[19] **المملكة العربية السعودية SA**
مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

[11] رقم البراءة: ١٤٧٣
[45] تاريخ المنح: ١٤٢٧/١٠/٠٧هـ
الموافق: ٢٠٠٦/١٠/٢٩م

[12] براءة اختراع

[72] **اسم المخترع:** جوكويم هينريك تيليس، ألوين ريهفنجر، آن بيرج، بيتر رودولف، نوربرت رييـر، بيتر بابلير

[73] **مالك البراءة :** بي ايه اس اف اكتنجسلشافت
عنوانه: ٧٠٥٦ لودويجشافين، المانيا

[74] **الوكيل:** ناصر علي كدسة

[21] **رقم الطلب:** ٠٢٢٣٠٢٢٦

[22] **تاريخ الإيداع :** ١٤٢٣/٠٥/١٩ هـ
الموافق : ٢٠٠٢/٠٧/٢٩ م

[51] **التصنيف الدولي[٧] :**
Int. Cl.[7]:A01N 43/653

[56] **المراجع:**
براءة أمريكية ٥٥٩٩٩٥٥ ١٩٩٧/٠٢/٠٤م

اسم الفاحص: محمد بن ناصر الذروي

[54] **اسم الاختراع:** تحضير أكسيد بروبيلين
propylene oxide

[57] **الملخص:** يتعلق الإختراع الحالى بعملية (process) من أجل تحضير أكسيد بروبيلين (propylene oxide) تشتمل على الأقل على الخطوات التالية:

(أ) يتفاعل البروبين (propene) مع بيروكسيد هيدروجين (hydrogen peroxide) فى مذيب (solvent) فى وجود محفز (catalyst) مناسب لإعطاء خليط (M0) يشتمل على الأقل على أكسيد بروبيلين، مذيب، بروبين غير متفاعل، بيروكسيد هيدروجين غير متفاعل وأكسجين (oxygen)،

(ب) ينفصل أكسيد بروبيلين عن الخليط (M0) لإعطاء خليط (M1) الذى يشتمل على الأقل على بروبين غير متفاعل وأكسجين، و

(جـ) يستخدم الخليط (M1).

تحضير أكسيد بروبيلين propylene oxide

الوصف الكامل

خلفية الإختراع

يتعلق الإختراع الحالى بعملية (process) لتحضير أكسيد بروبيلين (propylene oxide) من بيروكسيد هيدروجين (hydrogen peroxide) وبروبان (propane) وفيها نحصل على خليط يشتمل على بروبين (propene) غير متفاعل وأكسجين (oxygen) ونستخدمه لاحقا.

فى عمليات عديدة من أجل تحضير أكسيد بروبيلين من بروبين كمادة بادئة (starting material)، تجرى جهود لإسترجاع البروبين الذى لم يتم تفاعله فى العملية بصورة كاملة قدر الإمكان من خليط المنتج (product mixture)، وعند الضرورة تنقيته وإعادة إستخدامه كمادة بادئة فى العملية. فى أحد التجسيدات الممكنة، يخضع هذا الخليط للمنتج لعملية تقطير (distillation) تتم فيها إزالة البروبين غير المتفاعل معا مع مركبات لها نقطة غليان (boiling point) أقل من البروبين الموجود فى خليط المنتج. بعد هذا ينفصل البروبين غير المتفاعل عن هذا الجزء منخفض نقطة الغليان، تطوره بصورة ملائمة وإعادته إلى العملية. توصف هذه العمليات، على سبيل المثال، فى DE 10001401.1.

مع هذا، هناك مشكلة تظهر بصورة متكررة فى عملية إسترجاع البروبين هى إمكانية وجود بروبين وأكسجين فى تركيزات تؤدى إلى تشكيل خلطات قابلة للإشتعال. لذلك فإن فصل البروبين يؤدى إلى مخاطر أمان خطيرة.

من أجل تطور أو فصل البروبين فى أمان، لذلك من الضرورى تفادى تشكيل خليط قابل للإشتعال من البروبين والأكسجين. من أجل هذا الغرض، جرى إقتراح فى، على سبيل المثال، EP-B 0 719 768 أن الفصل بواسطة التقطير للبروتين غير المتفاعل من الجزء منخفض نقطة الغليان يجرى فى منطقة إمتصاص (absorption zone) بواسطة وسط إمتصاص مناسب مع الإدخال الإضافى لغاز خامل (inert gas) فى هذه المنطقة للإمتصاص من أجل تخفيف الأكسجين إلى تركيز عنده لايظل الخليط قابلا للإشتعال.

فى طلب براءة إختراع آخر DE 10001401.1، الذى بالمثل يهتم بعملية لتحضير أكسيد بروبيلين، نتفادى تشكيل خليط قابل للإشتعال أثناء فصل بروبين غير متفاعل عن خليط يشتمل على بروبين وأكسجين بواسطة الطريقة التالية: يتفاعل أولا بروبين وهيدروبيروكسيد (hydroperoxide) فى مذيب (solvent) فى وجود محفز سليكات تيتانيوم

(titanium silicate catalyst) من أجل تشكيل أكسيد بروبيلين وتعطى خليط يشتمل على بـــروبين غير متفاعل وأكسجين معا مع مكونات أخرى. يزال الأكسجين من هذا الخلـــيط بواســـطة عمليـــة حفازة لإعطاء خليط إضافى يشتمل على بروبين، وينفصل البروبين لاحقا بواسطة التقطير من هذا الخليط ويعود إلى العملية كمادة بادئة.

توصف إمكانية أخرى من أجل تطوير آمن فى طلب براءة إختراع إضافى لـــصاحب الطلـــب الحالى. يتعلق هذا الطلب بعملية لتحضير أكسيد بروبيلين يجرى فيها إنفصال خليط يـــشتمل علـــى بروبين غير متفاعل وأكسجين عن خليط المنتج بحيث لايكون قابلا للإشتعال. تتحقق عـــدم قابليـــة الإشتعال لهذا الخليط بأن يكون تركيز الأكسجين فى الخليط أقل من ١٢% بالحجم.

إن التطوير الآمن للجزء منخفض نقطة الغليان المشتمل على بروبين غير متفاعل يتطلب تبعـــا لهذا إنفاق زائد فيما يتعلق بالجهاز المستخدم فى العملية و، يتصل بهذا مباشـــرة، إســـتهلال زائـــد للطاقة. نتيجة لهذا، تكون العملية الكلية، بمعنى تحضير أكسيد بروبيلين مع إسترجاع وإعادة تدوير البروبين غير المتفاعل، فى الغالب غير كفؤة من ناحية الطاقـــة. إن إســـترجاع البـــروبين غيـــر المتفاعل بغرض إعادته إلى العملية لذلك يظهر فى الغالب غيـــر قـــابلا للتطبيـــق مـــن الناحيـــة الإقتصادية للعملية.

مع هذا، هناك بالطبع حاجة إلى، خصوصا فى الوقت الحالى، ليس فقط من ناحية الحفاظ على الموارد، لتطوير كل مادة وسيطة أو مادة بادئة غير متفاعلة جزئيا التى تكون غير قابلة للإستخدام مباشرة فى العملية بطريقة مفيدة إقتصاديا وبذلك تجعل العملية الكلية أكثر إقتصادية وبذلك تكـــون أيضا أكثر تنافسية.

الوصف العام للإختراع

من أغراض الإختراع الحالى توفير عملية لتحضير أكسيد بروبيلين تكون أكثـــر كفـــاءة عـــن العمليات من الفن السابق.

لقد وجدنا أن هذا الغرض يتحقق بواسطة عملية من أجل تحضير أكـــسيد بـــروبيلين، تـــشتمل العملية على الأقل على الخطوات التالية:

(أ) يتفاعل البروبين مع بيروكسيد هيدروجين فى مذيب فى وجود محفز مناسب لإعطاء خلـــيط (M0) يشتمل على الأقل على أكسيد بروبيلين، مذيب، بروبين غير متفاعل، بيروكسيد هيـــدروجين غير متفاعل وأكسجين،

(ب) ينفصل أكسيد بروبيلين عن الخليط (M0) لإعطاء خليط (M1) الذى يشتمل على الأقل على بروبين غير متفاعل وأكسجين، و

(جـ) يستخدم الخليط (M1).

يمكن إجراء الخطوة (أ) من عملية الإختراع الحالى بواسطة كل الطرق المعروفة للماهرين فى الفن من أجل هذا التفاعل، بوجه خاص طبقا لطلبات براءة الإختراع DE 19835907.1، DE 19936547.4، DE 10015246.5 و DE 10032885.7.

يفضل إجراء تفاعل البروبين مع أكسيد هيدروجين فى مذيب فى وجود محفز مناسب لإعطاء خليط (M0) فى على الأقل مفاعل واحد صدفة وأنبوب (shell-and-tube reactor).

الوصف التفصيلى

فى العملية من الإختراع الحالى، من الممكن مبدئيا إستخدام كل المذيبات المناسبة للماهر فى الفن. أمثلة على مذيبات من الممكن إستخدامها هى:

- ماء،
- كحولات (alcohols)، يفضل كحولات أدنى (lower alcohols)، يفضل أكثر كحولات لها أقل من ٦ ذرات كربون، على سبيل المثال ميثانول (methanol)، إيثانول (ethanol)، بروبانول (propanol)، بوتانول (butanol)، بنتانول (pentanol)،
- ديولات (diols) أو بوليولات (polyols)، يفضل التى لها أقل من ٦ ذرات كربون،
- إثيرات (ethers) مثل ثنائى إثيل إثير (diethyl ether)، رباعى هيدروفيران (tetrahydrofuran)، ثنائى أوكسان (dioxane)، ١،٢- ثنائى إيثوكسى إيثان (1,2-diethoxyethane)، ٢- ميثوكسى إيثانول (2-methoxyethaneol)،
- إسترات (esters) مثل مثيل أسيتات (methyl acetate) أو بوتيرولاكتون (butyrolactone)،
- أميدات (amides) مثل ثنائى مثيل فورماميد (dimethylformamide)، ثنائى مثيل أسيتاميد (dimethylacetamide)، N- مثيل بيروليدون (N-methylpyrrolidone)،
- كيتونات (ketones) مثل أسيتون (acetone)،
- نيتريلات (nitriles) مثل أسيتونيتريل (acetonitrile)،
- أو خلطات من إثنين أو أكثر من المركبات المذكورة أعلاه.

يفضل إستخدام الميثانول (methanol) كمذيب فى العملية من الإختراع الحالى.

إن المحفزات التى من الممكن إستخدامها فى الخطوة (أ) من عملية الإختراع الحالى هى مبدئيا كل المحفزات المعروفة للماهر فى الفن من أجل هذا التفاعل، تفضل محفزات زيوليت (zeolite).

تفضل الزيوليتات التى يوجد فيها حديد (iron)، تيتانيوم (titanium)، فناديوم (vanadium)، كروميوم (chromium)، نيوبيوم (niobium) أو زركونيوم (zirconium).

نذكر أمثلة خاصة هى زيوليتات تحتوى على تيتانيوم (titanium)، جرمانيوم (germanium)، تللوريوم (tellurium)، فناديوم (vanadium)، كروميوم (chromium)، نيوبيوم (niobium)، زركونيوم (zirconium) لها بناء زيوليت خماسى (pentasil zeolite structure)، بوجه خاص الأنواع التى يمكن إسنادها على أساس أنماط إنحراف أشعة X إلى الأبنية ABW، ACO، AEI، AEL، AEN، AET، AFG، AFI، AFN، AFO، AFR، AFS، AFT، AFX، AFY، AHT، ANA، APC، APD، AST، ATN، ATO، ATS، ATT، ATV، AWO، AWW، BEA، BIK، BOG، BPH، BRE، CAN، CAS، CFI، CGF، CGS، CHA، CHI، CLO، CON، CZP، DAC، DDR، DFO، DFT، DOH، DON، EAB، EDI، EMT، EPI، ERI، ESV، EUO، FAU، FER، GIS، GME، GOO، HEU، IFR، ISV، ITE، JBW، KFI، LAU، LEV، LIO، LOS، LOV، LTA، LTL، LTN، MAZ، MEI، MEL، MEP، MER، MFI، MFS، MON، MOR، MSO، MTF، MTN، MTT، MTW، MWW، NAT، NES، NON، OFF، OSI، PAR، PAU، PHI، RHO، RON، RSN، RTE، RTH، RUT، SAO، SAT، SBE، SBS، SBT، SFF، SGT، SOD، STF، STI، STT، TER، THO، TON، TSC، VET، VFI، VNI، VSV، WIE، WEN، YUG، ZON والأبنية المختلطة المشتقة من بنائين أو أكثر من المذكور أعلاه. من الملائم أيضا إستخدام زيوليتات تحتوى على تيتانيوم لها البناء ITQ-4، SSZ-24، TTM-1، UTD-1، CIT-1 أو CIT-5 فى العملية من الإختراع الحالى. إن زيوليتات أخرى تحتوى على تيتانيوم التى يمكن ذكرها هى التى لها البناء ZSM-48 أو ZSM-12.

من أجل أغراض الإختراع الحالى، يفضل إستخدام زيوليتات Ti لها بناء MFI، MEL أو MFI/MEL مختلط. أمثلة إضافية على زيوليتات هى محفزات زيوليت يحتوى على Ti التى يشار إليها عموما "TS-1"، "TS-2"، "TS-3"، وأيضا زيوليتات Ti لها بناء هيكلى متماثل فى الشكل مع β- زيوليت (β-zeolite).

تبعا لهذا، يفضل بصفة خاصة إجراء عملية الإختراع الحالى، كما وصف أعلاه، بإستخدام محفز سليكات تيتانيوم (titanium silicate catalyst)، بوجه خاص محفز سليكات تيتانيوم له البناء TS-1، كمحفز زيوليت.

تفصيلات أخرى متعلقة بالمحفزات التى من الممكن إستخدامها، خصوصا الزيوليتات، يمكن العثور عليها فى DE 10010139.2.

إن الخليط (M0) الناشئ من التفاعل فى الخطوة (أ) يتكون أساسا من المكونات التالية: أكسيد بروبيلين (propylene oxide) كمنتج مرغوب فيه من العملية، مذيب، ماء، هيدروبيروكسيد غير متفاعل، بروبين غير متفاعل وأكسجين.

من أجل أغراض الإختراع الحالى، من الممكن بالطبع إستخدام أيضا بروبين يحتوى على حتى ١٠% بالوزن هيدروكربونات (hydrocarbons) بخلاف البروبين.

على سبيل المثال، يمكن أن يحتوى البروبين المستخدم على حتى ١٠% بالوزن بروبان (propane)، إيثان (ethane)، إثيلين (ethylene)، بوتان (butane) أو بوتين (butene)، سواء فرديا أو كخليط من إثنين أو أكثر منهم.

فى خطوة (ب) إضافية، ينفصل أكسيد بروبيلين عن الخليط (M0) الناتج من الخطوة (أ) من عملية الإختراع الحالى لإعطاء خليط (M1) الذى يشتمل على الأقل على بروبين غير متفاعل وأكسجين.

يمكن إجراء فصل أكسيد بروبيلين عن الخليط (M0) فى الخطوة (ب) من عملية الإختراع الحالى بواسطة أى طريقة معروفة للماهر فى الفن من أجل هذا الفصل.

بذلك، يمكن بالطبع وضع بين الخطوتين (أ) و(ب) خطوات إضافية وسطية معروفة للماهر فى الفن وتبدو مناسبة فى سياق عملية لتحضير أكسيد بروبيلين.

عندئذ يستخدم الخليط الناشئ عن الخطوة (ب) فى خطوة إضافية من عملية الإختراع الحالى، هى الخطوة (جـ).

يمكن إستخدام الخليط (M1) فى أى طريقة معروفة للشخص الماهر فى الفن. بذلك، على سبيل المثال، من الممكن إستخدام الخليط (M1) كمادة بادئة فى إحدى العمليات التالية: إنتاج حمض أكريليك (acrylic acid)، إنتاج أكريلونيتريل (acrylonitrile)، إنتاج أكرولين (acrolein) وإنتاج أسيتون (acetone).

بالإضافة إلى هذا، يمكن أيضا إستخدام الخليط (M1) من أجل إسترجاع الطاقة فـى الخطـوة (جـ).

لذلك يوفر الإختراع الحالى أيضا عملية كما وصف أعلاه فيها يستخدم الخليط (M1) من أجـل إسترجاع الطاقة فى الخطوة (جـ).

فى العملية من الإختراع الحالى، فإن الخليط الغازى (M1) الذى جرى فـصله عـن الخلـيط (M0) بالطريقة الموصوفة أعلاه لهذا الغرض يمرر أولا إلى على الأقل جهـاز واحـد إضـافى للتطوير. فى هذا الجهاز، يفضل خلط (M1) مع أكسجين إضافى وحرقه لاحقا. يمكن، على سـبيل المثال، تحويل الطاقة المنطلقة بهذه الطريقة إلى شكل من الطاقة نافع إقتصاديا.

تبعا لهذا، يوفر الإختراع الحالى أيضا عملية كما وصف أعلاه فيها تستخدم الطاقة المنطلقة فى الخطوة (جـ) من أجل توليد البخار.

بذلك، فإن الحرارة من الإحتراق الناتج فى الخطوة (جـ) من عملية الإختراع الحالى تـستخدم من أجل تسخين وسط مائع (fluid medium) بغرض توليد بخار. يمكن إستخدام البخـار المتولـد بهذه الطريقة بصورة نافعة بطرق متنوعة فى العملية المذكورة أعلاه.

إحدى طرق إستخدام هذا البخار بطريقة نافعة إقتصاديا، على سبيل المثـال، هـى التـسخين المباشر لجهاز مستخدم فى العملية. علاوة على هذا، يمكن تحويل البخار إلى أشكال أخـرى مـن الطاقة التى يمكن إستخدامها إقتصاديا فى العملية، على سبيل المثال إلى طاقة ميكانيكية أو كهربيـة بواسطة محولات معروفة لهذا الغرض للماهر فى الفن.

يفضل إستخدام الطاقة الميكانيكية أو الكهربية الناتجة بهذه الطريقة فى عملية الإختراع الحـالى من أجل تشغيل الأجهزة المستخدمة فى العملية، بحيث تتحقق عملية كفؤة من ناحية الطاقة وبـذلك صديقة بيئيا.

لذلك، يوفر الإختراع الحالى أيضا عملية كما وصف أعلاه فيها يستخدم البخار المتولد كوسـط ناقل للطاقة من أجل تشغيل عواميد تقطير فى العملية من الإختراع الحالى.

عناصر الحماية

١- ١-عملية من أجل تحضير أكسيد بروبيلين propylene oxide تشمل على الأقل على الخطوات التالية:

أ- يتفاعل البروبين propene مع بيروكسيد هيدروجين hydrogen peroxide في مذيب solvent في وجود محفز زيوليت لإعطاء خليط (M0)يشتمل على الأقل على أكسيد بروبيلين، مذيب، بروبين غير متفاعل، بيروكسيد هيدروجين غير متفاعل و أكسجين .

ب- ينفصل أكسيد بروبيلين عن الخليط (M0) لإعطاء خليط (M1) الذي يشتمل على الأقل على بروبين غير متفاعل و أكسجين، و

ج- يستخدم الخليط (M1) حيث أنه أثناء الاستخدام وفقا لـ: (ج) فإن البروبين المتضمن في الخليط (M1) لا تتم إعادة تدويره في التفاعل وفقا لـ (أ)، و

حيث أنه أثناء الاستخدام وفقا لـ (ج) فإن الخليط (M1) يستخدم لاسترجاع الطاقة.

حيث أنه لأجل استرجاع الطاقة فإن الخليط (M1):

(أأ) يتم إدخاله في جهاز تطوير على الأقل.

(بب) يتم حرق الخليط الناتج من (أأ)، و

(ج ج) تستخدم طاقة الحرارة الناتجة عن (ب ب) لتوليد بخار الماء الذي يستخدم وسط ناقل للطاقة من أجل تشغيل أعمدة التقطير distillation columns في عملية لتحضير أكسيد بروبيلين.

٢- عملية كما تحدد في عنصر الحماية (١) حيث أن الخليط (M1) يتم خلطه مع مزيد من الأكسجين على الأقل في جهاز تطوير في (أأ).