



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0042796

(51)^{2021.01} C07C 2/08; B01J 8/06; C07C 11/107

(13) B

(21) 1-2022-03714

(22) 30/12/2019

(86) PCT/RU2019/001045 30/12/2019

(87) WO/2021/137713 08/07/2021

(45) 27/01/2025 442

(43) 26/09/2022 414

(73) PUBLIC JOINT STOCK COMPANY "SIBUR HOLDING" (PJSC "SIBUR HOLDING") (RU)

Eastern Industrial Area, building 30, Block 1, N 6, Tyumen Region, g. Tobolsk, 626150, Russian Federation

(72) KULCHAKOVSKII, Petr Ivanovich (RU); ARKATOV, Oleg Leonidovich (RU).

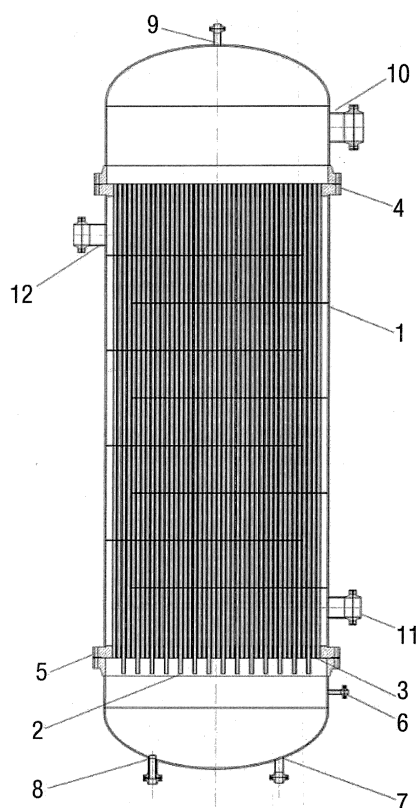
(74) CÔNG TY TRÁCH NHIỆM HỮU HẠN TƯ VẤN ĐẦU TƯ VÀ SỞ HỮU TRÍ TUỆ INTERFIVE (INTERFIVE CO., LTD)

(54) QUY TRÌNH TRIME HÓA ETYLEN VÀ THIẾT BỊ TRIME HÓA ETYLEN

(21) 1-2022-03714

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất alpha-olefin mạch thẳng, cụ thể là hexen-1. Quy trình trime hóa etylen theo sáng chế được thực hiện trong thiết bị đảm bảo trao đổi nhiệt và khối ổn định, và bao gồm các bước sau: nạp hỗn hợp chất xúc tác bao gồm hệ chất xúc tác và dung môi hữu cơ vào phần đáy của thiết bị trime hóa được trang bị dụng cụ phân phối; nạp etylen vào phần đáy của thiết bị trực tiếp dưới dụng cụ phân phối, trong đó tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 0,8 đến 3; cho etylen tiếp xúc với hệ chất xúc tác trên phía ống của thiết bị, được thể hiện bằng sự kết hợp của các ống nhóm thứ nhất và các ống nhóm thứ hai được cố định trong tấm ống trên và trong tấm ống dưới, để tạo thành dòng hai pha bao gồm hexen-1; tách dòng hai pha trong phần đỉnh của thiết bị thành pha khí và pha lỏng, tiếp theo là rút pha khí và phần nhỏ hơn của pha lỏng khỏi thiết bị, và vận chuyển phần lớn hơn của pha lỏng cho tuần hoàn vào phần ống của thiết bị. Quy trình trime hóa etylen theo sáng chế cung cấp sự chuyển khối ổn định và tuần hoàn tự nhiên ổn định trong thiết bị với tỷ lệ tuần hoàn là 45-50, do đó, cho phép tăng chuyển đổi etylen thành hexen-1.

FIG.1



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất alpha-olefin mạch thẳng, cụ thể là hexen-1, trong thiết bị có sự tuần hoàn tự nhiên của dòng phản ứng, đảm bảo trao đổi nhiệt/khối ổn định và thiết bị này để trime hóa etylen.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Alpha-olefin là chất phản ứng trung gian phổ biến hữu ích trong các lĩnh vực khác nhau của ngành công nghiệp hóa học và hóa dầu để sản xuất các chất hoạt động bề mặt, chất bôi trơn khác nhau, chất hóa dẻo và polyolefin. Đặc biệt, hexen-1 là chất có nhu cầu cao nhất, ví dụ, để sản xuất polyetylen mạch thẳng mật độ thấp, trung bình và cao, cùng với các sản phẩm có giá trị tương đương khác.

Một trong những phương pháp sản xuất hexen-1 là trime hóa chọn lọc etylen trong điều kiện chuyển đổi xúc tác pha lỏng. Nhu cầu thiết yếu đối với thiết bị để thực hiện quy trình trime hóa etylen là sự ổn định của các điều kiện trao đổi nhiệt và khối tại mỗi điểm của thiết bị, đặc biệt, sự vắng mặt của các vùng tăng hoặc giảm cục bộ các giá trị nhiệt độ dòng phản ứng hoặc nồng độ của các chất phản ứng.

Do đó, sự khác biệt về cấu trúc của thiết bị được sử dụng để trime hóa etylen tạo ra ảnh hưởng đáng kể đến hiệu quả của quy trình trime hóa etylen, đặc biệt là đối với tốc độ quy trình, độ chọn lọc và chuyển đổi etylen thành hexen-1, khi quy trình nói trên được thực hiện.

Ví dụ, được biết đến trong lĩnh vực này (RU2040940 C [Cheboskarskoe proizvodstvennoe ob'yedinenie "Khimprom", 27.01.92]) là thiết bị nâng khí có thể được sử dụng để thực hiện trime hóa etylen. Thiết bị này bao gồm vỏ hình trụ thẳng đứng với bó gồm các ống bọt khí và tuần hoàn và các tấm ống, khoang trên có các đĩa thẳng đứng, khoang dưới có dụng cụ phân phối khí, mà sau này được tạo kết cấu như một vách ngăn ngang với các lỗ có trục trùng với trục của các ống bọt khí. Thiết bị được đề xuất được phân biệt bởi sự có mặt của các mảnh chéo thẳng đứng trong khoang dưới được dịch chuyển khỏi các đĩa trong khoang trên theo cách mà kênh đa thông được hình thành để truyền pha lỏng từ đầu nối đầu vào đến đầu nối đầu ra.

Thiết kế theo sáng chế của thiết bị cho phép tăng cường trao đổi nhiệt trong thiết bị, đây là yếu tố cực kỳ quan trọng để tiến hành các quy trình có hiệu ứng nhiệt đáng kể, cũng thuộc về quy trình trimer hóa etylen.

Đặc điểm bất lợi của thiết kế của thiết bị này là sự hiện diện của các vùng không hoạt động chiếm dụng khí. Hơn nữa, thiết kế được bảo hộ của thiết bị chỉ cung cấp sự tuần hoàn cưỡng bức của pha lỏng do sự hiện diện của các mảnh chéo trong khoang dưới của thiết bị, mặc dù thiết kế đã nêu không cho phép hoàn toàn tránh được sự phân bố không đồng đều của khí và pha lỏng trong ống trong một bó ống riêng lẻ của một đường chuyển. Do đó, các vùng ứ đọng hoặc các điểm nóng cục bộ có khả năng cao xảy ra trong một số ống của bó ống của một đường chuyển.

Ngoài ra, sự hiện diện của các vùng ứ đọng làm tăng khả năng tắc nghẽn các lỗ bên trong thiết bị với các sản phẩm phụ phản ứng, do đó làm cho việc sử dụng thiết bị này cực kỳ không mong muốn trong các quá trình có thể kèm theo sự kết tủa của chất rắn, các hợp chất có trọng lượng phân tử cao và/hoặc các hợp chất có độ nhớt cao. Tại thời điểm đó, quá trình trimer hóa etylen cũng liên quan đến các quá trình thuộc loại này.

Từ những điều đã nói ở trên, việc sử dụng thiết bị có thiết kế này để trimer hóa etylen là không mong muốn do có một số khiếm khuyết không cho phép thực hiện các quy trình ở tốc độ cao và ở tốc độ chuyển hóa etylen thành hexen-1 đạt yêu cầu.

Việc sử dụng thiết bị được tạo kết cấu để có sự tuần hoàn tự nhiên của pha lỏng bằng cách duy trì sự chênh lệch cấu hình áp suất trong các ống có chiều dài khác nhau dường như là hiệu quả nhất.

Phương pháp tương tự thuộc tình trạng kỹ thuật gần nhất của sáng chế là phương pháp sản xuất alpha-olefin mạch thẳng trong thiết bị bọt khí được trang bị đĩa phân phối khí, được mô tả trong WO2018116176 A [Sabic Global Technologies B.V., 28.06.18]. Quy trình này bao gồm các bước: đưa hệ chất xúc tác và phần dung môi thứ nhất vào phần đỉnh của thiết bị, đưa phần dung môi thứ hai vào/phía trên đĩa phân phối khí và cung cấp dòng nạp vào phần đáy của thiết bị.

Chế độ hoạt động này của thiết bị cho phép giảm đáng kể sự lắng đọng của polyme sản phẩm phụ trên thành của thiết bị. Tuy nhiên, giống như RU2040940, nó không giải quyết được cả vấn đề hình thành các vùng ứ đọng và vấn đề hình thành các vùng xảy ra sự gia tăng cục bộ nhiệt độ dòng phản ứng ('điểm nóng'), điều này cuối cùng có thể dẫn đến giảm độ chọn lọc và tỷ lệ chuyển đổi của quy trình.

Do đó, có một mục tiêu liên quan là phát triển quy trình trime hóa etylen trong thiết bị có sự tuần hoàn tự nhiên của dòng phản ứng, cung cấp sự trao đổi nhiệt và khối ổn định, do đó, cho phép đạt được tốc độ phản ứng trime hóa cao và chuyển đổi etylen thành hexen-1.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là phát triển quy trình trime hóa chọn lọc etylen, khác biệt ở chỗ tốc độ xử lý cao và chuyển hóa etylen thành hexen-1 cao, trong thiết bị có tuần hoàn tự nhiên của dòng phản ứng, đảm bảo trao đổi nhiệt và khối ổn định.

Kết quả kỹ thuật nằm ở việc phát triển quy trình trime hóa chọn lọc etylen trong thiết bị đảm bảo trao đổi khối ổn định, tuần hoàn tự nhiên ổn định với tốc độ tuần hoàn 45-50, tăng tốc độ hòa tan etylen trong dung môi và tăng chuyển đổi etylen thành hexen-1.

Kết quả kỹ thuật còn nằm ở việc phát triển thiết kế thiết bị trong đó dụng cụ rút pha lỏng được đặt ở độ cao tối ưu, nhờ đó ảnh hưởng đến sự tuần hoàn của dòng phản ứng và kết quả là sự trao đổi nhiệt và khối trong thiết bị hoàn toàn có thể tránh được.

Kết quả kỹ thuật khác nằm ở chỗ không có sự lắng đọng của các sản phẩm phụ trên bề mặt của thiết bị phản ứng.

Kết quả kỹ thuật nữa là hiệu suất của quy trình trime hóa etylen trong điều kiện đẳng nhiệt, tốt hơn theo quan điểm của động học phản ứng.

Vấn đề kỹ thuật này được giải quyết và kết quả kỹ thuật mong muốn đạt được bởi quy trình được đề xuất bao gồm các bước sau:

- nạp hỗn hợp chất xúc tác bao gồm hệ chất xúc tác và dung môi hữu cơ vào phần đáy của thiết bị trime hóa được trang bị dụng cụ phân

phối,

- nạp etylen vào phần đáy của thiết bị trực tiếp dưới dụng cụ phân phối, trong đó tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 0,8 đến 3;

- cho etylen tiếp xúc với hệ chất xúc tác trên phần ống của thiết bị, được tạo thành bởi sự kết hợp của các ống nhóm thứ nhất và các ống nhóm thứ hai được cố định trong tấm ống trên và trong tấm ống dưới, để tạo thành dòng hai pha bao gồm hexen-1;

- tách dòng hai pha trong phần đỉnh của thiết bị thành pha khí và pha lỏng, tiếp theo là rút pha khí và phần nhỏ hơn của pha lỏng ra khỏi thiết bị, và vận chuyển phần lớn hơn của pha lỏng cho tuần hoàn vào phần ống của thiết bị.

Hơn nữa, vấn đề kỹ thuật này được giải quyết và đạt được kết quả kỹ thuật mong muốn nhờ thiết bị được đề xuất để trimer hóa etylen với tuần hoàn tự nhiên của dòng phản ứng, đảm bảo trao đổi nhiệt và khối ổn định và trong đó quy trình nói trên theo sáng chế có thể được thực hiện.

Thiết bị theo sáng chế bao gồm ít nhất ba phần được tùy ý ngăn cách hoạt động với nhau bằng các vách ngăn. Trong đó:

- dụng cụ cung cấp etylen và hỗn hợp chất xúc tác, và dụng cụ phân phối được bố trí ở phần đáy của thiết bị;
- các ống nhóm thứ nhất và các ống nhóm thứ hai được cố định trong các tấm ống trên và dưới được bố trí trong phần ống của thiết bị;
- dụng cụ rút pha khí và dụng cụ rút pha lỏng được bố trí ở phần đỉnh của thiết bị, trong đó dụng cụ rút pha lỏng được bố trí cao hơn ít nhất 300 mm, tốt hơn là 400 mm trở lên, tốt nhất là 500 mm trở lên, so với tấm ống trên.

Theo mục đích của sáng chế, 'tính ổn định của trao đổi nhiệt và khối trong thiết bị' có nghĩa là sự ổn định của các thông số (công thức, nhiệt độ, tốc độ dòng chảy, v.v.) cho mỗi điểm của dòng theo thời gian.

Theo mục đích của sáng chế, 'tính ổn định hoạt động của thiết bị' có nghĩa là phương thức hoạt động của thiết bị đó, các thông số của thiết bị này trở lại trạng thái ban đầu sau khi loại bỏ nhiễu.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "về cơ bản" có nghĩa là độ lệch, trong phạm vi sai số có thể chấp nhận được, đối với một giá trị cụ thể được xác định bởi người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là biểu đồ minh họa thiết kế của thiết bị theo sáng chế trong mặt cắt dọc.

Fig. 2 là biểu đồ minh họa thiết kế của thiết bị theo sáng chế trong mặt cắt ngang.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các khía cạnh khác nhau của sáng chế được mô tả dưới đây.

Theo sáng chế, quy trình trime hóa etylen bao gồm các bước sau:

- nạp hỗn hợp chất xúc tác bao gồm hệ chất xúc tác và dung môi hữu cơ vào phần đáy của thiết bị trime hóa được trang bị dụng cụ phân phối,
- nạp etylen vào phần đáy của thiết bị trực tiếp dưới dụng cụ phân phối, trong đó tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 0,8 đến 3;
- cho etylen tiếp xúc với hệ chất xúc tác trong phần ống của thiết bị, được thể hiện bởi sự kết hợp của các ống nhóm thứ nhất và các ống nhóm thứ hai, trong đó các ống của cả hai nhóm được cố định trong tấm ống trên và trong tấm ống dưới, để tạo thành dòng hai pha chứa hexen-1;
- tách dòng hai pha trong phần đỉnh của thiết bị thành pha khí và pha lỏng, tiếp theo là rút pha khí và phần nhỏ hơn của pha lỏng ra khỏi thiết bị, và vận chuyển phần lớn hơn của pha lỏng cho tuần hoàn vào phần ống của thiết bị.

Theo sáng chế, hệ chất xúc tác được nạp vào phần đáy của thiết bị trime hóa bao gồm nguồn crom, phối tử chứa nitơ, alkyl nhôm và ít nhất một hợp chất kẽm.

Nguồn crom có thể là các hợp chất crom hữu cơ và/hoặc vô cơ. Trạng thái oxy hóa của crom có thể thay đổi và có thể là +1, +2, +3, +4, +5 và +6. Nói chung, nguồn crom là hợp chất có công thức CrX_n , trong đó X có thể giống hoặc khác và n là số nguyên từ 1 đến 6. X có thể là nhóm thế hữu cơ hoặc vô cơ. Nhóm thế hữu cơ X có thể có từ 1 đến 20 nguyên tử carbon và có thể là nhóm alkyl, nhóm alkoxy, nhóm carboxy, axetylaxetonat, nhóm amino, nhóm amido, v.v.. Nhóm thế vô cơ X thích hợp là halogenua, sunfat, crom oxit, v.v.. Ví dụ về các hợp chất crom bao gồm: crom (III) clorua, crom (III) axetat, crom (III) 2-ethylhexanoat, crom (III) axetylaxetonat, crom (III) pyrolit, crom (II) axetat, crom (IV) dioxit diclorua (CrO_2Cl_2), v.v..

Đặc biệt, phối tử chứa nitơ tạo nên một phần của hệ chất xúc tác là hợp chất hữu cơ bao gồm gốc vòng pyrole, tức là vòng thơm năm cạnh với một nguyên tử nitơ. Các phối tử chứa nitơ thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn ở, pyrole, 2,5-dimethylpyrol, liti pyrolit $\text{C}_4\text{H}_4\text{NLi}$, 2-ethylpyrol, 2-allylpyrol, indol, 2-metylindol, 4,5,6,7-tetrahydroindol. Pyrol hoặc 2,5-dimethylpyrol là thích hợp nhất.

alkyl nhôm có thể là hợp chất alkylal nhôm, hợp chất alkylal nhôm halogen hóa, hợp chất alkoxyalkylal nhôm và các hỗn hợp của chúng. Việc sử dụng các hợp chất chưa tiếp xúc với nước (hợp chất chưa bị thủy phân) và được biểu diễn bằng các công thức chung AlR_3 , AlR_2X , AlRX_2 , AlR_2OR , AlRXOR và/hoặc $\text{Al}_2\text{R}_3\text{X}_3$, trong đó R là nhóm alkyl, X là nguyên tử halogen, thích hợp hơn để cải thiện tính chọn lọc. Các hợp chất alkylal nhôm thích hợp bao gồm, nhưng không giới hạn ở, trietylal nhôm, dietyl nhôm clorua, tripropyl nhôm, triisobutylal nhôm, etoxit dietyl nhôm và/hoặc etylal nhôm sesquiclorua, hoặc các hỗn hợp của chúng. Trietyl nhôm hoặc hỗn hợp của trietyl nhôm và dietyl nhôm clorua là tốt nhất.

Một hoặc nhiều hợp chất kẽm được sử dụng trong hệ chất xúc tác để trime hóa etylen. Hợp chất kẽm có thể được sử dụng như một hợp chất riêng lẻ và trong hỗn hợp với các hợp chất khác, ví dụ, ở dạng dung dịch hydrocarbon.

Các hợp chất kẽm có thể được thêm trực tiếp vào hệ chất xúc tác trong bước điều chế hệ chất xúc tác hoặc riêng rẽ vào thiết bị trime hóa.

Hợp chất kẽm được sử dụng như chất hoạt hóa bổ sung cho trung tâm chất xúc tác, đặc biệt là crom. Để cải thiện độ ổn định, tốt hơn là sử dụng hợp chất kẽm trong trường hợp không có khả năng nhìn thấy và chiếu xạ tia cực tím.

Hợp chất kẽm có thể là kẽm kim loại, cặp kẽm-đồng, kẽm hoạt tính, các hợp chất kẽm alkyl, đặc biệt, kẽm dimetyl, dietyl và dibutyl, các hợp chất kẽm aryl như kẽm diphenyl và ditolyl, kẽm amit, đặc biệt, kẽm pyrolit và phức kẽm porphyrin, kẽm oxygenat (bao gồm các kẽm focmat, kẽm axetat, kẽm axetat bazơ, kẽm 2-ethylhexanoat và kẽm carboxylat khác), kẽm halogenua, cụ thể là kẽm clorua khan, và các dạng kết hợp của chúng. Tốt hơn là sử dụng các hợp chất kẽm hòa tan trong dung môi được sử dụng trong quá trình trime hóa etylen.

Các thành phần của hệ chất xúc tác có thể được trộn bằng bất kỳ phương pháp kỹ thuật thông thường nào thuộc tình trạng kỹ thuật. Các thành phần của hệ chất xúc tác có thể được trộn lẫn theo thứ tự bất kỳ. Tốt hơn là thêm alkyl nhôm vào hỗn hợp của nguồn crom và phối tử chứa nito.

Trong khi đó, tốt hơn là kích hoạt thêm alkyl nhôm bằng bức xạ UHF (vi sóng).

Tỷ lệ các thành phần của hệ chất xúc tác, bao gồm các hợp chất kẽm, có thể khác nhau. Tỷ lệ mol nhôm:crom có thể từ 5:1 đến 500:1, tốt nhất là từ 10:1 đến 100:1, tốt nhất là từ 20:1 đến 50:1. Tỷ lệ mol phối tử:crom có thể thay đổi từ 2:1 đến 50:1, tốt hơn là từ 2,5:1 đến 5:1. Tỷ lệ mol kẽm:crom có thể thay đổi từ 2:1 đến 100:1, tốt nhất là từ 5:1 đến 50:1.

Hệ chất xúc tác đã điều chế có thể được thêm vào thiết bị trime hóa bằng bất kỳ phương pháp kỹ thuật nào đã biết ở dạng pha loãng hoặc không pha loãng. Theo sáng chế, tốt hơn là hòa tan hệ chất xúc tác trong dung môi để tạo ra hỗn hợp chất xúc tác, sau đó đưa hỗn hợp thu được vào thiết bị trime hóa. Tốt hơn là sử dụng dung môi hydrocarbon bão hòa hoặc hỗn hợp của chúng làm dung môi.

Dung môi hydrocarbon, ví dụ, hợp chất alkan, hợp chất xycloalkan, hỗn hợp của các hợp chất alkan và/hoặc xycloalkan khác nhau, được sử dụng làm dung môi trong quy trình trime hóa etylen. Dung môi hydrocarbon hoặc thành phần dung môi thích hợp là heptan, xyclohexan, undecan, đặc biệt ưu tiên hơn là xyclohexan hoặc

heptan. Dung môi hydrocarbon cũng có thể bao gồm các hydrocarbon không no, chẳng hạn như olefin (buten, octen, decen, v.v.) hoặc các hợp chất thơm (etyl benzen, toluen, v.v.). Tuy nhiên, tốt hơn là hàm lượng olefin và các hợp chất thơm, được kết hợp với nhau, nhỏ hơn 4% trọng lượng.

Theo sáng chế, thiết bị trime hóa etylen là thiết bị nâng khí dạng vỏ và ống bọt khí bao gồm một hoặc nhiều phần vỏ và ống thẳng đứng xác định vỏ chứa với các dụng cụ để bơm thuốc thử và rút các sản phẩm phản ứng, dụng cụ để đưa vào và loại bỏ chất truyền nhiệt, ở đỉnh và đáy của hai nhóm ống được cố định bằng các tấm ống.

Theo phương án được ưu tiên của quy trình, một nhóm ống nằm ngoài tấm ống dưới, trong khi nhóm ống thứ hai được tạo kết cấu để các đầu của chúng được định vị về cơ bản ngang bằng với tấm ống dưới. Các ống nhóm thứ nhất nhô ra từ 10 đến 150 mm, tốt hơn là từ 50 mm đến 100 mm, vượt ra ngoài tấm ống dưới, trong đó các phần nhô ra của các ống nhóm thứ nhất có thể có cả chiều dài bằng nhau và chiều dài khác nhau.

Điều kiện không thể thiếu để thiết bị hoạt động hiệu quả là sự phân bố đều đặn cách đều nhau của các ống nhóm thứ nhất trong thể tích của thiết bị, tức là sự phân bố của các ống cân bằng vận tốc pha lỏng trong toàn bộ thể tích của thiết bị và loại bỏ các vùng ứ đọng.

Đường kính bên trong của ống nhóm thứ nhất và ống nhóm thứ hai từ 25 đến 50 mm, tốt hơn là từ 25 đến 40 mm. Việc sử dụng các ống nhóm thứ nhất và các ống nhóm thứ hai có đường kính bên trong trên 50 mm làm giảm sự trao đổi nhiệt trong thiết bị, trong khi việc sử dụng các ống có đường kính bên trong nhỏ hơn 25 mm làm tăng đáng kể mức tiêu thụ kim loại của quy trình, điều này cực kỳ không mong muốn khi giải pháp theo sáng chế được triển khai trong công nghiệp. Theo sáng chế, đường kính bên trong thích hợp nhất của ống là 32 mm.

Đường kính của ống nhóm thứ nhất và ống nhóm thứ hai có thể giống nhau hoặc khác nhau, tuy nhiên nên sử dụng ống nhóm thứ hai có đường kính lớn hơn ống nhóm thứ nhất để mở rộng vùng tiếp xúc khí-lỏng.

Tỷ lệ số lượng của các ống nhóm thứ nhất với số lượng của các ống nhóm thứ hai là từ 1: 1,25 đến 1: 5. Tốt hơn là ít nhất một ống nhóm thứ nhất tiếp giáp với mỗi ống nhóm thứ hai trong mặt cắt dọc. Tốt hơn nữa, mỗi ống nhóm thứ nhất được bao quanh theo chu vi bởi các ống nhóm thứ hai ở mặt cắt dọc. Sự sắp xếp các ống này đạt được với tỷ lệ khoảng 1:2.

Theo một phương án, các ống nhóm thứ nhất là ống tuần hoàn, trong khi các ống nhóm thứ hai là ống bọt khí.

Kích thước tổng thể của thiết bị, số lượng phân vỏ và ống, số lượng ống trong một phân, cũng như tổng số ống trong thiết bị được lựa chọn trên cơ sở các yêu cầu của ứng dụng cụ thể của thiết bị.

Theo một số phương án của quy trình, chiều cao của thiết bị là từ 2 đến 20 m, tốt hơn là từ 4 đến 15 m, tốt nhất là từ 6 đến 12 m, đường kính của thiết bị là từ 1,0 đến 4,5 m, tốt hơn là từ 1,5 đến 4 m, tốt nhất là từ 2 đến 3,5 m.

Các dụng cụ bơm thuốc thử bao gồm dụng cụ nạp hỗn hợp chất xúc tác và dụng cụ nạp etylen, trong khi dụng cụ rút sản phẩm phản ứng bao gồm dụng cụ rút pha lỏng và dụng cụ rút pha khí.

Các dụng cụ bơm thuốc thử được đặt ở phần đáy của thiết bị trime hóa etylen. Tốt hơn là dụng cụ nạp etylen được đặt ngay đáy của thiết bị trime hóa, dưới mức của dụng cụ bơm hỗn hợp chất xúc tác.

Dụng cụ nạp etylen bao gồm ít nhất ba ống dẫn khí vào, tốt hơn là ít nhất sáu ống dẫn khí vào, tốt nhất là bảy ống dẫn khí vào.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng hiệu quả phân phối etylen tối đa đạt được khi etylen được nạp qua bảy ống dẫn khí vào, sáu trong số đó được bố trí ở đáy của thiết bị theo một góc với trục trung tâm của thiết bị, trong khi ống thứ bảy là được định vị dọc theo trục trung tâm, thường ở đáy của thiết bị. Góc nghiêng của sáu ống dẫn khí vào tốt hơn là 15° so với trục trung tâm của thiết bị.

Đường kính của các ống dẫn khí vào theo sáng chế được chọn trên cơ sở lưu lượng khối lượng yêu cầu của etylen, và là từ 50 đến 200 mm, tốt hơn là không lớn hơn 150 mm, tốt nhất là 100 mm. Các đường kính của các ống dẫn khí vào có thể

giống nhau hoặc khác nhau, mặc dù nên sử dụng các ống dẫn khí vào có cùng đường kính để đạt được sự phân bố đồng đều các bọt khí etylen có kích thước nhất định trong toàn bộ thể tích phản ứng của thiết bị.

Dụng cụ rút sản phẩm phản ứng được đặt ở phần đỉnh của thiết bị trime hóa etylen. Hơn nữa, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng dụng cụ rút pha lỏng ra khỏi thiết bị trime hóa phải được bố trí cao hơn tám ống trên, cụ thể là cao hơn ít nhất 300 mm, tốt hơn là cao hơn ít nhất 400 mm, tốt nhất là cao hơn ít nhất là 500 mm. Việc tuân thủ điều kiện này sẽ cho phép giảm thiểu khả năng mất đi sự đồng nhất và ổn định của dòng tuần hoàn và do đó, loại trừ ảnh hưởng đến sự trao đổi nhiệt và khối trong thiết bị.

Để đạt được kết quả kỹ thuật theo sáng chế, thiết bị trime hóa etylen phải bao gồm ít nhất dụng cụ phân phối theo tình trạng kỹ thuật, ví dụ, khay phân phối, khối xếp, đĩa đục lỗ, v.v..

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "dụng cụ phân phối" liên quan đến dụng cụ có kết cấu bất kỳ với nhiều lỗ đảm bảo sự phân bố đồng nhất của dòng khí trong thiết bị phản ứng.

Tốt hơn là nên đặt ít nhất một dụng cụ phân phối ở phần đáy của thiết bị, phía trên các ống dẫn khí vào để cung cấp etylen. Tại đó, điều kiện tiên quyết bắt buộc để dụng cụ phân phối hoạt động hiệu quả là phân bố đồng đều các lỗ dọc theo toàn bộ bề mặt của dụng cụ.

Đường kính của các lỗ của dụng cụ phân phối tốt hơn là nhỏ hơn 2 mm, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,5 mm, tốt nhất là nhỏ hơn 1 mm. Việc sử dụng dụng cụ phân phối với các kích thước hình học như vậy của các lỗ sẽ tăng cường quá trình trao đổi khối và nâng cao chuyển đổi trime hóa etylen bằng cách mở rộng bề mặt giao diện tương tác của các bọt khí etylen và do đó, tăng lượng etylen hòa tan trong hỗn hợp chất xúc tác.

Fig. 1 là sơ đồ minh họa thiết bị theo sáng chế, bao gồm phần vỏ và ống thẳng đứng 1 với các ống tuần hoàn 2 và bọt khí 3 được cố định trong tám ống trên 4 và tám ống dưới 5. Dụng cụ nạp hỗn hợp chất xúc tác 6 và dụng cụ nạp etylen 7, cũng như

dụng cụ phân phối 8, được bố trí ở phần đáy của thiết bị. Phần đỉnh của thiết bị được trang bị dụng cụ rút pha khí 9 và dụng cụ rút pha lỏng 10. Khoảng không gian giữa các ống của thiết bị được cung cấp với các dụng cụ để nạp 11 và rút 12 của tác nhân truyền nhiệt.

Thiết bị trime hóa theo sáng chế hoạt động ở chế độ sau:

1. Hỗn hợp chất xúc tác, thu được bằng cách hòa tan hệ chất xúc tác trong dung môi, được cung cấp vào phần đáy của thiết bị thông qua dụng cụ nạp hỗn hợp chất xúc tác 6. Hỗn hợp chất xúc tác lấp đầy toàn bộ thể tích tự do trên phần ống (phía ống) của thiết bị.

2. Etylen sau đó được đưa vào phần đáy của thiết bị thông qua dụng cụ nạp etylen 7.

3. Etylen dâng lên cao đến tấm ống dưới 5 rồi đi vào các ống bọt khí 3;

4. Dưới ảnh hưởng của etylen, hỗn hợp chất xúc tác bắt đầu bám lên các ống bọt khí, và kết quả là dòng hai pha, là sự phân tán của các bọt khí etylen trong hỗn hợp chất xúc tác, đến phần đỉnh của thiết bị, dòng này được tách ra;

5. Pha khí được rút ra khỏi thiết bị thông qua dụng cụ rút pha khí 9;

6. Phần lớn hơn của pha lỏng, do tác động của trọng lực, bắt đầu đi xuống các ống tuần hoàn 2, trong khi phần nhỏ hơn của pha lỏng được rút ra thông qua dụng cụ rút pha lỏng 10.

Etylen và hỗn hợp chất xúc tác có thể được đưa vào thiết bị trime hóa theo bất kỳ trình tự nào, mặc dù theo sáng chế tốt hơn là nạp hỗn hợp chất xúc tác vào, sau đó là định lượng etylen, theo đó dòng hai pha hình thành, là sự phân tán của bọt khí etylen trong hỗn hợp chất xúc tác.

Điều kiện không thể thiếu để đạt được kết quả kỹ thuật theo sáng chế là duy trì tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen được cung cấp cho thiết bị trime hóa và lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác trong khoảng từ 0,8 đến 3, tốt hơn là từ 1 đến 2, tốt nhất là 1,2-1,3. Tỷ lệ này cho phép đạt được vận tốc của sự phân tán bọt khí etylen trong hỗn hợp chất xúc tác trong các ống trong khoảng 1-4 m/s, tốt hơn là 1-2 m/s, và do đó tăng cường quá trình trộn etylen và hỗn hợp chất xúc tác trên phía ống của thiết bị

trime hóa, nâng cao hàm lượng khí etylen trong hỗn hợp chất xúc tác và do đó, tăng cường chuyển đổi etylen thành hexen-1.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng nhiệt độ của quy trình trime hóa etylen là rất quan trọng để đạt được kết quả kỹ thuật mong muốn trong quy trình theo sáng chế này. Thực hiện quy trình trime hóa etylen ở nhiệt độ 80°C trở xuống cho phép đạt được tốc độ chuyển hóa etylen thành hexen-1 cao, mặc dù các sản phẩm phụ được hình thành ở nhiệt độ này không hòa tan trong dòng phản ứng và kết quả là tạo thành cặn trên thành của thiết bị phản ứng. Chạy quy trình ở nhiệt độ trên 120°C có thể dẫn đến tốc độ chuyển hóa etylen thành hexen-1 thấp. Theo quan điểm ở trên, phạm vi nhiệt độ 80 đến 120°C là phạm vi nhiệt độ thích hợp cho quy trình trime hóa etylen, với phạm vi nhiệt độ 90 đến 120°C là thích hợp hơn và phạm vi 100 đến 115°C là thích hợp nhất.

Theo quy trình được đề xuất, dòng chảy ra khỏi thiết bị có thể chứa các lượng nhỏ của hệ chất xúc tác, sản phẩm mục tiêu, sản phẩm phụ và dung môi.

Dòng ra khỏi thiết bị có thể được xử lý bằng chất khử hoạt tính lượng nhỏ hệ chất xúc tác. Các chất khử hoạt tính thích hợp theo tình trạng kỹ thuật là nước, rượu, amin, rượu amin hoặc hỗn hợp của chúng, cùng với các chất hấp thụ khác nhau, chẳng hạn như silica gel, alumin, nhôm silicat hoặc hỗn hợp của chúng với nước, rượu, amin, rượu amin. Ví dụ: metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, tert-butanol, 2-ethylhexanol, etylen glycol, propylen glycol, trietylen glycol, polyetylen glycol hoặc hỗn hợp của chúng có thể được sử dụng làm rượu. Các amin làm ví dụ thích hợp là amoni, metylamin, dimethylamin, trimethylamin, etylamin, diethylamin, triethylamin, tri-n-propylamin, diisopropyletylamin, tri-n-butylamin, piperazin, pyridin, etylenglycol, diethylamin hoặc hỗn hợp của chúng. Ví dụ về rượu amin bao gồm etanolamin, dietanolamin, trietanolamin, metyldietanolamin, dodecyldietanolamin, 1-amino-2-propanol hoặc hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là rượu hoặc rượu amin được đưa vào silica gel được sử dụng làm chất khử hoạt tính.

Các tính năng và ưu điểm khác của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng hơn đầy đủ hơn từ các phương án được ưu tiên của sáng chế này, đặc biệt được chỉ ra trong phần mô tả bằng văn bản có tham chiếu đến các hình vẽ đi kèm. Các phương án được đưa ra để

mô tả sáng chế chỉ như là các ví dụ và sẽ không được hiểu là giới hạn phạm vi kỹ thuật của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Hệ chất xúc tác bao gồm 1) nguồn crom, crom (III) 2-etylhexanoat; 2) phối tử chứa nitơ, 2,5-dimethylpyrol; 3) chất hoạt hóa, alkylal nhôm, cụ thể là trietylal nhôm (TEA) và dietyl nhôm clorua (DEAC); 4) kẽm dietyl, được dùng để thực hiện phản ứng trime hóa etylen. Bằng tác động của hệ chất xúc tác nói trên, quy trình trime hóa etylen tiến hành trong thiết bị nâng khí dạng vỏ và ống bọt khí có kết cấu được mô tả trên Fig. 1 để tạo thành các sản phẩm trime hóa.

Ví dụ 1 - So sánh, theo tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen và lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 0,7

Thiết bị nâng khí dạng vỏ và ống bọt khí là phần vỏ và ống thẳng đứng có đường kính 500 mm, với các ống tuần hoàn và bọt khí có đường kính 26 mm, được cố định trong các tấm ống trên và dưới. Các ống tuần hoàn nhô ra ngoài 80 mm so với tấm ống dưới. Dụng cụ nạp etylen và dụng cụ nạp hỗn hợp chất xúc tác được đặt ở phần đáy của thiết bị. Tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 0,7. Dụng cụ phân phối (đĩa đục lỗ) với các lỗ 1 mm cũng được cung cấp trong phần đáy của thiết bị. Không gian giữa các ống của thiết bị được trang bị các dụng cụ để nạp và rút chất truyền nhiệt. Phần đáy của thiết bị được cung cấp dụng cụ rút pha khí và dụng cụ rút pha lỏng. Trong đó, dụng cụ rút pha lỏng nằm cao hơn 500 mm so với tấm ống.

Quá trình trime hóa etylen được tiến hành ở 115°C trong thiết bị có thiết kế được mô tả như sau:

1. Hỗn hợp chất xúc tác, thu được bằng cách hòa tan hệ chất xúc tác trong dung môi, được cung cấp vào phần đáy của thiết bị thông qua dụng cụ nạp hỗn hợp chất xúc tác 6. Hỗn hợp chất xúc tác lấp đầy toàn bộ thể tích tự do trên phần ống của thiết bị.

2. Etylen sau đó được đưa vào phần đáy của thiết bị thông qua dụng cụ nạp etylen 7.

3. Etylen dâng lên cao đến tấm ống dưới rồi đi vào các ống bọt khí ;

4. Dưới ảnh hưởng của etylen, hỗn hợp chất xúc tác bắt đầu di chuyển lên trên các ống bọt khí, và kết quả là dòng hai pha, là sự phân tán của các bọt khí etylen trong hỗn hợp chất xúc tác, đến phần đỉnh của thiết bị, dòng này được tách ra;

5. Pha khí được rút ra khỏi thiết bị thông qua dụng cụ rút pha khí;

6. Phần lớn hơn của pha lỏng, do tác động của trọng lực, bắt đầu di chuyển xuống các ống tuần hoàn, trong khi phần nhỏ hơn của pha lỏng được rút ra thông qua dụng cụ rút pha lỏng.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển hóa etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 1.

Ví dụ 2. Theo sáng chế, theo tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen và lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 0,8

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, với tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen trên lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 0,8.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển hóa etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 2.

Ví dụ 3. Theo sáng chế, theo tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen và lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 1,2

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, với tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen trên lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 1,2.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển hóa etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 3.

Ví dụ 4. Theo sáng chế, ở tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen và lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 2,0

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, với tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen trên lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 2,0.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 4.

Ví dụ 5. Theo sáng chế, theo tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 3,0

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, với tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 3,0.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 5.

Ví dụ 6. So sánh, ở tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 3,1

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, với tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen trên lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 3,1.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển hóa etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 6.

Ví dụ 7. So sánh, trime hóa etylen được thực hiện ở nhiệt độ 80°C

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ở nhiệt độ quy trình là 80°C.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 7.

Ví dụ 8. Theo sáng chế, trime hóa etylen được thực hiện ở nhiệt độ 100°C

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ở nhiệt độ quy trình là 100°C.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 8.

Ví dụ 9. So sánh, trime hóa etylen được thực hiện ở nhiệt độ 120°C

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ở nhiệt độ quy trình là 120°C.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cặn của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 9.

Ví dụ 10. So sánh, sử dụng dụng cụ phân phối có các lỗ 3 mm

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, trong đó đường kính các lỗ của dụng cụ phân phối là 3 mm.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cần của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 10.

Ví dụ 11. So sánh, sử dụng dụng cụ phân phối có các lỗ 2 mm

Trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, trong đó đường kính các lỗ của dụng cụ phân phối là 2 mm.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cần của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 11.

Ví dụ 12. So sánh, bố trí dụng cụ rút pha lỏng cao hơn 150 mm so với tấm ống trên. Quá trình trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, trong đó dụng cụ rút pha lỏng được bố trí cao hơn 150 mm so với tấm ống trên.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cần của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 12.

Ví dụ 13. So sánh, bố trí dụng cụ rút pha lỏng cao hơn 250 mm so với tấm ống trên

Quá trình trime hóa etylen được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ 1, trong đó dụng cụ rút pha lỏng được bố trí cao hơn 250 mm so với tấm ống trên.

Bảng 1 thể hiện dữ liệu về sự chuyển đổi etylen thành hexen-1 và về lượng cần của các sản phẩm phụ hình thành trong thiết bị trime hóa theo ví dụ 13.

Bảng 1. Bảng so sánh dữ liệu thử nghiệm quy trình trime hóa etylen

Tham số quy trình	Ví dụ số												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Tỷ lệ lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp hệ chất xúc tác	0,7	0,8	1,2	2,0	3,0	3,1	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Vận tốc dòng hai pha, m/s	0,5	0,7	1,5	1,9	2,1	2,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Nhiệt độ quy trình, °C	115	115	115	115	115	115	80	100	120	115	115	115	115
Chuyển đổi etylen thành hexen-1, % trọng	30	29	23	19	18	15	25	24,5	21,5	21,5	20	15-25	17-23

lượng													
Khoảng cách từ tâm ống trên đến dụng cụ rút phalông, mm	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	150	250
Đường kính của các lỗ của dụng cụ phân phối, mm	1	1	1	1	1	1	1	1	1	3	2	1	1
Cặn tự nhiên của sản phẩm phụ	Cặn cục bộ, tích tụ trên các ống khác nhau	Cặn cục bộ	Lượng rất nhỏ	Lượng rất nhỏ	Cặn cục bộ	Mảnh nhỏ	Mảnh nhỏ	Lượng rất nhỏ	Lượng rất nhỏ	Cặn cục bộ	Lượng rất nhỏ	Cặn cục bộ, tích tụ trên các ống khác nhau	

Có thể kết luận một cách hợp lý trên cơ sở dữ liệu nêu trong bảng 1 rằng các giá trị tối ưu của tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác đối với quy trình trime hóa etylen trong thiết bị có kết cấu theo sáng chế có phạm vi từ khoảng 0,8 đến 3,0 (ví dụ 2-5).

Sự trime hóa etylen ở một tỷ lệ thấp hơn (ví dụ so sánh 1) so với giá trị tối ưu (ví dụ 2-5) làm chậm vận tốc truyền dòng hai pha bao gồm các bọt khí etylen phân tán trong hỗn hợp chất xúc tác qua các ống nhờ đó tăng cường chuyển đổi etylen thành hexen-1, tuy nhiên, quá trình này đi kèm với sự hình thành cặn cục bộ của các sản phẩm phụ trên thành của thiết bị và trong các đầu ra của ống bọt khí, cuối cùng gây tắc nghẽn thiết bị và yêu cầu các bước làm sạch bổ sung thiết bị. Tăng tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác lên 3,1 (ví dụ so sánh 6) dẫn đến gia tốc quá mức của sự phân tán bọt khí etylen trong hỗn hợp chất xúc tác qua các ống và do đó, làm giảm sự chuyển đổi etylen-thành-hexen-1.

Nhiệt độ quy trình có ảnh hưởng đáng kể đến quá trình trime hóa etylen. Quá trình trime hóa ở 80°C (ví dụ 7) được đặc trưng bởi sự chuyển hóa etylen thành hexen-1 cao hơn so với quá trình tương tự chạy ở nhiệt độ cao hơn (ví dụ 3, 8 và 9) nhưng có liên quan đến sự hình thành các mảnh nhỏ không mong muốn của các sản phẩm phụ trên các thành của thiết bị và do đó, làm tắc nghẽn thiết bị. Sự hình thành cặn của các sản phẩm phụ có thể được loại bỏ bằng cách tăng nhiệt độ của quá trình trime hóa etylen để làm cho các sản phẩm phụ được tạo thành hòa tan trong dòng phản ứng. Trong khi đó, sự tăng nhiệt độ chỉ có lợi cho quá trình trime hóa đến một số giá trị nhất định. Có thể quan sát thấy xu hướng giảm chuyển đổi etylen ở nhiệt độ 120°C (ví dụ 9).

Từ điều đã nêu ở trên, phạm vi từ 100 đến 115°C (ví dụ 1 và ví dụ 5) là khoảng nhiệt độ tối ưu nhất để thực hiện quá trình trime hóa etylen mà tại đó sự hình thành cặn bám trên thành của thiết bị có thể tránh được và quá trình chuyển đổi etylen thành hexen-1 được duy trì một cách thỏa đáng.

Mối quan hệ giữa chuyển đổi etylen và đường kính các lỗ của dụng cụ phân phối được phản ánh trong ví dụ 1, 10 và 11. Rõ ràng, việc giảm đường kính các lỗ của

dụng cụ phân phối cho phép tăng cường chuyển đổi etylen thành hexen-1 với sự hình thành tối thiểu các sản phẩm phụ.

Các tác giả sáng chế đã chỉ ra trước đó rằng khoảng cách mà dụng cụ rút pha lỏng ra khỏi thiết bị trime hóa được đặt nên được lựa chọn sao cho loại bỏ xác suất làm xáo trộn tính đồng nhất và ổn định của dòng tuần hoàn và do đó, giảm thiểu ảnh hưởng xấu đến sự truyền nhiệt và khối trong thiết bị. Nếu dụng cụ rút pha lỏng được đặt ở khoảng cách 150 mm so với vỏ ống trên (ví dụ 12), thì quan sát thấy sự tuần hoàn không đồng nhất, điều này cho thấy tốc độ chuyển đổi etylen không ổn định. Hơn nữa, nếu dụng cụ rút pha lỏng được đặt ở vị trí nêu trên, cặn lắng của các sản phẩm phụ hình thành trên các ống bọt khí riêng biệt, điều này cũng cho thấy sự tuần hoàn không ổn định của dòng hai pha qua các ống. Nếu khoảng cách từ dụng cụ rút pha lỏng đến tấm ống trên tăng lên, thì hiệu quả này sẽ giảm (ví dụ 13) và tuần hoàn hoàn toàn ổn định khi khoảng cách được tạo ra lớn đến 500 mm (ví dụ 3).

Do đó, kết quả từ bảng 1 chứng minh rằng hiệu quả tối đa của quá trình trime hóa etylen trong thiết bị nâng khí dạng vỏ và ống bọt khí có kết cấu theo sáng chế đạt được khi các thông số của sáng chế, được minh họa trong các ví dụ 2-5, được tuân thủ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình trime hóa etylen, quy trình bao gồm các bước sau:

nạp hỗn hợp chất xúc tác bao gồm hệ chất xúc tác và dung môi hữu cơ vào phần đáy của thiết bị trime hóa mà được trang bị dụng cụ phân phối;

nạp etylen vào phần đáy của thiết bị trime hóa trực tiếp dưới dụng cụ phân phối, trong đó tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là 0,8 đến 3;

cho etylen tiếp xúc với hệ chất xúc tác trong phần ống của thiết bị, mà được tạo thành bởi sự kết hợp của các ống nhóm thứ nhất và các ống nhóm thứ hai được cố định trong tám ống trên và trong tám ống dưới, để tạo thành dòng hai pha bao gồm hexen-1;

tách dòng hai pha trong phần đỉnh của thiết bị thành pha khí và pha lỏng, tiếp theo là rút pha khí và phần nhỏ hơn của pha lỏng ra khỏi thiết bị, và vận chuyển phần lớn hơn của pha lỏng cho tuần hoàn vào phần ống của thiết bị.

2. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ ống nhóm thứ nhất kéo dài vượt ra ngoài tám ống dưới, trong khi ống nhóm thứ hai được tạo kết cấu để các đầu của chúng được định vị về cơ bản ngang bằng với tám ống dưới.

3. Quy trình theo điểm 2, khác biệt ở chỗ các ống nhóm thứ nhất nhô ra từ 10 đến 150 mm, tốt hơn là từ 50 đến 100 mm, vượt ra ngoài tám ống dưới.

4. Quy trình theo điểm 2, khác biệt ở chỗ đường kính bên trong của ống nhóm thứ nhất và ống nhóm thứ hai là từ 25 đến 50 mm, tốt nhất là từ 25 đến 40 mm, tốt nhất là khoảng 32 mm.

5. Quy trình theo điểm 1, trong đó tỷ lệ số lượng của các ống nhóm thứ nhất với số lượng của các ống nhóm thứ hai là từ 1:1,25 đến 1:5.

6. Quy trình theo điểm 1, trong đó tỷ lệ giữa lưu lượng khối của etylen với lưu lượng khối của hỗn hợp chất xúc tác là từ 1,0 đến 2,0, tốt hơn là từ 1,2 đến 1,3.

7. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ khối xốp hoặc đĩa đục lỗ, tốt hơn là đĩa đục lỗ, được sử dụng làm dụng cụ phân phối.

8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, khác biệt ở chỗ đường kính các lỗ của dụng cụ phân phối nhỏ hơn 2 mm, tốt hơn là nhỏ hơn 1,5 mm, tốt nhất là nhỏ hơn 1 mm.
9. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ etylen được đưa vào thiết bị trime hóa thông qua dụng cụ nạp etylen, dụng cụ này bao gồm ít nhất ba ống dẫn khí vào, tốt hơn là sáu ống dẫn khí vào, hoặc tốt nhất là bảy ống dẫn khí vào.
10. Quy trình theo điểm 9, khác biệt ở chỗ đường kính của ống dẫn khí vào là từ 50 đến 200 mm, tốt hơn là không lớn hơn 150 mm, tốt nhất là khoảng 100 mm.
11. Quy trình theo điểm 9, khác biệt ở chỗ dụng cụ nạp etylen vào thiết bị trime hóa bao gồm bảy ống dẫn khí vào, sáu trong số đó được bố trí ở một góc với trục trung tâm của thiết bị, trong khi ống thứ bảy được đặt dọc theo trục trung tâm của thiết bị.
12. Quy trình theo điểm 11, khác biệt ở chỗ dụng cụ nạp etylen vào thiết bị trime hóa bao gồm bảy ống dẫn khí vào, sáu trong số chúng được bố trí ở góc 15° so với trục trung tâm của thiết bị, trong khi ống thứ bảy được đặt dọc theo trục trung tâm của thiết bị.
13. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ là phần nhỏ hơn của pha lỏng được rút ra thông qua dụng cụ rút pha lỏng, được bố trí cao hơn tám ống trên, cụ thể là cao hơn ít nhất 300 mm, tốt hơn là cao hơn ít nhất 400 mm, tốt nhất là cao hơn ít nhất 500 mm.
14. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm heptan, xyclohexan, decan, undecan, phân đoạn iso-decan.
15. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ hệ xúc tác đã sử dụng bao gồm nguồn crom, phối tử chứa nitơ, alkyl nhôm và hợp chất kẽm.
16. Quy trình theo điểm 15, khác biệt ở chỗ crom (III) clorua, crom (III) axetat, crom (III) 2-ethylhexanoat, crom (III) axetylaxetonat, crom (III) pyrolit, crom (II) axetat, hoặc crom (IV) dioxit diclorua (CrO_2Cl_2) được sử dụng làm nguồn crom.
17. Quy trình theo điểm 15, khác biệt ở chỗ hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm pyrol, 2,5-dimethylpyrol, liti pyrolit $\text{C}_4\text{H}_4\text{NLi}$, 2-ethylpyrol, indol, 2-metylindol, 4,5,6,7-tetrahydroindol, được sử dụng làm phối tử chứa nitơ.

18. Quy trình theo điểm 15, khác biệt ở chỗ hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm trietyl nhôm, dietyl nhôm clorua, tripropyl nhôm, triisobutyl nhôm, dietyl nhôm etoxit, etylic nhôm sesquiclorua, hoặc hỗn hợp của chúng, được sử dụng làm alkyl nhôm.

19. Quy trình theo điểm 15, khác biệt ở chỗ kẽm kim loại, cặp kẽm-đồng, kẽm hoạt tính, các hợp chất kẽm alkyl, cụ thể, kẽm dimetyl, dietyl và dibutyl, các hợp chất kẽm aryl như kẽm diphenyl và ditolyl, kẽm amit, cụ thể, kẽm pyrolit và phức kẽm porphyrin, kẽm oxygenat, bao gồm kẽm focmat, kẽm axetat, kẽm axetat bazơ, kẽm 2-ethylhexanoat, kẽm halogenua, cụ thể là kẽm clorua khan, hoặc các dạng kết hợp của chúng được sử dụng làm hợp chất kẽm.

20. Thiết bị trime hóa etylen bao gồm ít nhất ba phần được ngăn cách tùy ý về mặt cấu trúc với nhau bằng các vách ngăn, trong đó:

các dụng cụ cung cấp etylen và hỗn hợp chất xúc tác, và dụng cụ phân phối được bố trí ở phần đáy của thiết bị;

các ống nhóm thứ nhất và các ống nhóm thứ hai được cố định trong các tấm ống trên và dưới được bố trí trong phần ống của thiết bị;

dụng cụ rút pha khí và dụng cụ rút pha lỏng được bố trí ở phần đỉnh của thiết bị, trong đó dụng cụ rút pha lỏng được bố trí cao hơn ít nhất 300 mm, tốt hơn là 400 mm trở lên, tốt nhất là 500 mm trở lên so với tấm ống trên.

21. Thiết bị theo điểm 20, trong đó khối xốp hoặc đĩa đục lỗ, tốt hơn là đĩa đục lỗ, được sử dụng làm dụng cụ phân phối.

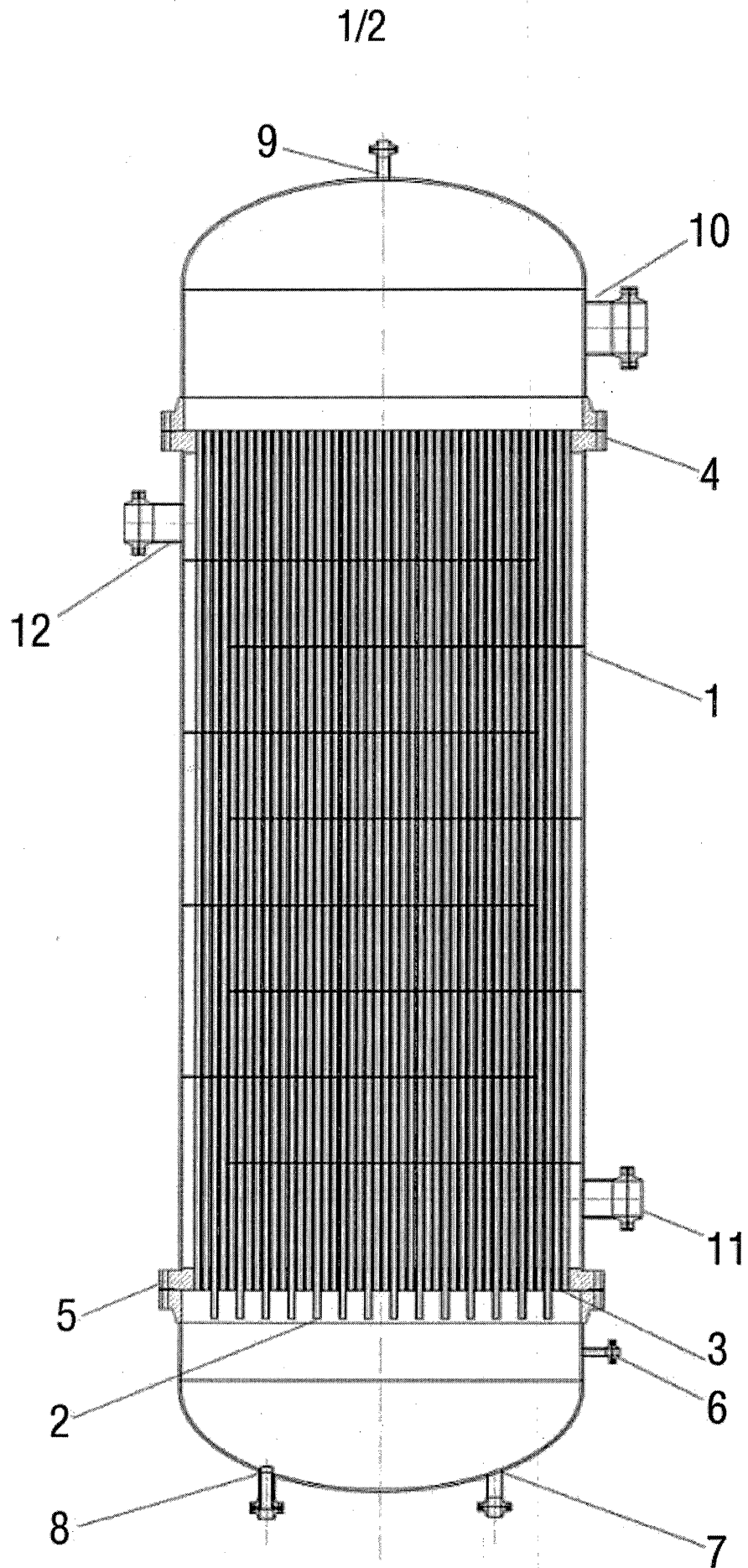
22. Thiết bị theo điểm 21, trong đó đường kính các lỗ của dụng cụ phân phối nhỏ hơn 2 mm, tốt hơn là nhỏ hơn 1,5 mm, tốt nhất là nhỏ hơn 1 mm.

23. Thiết bị theo điểm 20, khác biệt ở chỗ nhóm ống thứ nhất kéo dài vượt ra ngoài tấm ống dưới, trong khi nhóm ống thứ hai được tạo kết cấu để các đầu của chúng được định vị về cơ bản ngang bằng với tấm ống dưới.

24. Thiết bị theo điểm 23, khác biệt ở chỗ các ống nhóm thứ nhất nhô ra từ 10 đến 150 mm, tốt hơn là từ 50 đến 100 mm, vượt ra ngoài tấm ống dưới.

25. Thiết bị theo điểm 23, khác biệt ở chỗ đường kính bên trong của ống nhóm thứ nhất và ống nhóm thứ hai là từ 25 đến 50 mm, tốt hơn là từ 25 đến 40 mm, tốt nhất là khoảng 32 mm.
26. Thiết bị theo điểm 20, trong đó tỷ lệ số lượng của các ống nhóm thứ nhất với số lượng của các ống nhóm thứ hai là từ 1:1,25 đến 1:5.
27. Thiết bị theo điểm 20, khác biệt ở chỗ thiết bị nạp etylen vào thiết bị trime hóa bao gồm ít nhất ba ống dẫn khí vào, tốt hơn là sáu ống dẫn khí vào, hoặc tốt nhất là bảy ống dẫn khí vào.
28. Thiết bị theo điểm 27, khác biệt ở chỗ đường kính của các ống dẫn khí vào là từ 50 đến 200 mm, tốt hơn là không lớn hơn 150 mm, tốt nhất là khoảng 100 mm.
29. Thiết bị theo điểm 27, khác biệt ở chỗ dụng cụ nạp etylen vào thiết bị trime hóa bao gồm bảy ống dẫn khí vào, sáu trong số đó được bố trí ở một góc với trục trung tâm của thiết bị, trong khi ống thứ bảy được đặt dọc theo trục trung tâm của thiết bị.
30. Thiết bị theo điểm 29, khác biệt ở chỗ dụng cụ nạp etylen vào thiết bị trime hóa bao gồm bảy ống dẫn khí vào, sáu trong số chúng được bố trí ở góc 15° so với trục trung tâm của thiết bị, trong khi ống thứ bảy được đặt dọc theo trục trung tâm của thiết bị.

FIG.1



2/2

FIG.2

