



[19] المملكة العربية السعودية SA

مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

[11] رقم البراءة: ١٥٥٧

[45] تاريخ المنح: ١٤٢٧/١٠/٢١ هـ

الموافق: ٢٠٠٦/١١/١٢ م

[12] براءة اختراع

[30] بيانات الأسبقية:	[72] اسم المخترع: نازيموك فلاديمير فيليبوفيتش، جونشاروفا ناديزاهدا نيكولايفنا، يورجيف فاليريغ بيتروفيتش، مانزوروف فلاديمير ديمتريفيتش
[51] التصنيف الدولي ^٧ :	[73] مالك البراءة : ١- سامسونج اتوفينا كو.، ليمتد عنوانه: ٤١١-١، دو كجود- ري، دايسان - اب، سيوسان - سي، ٣٥٦-٧١١، شونجنام، كوريا ٢- جوينت ستوك كمبني أوف أوبن تايب "ريسيرش أند ديزاين أنستيتيوت أوف مونومرز ويد بايلوت بلانت" (آيه أو نيبيم) عنوانه: ١٠٦ آيه، بروسبكت لينينا، ٣٠٠٦٠٠، تولا، روسيا
[56] المراجع:	[74] الوكيل: سليمان ابراهيم العمار
براءة أمريكية ٤٨٧٧٩٠٠ ١٩٨٩/١٠/٣١ م	[21] رقم الطلب: ٩٤١٤٠٥٨٧
براءة أمريكية ٤٨٩٢٩٧٠ ١٩٩٠/٠١/٠٩ م	[22] تاريخ الإيداع : ١٤١٤/٠٩/٢٤ هـ
براءة أمريكية ٥١٣٢٤٥٠ ١٩٩٢/٠٧/٢١ م	الموافق : ١٩٩٤/٠٣/٠٦ م
اسم الفاحص: عبدالله بن سليمان المعيوف	

للحصول على عينة من متماكب isomer benzenedicarboxylic acid الخام ، ويتم تحويل العينة إلى ملاط بإضافة مذيب carboxylic acid aliphatic المنخفض له ويتبع ذلك بتسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، ويتم أكسدة الملاط slurry الناتج حسب نظام العامل الحفاز المذكور في درجة حرارة من ٢-٨٠ م أقل من تلك المادة الموجودة في التسخين المذكور ، على أن يتم إجراء كل من الأكسدة المذكورة والاستخلاص المذكور / ما قبل الأكسدة مرة أو مرتين ، شريطة وجود إتمام أي خطوة من الخطوتين المذكورتين أو كليهما مرتين . وفقاً للاختراع ، يتم إعادة دوران المذيب المستخدم في عملية استخلاص الشوائب من خطوات الأكسدة التالية.

١٩ عنصر حماية، ٣ أشكال

[54] اسم الاختراع: عملية لإنتاج متماكبات isomers تحتوي على حمض ثنائي كاربوكسيليك البنزين benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاء عالية [57] الملخص: يتعلق هذا الاختراع بعمليات إنتاج متماكبات isomers حمض benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاء عالية بدون خطوة تنقية منخفضة ذو مادة حفازة إضافية والتي تشمل على : (أ) خطوة أكسدة oxidation بحيث يتم فيه أكسدة متماكب xylene isomer بالأكسجين oxygen الجزئي أو الأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على غاز في وجود نظام عامل حفاز متألف من cobalt ، manganese ، و bromine أو على الأقل مادة مختارة من nickel ، و chromium ، و cerium ، zirconium ، في carboxylic acid aliphatic ، منخفض ، و (ب) خطوة الاستخلاص extractor / ما قبل الأكسدة post-oxidation ؛ بحيث يتم فيها بلورة ناتج الأكسدة

عملية لإنتاج متماكبات isomers تحتوي على حمض ثنائي

كاربوكسيليك البنزين benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاء عالية

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يتعلق هذا الاختراع بتركيبية عضوية ، وعلى وجه الخصوص فإنه يتعلق بعملية محسنة لإنتاج متماكبات isomers تحتوي على benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاء عالية ومكون من terephthalic acid (TA) ، isophthalic acid LA ، phthalic acid (PA) ، حيث تعتبر أهم المونومرات monomers وإنصاف المنتجات في كيمياء البوليمير لإنتاج المواد البلاستيكية والألياف الكيميائية والأغشية والدهانات والأصباغ .

يتم استخدام terephthalic acid كمادة لبدء التفاعل لإنتاج ألياف وأغشية polyester والتي يتم إنتاجها بواسطة تسمى SD ، حيث يتم أكسدة paraxylene مع جزئ أكسجين مع وجود عامل حفاز تشتمل على معادن ثقيلة الوزن مع مذيب acetic acid ومع أنه يتم إنتاج terephthalic acid بواسطة طريقة SD والتي تحتوي على مكونات عالية التركيز (١٠٠٠ : ٣٠٠٠ جزء في المليون) من 4-carboxy benzaldehyde (حيث يشار إليها بالرمز "4-CBA") . فإنها ليست مادة بدأ مناسبة لإنتاج ألياف وأغشية polyester .

ولذلك فقد تم استخدام طريقة بحيث يتفاعل فيها terephthalic acid مع methanol لتكوين dimethylterephthalate الذي يتم تنقيته بسهولة . كما يتم تفاعل dimethylterephthalate مع glycol لإنتاج polyester بعد عملية التنقية .

وبالإضافة إلى ذلك ، فهناك طريقة يتم استخدامها على نطاق أوسع لإتمام عملية تنقية terephthalic acid والتي تشتمل على خطوات لإذابة terephthalic acid في الماء عند ضغط عالي ودرجة حرارة عالية . وبعد ذلك يتم معالجة المحلول الناتج مع الهيدروجين على عوامل حفازة من معادن نفيسة مثل palladium وذلك للحصول على terephthalic acid ذو درجة نقاء عالية والذي يحتوي على أقل من ٢٥ جزء من المليون 4-CBA .

ومع ذلك ، فهذه الطريقة المعروفة لها عيوب ؛ فالطريقة السابقة تنتج methanol أثناء عملية تحضير polymer ، أما الطريقة الأخيرة فإنها تتطلب اثنان من المفاعلات المنفصلة لإتمام عملية الأكسدة والتنقية ، وذلك لأن العوامل الحفازة والمذيبات وظروف التحضير تختلف عن بعضها البعض .

وحتى الآن ، فقد تم تقديم طرق عديدة لتجنب الصعوبات المتعلقة بهذه العمليات التقليدية .

وهناك عدة طرق لإنتاج terephthalic acid بدون المرور بخطوة التنقية الخافضة حيث يتم أكسدة paraxylene مع جزئ الأوكسجين oxygen من خلال أربع خطوات متتالية مع وجود عامل حفاز من cobalt - manganese - bromine في acetic acid الذي تم تقديمه .

وفقاً لبراءة الاختراع الأمريكية ٤٧٧٢٧٤٨ ، وبراءة الاختراع اليابانية رقم ٢٧٠٥٨ - ٦٢ - أ ، وبراءة الاختراع اليابانية رقم ٢٣٩٨٢ - ب . ووفقاً لهذه الطرق ، يتم أكسدة paraxylene في خطوة الأكسدة الأولى عند درجة حرارة تتراوح بين ١٨٠-٢٣٠ م° ولمدة تتراوح بين ٤٠ : ١٥٠ دقيقة مع تحويل أكثر من ٩٥٪ . أما في خطوة الأكسدة الثانية ، تتم الأكسدة عند درجة حرارة تتراوح بين ٢ : ٣٠ م° ولمدة تتراوح بين ٢٠ : ٩٠ دقيقة .

أما خطوة الأكسدة الثالثة ، تتم الأكسدة عند درجة حرارة تتراوح بين ٢٣٥ : ٢٩٠ م ولمدة تتراوح بين ١٠ : ٦٠ دقيقة . أما خطوة الأكسدة الرابعة والأخيرة تتم الأكسدة فيها عند درجة حرارة ٢٦٠ م .

وبما أنه يتم إنتاج حمض terephthalic acid (TA) بهذه الطريقة والتي تحتوي على ٠,٠٢٧ ، من 4-CBA ، فإنه لا يمكن استخدامه مباشرة لإنتاج أغشية وألياف polyester .

وعلاوة على ذلك ، فإن الطريقة السابقة لها عيوب جديدة وهي :

(أ) لأن درجة الحرارة العالية ٢٦٠ م التي تم استخدامها لأكسدة الشوائب في خطوة الأكسدة الثالثة والرابعة تتسبب في أكسدة مذيب acetic acid . ولذلك تعتبر هذه الطريقة غير مفضلة من وجهة النظر الاقتصادية والتقنية الحديثة .

١٠ (ب) يقلل زمن التفاعل الطويل التي تستغرقه هذه الطريقة في خطوة الأكسدة الأولى من تفاعل العملية .

(ج) يعتبر محتوى 4-CBA الموجود في TA ويكون على شكل شوائب عالية جداً (٠,٠٢٧٪) .

وبالتالي فتعتبر الطريقة السابقة غير متميزة لأن كفاءة الطريقة تعتبر قليلة نسبياً ولأن terephthalic acid الذي تم إنتاجه أقل نقاءاً بالمقارنة مع الطريقة التقليدية التي تستخدم فيها خطوة تخفيض التقنية . ١٥

وتوجد طريقة أخرى يتم أكسدة paraxylene مع جزئ الأوكسجين oxygen مع وجود مركبات معدنية ثقيلة الوزن ومركب bromine في وسيلة acetic acid مع عملية تحويل أكثر من ٩٠٪ ، وبعد ذلك يتم سحق الخليط الناتج عند درجة حرارة تتراوح بين ١٤٠ : ٢٣٠ م في غلاف

جوي مكون من جزيئات الأوكسجين oxygen وذلك لتقليل متوسط قطر جزيئات terephthalic acid إلى أكثر من ٢٠٪ (خطوة التنقية الأولى) متبوعاً بعد ذلك بالخطوة الثانية حيث يتم أكسد الملاط slurry المنتج من خطوة التنقية الأولى مع جزيء الأوكسجين oxygen عند درجة حرارة على الأقل ١٠ م وهي أكبر من الخطوة السابقة وبين ١٨٠ : ٣٠٠ م . [براءة الاختراع اليابانية ٢١٢٨٨١ - ٥٧ - أ] .

وتقدم هذه الطريقة terephthalic acid أكثر نقاء والذي يمكن استخدامه مباشرة في عملية البلمرة .

و على أية حال ، تتطلب هذه الطريقة جهاز منفصل لكي يتم سحق terephthalic acid وعلى سبيل المثال ، خضاضة ذو سرعة دوران عالية . كما أنه من الصعب إنتاج terephthalic acid ذو درجة نقاء عالية ويحتوي على 4-CBA أقل من ٠,٠٠٢٥ ٪ .

وقد تم اقتراح طريقة أخرى حيث يتم إنتاج مادة الملاط الخام بواسطة أكسدة طبقة المواد الحفازة السائلة والتي تم معالجتها مع جزيء الأوكسجين oxygen في وسيلة acetic acid في وجود عنصر حفاز تحتوي على مركبات من cerium ، chromium ، manganese ، cobalt ، الرصاص lead أو خلائطهم ، حيث يجب تنقية هذه المادة الحفازة المذكورة التي تتراوح وزنها ما بين ٠,٠١ : ٥,٠ ٪ من terephthalic acid .

وتعتبر هذه الطريقة غير متميزة لأن المعالجة قد تأثرت بدرجة الحرارة العالية جداً التي قد تصل إلى ٢٥٠ م لمدة ساعة ، ولأن acetic acid بالإضافة إلى الشوائب قد تم أكسدتها .

ووفقاً لذلك فقد كانت الحاجة ضرورية لتقديم طريقة محسنة لإنتاج متماكبات isomers حمضية تحتوي على benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاء عالية بدون مادة حفازة إضافية لخطوة التنقية .

وصف عام للاختراع

وهكذا ، فإن أحد أهداف الاختراع هو تقديم طريقة لإنتاج متماكبات isomers benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاوة عالية بدون خطوة تنقية منخفضة ذو عامل حفاز إضافي ، بحيث تشمل على:

أ) خطوة أكسدة يتم فيها أكسدة متماكب xylene isomer بالأكسجين oxygen الجزئي أو بالأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على غاز في وجود نظام عامل حفاز متألف من ١٠ cobalt ، manganese ، bromine على الأقل يتم اختياره من chromium ، nickel ، zirconium ، و cerium في aliphatic carboxylic acid منخفض .

ب) خطوة الاستخلاص / ما بعد الأكسدة حيث يتم بلورة ناتج الأكسدة لفصل عجينة متماكب benzenedicarboxylic acid isomer الخام ، ثم يتم تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة مذيب ١٥ benzenedicarboxylic acid منخفض له على أن يتبع ذلك بتسخينه في المذيب استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، وتتم أكسدة الملاط الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور عند درجة حرارة من ٢٠-٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة . ويتم إجراء كل من خطوتي الأكسدة والاستخلاص/ ما قبل الأكسدة مرة أو مرتين ، شريطة وجود إتمام أي خطوة من الخطوتين المذكورتين أو كليهما مرتين .

وهناك هدف آخر للاختراع وهو تقديم طريقة لإنتاج متماكبات isomers benzenedicarboxylic acid ذو حاجة نقاوة عالية بدون خطوة تنقية منخفضة ذو عامل إضافي بحيث يشتمل الآتي :

أ) خطوة الأكسدة الأولى بحيث تتم أكسدة متماكب xylene isomer بالأكسجين oxygen الجزئي أو بالأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على غاز في وجود نظام عامل حفاز متألف من cobalt ، و manganese ، و romine عنصر على الأقل يتم اختياره من nickel ، chromium ، zirconium و cerium في aliphatic carboxylic acid منخفض .

ب) خطوة الأكسدة الثانية بحيث يتم إعادة أكسدة المنتج الذي يتم الحصول عليه من خطوة الأكسدة الأولى بنظام العامل الحفاز المذكور ؛ و

ج) خطوة الاستخلاص الأولى/ ما قبل الأكسدة بحيث يتم إعادة بلورة الناتج الموجود من خطوة الأكسدة الثانية لفصل عجينة benzenedicarboxylic acid الخام ثم يتم تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة مذيب aliphatic carboxylic acid منخفض له على أن يتبع ذلك بتسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، ويتم أكسدة الملاط الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور في ظل درجة حرارة من ٢-٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة .

هناك أيضاً هدف آخر للاختراع وهو تقديم طريقة لإنتاج متماكبات isomers benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاوة عالية بدون خطوة تنقية منخفضة ذو عامل حفاز إضافي بحيث يشتمل على الآتي :

أ) خطوة الأكسدة الأولى بحيث تتم أكسدة متماكب xylene isomer بالأكسجين oxygen الجزئي/والأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على غاز في وجود نظام عامل حفاز متألف

منن cobalt ، manganese ، bromine وعلى الأقل عنصر يتم اختياره من nickel ،
cerium ، zirconium ، chromium في aliphatic carboxylic acid منخفض .

ب) خطوة الأكسدة الثانية بحيث نم إعادة أكسدة الناتج الذي يتم الحصول عليه من خطوة الأكسدة الأولى بنظام المادة الحفازة المذكورة .

٥ ج) خطوة الاستخلاص الأولى/ ما قبل الأكسدة بحيث يتم إعادة بلورة الناتج الذي يتم الحصول عليه من خطوة الأكسدة الثانية لفصل عجينة متماكب benzenedicarboxylic acid isomer الخام ، يتم تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة مذيب aliphatic carbon acid منخفض له على أن يتبع ذلك بتسخينه في المذيب بغية استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، ويتم أكسدة الملاط الناتج بنظام العامل الحفاز في ظل درجة حرارة من ٢-٨ م أقل من درجة التسخين المذكورة ، و

١٠ د) خطوة الاستخلاص الثانية/ ما قبل الأكسدة بحيث يتم بلورة الناتج الموجود من جراء خطوة الاستخلاص الأولى/ ما قبل الأكسدة لفصل متماكب benzenedicarboxylic acid isomer الخام ثم يتم تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة مذيب aliphatic carbon acid منخفض له على أن يتبع ذلك تسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، ويتم أكسدة الملاط الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور في ظل درجة حرارة من ٢-٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة . ١٥

ومن الأهداف الأخرى للاختراع هو تقديم طريقة لإنتاج متماكب isomer benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاوة عالية بدون خطوة تنقية منخفضة وعامل حفاز إضافي بحيث يشتمل على الآتي :

أ) خطوة الأكسدة الأولى بحيث يتم أكسدة متماكب Killeen isomer بالأكسجين oxygen الجزئي أو بالأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على غاز في وجود نظام عامل حفاز متآلف من cobalt ، و manganese ، و bromine ، وعنصر على الأقل من nickel ، chromium ، zirconium و cerium في aliphatic carbon acid منخفض .

٥ (ب) خطوة الاستخلاص الأولى/ ما قبل الأكسدة بحيث يتم بلورة الناتج الذي يتم الحصول عليه من خطوة الأكسدة الأولى لفصل عجينة متماكب benzenedicarboxylic acid isomer الخام ، ثم يتم تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة مذيب aliphatic carbon acid منخفض له على أن يتبع ذلك بتسخينه في المذيب بغية استخلاص الشوائب الموجودة فيه . ويتم أكسدة الملاط الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور في ظل درجة حرارة من ٢-٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة ، و

١٠ (ج) خطوة الاستخلاص الثانية/ ما قبل الأكسدة بحيث تتم بلورة الناتج الذي يتم الحصول عليه من خطوة الاستخلاص الأولى/ ما قبل الأكسدة لفصل عجينة متماكب isomer benzenedicarboxylic acid الخام ، ثم يتم تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة مذيب aliphatic carbon acid منخفض له على أن يتبع ذلك بتسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه . ويتم أكسدة الملاط الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور في ظل درجة حرارة من ٢-٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة . ١٥

شرح مختصر للرسومات :

يوضح الشكل ١ رسم تخطيطي للطريقة وفقاً للاختراع حيث يتم تنفيذ خطوة الأكسدة مرتين ثم تنفيذ خطوة ما بعد الأكسدة (الاستخلاص) مرة واحدة . (الطريقة ١) .

يوضح الشكل ٢ رسم تخطيطي للطريقة وفقاً للاختراع حيث يتم تنفيذ خطوة الأكسدة مرتين ثم تنفيذ خطوة ما بعد الأكسدة (الاستخلاص) مرتين . (الطريقة ٢) .

يوضح الشكل ٣ رسم تخطيطي للطريقة وفقاً للاختراع حيث يتم تنفيذ خطوة الأكسدة مرة واحدة ثم تنفيذ خطوة ما بعد الأكسدة (الاستخلاص) مرتين (الطريقة ٣) .

الوصف التفصيلي :

وفقاً لطريقة الاختراع ، فإن خطوة الأكسدة حيث يتم أكسدة متماكبات xylene isomers مع جزئ أكسجين أو جزئ أكسجين يحتوي على غاز في وجود نظام العوامل الحفازة الذي يشتمل على cobalt و manganese و bromine ومادة يتم اختيارها من nickel ، chromium يوم chromium ، zirconium و cerium في aliphatic carboxylic acid منخفض الذي يتم تحضيره مرة أو مرتين .

أما خطوة ما بعد الأكسدة (الاستخلاص) يتم فيها بلورة الإنتاج المؤكسدة لكي يفصل عجينة المتماكبات isomers الحمضية التي تحتوي على benzenedicarboxylic acid الخام ، ثم بعد ذلك يتم إعادة تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة قليل من aliphatic carboxylic المذيب . ثم يتم عملية التسخين لكي تستخلص المواد الضارة (الشوائب) التي تكونت أثناء التفاعل مع المذيب .

أما الملاط الناتج فيتم أكسدته مع نظام العوامل الحفازة المذكورة مرة أو مرتين بشرط أن إحدى هذه الخطوات المذكورة أو كلاهما يجب تنفيذه مرتين .

يمكن تلخيص الطريقة وفقاً للاختراع على شكل ١ الطريقة ١ حيث يتم تنفيذ خطوة الأكسدة مرتين وخطوة ما بعد الأكسدة (الاستخلاص) يتم تنفيذها مرة واحدة الطريقة ٢ حيث يتم تنفيذ خطوة الأكسدة مرتين ، كما يتم تنفيذ خطوة ما بعد الأكسدة (الاستخلاص) مرتين أيضاً الطريقة

٣ حيث يتم تنفيذ خطوة الأكسدة مرة واحدة ، أما خطوة ما بعد الأكسدة (الاستخلاص) فيتم تنفيذها مرتين .

إن مصطلح ما بعد الأكسدة / الاستخلاص ، المستخدم هنا يعني طريقة تحتوي على خطوة استخلاص حيث يتم بلورة الناتج من خطوة الأكسدة الأولى والثانية لكي يفصل عجينة المتماكبات isomers الحمضية التي تحتوي على benzenedicarboxylic acid الخام . ثم بعد ذلك يتم إعادة تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة قليل من aliphatic carboxylic المذيب . ثم يتم عملية التسخين لكي تستخلص المواد الضارة (الشوائب) التي تكونت أثناء التفاعل مع المذيب . أما الملاط الناتج من خطوة الاستخلاص يتم أكسدته مع نظام العوامل الحفازة . ووفقاً للاختراع الحالي ، فإن نظام العوامل الحفازة المستخدم في خطوة الأكسدة هذه (خطوة ما بعد الأكسدة) هو نفس النظام المستخدم في خطوة النظام المستخدم في خطوة الأكسدة الأولى والثانية . ١٠

وفيما يلي وصف تفصيلي للطرق السابقة وفقاً للاختراع الحالي .

بالنسبة لمتماكبات xylene isomers التي تستخدم على شكل مادة بدأ التفاعل في هذه الطرق للاختراع الحالي ، فيمكن أن تحتوي على ortho و metha و para ، وتوفر هذه المتماكبات isomers مادة carboxybenzaldehydes المترابطة (التي سوف يشار إليها فيما بعد بالرمز "CBA") كمواد ضارة في خطوة الأكسدة . ونتيجة لذلك فإذا تم استخدام para أكسجين ، metha ١٥ -xylene أو ortho-xylene على شكل مادة بدأ التفاعل ، فإنه سوف يتم إنتاج 3-CBA , 4-CBA . 2-CBA

ووفقاً لطريقة الاختراع ، يتم عملية التسخين أولاً لمزيج التفاعل الذي يتكون من متماكبات xylene isomers ، biphasic carboxylic acid منخفض وعامل حفازة حتى درجة حرارة أكبر من ١٥٠ م وأقل من درجة حرارة خطوة الأكسدة الأولى ، ثم بعد ذلك يتم وضعه في وعاء ٢٠

التفاعل لخطوة الأكسدة الأولى عند سرعة طويلة تتراوح بين ٦ : ٣٠ 30m/s 6: وفي نفس اتجاه دوران السائل داخل وعاء التفاعل .

تتم خطوة تفاعل الأكسدة في biphasic carboxylic acid منخفض بواسطة استخدام جزئ من الأوكسجين oxygen يحتوي على غاز عند درجة حرارة تتراوح بين ١٥٠ : ٢٣٠ م° ولمدة تتراوح بين ٢٠ : ٦٠ دقيقة وذلك في وجود نظام العوامل الحفازة الذي يحتوي على ٥ cobalt - bromine manganese - لأحد العناصر أو أكثر الذي تم اختياره من nickel ، cerium ، zirconium ، chromium .

يتم استخدام جزئ من الأوكسجين oxygen أو جزئ من الأوكسجين oxygen الذي يحتوي على غاز في الاختراع الحالي ، كما يتم استخدام الأوكسجين oxygen أو الهواء ، وخليط من الهواء والغاز الناتج من خطوة الأكسدة الأولى يتم استخدامه أيضاً في خطوة الأكسدة الثانية أو في ١٠ خطوة الاستخلاص (ما بعد الأكسدة) الأولى أو الثانية .

وكما يستخدم biphasic carboxylic acid المنخفض على شكل وسيلة ، ويستخدم أيضاً كمادة مذيية في عملية الاستخلاص لطريقة الاختراع الحالي . فيمكن أن يحتوي على aliphatic acid يشتمل على carbon atoms من ١ : ٦ ، وعلى سبيل المثال ، acetic acid ، butanoic acid ، ١٥ pentanoic acid أو hexanoic acid ويفضل acetic acid .

تتكون العوامل الحفازة التي تستخدم وفقاً للاختراع الحالي أساساً من manganese ، cobalt و bromine التي تم اختيارها من nickel ، chromium ، zirconium ، أو cerium . ويمكن أن يشتمل مثال مركبات cobalt وليس مقصوداً ان يقتصر على هذه العناصر فقط ١٥ cobalt acetate أو cobalt naphthenate .

وبالإضافة إلى ذلك ، فيمكن أن يشتمل مثال مركبات manganese ، وليس مقصوداً أن يقتصر على هذه العناصر فقط - على manganese acetate أو manganese naphthenate .

وعلاوة على ذلك ، فيمكن أن يشتمل مثال مركبات bromine وليس مقصوداً أن يقتصر على هذه العناصر فقط - على sodium bromide أو tetrabromoethane ، أو خليط من مركبات bromine ومركبات chlorine بنسبة ٠,٠٠١ : ١-٠,٥ في عناصر bromine و chlorine .

ويمكن أن يشتمل مركبات Chlorine أيضاً - وليس مقصوداً أن يقتصر على هذه العناصر فقط - على $ZrOCl_2$, $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ أو hydraulic acid ويمكن إضافته بذاته أو على شكل أملاح مع zirconium أو nickel الذي يتم استخدامه على شكل مكون من ضمن العوامل الحفازة.

كما يمكن إضافة المعادن الثقيلة والتي تستخدم على شكل مكونات لنظام العوامل الحفازة وفقاً للاختراع الحالي على شكل أي من الأملاح التي يمكن إذابتها في aliphatic carbon acid ١٠ منخفض ، وعلى وجه الخصوص ، acetic acid ومن المفصل على شكل acetate .

تتنوع نسبة كل مكون للعوامل الحفازة وفقاً لكل خطوة من خطوات الأكسدة وذلك كما هو متناول بالتفصيل فيما بعد .

في حالة تنفيذ خطوة الأكسدة مرتين ، فيتم أكسدة الملائم المستخلص من خطوة الأكسدة الأولى فترة تتراوح بين ١٠ : ٣٠ دقيقة وذلك بواسطة استخدام نظام العوامل الحفازة التي تم استخدامها من قبل في خطوة الأكسدة الأولى ، وأيضاً بواسطة أنبوبة الغاز التي تم استخدامها في مفاعلات خطوة الأكسدة الأولى ، وبواسطة الهواء والانحسار الناتج من خطوة البلورة بعد خطوة الأكسدة الثانية .

يتم استبدال العنصر المذيب المستخلص من الملائط في خطوة ما بعد الأوكسدة/الاستخلاص بعنصر مذيب جديد ، متبوعاً بعد ذلك بعملية التسخين (خطوة الاستخلاص) . ثم تتم عملية التسخين لكي يتم استخلاص المواد الضارة التي يتكون منها الملائط . وبعد ذلك يتم تبريد وأوكسدة الملائط الذي يحتوي على المواد الضارة المستخلصة وذلك بواسطة نفس نظام العوامل الحفازة التي تم استخدامها في خطوة الأوكسدة (خطوة ما بعد الأوكسدة) . يمكن أن تنفيذ خطوة ما بعد الأوكسدة/الاستخلاص مرة أو مرتين . سوف يتم وصف خطوة ما بعد الأوكسدة/الاستخلاص وفقاً للاختراع الحالي أو أكثر تفصيلاً كما يلي :

ففي عملية ما بعد الأوكسدة/الاستخلاص يتم فصل ملاط isomers الحمضية الخام التي تحتوي على benzenedicarboxylic acid الناتج من خطوة الأوكسدة الأولى أو الثانية وذلك لتحضير العجينة . ثم يتم تحويل هذه العجينة إلى ملاط مع aliphatic carbon acid منخفض والذي تم تحضيره في الفصل أو غسيل العجينة من الملائط الناتج من خطوة ما بعد الأوكسدة/ الاستخلاص . بعد إعادة تحويل العجينة إلى ملاط ، يتم معالجة الملائط الناتج تحت درجة حرارة تتراوح بين ٢٠٠ : ٢٨٠ م ولمدة تتراوح بين ٥ : ٦٠ دقيقة لاستخلاص wit tic acid و CBA والذي تكون في بلورات لمتماكبات isomers الحمضية التي تحتوي على benzenedicarboxylic acid على شكل مواد ضارة. ١٥

وفي هذه الحالة ، يتم استخدام aliphatic carbon acid الذي تم استخلاصه من خطوة الغسيل أو الغسل لإعادة تحويل العجينة إلى ملاط بكمية أكبر من ٦٠٪ من حمض aliphatic carbon acid المستخلص من الملائط في خطوة الأوكسدة السابقة وبهذه الكمية يمكن أن يتم استبداله .

وبذلك يتم تسخين تعريض المواد الضارة التي تحتوي على ملاط من خطوة الاستخلاص إلى خطوة الأوكسدة بواسطة استخدام نظام العوامل الحفازة وجزئ أكسجين محتوي على غاز ٢٠

درجة حرارة تتراوح بين ٢٠ : ٨٠ م وهي أقل من تلك في خطوة الاستخلاص ولمدة تتراوح بين ١٠ : ٣٠ دقيقة ، ثم يتم فصل وغسيل الملاط الناتج .

ويمكن أن تتأثر خطوة ما بعد الأكسدة/الاستخلاص السابقة مرة أو مرتين ونتيجة لذلك سوف تتأثر المكونات ونسبة تركيز نظام العوامل الحفازة وهي المصدر الذي يتم فيه استخدام aliphatic carbon acid منخفض لإعادة عملية التحويل إلى ملاط .

وسوف تختلف أيضاً نسبة تركيز المواد الضارة المستخلصة من حمض benzenedicarboxylic acid الخام الناتج من كل خطوات الأكسدة .

وعلى أية حال ، فإنه يتم إنتاج benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاء عالية والتي يحتوي على نسبة ٠,٠٠٢٥٪ من carboxybenzaldehyde ، ولهذا السبب فيجب أن تتأثر على الأقل واحدة أو الاثنتين معاً لخطوة الأكسدة وخطوة ما بعد الأكسدة/الاستخلاص مرتين .

سوف يتم ترشيح ظروف تفاعلات الطرق السابق ذكرها كما يلي :

في الطريقة رقم ١ ، يشتمل نظام العوامل الحفازة الذي تم استخدامه في خطوة ما بعد الأكسدة على نسبة من [Mt] ، ثم إضافة تركيز من المعادن الثقيلة لمركب bromine manganese cobalt إلى [Co + Mn] ، ثم إضافة تركيز من cobalt مع manganese بنسبة ١ : ٠,٠١ - ٠,٠٢ وإضافة التركيز الإجمالي للمعادن الثقيلة بنسبة ٥٠ : ٣٠٠ جزء من المليون .

أما نسبة تركيز المعادن الثقيلة التي تم استخدامها في خطوة الأكسدة الأولى : خطوة الأكسدة الثانية : ما بعد الأكسدة / الاستخلاص الأول هي ١ : ٠,٠٥ - ٠,٠٩ : ٠,٠٥ - ٠,٢٠ يتم استخلاص المادة المذيبة لعملية تحويل العينة إلى ملاط الناتج من خطوة الأكسدة الثانية من خطوة الغسيل لأن عملية غسيل العجينة تنتج عن خطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص . ويجب استخدام

المادة المذيبة المستخلصة بكمية على الأقل ٦٠٪ من carboxylic acid منخفض الناتج عن الملاط من خطوة الأكسدة الثانية والذي يمكن الاستبدال به .

بينما يتم استخدام الطريقة ١ لإنتاج benzenedicarboxylic acid ، ذو درجة نقاء عالية فإن نسبة تركيز CBA التي تم إنتاجها من الأكسدة الأولى ، الأكسدة الثانية وخطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص تكون ٠,٠٦ - ٠,١٦ ٪ ، ٠,٠٣ - ٠,٠٨ ٪ وهي أقل من ٠,٠٠٢٥ ٪ نسبياً .

في الطريقة رقم ٢ ، تكون نسبة [Co + Mn] إلى [Mt] : ١ : ٠,٠١ - ٠,٢ ، أما بالنسبة لكمية التركيز الإجمالية للمعادن الثقيلة المضافة هي ٣٠ - ٢٠٠ جزء في المليون .

فنسبة تركيز المعادن الثقيلة التي تم استخدامها في خطوة الأكسدة الأولى : خطوة الأكسدة الثانية : ما بعد الأكسدة / الاستخلاص الأول : ما بعد الأكسدة / الاستخلاص الثاني هي ١ : ٠,٥ - ٠,٩ : ٠,١ - ٠,٣ : ٠,٠٥ - ٠,٢ .

ويتم استخلاص المادة المذيبة لعملية تحويل العجينة إلى ملاط الناتج عن خطوة الأكسدة الثانية من خطوة الفصل ، وذلك لفصل العجينة من الملاط الناتج عن خطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص .

ويجب استخدام المادة المذيبة المستخلصة بكمية على الأقل ٦٠٪ من carboxylic acid المنخفض الناتج عن الملاط من خطوة الأكسدة الثانية والذي يمكن الاستبدال به .

ويجب استخلاص المادة المذيبة لعملية تحويل العجينة إلى ملاط الناتج عن خطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص الأول من خطوة الغسيل وذلك لغسيل العجينة الناتجة عن خطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص الثاني ، كما يجب استخدام المادة المذيبة المستخلصة بكمية على الأقل

٦٠٪ من carboxylic acid منخفض والناجم عن الملاط من خطوة ما بعد الأكسدة الثانية / الاستخلاص الأول .

وتحسن طريقة خلط المادة المذيبة التي تم شرحها سابقاً لعملية استخلاص المواد الضارة من فاعلية استخدام المادة المذيبة ومن الممكن استخدامها لتقليل فقدان المادة المذيبة .

٥ وبينما يتم استخدام الطريقة رقم ٢ لإنتاج benzenedicarboxylic acid ذو درجة نقاء عالية ، فإن نسبة تركيز CBA كمواض ضارة والذي يشتمل عليه أمضاض benzenedicarboxylic acid والذي يتم إنتاجه من الأكسدة الأولى ، الأكسدة الثانية ، ما بعد الأكسدة / الاستخلاص الأول وما بعد الأكسدة / الاستخلاص الثاني هي ٠,١ - ٠,٤ ٪ ، ٠,٠٥ - ٠,١٥ ٪ ، ٠,٠١ - ٠,٣ ٪ وأقل من ٠,٠٠٢٥ ٪ نسبياً .

١٠ ووفقاً للطريقة رقم ٣ ، فإن نسبة [Co + Mn] إلى [Mt] ١ : ٠,١ - ٠,٢ وإجمالي تركيز المعادن الثقيلة المضافة هو ٤٠ - ٣٣٠ جزء في المليون . وتركيز المعادن الثقيلة بالأكسدة الأولى : استخلاص الأول / ما بعد الأكسدة : الاستخلاص الثاني / ما بعد الأكسدة كان ١ : ٠,٥ - ٠,٥ : ٠,٢ - ٠,٥ وقد تم إعادة دوران المذيب الخاص بالملاط بالعجينة عند خطوة الأكسدة الأولى من خطوة الفصل وذلك لفصل العجينة عن الملاط الذي تم الحصول عليه في خطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص الثاني .

ويجب استخدام المذيب المعاد دورانه بكمية لا تقل عن ٦٠٪ من carboxylic acid المنخفض الموجود في الملاط من خطوة الأكسدة الأولى . ومذيب إعادة تشكيل ملاط العجينة من خطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص الأول يعاد دورانها .

صفات ومميزات الاختراع الحالي كالاتي :

١) تمكن خطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص والتي يتم فيها استخدام المذيب المعاد دورانه الاستخلاص الشوائب تحت الحرارة . تمكن من أكسدة الشوائب اختيارياً في حين أنها لا تتسبب في أكسدة المذيب .

٢) من الممكن عند إجراء عملية تحضير حمض benzenedicarboxylic acid الذي يتألف بشكل إجمالي من ثلاثي أو أربع خطوات أكسدة .

أكسدة متماكبات benzenedicarboxylic acid isomers اختيارياً تحت درجة حرارة معتدلة بإنتاجية عالية وباستخدام تركيز ملائم نظام عامل حفاز محسن متألف من cobalt و manganese و bromine معاً مع واحد أو أكثر من المعادن الإضافية المنتقاه من nickel ، chromium ، zirconium و cerium في كل خطوة أكسدة وعليه يمكن تعجيل خطوة الأكسدة التي تحدد المعدل والتي يتم فيها أكسدة toluic acid isomers و CBA إلى benzenedicarboxylic acid بينما يمكن تجنب التفاعل الجانبي الذي ينتج مركبات عضوية ملونة ذات وزن جزئي مرتفع .

٣) تقدم الطريقة الجديدة لإنتاج خليط التفاعل داخل المفاعل في ظل سرعة طويلة عالية بنسبة ٣-٣٠ S/M توزيعاً سريعاً ومتجانساً على التقريب لخليط التفاعل على منطقة التفاعل . ويمكن عن طريق التسخين المبدئي لخليط التفاعل في ظل درجة حرارة ١٥٠ م وفي ظل درجة حرارة خليط الأكسدة التخلص من نسبة الزيادة أو النقط في درجة الحرارة في منطقة التفاعل وكذلك يمكن تقديم تفاعل ثابت يعمل على حجم التفاعل الكلي بالإتحاد مع الخليط السريع لخليط التفاعل . وهذا يمكن من تقليل الفاقد من حمض كربون xylene الدهني (aliphatic) المستخدم كمذيب مناسب لعملية الأكسدة ، من هذا الصدد .

وتتيح خصائص ومميزات الاختراع الحالي إمكانية إنتاج متماكيات isomers benzenedicarboxylic acid بدرجة نقاء عالية لمؤثر الألوان بما لا يزيد عن # H .

ويحتوي على ما لا يقل عن ٠,٠٠٢٥ من ايسمير CBA ، شائب رئيسي ، في حين يقلل نسبة الفاقد في المذيب .

أمثلة

سيتم توضيح الاختراع الحالي بشكل أكثر تفصيلاً عن طريق الأمثلة التي لا حد لها الآتية. في هذه الأمثلة ، يتم استخدام المعادن في شكل acetate و bromine في شكل hydrobromic acid ، وكذلك يعني بـ " % " الوزن ما لم يتم الإشارة إليها بطريقة أخرى .

الأمثلة من ١ إلى ٩ والأمثلة المقارنة من ١ إلى ٧ .

١٠ (الطريقة ١ : يتم إجراء خطوة الأكسدة مرتين وعندئذ يتم إجراء خطوة ما بعد الأكسدة / الاستخلاص مرة واحدة) .

المثال ١ :

تم تحضير خليط التفاعل في وعاء مصنوع من titanium بحيث يتم تزويده بخضاضة وبغلاف حراري . تكونت تركيبة خليط التفاعل من ١٧% من p-xylene (١٧٣٤ كيلو جرام) ، ١٥ ٨٠,٦٣% من acetic acid ، ٢% من الماء ، ٧٣٢ جزء من المليون من cobalt ، ٥٨٨ جزء من المليون من manganese ، ٧٠ جزء من المليون من nickel و ٢٧٧ جزء من المليون bromine .

تم تلقيم خليط التفاعل إلى جهاز التسخين باستخدام مضخة نابذة وتم تسخينه إلى ١٦٠ م . تم تقديم الخلطة السابق تسخينه بنسبة طولية ٢٠ S/M من خلال أربعة فوهات إلى مفاعل الأكسدة

(٧ = ١٠ متر مكعب) المزود بحفاضتين تربينيتين متوازيتين مركبتين على عمود إدارة مشترك (= عمود الكردان) . تمت عملية الأكسدة عند درجة حرارة ١٩٨ مئوية و ١٨ كيلو جرام/سم^٢ لمدة أربعين دقيقة .

تم تلقيم الناتج من الأكسدة الأولى إلى مفاعل الأكسدة الثانية وتمت معاملته بالارتجاع من جهاز البلورة الملحق بمفاعل الأكسدة الثانية وكذلك تمت معاملته بخليط من غاز ثقب بمفاعل الأكسدة الأول وبالتهوية . وتم أثناء عملية الأكسدة الثانية المحافظة على تركيز نسبة ١٠٪ . تم تسخين درجة نقاوة terephthalic acid الذي تم الحصول عليه بعد عملية الأكسدة الثانية إلى ١,٩ و ١,٣ مرات يعني 4-CBA ومؤشر الألوان على التوالي بالمقارنة بهؤلاء الذين هم نتاج عملية الأكسدة الأولى يتم تحضير خليط التفاعل الذي سيضاف ما قبل الأكسدة / الاستخلاص في وعاء مزود بجهاز تقليب . تم وضع العجينة المنفصلة من الناتج بين عملية الأكسدة الثانية ، والتي يحتوي على ١٥٪ من مذيب الترسيب في مفاعل ، وتم استخلاصها من الشوائب التي علق بها حينئذ بمذيب . وحيث أن المذيب يستخدم في عملية الاستخلاص ، فإنه يتم استخدام ذلك الناتج أثر إعادة دورانه من خطوة الغسيل لغسيل العجينة التي تم الحصول عليها من الاستخلاص الأول خطوة ما قبل الأكسدة . مقدار المذيب المعاد دورانه هو مثل مقدار ٨٥٪ . من إجمالي المذيب الموجود في ناتج الأكسدة الثانية يتم استبداله به .

وقد احتوت نسبة الملائم الناتجة على ٢٥٪ من terephthalic acid . ثم تلقيم الملائم إلى جهاز التسخين للوصول بدرجة الحرارة إلى ما يقرب من ٢٣٠ مئوية وعندئذ تم وضعه بوعاء مزود بجهاز تقليب وأمكن المحافظة على درجة حرارة ثابتة . في حين تمت المحافظة على إبقاء الملائم لمدة ١٠ دقائق (الاستخلاص الأول) . وتم تلقيم الملائم بالحرارة إلى مفاعل الاستخلاص الأول / ما قبل الأكسدة بحيث تمت معاملته بخليط من الغاز الناتج من ثقب بمفاعل الأكسدة

الأولى وبالهباء تحت درجة حرارة ٢٠ م . وفي نفس الوقت ، تم تلقيح محلول من acetic acid / hydrobromic acid مشتقاً على nickel ، manganese ، ٩٥٪ من acetic acid ، ٤,٨٧٥٪ من الماء و ٠,١٢٥٪ من hydrobromic acid إلى المفاعل (ما قبل الأكسدة الأولى) . وفي النهاية ، كانت تركيبة خليط التفاعل في الاستخلاص الأول/ ما قبل الأكسدة : ٢٠٪ من terephthalic acid ٧٪ من الماء ، ١٣٢ جزء من المليون من [CO + Mn + Ni] و ٢١٢ جزء من المليون من bromine .

وقد استغرق وقت التفاعل في خطوة ما قبل الأكسدة الأولى ٢٠ دقيقة . وبعد إتمام التفاعل ، تمت بلورة الناتج تحت درجة حرارة ١٠٥ مئوية وتحت ضغط جوي في مجمع .

تم عزل الأجسام الصلبة عن طريق القوة الطاردة ، ثم تم غسلها بـ acetic acid الجديد ثم تم تجفيفها . وقد احتوى الناتج النهائي لخطوة ما قبل الأكسدة على ٢٥ جزء من المليون من 4-CBA واحتوى على مؤشر الألوان بنسبة HA .

وقد بلغت الإنتاجية ٩٨٪ . وقد بلغ إجمالي الوقت المستغرق في الأكسدة من الأكسدة الأولى وحتى الاستخلاص الأول / ما قبل الأكسدة ٨٠ دقيقة .

ووفقاً لما ينطوي عليه الاختراع ، فإن الإنتاج السريع جداً لخليط التفاعل في المفاعل يجعل من الممكن تحقيق توزيع متجانس سريع لدرجة الحرارة ولتركيز نواتج التفاعل في المفاعل ، وكذلك فإن استخدام العوامل الحفازة المعينة وأيضاً تقديم خطوة الاستخلاص باستخدام المذيب المعاد دورانه يجعل من الممكن أكسدة مركبات معينة اختياريًا لإنتاج phthalic acid isomers بدرجة نقية للغاية بحيث لا تحتوي على أكثر من ٢٥ جزء من المليون متماكب CBA isomer . وبحيث تحتوي على ما لا يقل عن ١٠ H من مؤشر الألوان وتتواصل مع العملية بسرعة .

يمكن إتمام خطوة في غضون ما يقرب من ١٠ إلى ٤٠ دقيقة . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة بالمثل ١ في الجدول رقم ١ .

المثال ٢ :

تم إعادة المثال الأول باستثناء استخدام ٤٠ جزء من المليون من Ni ، ٢٠ جزء من المليون من Cr ، ٣٠ جزء من المليون من Zr و ٤٠ جزء من المليون من Cr بدلاً من ٧٠ من المليون من Ni وقد تم تغيير درجات حرارة وأزمنة التفاعل . كما يتضح في الجدول رقم ١ . وقد احتوى terephthalic acid المنتج بشكل نهائي على ١٥ جزء من المليون 4-CBA وعلى مؤشر ألوان بنسبة ٤ H . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة بالنسبة للمثال ٢ في الجدول رقم ١ .

المثال ٣ :

تم إعادة المثال ١ ما عدا استخدام ١٢٠ جزء من المليون من Zr بدلاً من ٧٠ جزء من المليون من Ni ، وتم تغيير أزمنة ودرجات حرارة التفاعل كما يتضح في الجدول ١ . وقد احتوى terephthalic acid المنتج نهائياً على ٢٤ جزء من المليون من 4-CBA وعلى مؤشر الألوان ٨ H . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة بالمثال ٣ في الجدول ١ .

المثال ٤ :

تم إعادة إجراء المثال ١ إلا أنه قد تم استخدام ١٢٠ جزء من المليون من Ce بدلاً من ٧٠ جزء من المليون من Ni ، وتم تغيير أزمنة ودرجات حرارة التفاعل كما يتضح بالجدول ١ . وقد احتوى terephthalic acid المنتج نهائياً على ٢٢ جزء من المليون من 4-CBA وعلى مؤشر الألوان ٧ H . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ٤ في الجدول ١ .

المثال ٥ :

تم إعادة إجراء المثال الأول إلا أنه قد تم زيادة مقدار Ni إلى ١٠٠ جزء من المليون بدلاً من ٧٠ جزء من المليون ، وتم تغيير أزمنة ودرجات حرارة التفاعل كما يتضح بالجدول ١ . وقد احتوى terephthalic acid المنتج نهائياً على ٢٠ جزء من المليون من 4-CBA وعلى مؤشر الألوان H ٧ . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ٥ في الجدول ١ .

المثال رقم ١ مقارن

تم إعادة المثال ١ إلا أنه يتم إضافة Ni ، وتم تغيير أزمنة ودرجات حرارة التفاعل كما يتضح بالجدول رقم ١ . وقد احتوى terephthalic acid المنتج نهائياً على ٢٥ جزء من المليون من 4-CBA وعلى مؤشر الألوان H ٤٦ . يتم توضيح ظروف وزمن الأكسدة للمثال ١ في الجدول ١ .

المثال رقم ٢ مقارن

تم إعادة المثال ١ إلا أنه قد تم تخفيض معدل الإنتاج لخليط التفاعل من ٢٨ S/M إلى ١ S/M ، وتم تغيير زمن الاستخلاص من عشرة دقائق إلى دقيقة واحدة .

وقد احتوى terephthalic acid المنتج نهائياً على ٦٦٠ جزء من المليون من 4-CBA وعلى مؤشر الألوان H ٢٦ . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ٢ المقارن بالجدول رقم ١ .

المثال رقم ٣ مقارن

تم إعادة إجراء المثال رقم ٥ إلا أنه قد تم استخدام ٥٠ جزء من المليون من Ni و ٥٠ جزء من المليون من Ce بدلا من ١٠٠ جزء من المليون من Ni وقد تم تغيير تركيز العامل الحفاز .

[CO + Mn + Ni + Cr] في تفاعل ما قبل الأكسدة الأول وتركيز Br من ١٣٢ و ٢١٢

جزء من المليون إلى ٢١ و ٣٢ جزء من المليون على التوالي .

وقد احتوى حمض terephthalic acid المنتج نهائياً على ١٥ جزء من المليون من 4-CBA

وعلى مؤشر الألوان بنسبة ٤ H . يتم توضيح ظروف ونتائج أكسدة للمثال المقارن رقم ٣

بالجدول رقم ١ .

المثال رقم ٤ مقارن

تم إعادة المثال رقم ١ إلا أنه يتم إضافة Ni ، وتم تغيير درجة حرارة إنتاج خليط التفاعل

والتسخين ودرجات حرارة التفاعل في الاستخلاص الأول / ما قبل الأكسدة من ١٦٠ و ٢٣٠ و

٢٠٠ درجة مئوية إلى ٦٠ و ١٨٠ و ١٨٠ درجة مئوية على التوالي . وقد احتوى

١٠ terephthalic acid المنتج نهائياً على ٢٢٢ جزء من المليون من 4-CBA وعلى مؤشر الألوان

٢١ H . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ٤ المقارن بالجدول رقم ١ .

المثال ٦ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ١ إلا أنه قد تم استخدام m-xylene بدلا من p-xylene . وقد

احتوى terephthalic acid المنتج نهائياً على ١٥ جزء من المليون من 3-CBA وعلى مؤشر

١٥ الألوان ١٠ H .

يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ١ بالجدول ١ .

المثال رقم ٥ مقارن

تم إعادة المثال رقم ٦ إلا أنه تتم إضافة Ni ، وتم تخفيض السرعة الطولية لإنتاج خليط التفاعل من ٢٠ S/M إلى والتسخين ودرجات حرارة التفاعل في الاستخلاص الأول / ما قبل S/M وتخفيض الوقت المستقطع في خطوة الاستخلاص الأولى من عشرة دقائق إلى ثلاث دقائق. وقد احتوى isophthalic acid المنتج نهائياً على الأكسدة من ١٦٠ و ٢٣٠ و ٢٠٠ درجة جزء من المليون من 3-CBA وعلى مؤشر الألوان بنسبة ٤٨ H . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ٥ المقارن بالجدول رقم ٦ .

المثال ٧ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ١ إلا أنه قد تم استخدام p-xylene بدلا من o-xylene . وقد تم تخفيض إنتاج خليط التفاعل من ٢٠ S/M إلى ١ S/M . وقد احتوى phthalic acid المنتج نهائياً على ٢٨ جزء من المليون من 2-CBA وعلى مؤشر الألوان ٢٠ H . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال المقارن رقم ٦ بالجدول رقم ١ .

الأمثلة من ٨ إلى ١٧ والأمثلة المقارنة من ٧ إلى ٨ .

(الطريقة ٢ : تم إجراء خطوة الأكسدة مرتين وعندئذ تم إجراء خطوة الاستخلاص / ما قبل

الأكسدة مرتين) . ١٥

المثال رقم ٨ :

تم في هذا المثال استخدام وحدة متصلة من مجمع خليط التفاعل ، مضخة قياس متري ومفاعل مزود بخضاضة ومكثف وجهاز بلورة لأكسدة الـ p-xylene . تم تقديم تركيبه من ١٤٪

من p-xylene (٣٣٠ جرام) ٨٣,٩% acetic acid ، ٢% ماء ، ٢٥٤ جزء من المليون من cobalt ، ١٢٧ جزء من المليون من manganese ، ٢٣ جزء من المليون من zirconium و ٦٣٢ جزء من المليون من bromine إلى مجمع خليط التفاعل . تم تسخين خليط التفاعل مبدئياً إلى ١٦٠ م وعندئذ تم تلقيمه إلى المفاعل مع التزويد بالهواء .

٥ تم تفاعل الخليط عند درجة حرارة ١٩٢ م بينما كان يتم متابعة محتويات الغاز ، تعني متابعة الـ O_2 , CO , CO_2 ودرجة الحرارة والضغط ومعدلات استهلاك مزيج التفاعل والهواء وكذا أخذ عينة من ناتج التفاعل في فترة فاصلة مناسبة . تم فصل العينات إلى أشكال صلبة وسائلة وتم تحليلهم كيفاً وكما باستخدام التقنيات الشائعة كالطريقة chromatography و photometric و polarography .

١٠ وتم بعد إتمام الأكسدة الأولى تلقيم الملائم الناتج من الأكسدة الأولى إلى مفاعل الأكسدة الثانية ومعاملته تحت درجة حرارة ١٨٥ مئوية بالهواء وبتقرب غاز من مفاعل الأكسدة الأولى وبالمرجع من جهاز البلورة الملحق بمفاعل الأكسدة الثانية .

١٥ تم عزل ناتج الأكسدة الثانية للحصول على عجينة بحيث كانت العجينة قد حولت إلى ملاط بمحلول أم الخل الناتج عن إعادة الدوران في خطوة الأكسدة لفصل العجينة من الملاط الذي تم الحصول عليه من الأكسدة الثانية/ ما قبل الأكسدة وعندئذ ، تم تلقيمه إلى مفاعل الاستخلاص الأول/ ما قبل الأكسجين oxygen حتى درجة حرارة ٢٣٠ م . تم الإبقاء على هذه الدرجة لمدة سبع دقائق ثم تم تبريده إلى ١٩٨ م ، وعندئذ خضعت لتفاعل الأكسدة . كانت كثافة تركيز العامل الحفاز المستخدم في الأكسدة أقل خمس مرات من تلك التي تم استخدامها في الأكسدة الأولى . وقد تم تخفيض احتواء تركيز الـ CBA . بعد خطوة الاستخلاص الأولى / ما قبل

الأكسدة ، على حمض terephthalic acid الناتج من ٩٥٠ جزء من المليون (بعد الأكسدة الثانية) إلى ٢١٠ جزء من المليون وكذلك تخفيض مؤشر الألوان من H ٩ إلى H ٧ .

تم تحويل العجينة المنفصلة من ناتج الاستخلاص الأول / ما قبل الأكسدة إلى ملاط بـ acetic acid الناتج أثر إعادة دورانه من خطوة الغسيل لغسيل العجينة المنفصلة من الاستخلاص الثاني/ ما قبل الأكسدة وعندئذ تم تلقيبها إلى مفاعل الاستخلاص الثاني/ ما قبل الأكسدة .

تم تسخين مفاعل الاستخلاص الثاني/ ما قبل الأكسدة إلى درجة حرارة ٢٣٠ مئوية ، تم الإبقاء عليها لمدة سبع دقائق وتم التبريد حتى ١٩٨ م . وعندئذ كانت العجينة خاضعة لتفاعل الأكسدة . كانت كثافة تركيز العامل الحفاز المستخدم في ما قبل الأكسدة الثانية أقل عشرة مرات من ذلك المستخدم في الأكسدة الأولى تم تبريد ناتج ما قبل الأكسدة الثانية وتم فصل terephthalic acid من ذلك وتم غسله بـ acetic acid الجديد . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ٩ بالجدول رقم ٢ . يمكن في هذا المثال إنتاج حمض terephthalic acid ذو نقاوة عالية محتويًا على ١٤ جزء من المليون من 4-CBA وعلى مؤشر الألوان بنسبة H ٦ .

المثال رقم ٩ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ٨ إلا أنه قد تم استخدام zirconyl chloride بدلاً من zirconyl bromide . ولم ينجم عن تغيير مركب zirconium من zirconyl bromide إلى zirconyl chloride أي تغيير في مؤشر الألوان terephthalic acid الناتج إلا أنه قد تم تخفيض مقدار 4-CBA من ١٤ جزء من المليون إلى ١١ جزء من المليون . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال رقم ٩ بالجدول رقم ٢ .

المثال رقم ١٠ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ٨ إلا أنه قد تم استخدام سداسي الجزيئات nickel chloride بدلاً من zirconium bromide . وبالمقارنة بنتيجة المثال رقم ٨ ، فإن مقدار 4-CBA كان مشابهاً له ، وكان مؤشر الألوان terephthalic acid الناتج منخفضاً .

٥ . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال رقم ١٠ بالجدول رقم ٢ .

المثال رقم ١١ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ٨ إلا أنه قد تم استخدام مركب cerium بدلاً من مركب الزركونيوم zirconium . تم الحصول على حمض terephthalic acid ذو درجة نقاوة عالية . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال رقم ١١ بالجدول رقم ٢ .

المثال رقم ١٢ :

١٠ . تم إعادة إجراء المثال رقم ٨ إلا أنه قد تم استخدام مركب chromium بدلاً من مركب zirconium . تم الحصول على terephthalic acid ذو درجة نقاوة عالية . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال رقم ١٢ بالجدول رقم ٢ .

المثال رقم ١٣ :

١٥ . تم إعادة إجراء المثال رقم ٨ إلا أنه قد تم استخدام مركبات خليط zirconium و nickel و chromium بدلاً من مركب zirconium . وبالمقارنة بنتيجة المثال رقم ٨ ، فإنه قد تم تخفيض 4-CBA ومؤشر الألوان لحمض terephthalic acid الناتج . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال رقم ١٣ بالجدول رقم ٢ .

المثال رقم ٧ مقارن

تم إعادة المثال رقم ١٣ إلا أنه لم تتم إضافة معادن ثقيلة . ولم تستجب جودة حمض terephthalic acid الناتجة لشرط علو النقاوة . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال المقارن رقم ٧ بالجدول رقم ٢ .

المثالين ١٥ و ١٤ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ٨ إلا أن القوة الإستيعابية للمفاعل قد تغيرت من ١٧ إلى ١٠ m يتم تزويد المفاعل بخضاضتين وفوهة للتحكم في معدل واتجاه إنتاج الخليط .

أجريت خطوتي الأكسدة الأولى والثانية على نفس درجة الحرارة في المثال ٨ وتم إجراء خطوتي ما قبل الأكسدة الأولى والثانية في ظل درجة حرارة من ١٨٨-١٩٩ مئوية . تم زيادة كثافة تركيز العامل الحفاز إلى مرتين تقريباً في المثال رقم ١٤ وإلى مرة ونصف تقريباً في المثال رقم ١٥ بالمقارنة مع المثال رقم ٨ .

وكنتيجة لذلك ، تم الحصول على أحماض terephthalic acid ذو درجة نقاوة عالية تحتوي على ١٠ و ٢٤ جزء من المليون على التوالي . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثالين ١٤ و ١٥ بالجدول رقم ٢ .

المثال رقم ٨ مقارن

تم إعادة المثال رقم ١٤ إلا أنه قد تم خليط التفاعل بمعدل ٥ S/M من خلال أربعة مواسير فرعية بدلاً من استخدام فوهة ، وتم تغيير أزمنة ودرجات حرارة التفاعل كما يتضح بالجدول

رقم ٢ . وقد كان أعلى ارتفاع لمؤشر الألوان لـ terephthalic acid الناتج \dot{H} ٢٨ . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال المقارن رقم ٨ بالجدول رقم ٢ .

المثالين ١٧ و ١٦ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ٨ إلا أنه قد تمت أكسدة m-xylene و o-xylene بدلاً من p-xylene على التوالي . وتم استخدام nickel بدلاً من zirconium . وكنتيجة لذلك ، تم الحصول على أحماض terephthalic acid و isophthalic ذو درجة نقاوة عالية تحتوي على ٢ أو ٢٣ جزء من المليون من CBA وعلى مؤشر الألوان \dot{H} ٦ و \dot{H} ١٠ على التوالي . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثالين رقم ١٧ و ١٦ بالجدول رقم ٢ . ١

المثالين رقم ١٨ إلى ٢٠ :

١٠ (الطريقة ٣ : يتم إجراء خطوة الأكسدة مرة واحدة وعندئذ يتم إجراء خطوة الاستخلاص / ما قبل الأكسدة مرتين) .

المثال رقم ١٨ :

تم في هذا المثال أكسدة p-xylene وفقاً للطريقة ٣ تم تقديم خليط التفاعل لهذه التركيبة التي تكونت من ١٤٪ من p-xylene (٣٧٨ جرام) ، ٨٣,٨٪ acetic acid ، ٢٪ ماء ، ٦١٨ جزء من المليون من cobalt ، ٢٩٢ جزء من المليون من manganese ، ٦١ كجزء من المليون من nickel و ١٤١٦ جزء من المليون من bromine إلى مجمع خليط التفاعل . تم تسخين خليط التفاعل مبدئياً إلى درجة حرارة ١٦٠ مئوية وعندئذ تم تلقيمه إلى المفاعل بشكل مستمر مع التزويد بالهواء . تم تفاعل الخليط عند درجة حرارة ١٨٨ مئوية في حين كان يتم متابعة محتويات الغاز ، وتعني بذلك الـ O_2 ، CO ، CO_2 ، درجة الحرارة ، الضغط ومعدلات

استهلاك خليط التفاعل والهواء وأخذ عينات ناتج التفاعل عند فترة فاصلة مناسبة . تم العينات إلى أشكال صلبة وسائلة وتحليلهم كما وكيفا باستخدام التقنيات الشائعة كالطريقة الكروماتوغرافية والبولاروغرافية والفوتوميترية .

وتم بعد إتمام الأكسدة الأولى تبريد الملاط الناتج عن الأكسدة الأولى حتى درجة ١٠٠ مئوية للحصول على عجينة والتي تم تحويلها إلى ملاط بسائل أم الخل الناتج عن إعادة دورانه من خطوة الفصل لفصل العجينة من الملاط الذي تم الحصول عليه من الاستخلاص الثانية/ ما قبل الأكسدة وعندئذ تم تلقيمه إلى مفاعل الاستخلاص الأول/ ما قبل الأكسدة . وتم تسخين المحتويات الموجودة في مفاعل الاستخلاص الأول/ ما قبل الأكسدة حتى درجة حرارة ٢٤٠ مئوية مع الإبقاء عليه لمدة خمسة عشرة دقيقة ثم تبريدها إلى ١٩٨ درجة مئوية يلحق بذلك إخضاعها لتفاعل الأكسدة . ١٠

وكانت كثافة تركيز المعادن الثقيلة و bromine في العامل الحفاز المستخدم في الأكسدة سبع مرات وتسع مرات أقل من هؤلاء في العوامل الحفازة الذين تم استخدامهم في الأكسدة الأولى .

وتم تحويل العجينة المنفصلة من ناتج الاستخلاص الأول/ ما قبل الأكسدة إلى ملاط ب acetic acid الناتج عن إعادة دورانه من خطوة الغسيل لغسيل العجينة المنفصلة من الاستخلاص الثاني/ ما قبل الأكسدة وعندئذ تم تلقيمه إلى مفاعل الاستخلاص الثاني/ ما قبل الأكسدة . تم تسخين المحتويات الموجودة في مفاعل الاستخلاص الثاني/ ما قبل الأكسدة حتى درجة حرارة ٢٤٠ مئوية وتم الإبقاء عليها لمدة ١٥ دقيقة وتبريدها إلى ١٩٨ درجة مئوية مع إتباع ذلك بإخضاعها للأكسدة . ١٥

وكانت كثافة تركيز العامل الحفاز المستخدم في ما قبل الأكسدة الثاني أقل عشر مرات من ذلك المستخدم مع العامل الحفاز في الأكسدة الأولى . تم تبريد ناتج ما قبل الأكسدة الثانية ، وتم ٢٠

عزل حمض terephthalic acid من ذلك وتم غسله بـ acetic acid الجديد . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ١٨ بالجدول رقم ٣ .

المثال رقم ١٩ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ١٨ إلا أنه قد تمت استخدام العوامل الحفاز المستعادة من سائل أم الخل في الأكسدة الأولى بدلاً من العوامل الحفازة الجديدة . كنتيجة لذلك ، أمكن الحصول على حمض terephthalic acid ذو درجة نقاوة عالية . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال ١٩ بالجدول رقم ٣ .

المثال رقم ٢٠ :

تم إعادة إجراء المثال رقم ١٨ إلا أنه قد تم استخدام ٣١ جزء من المليون من nickel و ٣١ جزء من المليون من zirconium بدلاً من ٦١ جزء من المليون من nickel . وتم تخفيض كثافة تركيز العامل الحفاز المستخدمة في خطوتي ما قبل الأكسدة الأولى والثانية إلى ثمانية مرات واثنا عشرة مرة على التوالي بالمقارنة وهؤلاء في الأكسدة الأولى . كنتيجة لذلك ، أمكن الحصول على حمض terephthalic acid ذو درجة نقاوة عالية . يتم توضيح ظروف ونتائج الأكسدة للمثال رقم ٢٠ بالجدول رقم ٣ .

جدول رقم ١

رقم المثال	تركيز العامل الحفاز (جزء من المليون)				ظروف الأكسدة		ظروف الأكسدة الثانية				ظروف الاستخلاص الأول/ ما قبل الأكسدة			النتائج الكمية		
	Co	Min	Mt	Br	Temp t(t)	Time t(min)	W m/s	Temp p t(t)	Time (amin)	Temp t(t)	Time t(min)	Temp t(t)	Time t(min)	Temp t(t)	CBA (ppm)	Colo (Hr)
Ex.1	732	588	Ni70	2270	198	40	20	180	20	230	10	200	20	200	25	8
Ex.2	700	580	Ni40 Cr20 Zr30	2270	198	35	20	190	20	230	10	200	20	200	15	4
Ex.3	700	580	Zr120	2270	198	35	20	185	20	230	10	200	20	200	24	8
Ex.4	700	580	Ce120	2270	198	35	20	185	20	230	10	200	20	200	22	7
Ex.5	950	550	Ni100	2500	200	35	16	195	18	210	25	188	22	200	20	7
C.Ex.1	700	580	-	2270	198	35	28	180	20	230	10	200	20	200	25	46
C.Ex.2	700	580	-	2270	198	35	1.0	180	20	230	1.0	200	20	200	650	26
C.Ex.3	950	550	Ni50 Cr50	2500	186	35	9	180	60	230	10	200	60	200	421	9
C.Ex.4	732	588	-	2270	218	35	20	180	20	180	10	180	60	222	21	
C.Ex.6	732	588	Ni70	2270	198	40	20	180	20	230	10	200	20	200	15	10
C.Ex.5	710	580	-	2270	198	35	1.0	180	20	230	3.0	200	20	200	160	48
Ex.7	700	580	Ni40 Cr20 Zr30 Ce40	2270	198	35	20	190	20	230	20	200	20	200	20	20
C.Ex.6	732	588	Ni70	2270	198	40	1.0	180	20	230	10	200	20	200	28	20

* W السرعة الطولية لإنتاج خليط التفاعل .

جدول رقم ٢

رقم المثال	الأكسدة الأولى										الأكسدة الثانية					الاستخلاص الأول/ما قبل الأكسدة					الاستخلاص الثاني/ما قبل الأكسدة					النتائج	
	ظروف الأكسدة										ظروف الأكسدة					ظروف الأكسدة					ظروف الأكسدة					الكيفية	
	C	Mn	Br/Cl	Temp t C	Time t (min)	m/s	Temp t C	Temp t C	Time t (min)	Temp t C	Time t (min)	Temp t C	Temp t C	Time t (min)	Temp t C	Temp t C	Time t (min)	Temp t C	Temp t C	Time t (min)	Temp t C	Temp t C	Time t (min)	CBA (PPM)	Color (H)		
EX.8	254	127	Zr 23	632/-	192	38	12	185	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	14	6
EX.9	254	127	Zr 23	612/28	192	38	12	185	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	11	5
EX.10	254	127	Ni 24	612/35	200	38	12	185	20	240	7	200	20	240	7	200	20	240	7	200	20	240	7	200	20	18	3 5
EX.11	254	127	Ce 24	632/-	192	38	12	185	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	23	6
EX.12	254	127	Cr 24	632/-	192	38	12	185	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	25	5
EX.13	254	127	Zr 12 Ni 6 Cr 6	632/-	192	38	12	185	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	10	3 5
C.Ex.7	254	127	-	632/-	192	38	12	185	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	230	7	198	20	60	7
EX.14	500	250	Ni 45	920/-	192	40	18	185	18	225	10	198	15	225	5	188	15	225	5	188	15	225	5	188	15	10	4
EX.15	400	200	Ni 38	640/-	192	40	16	185	20	230	5	188	20	230	12	199	18	230	12	199	18	230	12	199	18	24	5
C.Ex.8	500	250	Ni 45	920/-	192	40	5	185	18	225	10	198	15	225	5	188	15	225	5	188	15	225	5	188	15	32	28
EX.16	254	127	Ni 24	612/-	200	40	12	185	20	240	7	200	20	225	5	188	15	225	5	188	15	225	5	188	15	12	6
EX.17	254	127	Ni 24	810/8	200	48	12	185	25	225	6	200	26	225	5	190	22	225	5	190	22	225	5	190	22	23	10

جدول رقم ٣

رقم المثال	الأكسدة الأولى										الاستخلاص الأول/ ما قبل الأكسدة						الاستخلاص الثاني/ ما قبل الأكسدة						النتائج		
	تركيز العامل الحفاز (جزء من المليون)				ظروف الأكسدة						ظروف الاستخلاص			ظروف الأكسدة			ظروف الاستخلاص			الكيفية					
	Co	Mn	Mt	Br	Temp t C	Temp t C	Time t(min)	Temp t C	Temp t C	Time t(min)	Temp t C	Temp t C	Time t(min)	Temp t C	Temp t C	Time t(min)	Temp t C	Temp t C	Time t(min)	Temp t C	Time t(min)	CBA (PPM)	Color (H)		
Ex.18	618	292	Ni 61	1416	188	52	12	240	240	15	180	25	240	240	15	198	25	198	25	198	25	6	8		
Ex.19	618	292	Ni 61	1416	192	52	12	230	230	15	185	25	235	235	15	198	20	198	20	198	20	6	8		
Ex.20	618	292	Ni 31	1114	192	46	12	240	240	15	185	25	240	240	8	198	20	198	20	198	20	5	7		
			Zr 31	116																					

عناصر الحماية

- ١ - عملية لإنتاج متماكبات benzenedicarboxylic acid isomers ذو درجة نقاوة عالية بدون خطوة تنقية منخفضة ذو عامل حفاز إضافي ، بحيث تشمل على :
- ٢ (أ) خطوة أكسدة oxidation بحيث يتم فيه أكسدة متماكب xylene isomer بالأكسجين oxygen الجزئي أو الأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على غاز في وجود نظام عامل جهاز متألف من cobalt ، و manganese ، و bromine أو على الأقل مادة مختارة من nickel ، و chromium ، و zirconium ، و cerium ، في
- ٣ carboxylic acid اليقاتي aliphatic ، منخفض ، و
- ٤ (ب) خطوة الاستخلاص extractor / ما قبل الأكسدة post-oxidation ؛ بحيث يتم فيها بلورة ناتج الأكسدة للحصول على عجينة من متماكب isomer benzenedicarboxylic acid الخام ، ويتم تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة مذيب aliphatic carboxylic acid المنخفض له ويتبع ذلك بتسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، ويتم أكسدة الملاط slurry الناتج حسب نظام العمل الحفاز المذكور في درجة حرارة من ٢-٨٠ م أقل من تلك المادة الموجودة في التسخين المذكور ، على أن يتم إجراء كل من الأكسدة oxidation المذكورة والاستخلاص المذكور / ما قبل الأكسدة post-oxidation مرة أو مرتين ، شريطة وجود إتمام أي خطوة من الخطوتين المذكورتين أو كليهما مرتين .

- ١ -٢ عملية وفقاً للعنصر رقم ١ المميز لذلك بحيث تشمل على :
- ٢ (أ) خطوة أكسدة oxidation الأولى بحيث يتم فيه أكسدة oxidation متماكب xylene isomer بالأكسجين oxygen الجزئي أو الأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على غاز في وجود نظام عامل جهاز متألف من cobalt ، و manganese

- ٥ ، و bromine عنصر على الأقل يتم اختياره من nickel و chromium ، و
- ٦ ، zirconium ، cerium ، في aliphatic carboxylic acid ، منخفض ، و
- ٧ (ب) خطوة الأكسدة oxidation الثانية بحيث يتم إعادة أكسدة oxidation المنتج الذي
- ٨ يتم الحصول عليه من حفاوة الأكسدة oxidation الأولى بنظام العامل الحفاز
- ٩ المذكور؛
- ١٠ (ج) خطوة الاستخلاص extraction الأولى/ ما قبل الأكسدة post-oxidation بحيث
- ١١ يتم إعادة بلورة الناتج الذي يتم الحصول عليه خطوة الأكسدة oxidation الثانية
- ١٢ للحصول على عجينة متماكب benzenedicarboxylic acid isomer الخام ثم يتم
- ١٣ تحويل العجينة إلى ملاميد بإضافة مذيب aliphatic carboxylic acid منخفض له
- ١٤ على أن يتبع ذلك بتسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه ،
- ١٥ ويتم أكسدة الملائط الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور في ظل درجة حرارة من ٢-
- ١٦ ٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة.

- ١ ٣- عملية وفقاً للعنصر رقم ١ المميز لذلك بحيث تشتمل على :
- ٢ (أ) خطوة أكسدة oxidation الأولى بحيث يتم فيه أكسدة oxidation متماكب isomer
- ٣ xylene بالأكسجين oxygen الجزئي أو الأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على
- ٤ غاز في وجود نظام عامل جهاز متآلف من cobalt ، و manganese ، و bromine
- ٥ وعنصر على الأقل يتم اختياره من nickel ، chromium ، zirconium ، و cerium
- ٦ ، في aliphatic carboxylic acid ، منخفض ، و
- ٧ (ب) خطوة الأكسدة oxidation الثانية بحيث يتم إعادة أكسدة المنتج الذي يتم
- ٨ الحصول عليه من حفاوة الأكسدة oxidation الأولى بنظام العامل الحفاز المذكور ؛
- ٩ (ج) خطوة الاستخلاص الأولى/ ما قبل الأكسدة post-oxidation بحيث يتم إعادة
- ١٠ بلورة الناتج الذي يتم الحصول عليه خطوة الأكسدة oxidation الثانية للحصول على

- ١١ عجينة متماكب benzenedicarboxylic acid isomer الخام ثم يتم تحويل العجينة إلى
- ١٢ ملاط slurry بإضافة مذيب aliphatic carboxylic acid منخفض له على أن يتبع
- ١٣ ذلك بتسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، ويتم أكسدة
- ١٤ oxidation الملاط slurry الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور في ظل درجة حرارة
- ١٥ من ٢- ٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة.
- ١٦ (د) خطوة الاستخلاص extraction الثانية/ ما قبل الأكسدة post-oxidation بحيث يتم
- ١٧ بلورة الناتج الذي يتم الحصول عليه خطوة الأكسدة oxidation الأولى/ ما قبل الأكسدة
- ١٨ post-oxidation لفصل عجينة متماكب benzenedicarboxylic acid isomer الخام
- ١٩ ثم يتم تحويل العجينة إلى ملاط بإضافة حمض aliphatic carboxylic acid
- ٢٠ منخفض له على أن يتبع ذلك بتسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب
- ٢١ الموجودة فيه ، ويتم أكسدة oxidation الملاط slurry الناتج بنظام العامل الحفاز
- ٢٢ المذكور في ظل درجة حرارة من ٢- ٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة.

- ١ ٤- الطريقة وفقاً للعنصر رقم ١ ، لذلك بحيث تشمل على :
- ٢ (أ) خطوة أكسدة oxidation الأولى بحيث يتم فيه أكسدة oxidation متماكب isomer
- ٣ xylene بالأكسجين oxygen الجزئي أو الأكسجين oxygen الجزئي الذي يحتوي على
- ٤ غاز في وجود نظام عامل جهاز متألف من cobalt ، manganese ، و bromine
- ٥ وعنصر على الأقل يتم اختياره من nickel ، و chromium ، و zirconium ، و
- ٦ cerium ، في aliphatic carboxylic acid ، منخفض ، و
- ٧ (ب) خطوة الاستخلاص extraction الأولى / ما قبل الأكسدة بحيث يتم إعادة أكسدة
- ٨ oxidation المنتج الذي يتم الحصول عليه من خطوة الأكسدة oxidation الأولى على
- ٩ عجينة benzenedicarboxylic acid isomer الخام ثم يتم تحويل العجينة إلى ملاط
- ١٠ بإضافة مذيب aliphatic carboxylic acid منخفض له على أن يتبع ذلك بتسخينه في

- ١١ المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، ويتم أكسدة oxidation الملاط
- ١٢ slurry الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور في ظل درجة حرارة من ٢ - ٨٠ م أقل
- ١٣ من درجة التسخين المذكورة.
- ١٤ (ج) خطوة الاستخلاص extraction الثانية/ ما قبل الأكسدة post-oxidation بحيث يتم
- ١٥ إعادة بلورة الناتج الذي يتم الحصول عليه خطوة الأكسدة oxidation الأولى للحصول
- ١٦ على عجينة متماكب benzenedicarboxylic acid isomer الخام ثم يتم تحويل
- ١٧ العجينة إلى ملاط slurry بإضافة مذيب aliphatic carboxylic acid منخفض له على
- ١٨ أن يتبع ذلك بتسخينه في المذيب من أجل استخلاص الشوائب الموجودة فيه ، ويتم
- ١٩ أكسدة oxidation الملاط slurry الناتج بنظام العامل الحفاز المذكور في ظل درجة
- ٢٠ حرارة من ٢ - ٨٠ م أقل من درجة التسخين المذكورة.

- ١ -٥ الطريقة وفقاً لأي واحد من العناصر من ١ إلى ٤ بحيث يتم تسخين خليط
- ٢ التفاعل الذي سيقدم إلى مفاعل الأكسدة oxidation الأولى بصورة مبدئية في ظل
- ٣ درجة حرارة تتراوح بين ١٥٠ م وبين درجة الحرارة تلك المتعلقة بخطوة الأكسدة
- ٤ oxidation الأولى .

- ١ -٦ الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٢ ، بحيث يتم إعادة دوران مذيب aliphatic carbon
- ٢ acid المنخفض لتحويل العجينة المنفصلة من ناتج الأكسدة oxidation الثانية إلى
- ٣ ملاط بحيث تتم إعادة دورانه من خطوة الغسيل لغسيل العجينة المنفصلة من
- ٤ الاستخلاص extraction الأول/ ناتج ما قبل الأكسدة oxidation .

- ١ -٧ الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٣ ، بحيث يتم إعادة دوران مذيب aliphatic
- ٢ carboxylic acid المنخفض المستخدم لتحويل العجينة المنفصلة من ناتج الأكسدة

oxidation الثانية بحيث تتم إعادة دورانه من خطوة الفصل لفصل العجينة من الملاط	٣
slurry الذي تم الحصول عليه من خطوة الاستخلاص extraction الثانية/ ما قبل	٤
الأكسدة post-oxidation، ويتم إعادة دوران مذيبي aliphatic carboxylic acid	٥
المنخفض المستخدم لتحويل العجينة المنفصلة من ناتج الاستخلاص extraction	٦
الأول/ ما قبل الأكسدة post-oxidation إلى ملاط slurry بحيث يتم إعادة دورانه من	٧
خطوة الغسيل لغسيل العجينة المنفصلة من ناتج الاستخلاص extraction من الثاني/	٨
ما قبل الأكسدة post-oxidation.	٩

٨- الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٤ ، بحيث يتم إعادة دوران مذيبي aliphatic	١
carboxylic acid المنخفض المستخدم لتحويل العجينة المنفصلة من ناتج الأكسدة	٢
oxidation الأول إلى ملاط بحيث يعاد دورانه من خطوة الفصل لفصل العجينة من	٣
الملاط slurry الذي تم الحصول عليه من خطوة الاستخلاص extraction الثانية/ ما	٤
قبل الأكسدة post-oxidation. ويتم إعادة دوران مذيبي aliphatic carboxylic acid	٥
المنخفض المستخدم لتحويل العجينة المنفصلة من ناتج الاستخلاص extraction	٦
الأول/ ما قبل الأكسدة post-oxidation إلى ملاط بحيث يعاد دورانه من خطوة	٧
الغسيل لغسيل العجينة المنفصلة من ناتج الاستخلاص extraction الثاني/ ما قبل	٨
الأكسدة post-oxidation.	٩

٩- الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٢ أو رقم ٣ بحيث يتم إجراء الأكسدة oxidation	١
الأولى والثانية في ظل درجة حرارة من ١٥٠-٢٣٠ م لمدة ٢٠-٦٠ دقيقة .	٢

١٠- الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٤ ، بحيث يتم إجراء الأكسدة oxidation الأولى في	١
ظل درجة حرارة من ١٥٠-٢٣٠ م لمدة ٢٠-٦٥ دقيقة .	٢

- ١١- الطريقة وفقاً لأي واحد من العناصر من ٢-٤ ، بحيث يتم تلقيح خليط التفاعل
٢ إلى مفاعل الأكسدة oxidation الأولى في ظل سرعة طولية من ٦-٣٠ S/M في
٣ اتجاه معاكس لاتجاه دوران المحتويات الموجودة بالمفاعل .
- ١٢- الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٢ ، بحيث أن نسبة كثافة تركيز المعادن الثقيلة
٢ المختارة من cerium ، zirconium ، chromium ، nickel إجمالي كثافة تركيز
٣ المعادن الثقيلة المذكورة تكون من ٥٠-٣٠٠ جزء من المليون .
- ١٣- الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٢ ، بحيث أن نسبة كثافة تركيز المعادن الثقيلة
٢ المختارة من cerium ، zirconium ، chromium ، nickel المستخدمة في
٣ الأكسدة oxidation الأولى والأكسدة oxidation الثانية وما قبل الأكسدة post-
٤ oxidation الأولى تكون من ١ : ٠,٥ - ٠,٩ : ٠,٠٥ - ٠,٢ .
- ١٤- الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٣ ، بحيث أن نسبة كثافة تركيز المعادن الثقيلة
٢ المختارة من cerium ، zirconium ، chromium ، nickel إلى إجمالي
٣ كثافة تركيز cobalt و manganese تكون ١ : ٠,٢ - ٠,٠١ ويكون إجمالي كثافة
٤ تركيز المعادن الثقيلة المذكورة من ٣٠ - ٢٠٠ جزء من المليون .
- ١٥- الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٣ ، بحيث أن نسبة تركيز المعادن الثقيلة المختارة
٢ من cerium ، zirconium ، chromium ، nickel المستخدم في الأكسدة
٣ oxidation الأولى والأكسدة oxidation الثانية وما قبل الأكسدة post-oxidation
٤ الأولى والأكسدة oxidation الثانية تكون ١ : ٠,٠٥ - ٠,٩ : ٠,١ - ٠,٣ : ٠,٠٥ -
- ٠,٢ .

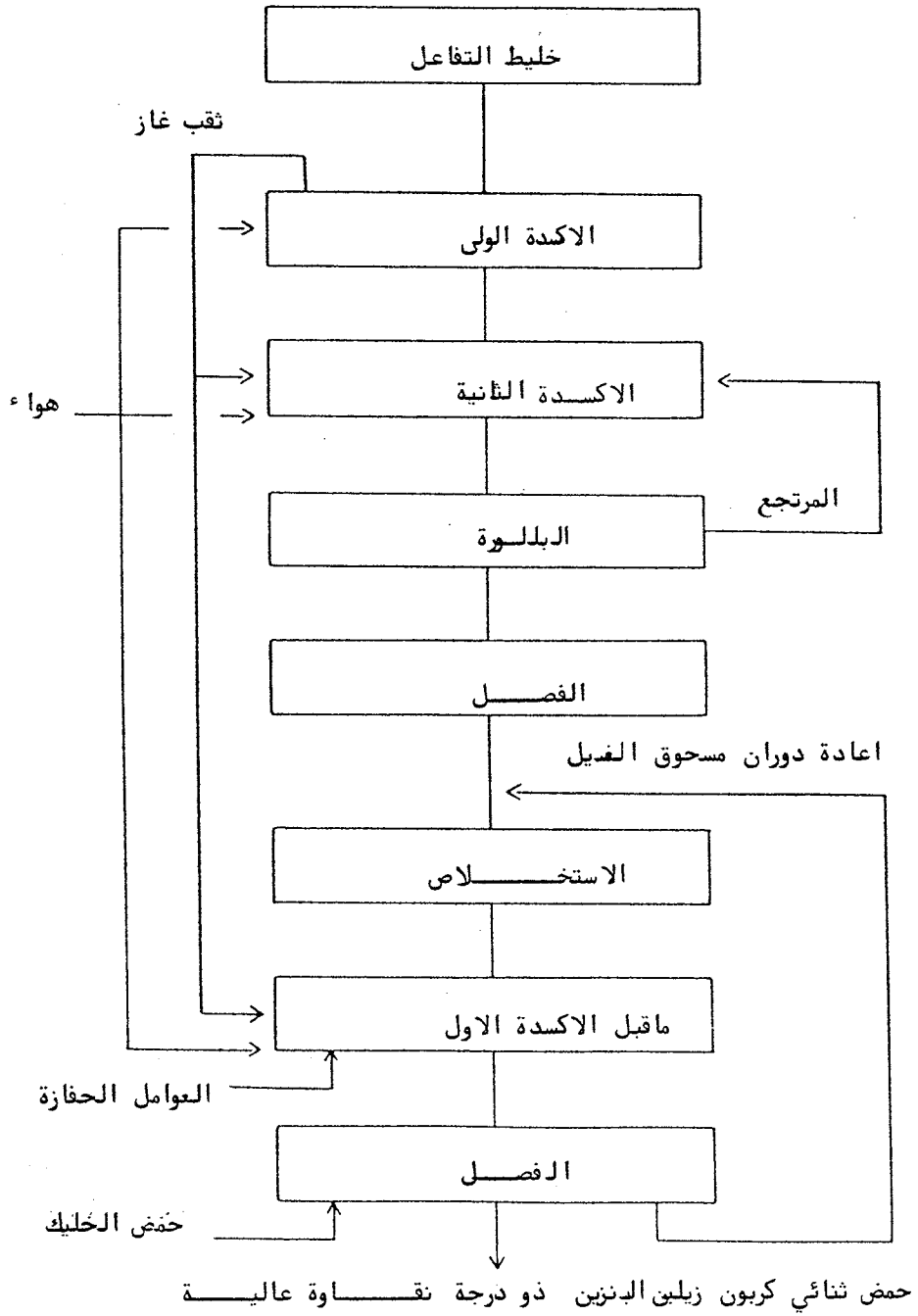
- ١-١٦ الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٤ ، بحيث أن نسبة تركيز المعادن الثقيلة المختارة ١
- من cobalt ، nickel ، chromium ، zirconium و cerium إلى إجمالي كثافة تركيز ٢
- manganese تكون ٠,٠١ - ٠,٢ : ١ وتكون إجمالي المعادن الثقيلة المذكورة ٤٠- ٣
- ٣٠٠ جزء من المليون . ٤

- ١-١٧ الطريقة وفقاً للعنصر رقم ٤ ، بحيث أن نسبة تركيز المعادن الثقيلة المختارة ١
- من nickel ، chromium ، zirconium و cerium المستخدمة في الأكسدة ٢
- oxidation الأولى والأكسدة oxidation الثانية وما قبل الأكسدة post-oxidation ٣
- الأولى تكون ١ : ٠,٠٥ - ٠,٥ : ٠,٠٥ - ٠,٢ . ٤

- ١-١٨ الطريقة وفقاً لعنصر رقم ١ ، بحيث يكون مركب bromine عبارة عن ١
- مركب bromine بمفرده أو خليط من مركب bromine ومركب chlorine في نسبة ٢
- من ١ : ٠,٠٠١ - ٠,٠٥ بلغة bromine و chlorine . ٣

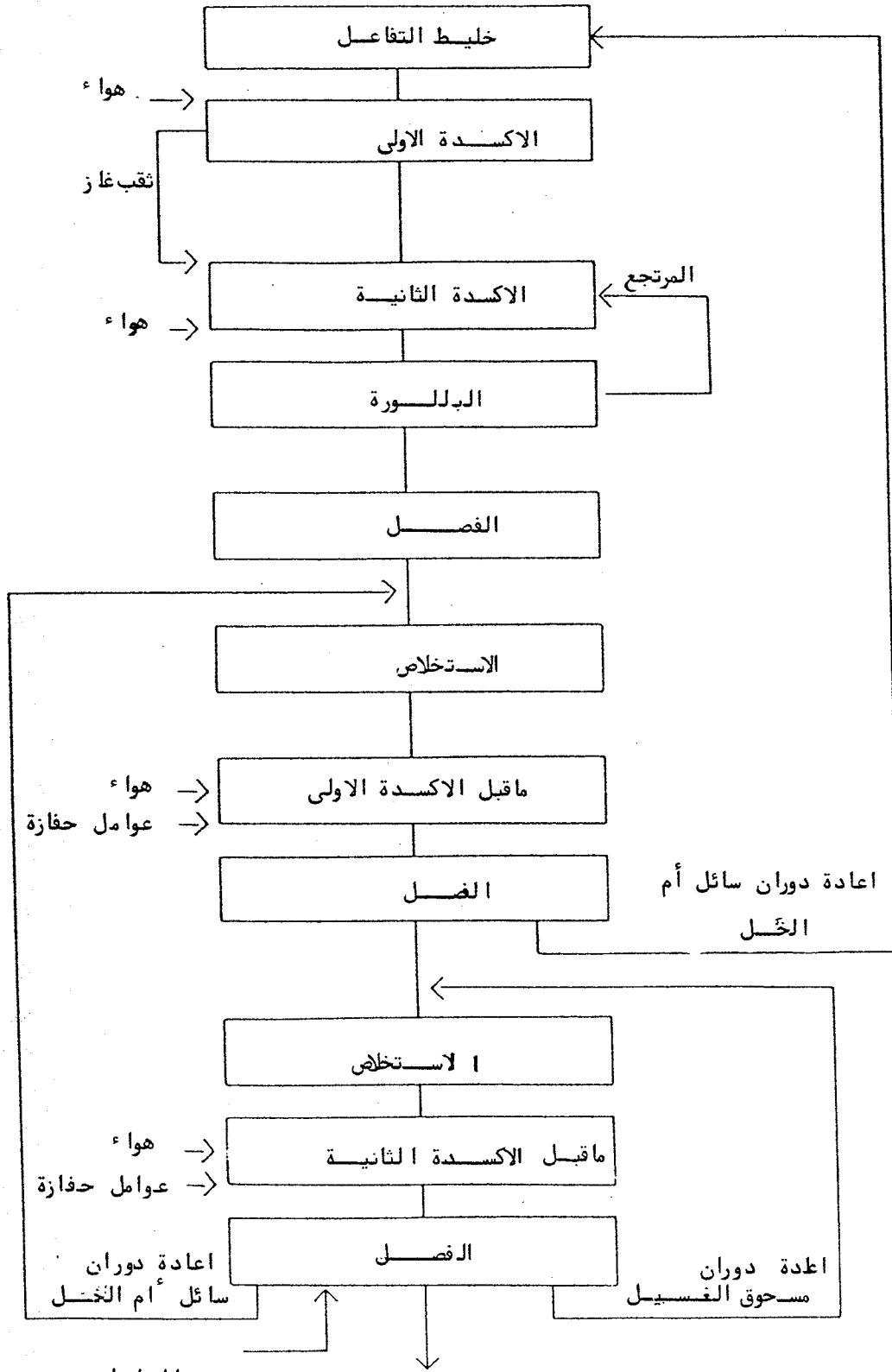
- ١-١٩ الطريقة وفقاً لأي واحد من العناصر من ٦ إلى ٨ ، مقدار carboxylic acid ١
- المنخفض المعاد دورانه هو مثل مقدار ٦٠٪ على الأقل من carboxylic acid ٢
- المنخفض الموجود في الملاط slurry الذي يتم الحصول عليه من خطوة الأكسدة ٣
- oxidation السابقة بحيث يمكن استبداله به . ٤

رسم تخطيطي للطريقة رقم ١



شكل ١

رسم تخطيطي للطريقة رقم ٢

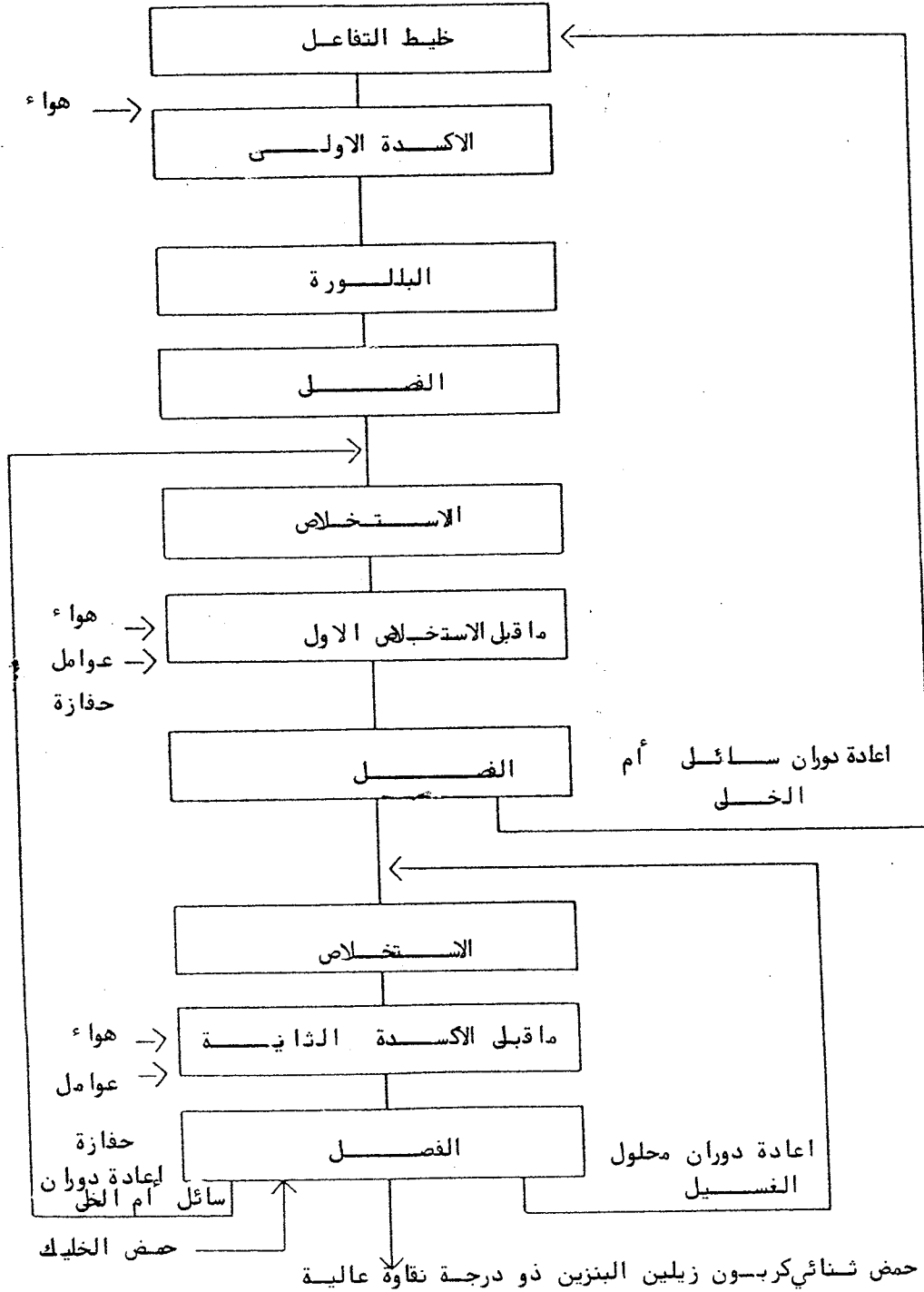


حمض الخليك

حمض ثنائي كبريتون زيلين البنزين ذو درجة نقاوة عالية

شكل ٢

رسم تخطيطي للطريقة رقم ٣



شكل ٣