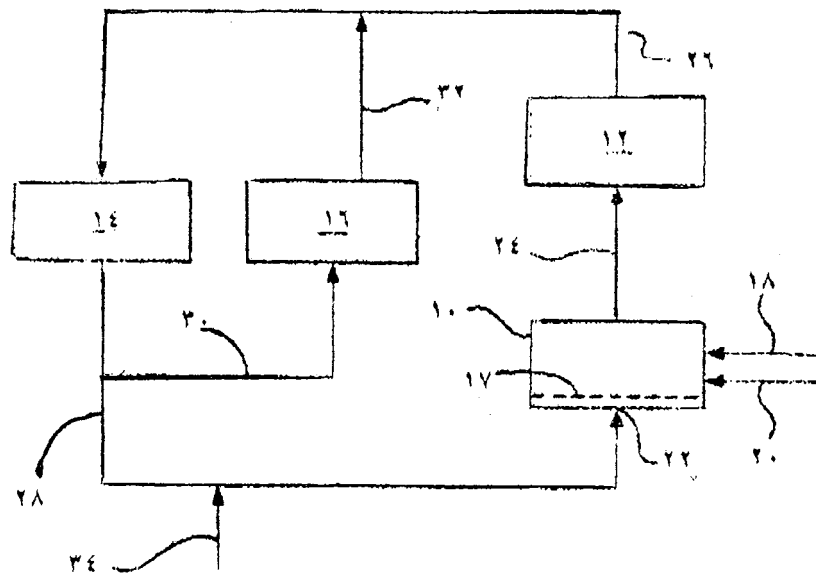
- ١ ٨ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، حيث تتم مراقبة تركيز الأكسجين
٢ oxygen عند مرحلة واحدة أو أكثر في حلقة إعادة التدوير ويتم إغلاق المفاعل
٣ إذا تعدى تركيز الأكسجين oxygen في أي من المراحل المراقبة القيمة الحدية
٤ المعرفة بواسطة حد القابلية للاشتعال في التيار الخارج.

- ١ ٩ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، حيث يتم ضبط القيمة الحدية عند ١٠٪
٢ بالحجم أكسجين oxygen أو أقل.

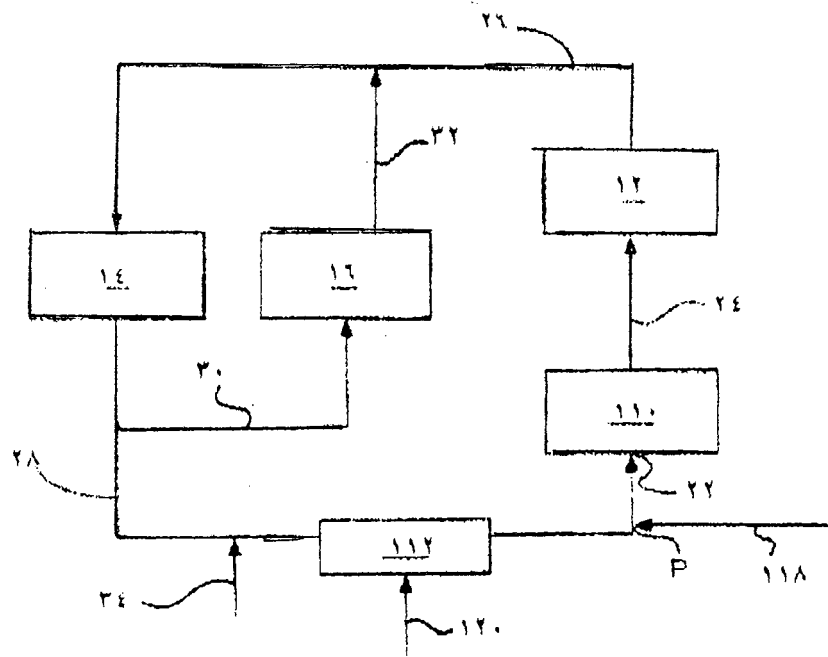
- ١ ١٠ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (٣)، حيث تتم مراقبة تركيز الأكسجين
٢ oxygen عند مرحلة واحدة أو أكثر في حلقة إعادة التدوير ويتم إغلاق المفاعل
٣ إذا تعدى تركيز الأكسجين oxygen في أي من المراحل المراقبة القيمة الحدية
٤ المعرفة بواسطة حد القابلية للاشتعال في التيار الخارج، وتكون القيمة الحدية

- ٥ ٤,٠٪ بالحجم عند المرحلة بين المفاعل ووحدة الفصل.
- ١ ١١ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، حيث يكون المفاعل عبارة عن مفاعل
- ٢ طبقة متميعة fluid bed.
- ١ ١٢ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (٦)، حيث يكون المفاعل عبارة عن مفاعل
- ٢ طبقة متميعة fluid bed.
- ١ ١٣ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (٩)، حيث يكون المفاعل عبارة عن مفاعل
- ٢ طبقة متميعة fluid bed.
- ١ ١٤ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١٠)، حيث يكون المفاعل عبارة عن
- ٢ مفاعل طبقة متميعة fluid bed.
- ١ ١٥ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١٣)، حيث يتعدى تركيز الأكسجين
- ٢ oxygen في مجموعة تيارات التغذية إلى المفاعل حد القابلية للاشتعال له.
- ١ ١٦ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١٤)، حيث يتعدى تركيز الأكسجين
- ٢ oxygen في مجموعة تيارات التغذية إلى المفاعل حد القابلية للاشتعال له.
- ١ ١٧ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، حيث تتم مراقبة تركيز الأكسجين
- ٢ oxygen في التيار الخارج بواسطة وسائل تشتمل على صمام ثنائي ليزر قابل
- ٣ للتوليف.

- ١ ١٨ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (٨)، حيث تتم مراقبة تركيز الأكسجين
- ٢ oxygen في التيار الخارج بواسطة وسائل تشتمل على صمام ثنائي ليزر قابل
- ٣ للتوليف.
- ١ ١٩ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١٧)، حيث يتم تشغيل صمام ثنائي الليزر
- ٢ القابل للتوليف في طيف الأشعة تحت الحمراء القريب.
- ١ ٢٠ - عملية وفقاً لعنصر الحماية رقم (١٨)، حيث يتم تشغيل صمام ثنائي الليزر
- ٢ القابل للتوليف في طيف الأشعة تحت الحمراء القريب.



شکل ۱



شکل ۲