

公 告 本

申請日期	90 年 8 月 16 日
案 號	90120102
類 別	C07B 63/00

A4
C4

514632

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	從芳族原料中去除極性雜質的方法
	英 文	Removal of polar contaminants from aromatic feedstocks
二、發明 人	姓 名	(1) 加亞·凡卡特 Venkat, Chaya R. (2) 黃允彥 Huang, Yun-Yang (3) 湯瑪士·迪南 Degnan, Thomas F.
	國 籍	(1) 美國 (2) 美國 (3) 美國
	住、居所	(1) 美國亞利桑那州賽多納波斯林路二〇四號 204 Bowstring Drive, Sedona, AZ 86336, U.S.A. (2) 美國新澤西州佛希斯威廉菲澤路九十八號 98 William Feather Drive, Voorhees, NJ 08043, U.S.A. (3) 美國新澤西州摩斯鎮牧場路七三六號 736 Paddock Path, Moorestown, NJ 08057- 2109, U.S.A.
	代 表 人 姓 名	(1) 瑪格瑞特·哈瑞斯 Harris, Margaret L.
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 艾克頌美孚化學專利股份有限公司 ExxonMobil Chemical Patents Inc.
	國 籍	(1) 美國
	住、居所 (事務所)	(1) 美國德州海灣鎮海灣大道五二〇〇號 5200 Bayway Drive, Baytown, TX 77520, U.S.A.

裝

訂

線

申請日期	90 年 8 月 16 日
案 號	90120102
類 別	

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 新型名稱	中 文	
	英 文	
二、發明人 創作	姓 名	(4) 約翰·麥克威廉 McWilliams, John Paul (5) 隆納德·威斯 Weiss, Ronald A.
	國 籍	(4) 美國 (5) 美國 (4) 美國新澤西州伍維奇鎮艾瑞卡廣場一一五號 115 Erica Court, Woolwich Township, NJ 08085, U.S.A.
	住、居所	(5) 美國新澤西州夫雷明頓紅知更鳥路六號 6 Red Robin Way, Flemington, NJ 08822, U.S.A.
三、申請人	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	

裝
訂
線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

國（地區） 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權

美國 2000 年 8 月 16 日 09/639,555 ☒有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (1)

發明領域：

本發明相關於從芳族原料中去除極性化合物(污染物)的方法，特別是對於使用芳族原料預處理，去除氮化合物(污染物)之芳族烷化方法。

發明背景：

在典型的芳族烷化方法中，芳族化合物是在酸性觸媒出現下，與烷化劑如烯烴反應。例如，苯能夠與乙烯或丙烯反應產生乙苯或異丙苯，該兩者在化學工業上為重要的中間物。過去，商業化的芳族烷化方法通常使用 $AlCl_3$ 或 BF_3 作為酸性觸媒，但是最近此等材料已經被分子篩觸媒所取代。於是，從 U.S. Patent No. 4,891,458 所知，用 $C_2 \sim C_4$ 烯烴在芳族化合物烷化時，使用沸石 β 觸媒。此外；從 U.S. Patent No. 4,992,606 所知，用短鏈(具有 1~5 碳原子)烷化劑在芳族化合物烷化時，使用 MCM-22。

使用分子篩觸媒之芳族烷化方法，能夠在蒸汽相或液體相執行。無論如何，自改進與液體相關聯的選擇性及降低資本及操作成本之觀點，大部分商業化烷化方法現在均在至少部分的液體相條件下操作。不幸地，在液體相條件下操作的一個缺點，為分子篩觸媒在原料化合物(污染物)，特別是極性化合物(污染物)如氮化合物出現時，趨於更加敏感。該等雜質減低觸媒的酸活度，因此減少觸媒需要再生間循環時間。

使用保護床從碳氫化合物進料流中去除微量污染物，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (2)

技術已為周知。此在石油化學上特別真實，尤在產品純度極關緊要之專門化學操作為然。正常地，像膨土黏土、高嶺土黏土或特別的活性三氧化二鋁等材料，係使用及置於含有觸媒之反應容器上游。黏土或三氧化二鋁等材料在進料陷捕雜質，因此產品純度規格能夠達到且能減低觸媒毒性。無論如何，既知的黏土或三氧化二鋁保護床，在減低芳族進料基性氮雜質至液體相烷化方法使用時之低含量程度，能力受到限制。此外，黏土通常對再生並不敏感，因此當它們的吸附能力到達後必須拋棄。

U.S.Patent No.5,744,686 及 5,942,650 描述以碳氫化合物物流，用包含具有二氧化矽與三氧化二鋁之分子比超過 100，及平均直徑小於 5.5 埃之非酸性分子篩的選擇性吸附劑接觸，而從芳族碳氫化合物物流中去除氮化合物之方法。該兩者之選擇性吸附劑其分子篩係選擇自閉孔沸石 4A、Zeolite 4A、silicalite、F-silicalite silicalite、ZSM-5 及它們的混合物等族群。

PCT Publication No.WO 98/07673 揭示製備烷化苯或烷化苯混合物之方法，其中苯進料起初是與固體酸在預處理帶於溫度 130~300℃ 接觸。使用的固體酸可以是選擇自 ZSM-5、ZSM-11、ZSM-35 之矽酸鋁、斜髮沸石、鎂鈉針沸石、輝沸石、EU-1、NU-87、絲光沸石、β 沸石、Ω 沸石、八面沸石、鈉稜沸石、ZSM-12、鈣霞石、沸石 L、MCM-22、MCM-41、MCM-49、MCM-56 及 MCM-58。預處理苯然後與在其可能選自絲光沸石、β 沸石、ZSM-5、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

錄

五、發明說明 (3)

ZSM-12、Y 沸石、 Ω 沸石、EU-1、NU-87、L 沸石、MCM-22、SSZ-25、MCM-36、MCM-49、MCM-56、MCM-58 及多孔結晶的矽酸鎂等烷化/轉烷化觸媒出現下，與在烷化作用帶之烷化劑或在轉烷化作用帶之轉烷化劑接觸。

根據本發明，現在發現具有孔隙之分子篩及/或橫剖面尺寸大於 5.6 埃之表面孔隙，對於從芳族原料中去除氮化合物(污染物)效果，較從 U.S.Patent No.5,744,686 及 5,942,650 描述之小孔隙材料去除更為有效。並且，據發現在溫度 $< 130^{\circ}\text{C}$ ，即 PCT Publication No.WO 98/07673 之最低溫度去除污染物能夠有效，因而減少副產品碳氫化合物種類之形成及潛在生產力之損失，以及減低純化系統之建設與操作成本。

發明之概述：

在一方面，本發明歸屬於一種從含有極性化合物芳族原料中去除極性化合物的方法，前述方法包含下列步驟：

(a)..在吸附帶用選擇作為吸附前述極性化合物之吸附劑接觸前述原料，前述吸附劑包含具有孔隙之分子篩及/或橫剖面尺寸大於 5.6 埃之表面孔隙，且前述吸附帶係在溫度 $\leq 130^{\circ}\text{C}$ ；及

(b).從前述吸附帶退出處理過的實質上無前述極性化合物之原料。

此處使用之“實質上無前述極性化合物”一詞，其意為處理過的原料含有小於 0.1 ppm 前述極性化合物，更佳

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (4)

者含有小於 0.03 ppm 前述極性化合物。

較佳者分子篩為具有孔隙以橫剖面尺寸大於 5.6 埃。
更佳者為分子篩選擇自 X 沸石、Y 沸石、Ultrastable
Y(USY)、ZSM-12、絲光沸石、 β 沸石、L 沸石及 Ω 沸石
等族群組成。

選擇性地分子篩為具有橫剖面尺寸大於 5.6 埃表面孔
腔。更佳者為分子篩選擇自 MCM-22、MCM-49 及 MCM-56
等族群組成。

較佳者為分子篩具有二氧化矽與三氧化二鋁之分子比
小於 100。

較佳者為前述溫度為 20~125°C，而更佳者為 25~110
°C。

在另一方面，本發明包含芳族烷化方法，包含下列步
驟：

(a).在吸附帶用選擇作為吸附前述極性化合物之吸附
劑接觸含有極性化合物芳族原料，前述吸附劑包含具有孔
隙之分子篩及/或橫剖面尺寸大於 5.6 埃之表面孔隙，且
前述吸附帶係在溫度 $\leq 130^{\circ}\text{C}$ ；

(b).從前述吸附帶退出處理過的實質上無前述極性化
合物之原料；

(c).使前述處理過的原料通過含有烷化觸媒包含分子
篩之烷化作用帶，及在前述烷化作用帶於液體相烷化條件
下，以烷化劑接觸前述處理過的原料，那麼就可產生烷化
芳族化合物。

五、發明說明 (5)

較佳者為烷化觸媒包含分子篩選擇自 β 沸石、MCM-22、MCM-49 及 MCM-56 等族群所組成。

發明之詳細描述：

本發明係相關於一種從芳族原料中去除極性化合物(污染物)的方法。更特別地，本發明係相關於一種液體相芳族烷化方法，其包含使芳族原料經受預處理步驟於毒害芳族烷化觸媒，作選擇性的去除極性化合物(污染物)。該化合物(污染物)包括氮、硫及含有化合物之氧，特別是那些與苯、甲苯或二甲苯相同沸騰範圍者。特別有問題的為基性氮化合物如吡啶、喹啉、N-甲醯基-1,4-氧氮陸園及N-甲基-吡咯酮，因為它們中和固體酸其中包含最今日的芳族烷化觸媒。本方法對於去除無機陽離子，特別是鹽類亦可能有效。例如，依賴使用分子篩吸附劑，選擇性的吸附方法在此想像未來亦可能能夠去除鹼金屬陽離子(鈉、鉀等)及鹼土金屬陽離子(鈣、鎂等)，其在酸性觸媒作用時成為問題。

“芳族”一詞參考原料，其能以本發明吸附方法處理，根據它的技術認知領域使用在此，其包括烷基取代的及半取代的單或多核化合物。

取代的芳族化合物其能被烷化在此必須占有至少一個氫原子直接鍵結於芳族核中。芳族環能被一個或更多個烷基、芳基、烷芳基、烷氧基、芳氧基、環烷基、鹵化物及/或其他族群其不會干擾烷化反應。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (6)

適用的無取代的芳族碳氫化合物包括苯、萘、蒽、naphthacene、perylene、coronene 及 phenanthrene，較喜愛使用者為苯。

通常烷基族其能以取代基出現在芳族化合物，含有 1~22 個碳原子，平常含有 1~8 個碳原子，更平常含有 1~4 個碳原子。

適用的烷基取代芳族化合物，包括甲苯、二甲苯、異丙苯、正丙苯、 α -甲萘、乙苯、異丙苯、對稱三甲苯、1,2,4,5-四甲苯、對-異丙甲苯、丁苯、1,2,4,-三甲苯、鄰-二乙苯、間-二乙苯、對-二乙苯、苯異戊酯、苯異己酯、五乙苯、五甲苯；1,2,3,4-四乙苯、1,2,3,5-四甲苯、1,2,4-三乙苯；1,2,3-三甲苯、間-丁甲苯、對-丁甲苯；3,5-二乙甲苯；鄰-乙甲苯；對-乙甲苯；間-丙甲苯；4-乙基-間-二甲苯；二甲萘；乙萘；2,3-二甲蒽；9-乙蒽；2-甲蒽；鄰-甲蒽；9,10-二甲菲及 3-甲基-菲等。更高分子量烷芳族碳氫化合物亦能作為起始材料使用，且包括芳族碳氫化合物如以烷化作用芳族碳氫化合物與烯烴寡聚物所製備而成。該產品通常技術上當成烷化，並包括己基苯、壬基苯、十二苯、十五苯、己基甲苯、壬基甲苯、十二甲苯、十五甲苯。以高沸騰分餾而得烷化是非常普通，其中烷基族貼附於芳族核之尺寸自 $C_6 \sim C_{12}$ 而變化。

重組物含有相當量的苯、甲苯及 / 或二甲苯構成本發明烷化方法特別有用的進料。

本發明方法使用之典型的進料包括：苯、甲苯及 / 或

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (7)

二甲苯及它們的混合物，特別喜愛者為苯。如使用在商場的烷化方法，該芳族進料典型地含有 0.1~10ppm，更佳者含有 0.5~3ppm 極性雜質。此外，進料可能含有水高達飽和狀況。

本發明選擇性吸附方法包含：通含有極性化合物之芳族原料到含有以選擇作為吸附前述極性化合物的吸附劑之吸附帶，其中吸附劑包含具有孔隙之分子篩及/或橫剖面尺寸大於 5.6 埃 (Angstroms) 之表面孔隙，且在吸附帶溫度維持在溫度低於 130℃，然後從吸附帶退出處理過的實質上無前述極性化合物之原料。

在一實施例中，作為吸附劑使用之分子篩，係具有平均橫剖面尺寸大於 5.6 埃的孔隙之分子篩。適用的大孔隙分子篩之實施例包括 X 沸石、Y 沸石、去氧化鋁 Y 沸石、Ultrastable Y(USY)、ZSM-12、絲光沸石、β 沸石、L 沸石及 Ω 沸石等。去氧化鋁 Y 沸石可用發現在 U.S. Patent No. 3,442,795 方法製備。低鈉 Ultrastable Y(USY) 則描述於 U.S. Patent Nos. 3,293,192 & 3,449,070。ZSM-12 描述於 U.S. Patent Nos. 3,832,449。β 沸石描述於 U.S. Patent Nos. 3,308,069。喜愛的吸附劑為 13 X 沸石，其為鈉型的 X 沸石。

在一替代實施例中，作為吸附劑使用之分子篩，係具有橫剖面尺寸大於 5.6 埃的表面孔隙之分子篩。在此案例，分子篩之孔隙可以為橫剖面尺寸大於、低於或等於 5.6 埃。分子篩具有該等表面孔隙之之實施例為 MCM-22 (描述

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (8)

於 U.S.Patent Nos.4,954,325)、PSH-3(描述於 U.S.Patent Nos.4,439,409)、SSZ-25(描述於 U.S.Patent Nos.4,826,667)、MCM-49(描述於 U.S.Patent Nos.5,236,575)、MCM-56(描述於 U.S.Patent Nos.5,362,697)。

本發明方法中作為吸附劑使用之分子篩，較佳者為基於酸性的分子篩而具有二氧化矽與三氧化二鋁之分子比小於 100 之架構，更佳者為分子比大於 10 之架構，例如 20~50。當有水出現時，發現較高二氧化矽沸石更為有效。無論如何，較高二氧化矽材料亦有較少位置用於吸附，因此在芳族進料完全無水時效率較低。

本發明方法中用於吸附帶之分子篩，典型地為粒子形態，例如擠出物、球形體或丸粒，其含有分子篩與膠結劑系統一起改進物理的整體性。膠結劑系統可以是任何數目之非晶質的金屬氧化物，包括三氧化二鋁、二氧化矽、氧化鋯、氧化鈦，較佳者為三氧化二鋁。

吸附帶之溫度維持在 130°C 或以下是很重要的，因為發現在較高溫度操作時會增加副產品碳氫化合物種類之形成，因而增加潛能產量損失。並且，在較高溫度吸附系統操作時，會增加系統的建設及操作成本。較佳者，吸附帶之溫度為 20~125°C，最佳者，吸附帶之溫度為 25~110°C。吸附帶之其他條件並不嚴緊，但是通常包括大氣壓力至 1000 psig 及 0.5~400 WHSV(進料每小時定重空間速度)。從吸附帶退出之芳族流出物實質上無極性雜質，典型地含有低於 0.1 ppm 之極性雜質，較佳者為含有低於 0.03

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (9)

ppm 之極性雜質。

正常吸附帶在固定床型態中，芳族原料為向上流或向下流流過固定床。

操作時，從芳族原料中去除極性雜質的分子篩吸附劑直至達到它的吸附能力。在此階段，吸附劑必須或以去吸附劑如蒸汽或氮剝除而再生，或以在空氣中將吸附劑加熱燒掉吸附的物質而再生。為給與芳族原料的連續處理，吸附帶可包括分子篩吸附劑多重的床，因此當一個床是在再生時，其他的床可供服務。

在本發明吸附步驟用為使用在芳族烷化方法之芳族原料預處理時，吸附帶是位在芳族烷化反應器之上游(流)，且有效的保護烷化觸媒免於在原料中極性中毒。芳族原料係在無烯烴下處理。餵進烷化反應器之任何烯烴係導入吸附帶之下游，因此在芳族原料流與任何烯烴間，除從微量烯烴其也許以微量雜質出現在芳族原料外，無反應發生。在任何情況，吸附帶以反應產生烷化芳族數量，少於芳族原料流之 1 wt.%。更典型者為少於芳族原料流之 0.1 wt.%。

通過吸附帶後，處理過的芳族原料係餵進含有芳族烷化觸媒之芳族烷化反應器中，在該處原料係在帶有烷化劑液體相條件下接觸之。

本發明方法中有用的烷化劑，通常包括任何脂族或芳族有機化合物，其具有一個或更多個有利的烷化脂族能夠與芳族化合物反應，較佳者為與擁有 1~5 個碳原子之烷化

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

族。適用的烷化劑實施例為烯烴，如乙烯、丙烯、丁烯及戊烯；醇類(包括所有一元醇、二元醇、三元醇)如甲醇、乙醇、丙醇、丁醇及戊醇；醛類如甲醛、乙醛、丙醛、丁醛及戊醛；及烷基鹵化物如氯甲烷、氯乙烷、氯丙烷、氯丁烷及氯戊烷。

本發明烷化方法中，輕質烯烴混合物亦有用作烷化劑。因此，乙烯、丙烯、丁烯及戊烯之混合物，其為各類精煉廠流之主要組成，即燃料氣、含有乙烯及丙烯等氣體廠排氣、含有輕質烯烴之石油腦裂解排氣、精煉流動裂解觸媒(FCC)丙烷/丙烯流等為有用的烷化劑。例如，典型的流動裂解觸媒(FCC)輕質烯烴擁有下列組成：

	WT. %	Mole %
乙烷	3.3	5.1
乙烯	0.7	1.2
丙烷	4.5	15.3
丙烯	42.5	46.8
異丁烷	12.9	10.3
n-丁烷	3.3	2.6
丁烯	22.1	18.32
戊烷	0.7	0.4

本發明烷化方法中有用的烷化劑，較佳者為具有 2~5 個碳原子之烯烴，最佳者為乙烯或丙烯。從本發明方法中

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (11)

可得之反應產品包括：從苯與乙烯反應而成之乙苯、從苯與丙烯反應而成之異丙苯、從甲苯與乙烯反應而成之甲乙苯、從甲苯與丙烯反應而成之異丙甲苯、及從苯與 n-丁烯反應而成之 sec-丁苯。較佳之反應產品為乙苯及異丙苯。

芳族烷化觸媒為分子篩，而較佳者為選擇自 β 沸石、MCM-22、MCM-49 及 MCM-56 等沸石之分子篩。同樣的分子篩能如使用於吸附帶者，使用於烷化反應器。

本發明之烷化步驟在下列條件下處理方便，包括溫度 0~500°C、較佳者 50~250°C、壓力 0.2~250 大氣壓、較佳者壓力 5~100 大氣壓、可烷化芳族化合物與烷化劑之比為 0.1 : 1~50 : 1、較佳者為 0.5 : 1~10 : 1，進料每小時定重空間速度 (WHSV) 為 0.1~500 hr⁻¹、較佳者為 0.5~100 hr⁻¹。

當苯用乙烯烷化產生乙苯時，烷化反應較佳者實施條件包括溫度在 150~316°C 間、較佳者為在 205~260°C 間、壓力高達 3000 psig、較佳者為 400~800 psig 間，0.1~20 WHSV (每小時定重空間速度)、較佳者為 1~6 WHSV，基於乙烯進料，且在烷化反應器中苯與乙烯之分子比為 1 : 1~30 : 1、較佳者為 1 : 1~10 : 1。

當苯用丙烯烷化產生異丙苯時，烷化反應較佳者實施條件包括溫度高至 250 例如高至 150°C、在 10~125°C 間；壓力 250 大氣壓或更小、例如在 1~30 大氣壓間；芳族碳氫化合物每小時定重空間速度 (WHSV) 為 5~250 hr⁻¹、較佳者為 5~50 hr⁻¹。

五、發明說明 (12)

芳族碳氫化合物在烷化反應器中與烷化劑反應，產生期望的單烷化芳族產品例如乙苯或異丙苯。然而，烷化產品流將無可避免的含有多烷化種類，其較佳者為分離的而餵進轉烷化帶，在轉烷化觸媒出現下，使與添加的可烷化芳族化合物如苯反應。轉烷化觸媒較佳者為選擇自 β 沸石、TEA-絲光沸石、MCM-22、MCM-49 及 MCM-56 等沸石。轉烷化反應較佳者為在液體相條件下處理。

本發明現將參考下列實施例作較佳的描述：

實施例 1(比較例)：

使用試藥級之苯及乙腈，以苯 99 份(重量計)與乙腈 1 份(重量計)混合配製成混合物。一批次試驗系列實施，用具有二氧化矽與三氧化二鋁之分子比為 26 的 ZSM-5 沸石作為吸附劑。在接觸苯及乙腈混合物之前，ZSM-5 沸石以在 500℃ 鍛燒活化之。在各次試驗，苯及乙腈混合物溶液之固定量，與玻璃容器中在 25℃ 及一大氣壓下變化數量之乾的吸附劑接觸之。12 小時後實施溶液之氣層分析，並以 2wt.%2,3-二甲丁烷加入溶液中當作內參考標準。試驗結果得如下表表 1：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (13)

表 1 ZSM-5 沸石 (SiO₂ : Al₂O₃=26 : 1) 吸附之乙腈

加入溶液 ml	吸附劑進料 g	平衡乙腈濃 度 WT.%	吸附之乙腈 mg/g 吸附劑
10	3.60	0.029	22.7
10	3.15	0.033	25.8
10	1.84	0.146	39.0
10	1.60	0.201	41.9
10	1.20	0.336	46.2
10	0.54	0.645	54.4

在平衡時，使用 ZSM-5 沸石吸附劑吸入乙腈約 55 mg/g 吸附劑。

實施例 2(比較例)：

使用試藥級之甲苯及乙腈，以甲苯 99 份(重量計)與乙腈 1 份(重量計)混合配製成混合物。一批次試驗系列實施，用具有二氧化矽與三氧化二鋁之分子比為 700 : 1 的另一試樣 ZSM-5 沸石作為吸附劑。在接觸甲苯及乙腈混合物之前，ZSM-5 沸石以在 500℃ 鍛燒活化之。如實施例 1 同樣方法，以甲苯及乙腈混合物溶液之固定量，與玻璃容器中在 25℃ 及一大氣壓下變化數量之乾的吸附劑接觸之。12 小時後實施溶液之氣層分析，並以 2wt.% 2,3-二甲丁烷加入溶液中當作內參考標準。試驗結果得如下表表 2：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (14)

表 2 ZSM-5 沸石 (SiO₂ : Al₂O₃=700 : 1) 吸附之乙腈

加入溶液 ml	吸附劑進料 g	平衡乙腈濃 度 WT. %	吸附之乙腈 mg/g 吸附劑
10	4.20	0.092	18.2
10	3.88	0.072	20.1
10	2.05	0.235	31.1
10	1.63	0.271	36.8
10	1.43	0.325	39.3
10	0.71	0.577	48.9

在平衡時，使用 ZSM-5 沸石 (SiO₂ : Al₂O₃=700 : 1) 吸附劑吸入乙腈約 49mg/g 吸附劑，其為稍低於實施例 1 所得之值。

實施例 3：

使用試藥級之甲苯及乙腈，以甲苯 99 份(重量計)與乙腈 1 份(重量計)混合配製成混合物。一批次試驗系列實施，用具有二氧化矽與三氧化二鋁之分子比為 26 : 1 的一試樣 MCM-22 沸石作為吸附劑。在接觸甲苯及乙腈混合物之前，MCM-22 沸石以在 500℃ 鍛燒活化之。如實施例 1 同樣方法，以甲苯及乙腈混合物溶液之固定量，與玻璃容器中在 25℃ 及一大氣壓下變化數量之乾的吸附劑接觸之。12 小時後實施溶液之氣層分析，並以 2wt.% 2,3-二甲丁

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (15)

烷加入溶液中當作內參考標準。試驗結果得如下表表 3：

表 3 MCM-22 沸石 (SiO₂ : Al₂O₃=26 : 1) 吸附之乙腈

加入溶液 ml	吸附劑進料 g	平衡乙腈濃 度 WT.%	吸附之乙腈 mg/g 吸附劑
10	4.48	0.000	18.7
10	3.90	0.000	21.6
10	2.80	0.012	29.6
10	2.14	0.048	37.6
10	1.32	0.203	50.6
10	0.76	0.454	59.4
10	0.71	0.484	60.0

在平衡時，使用 MCM-22 沸石 (SiO₂ : Al₂O₃=26 : 1)) 吸附劑吸入乙腈約 60 mg/g 吸附劑，其為較高於實施例 1 或 2 所得之值。此外，MCM-22 沸石吸附劑在高裝填之乙腈中，從溶液去除乙腈更為有效。達成乙腈之完全去除。

實施例 4：

使用試藥級之甲苯及乙腈，以甲苯 99 份(重量計)與乙腈 1 份(重量計)混合配製成混合物。一批次試驗系列實施，用具有二氧化矽與三氧化二鋁之分子比為 2.5 : 1 的一試樣 13X 沸石作為吸附劑。在接觸甲苯及乙腈混合物之前，13X 沸石以在 500℃ 鍛燒活化之。如實施例 1 同樣

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (16)

方法，以甲苯及乙腈混合物溶液之固定量，與玻璃容器中在 25℃ 及一大氣壓下變化數量之乾的吸附劑接觸之。12 小時後實施溶液之氣層分析，並以 2wt.%2,3-二甲丁烷加入溶液中當作內參考標準。試驗結果得如下表表 4：

表 4 13X 沸石 (SiO₂：Al₂O₃=2.5：1) 吸附之乙腈

加入溶液 ml	吸附劑進料 g	平衡乙腈濃 度 WT.%	吸附之乙腈 mg/g 吸附劑
10	5.83	0.004	14.4
10	3.72	0.007	22.5
10	2.23	0.014	37.2
10	1.68	0.030	48.5
10	0.74	0.085	103.7

在平衡時，使用 13X 沸石 (SiO₂：Al₂O₃=2.5：1)) 吸附劑吸入乙腈至少為 103 mg/g 吸附劑，其為較高於實施例 1、2 或 3 所得之值。

實施例 5：

含有 25 ppm N-甲醯基-1,4-氧氮六園及 200 ppm 水配製之溶液，在氮氛圍氣及約 110℃ 回流條件下，與各分子篩吸附劑接觸之。24 小時後殘餘在溶液中之氮量及吸附劑吸附之氮量，用化學發光量測。結果顯示於表 5：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (17)

表 5

吸 附 劑	吸 附 劑 質 量	溶 液 中 氮 量	吸 附 劑 吸 附 氮 量
USY 沸 石			
250ml 溶 液	0.02	24	9750
50ml 溶 液	0.1	0.3	5500
50ml 溶 液	1	1	859
50ml 溶 液	5	1	331
13X 沸 石			
250ml 溶 液	0.02	24	9500
50ml 溶 液	0.1	7.6	6200
50ml 溶 液	1	1	215
50ml 溶 液	5	1	180
MCM-22 沸 石			
250ml 溶 液	0.02	28	3500
50ml 溶 液	0.1	20	1800
50ml 溶 液	1	1	1200
50ml 溶 液	5	1	148

MCM-22 沸石為過去曾被用在商業化異丙苯廠之觸媒，其在它的可用壽命終了時，從工廠去除後再生。

其實各分子篩試驗顯示對去除 N-甲醯基-1,4-氧氮六環之活性度，USY 沸石及 13X 沸石較 MCM-22 沸石，展示

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (18)

出更高的吸附能力。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

四、中文發明摘要 (發明之名稱： 從芳族原料中去除極性雜質的方法)

一種從含有極性化合物芳族原料(進料)中去除極性化合物的方法，包含
下列步驟：

(a).在吸附帶用選擇作為吸附前述極性化合物之吸附劑接觸原料，前述吸附劑包含具有孔隙之分子篩及/或橫剖面尺寸大於 5.6 埃 (Angstroms)之表面孔隙，且前述吸附帶係在溫度 $\leq 130^{\circ}\text{C}$ 。

(b).從前述吸附帶退出處理過的實質上無前述極性化合物之原料。
所得處理過的原料餵進烷化帶，在液相烷化條件於烷化觸媒出現下，以烷化劑接觸之。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

英文發明摘要 (發明之名稱： Removal of polar contaminants from aromatic feedstocks)

A process for removing polar compounds from an aromatic feedstock containing polar compounds comprising the steps of:

- (a) contacting the feedstock in an adsorption zone with an adsorbent selective for the adsorption of said polar compounds, said adsorbent comprising a molecular sieve having pores and/or surface cavities with cross-sectional dimensions greater than 5.6 Angstroms and said adsorption zone being at a temperature of less than or equal to 130°C ; and
- (b) withdrawing from said adsorption zone a treated feedstock which is substantially free of said polar compounds.

The resultant treated feedstock is fed to an alkylation zone for contact under liquid phase alkylation conditions with an alkylating agent in the presence of an alkylation catalyst.

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

六、申請專利範圍

1.一種從含有極性化合物芳族原料(進料)中去除極性化合物的方法，前述方法包含下列步驟：

(a).在吸附帶用選擇作為吸附前述極性化合物之吸附劑接觸前述原料，前述吸附劑包含具有孔隙之分子篩及/或橫剖面尺寸大於 5.6 埃之表面孔隙，且前述吸附帶係在溫度 $\leq 130^{\circ}\text{C}$ ；及

(b).從前述吸附帶退出處理過的而實質上無前述極性化合物之原料。

2.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中分子篩具有橫剖面尺寸大於 5.6 埃之孔隙。

3.如申請專利範圍第 2 項之方法，其中分子篩選擇自 X 沸石、Y 沸石、Ultrastable Y(USY)、ZSM-12、絲光沸石、 β 沸石、L 沸石及 Ω 沸石等族群所組成。

4.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中分子篩具有橫剖面尺寸大於 5.6 埃之表面孔隙。

5.如申請專利範圍第 4 項之方法，其中分子篩選擇自 MCM-22、MCM-49 及 MCM-56 等族群組成。

6.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中分子篩具有二氧化矽與三氧化二鋁之分子比小於 100。

7.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中前述溫度為 $20\sim 125^{\circ}\text{C}$ 。

8.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中前述溫度更佳者為 $25\sim 110^{\circ}\text{C}$ 。

9.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中處理過的原料

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

含有小於 0.1 ppm 前述極性化合物。

10.一種芳族烷化方法，包含下列步驟：

(a).在吸附帶用選擇作為吸附前述極性化合物之吸附劑，接觸含有極性化合物芳族原料，前述吸附劑包含具有孔隙之分子篩及/或橫剖面尺寸大於 5.6 埃之表面孔隙，且前述吸附帶係在溫度 $\leq 130^{\circ}\text{C}$ ；

(b).從前述吸附帶退出處理過的而實質上無前述極性化合物之原料；

(c).使前述處理過的原料通過含有烷化觸媒包含分子篩之烷化作用帶，及在前述烷化作用帶於液體相烷化條件下，以烷化劑接觸前述處理過的原料，那麼就可產製烷化芳族化合物。

11.如申請專利範圍第 10 項之方法，其中烷化觸媒包含分子篩選擇自 β 沸石、MCM-22、MCM-49 及 MCM-56 等族群所組成。

12.如申請專利範圍第 10 項之方法，其中芳族原料為苯而烷化劑為乙烯或丙烯。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線