بسم الله الرحمن الرحيم

مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية KACST

المملكة العربية السعودية

مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

إن المشرف العام على مكتب البراءات السعودي، وبموجب أحكام نظام براءات الاختراع والتصميمات التخطيطية للدارات المتكاملة والأصناف النباتية والنماذج الصناعية الصادر بالمرسوم الملكي الكريم رقم م/٢٧ وتاريخ ١٤٢٥/٠٥/٢٩هـ، واستناداً لأحكام اللائحة التنفيذية له الصادرة بالقرار الإداري رقم ٣٦٠٧٣٢٩-٢-١٦١ وتاريخ ١٤٣٦/١٢/٣٠ هـ، يقرر منح:

كوفيسترو ديوتشلاند ايه جي

Covestro Deutschland AG

براءة اختراع رقم ٥٢٢٩

بتاريخ ١٤٣٨/٠٥/١٠هـ الموافق ٢٠١٧/٠٢/٠٧ م

عن الاختراع المسمى/ عملية لتطوير ماء صرف من مستحضر نيتروبنزين

Process for working up waste water from nitrobenzene preparation

ولمالك البراءة الحق في الانتفاع بكامل الحقوق التي يمنحها النظام في المملكة العربية السعودية.

المشرف العام على مكتب البراءات السعودي

م. سامي بن علي السديس

مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية KACST

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

[11] رقم البراءة: ٥٢٢٩
[45] تاريخ المنح: ١٤٣٨/٠٥/١٠ هـ
الموافـــق: ٢٠١٧/٠٢/٠٧ م

[12] براءة اختراع

[72] اسم المخترع: توماس كانوف، أنتوني مايراتا، إيرك سلويتس، يان فان تريشت

[73] مالك البراءة: كوفيسترو ديوتشلاند ايه جي
عنوانه: كايسر -فيلهليم -آلي ٦٠، ليفركوزن ٥١٣٧٣، المانيا
جنسيته: ألمانية

[74] الوكيل: كدسة للاستشارات القانونية

[21] رقم الطلب: ٥١٥٣٧٠٠٠٥

[22] تاريخ دخول المرحلة الوطنية: ١٤٣٧/٠١/٠١ هـ
الموافق: ٢٠١٥/١٠/١٤ م
تاريخ الإيداع للطلب الدولي: ٢٠١٤/٠٤/١٥ م

[86] رقم الطلب الدولي: PCT/EP2014/057591
[87] رقم النشر الدولي: WO/2014/170309
تاريخ النشر الدولي: ٢٠١٤/١٠/٢٣ م

[30] بيانات الأسبقية:

EP	١٣١٦٤٣٠٦,٦	٢٠١٣/٠٤/١٨ م

[51] التصنيف الدولي (IPC[8]):
C07C 201/16, C02F 09/00, C02F 01/66, C02F 01/20, C02F 01/02

[56] المراجع:

US	٦٢٨٨٢٨٩	٢٠٠١/٠٩/١١ م
EP	١٥٩٣٦٥٤	٢٠٠٥/١١/٠٩ م
WO	٢٠٠٩٠٢٧٤١٦	٢٠٠٩/٠٣/٠٥ م
WO	٢٠١٢٠٢٥٣٩٣	٢٠١٢/٠٣/٠١ م

اسم الفاحص: عذاري بنت عبدالله النصار

[54] اسم الاختراع: عملية لتطوير ماء صرف من مستحضر نيتروبنزين

Process for working up waste water from nitrobenzene preparation

[57] الملخص: يوفر الاختراع الحالي عملية لتطوير ماء صرف قلوي alkaline waste water الذي يتشكل أثناء غسل نيتروبنزين nitrobenzene خام ناتج عن طريق عملية نيترة بنزين (إضافة حمض نيتريك إلى البنزين) benzene nitration، حيث:

(١) يسخن ماء الصرف القلوي alkaline waste water إلى درجة حرارة من ١٥٠°مئوية إلى ٥٠٠°مئوية تحت ضغط مرتفع بالنسبة للضغط الجوي مع استبعاد الأكسجين؛

(٢) تضاف قاعدة إلى ماء الصرف waste water الناتج في (١)؛

(٣) ينقى ماء الصرف waste water الناتج في (٢) إضافيًا عن طريق التصيل مع غاز التصيل ثم يبرد تيار غاز التصيل المحمل بالشوائب إلى درجة حرارة من ١٠ إلى ٦٠°مئوية.

عملية لتطوير ماء صرف من مستحضر نيتروبنزين

Process for working up waste water from nitrobenzene preparation

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يوفر الاختراع الحالي عملية لتطوير ماء صرف قلوي الذي يتشكل أثناء غسل نيتروبنزين nitrobenzene خام ناتج عن طريق عملية نيترة بنزين (إضافة حمض نيتريك إلى البنزين) benzene nitration، حيث:

(١) يسخن ماء الصرف waste water القلوي إلى درجة حرارة من ١٥٠°مئوية إلى ٥٠٠°مئوية تحت ضغط مرتفع بالنسبة للضغط الجوي مع استبعاد الأكسجين؛

(٢) تضاف قاعدة إلى ماء الصرف الناتج في (١)؛

(٣) ينقى ماء الصرف الناتج في (٢) إضافيًا عن طريق التنصيل مع غاز التنصيل ثم يبرد تيار غاز التنصيل المحمل بالشوائب إلى درجة حرارة من ١٠ إلى ٦٠°مئوية.

النيتروبنزين هو منتج وسطي هام في الصناعة الكيميائية مطلوب بوجه خاص لتحضير أنيلين aniline ولذلك أيضًا لتحضير ثنائي أيزوسياناتات diisocyanates وعديد أيزوسياناتات polyisocyanates من سلسلة ثنائي فنيل ميثان diphenylmethane وعديد يوريثان polyurethane المعتمدة عليها.

نيترة البنزين مع حمض نيتريك nitric acid لإعطاء نيتروبنزين خام كان بالفعل موضوعًا لمنشورات وطلبات براءة اختراع عديدة. تقابل العمليات الحالية جوهريًا مفهوم نيترة البنزين الكاظم للحرارة عن طريق خليط من حمض كبريتيك sulfuric acid وحمض نيتريك (لذلك يسمى الحمض المختلط mixed acid). جرى الادعاء بهذه العملية لأول مرة في براءة الاختراع الأمريكية ٢٢٥٦٩٩٩ ووصفت في تجسيدات حديثة، على سبيل المثال، في براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٤٣٦٤٤٣، (ب١) ٠٧٧١٧٨٣ وبراءة الاختراع الأمريكية رقم (ب٢) ٦٥٦٢٢٤٧. تتميز

العمليات مع إجراء تفاعل كاظم للحرارة بوجه خاص بعدم اتخاذ أي إجراءات تقنية لإمداد الحرارة أو لإزالة الحرارة من خليط التفاعل.

جرى أيضًا وصف عمليات متساوية حراريًا من أجل نيترة بنزين مع الحمض المختلط، على سبيل المثال كما هو موصوف في براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠١٥٦١٩٩.

تعرف أيضا عمليات من أجل نيترة بنزين التي تجرى بدون استخدام حمض كبريتيك. توصف تلك العلميات، على سبيل المثال، في براءة الاختراع الأمريكية رقم ٢٧٣٩١٧٤ أو براءة الاختراع الأمريكية رقم ٣٧٨٠١١٦.

عمليات طور غاز من أجل نيترة بنزين مع حمض نيتريك أو أكسيدات نيتروجين nitrogen oxides ممكنة أيضًا مبدئيا، لكن تظل إنتاجياتها التي يمكن الحصول عليها بهذه الطريقة منخفضة (براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٠٧٨٢٤٧، براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٥٥٢١٣٠).

جميع هذه العمليات لها سمة مشتركة هي أن منتج التفاعل المتشكل أولا يكون نيتروبنزين خام الذي يشمل حمض نيتريك و، إذا أجريت عملية نيترة مع الحمض المختلط، حمض كبريتيك، وكذلك منتجات ثنائي نيتروبنزين dinitrobenzene ومنتجات أكسدة معالجة بالنيترات nitrated oxidation من بنزين، بوجه خاص فينولات معالجة بالنيترات nitrated phenols (نيتروفينولات nitrophenols)، كشوائب عضوية. تشمل أيضًا مركبات عضوية متشكلة من المركبات التي يحتوي عليها البنزين المستعمل كشوائب (الطلب الدولي رقم (أ١) ١٤٨٦٠٨/ ٢٠٠٨). علاوة على هذا يشمل النيتروبنزين الخام أيضًا أملاح فلز، التي قد توجد في شكل مذاب في متخلفات الحمض أو في النيتروبنزين الخام (براءة الاختراع الألمانية رقم (أ١) ٥١٣ ٠٥٩ ٢٠٠٧ ١٠).

استهدفت أبحاث عديدة في الماضي تحسين جودة النيتروبنزين الخام وبذلك زيادة الإنتاجية بالنسبة إلى بنزين وحمض نيتريك. بفضل هذه التطورات، تطورت عمليات طور سائل كاظمة للحرارة حاليًا إلى حد نجاحها جميعًا في تحضير نيتروبنزين خام له محتوى منخفض من المنتجات الثانوية، يعني هذا عمومًا أن يشمل فقط بين ١٠٠ و٣٠٠ جزء في المليون من ثنائي نيتروبنزين

وبين ١٥٠٠ و٢٥٠٠ جزء في المليون من نيتروفينولات، ويكون ممكنًا افتراض محتوى حمض بيكريك (ثلاثي نيتروفينول) picric acid من ١٠ إلى ٥٠٪ من نيتروفينولات.

لايزال النيتروبنزين الخام يحتوي على شوائب كالماء، البنزين والنيتروفينولات والثنائي نيتروبنزين، وعند إجراء عملية نيترة مع الحمض المختلط، حمض الكبريتيك. تكون هذه الشوائب غير مرغوب فيها، حيث أنه في عمليات لاحقة عند استعمال نيتروبنزين، على سبيل المثال، تحضير أنيلين، قد تؤثر بصورة سلبية فيها. توصف عمليات تطوير مناسبة تشمل خطوات الغسل والتقطير مثلاً في براءة الاختراع الأمريكية (ب١) ٦٢٨٨٢٨٩، براءة الاختراع الأوروبية رقم (أ١) ١٥٩٣٦٥٤، (ب١) ١٨١٦١١٧ والطلب الدولي رقم (أ١) ٠٢١٠٥٧/ ٢٠١١.

تصف براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ١٨١٦١١٧ تطوير النيتروبنزين الخام في غسل حمض، غسل مادة قلوية مع محلول هيدروكسيد صوديوم sodium hydroxide مائي، غسل متعادل وتنقية نهائية بالتقطير. يمكن أيضًا بالطبع استخدام قواعد أساسية بخلاف محلول هيدروكسيد صوديوم، على سبيل المثال، محلول كربونات صوديوم sodium carbonate مائي أو محلول أمونيا ammonia مائي (الطلب الدولي رقم (أ١) ٠٨٢٩٧٧/ ٢٠١١) أو هيدروكسيد بوتاسيوم potassium hydroxide أو أمونيا (براءة الاختراع الألمانية (ر٢) ٦٠١١٣٥٧٩).

يمكن إجراء تطوير ماء الصرف القلوي من الغسل القلوي مثلاً بواسطة ما يسمى "تحلل الضغط الحراري thermal pressure decomposition" (أيضا TPD فيما يلي). العملية الأساسية لأجل TPD من أجل معالجة مياه الصرف المشتملة على مركبات نيترو أروماتية توصف في براءات الاختراع التالية:

تصف براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٠٠٥٢٠٣ عملية لتطوير مياه صرف تشمل مواد أروماتية نيترو – هيدروكسي nitro–hydroxyaromatics، حيث تعالج مياه الصرف تحت ضغط من ٥٠ إلى ٢٥٠ بار عند درجة حرارة من ١٥٠ إلى ٥٠٠°مئوية مع استبعاد الهواء والأكسجين.

وصفت براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٥٠٣٣٨٧ عملية مشابهة، التي، علاوة على هذا، تتميز بتطوير ماء الصرف القلوي المذكور بإضافة حمض نيتريك والمعالجة اللاحقة في

نطاقات درجة حرارة من ١٨٠ إلى ٣٥٠°مئوية تحت مدى ضغط من ٤٠ إلى ٢٥٠ بار. مع هذا، كلتا العمليتين لهما عيوب ضخمة.

لا تصف براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٠٠٥٢٠٣ إزالة هيدروكربونات عضوية مثل بنزين أو نيتروبنزين الناتجة في عملية نيترة كاظمة للحرارة مقابلة للفن السابق. تنقية ماء الصرف طبقًا لتعاليم براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٠٠٥٢٠٣ لذلك تكون إما غير كافية، أو يكون استهلاك محلول هيدروكسيد صوديوم في TPD مرتفع جدًا.

في براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٥٠٣٣٨٧ لم ينجح التحلل الكامل من أجل نيتروبنزين، لذلك تكون معالجة ماء الصرف إضافيا ضرورية. علاوة على هذا يتحلل النيتروبنزين الموجود في ماء الصرف في عملية TPD ولذلك يخفض الإنتاجية المتحققة. وجود حمض نيتريك في عملية TPD المطلوب طبقًا لتعاليم براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٥٠٣٣٨٧ يرفع أيضًا تكاليف العملية من ناحيتين: من ناحية أولى بسبب استهلاك حمض النيتريك ومن ناحية أخرى بسبب إجهادات المادة المرتفعة نتيجة لتآكل حمض النيتريك وتكاليف الاستثمار المرتفعة المصاحبة لذلك، على سبيل المثال من أجل مفاعل أنبوبي مقاوم للتآكل مبطن مع تيتانيوم titanium. عيب إضافي، غير موصوف، هو أيضًا الحاجة إلى ماء الصرف القلوي الذي يجب أن يكون متعادل مبدئيًا (مثلاً مع حمض نيتريك إضافي)، قبل تحوله إلى مدى أس هيدروجيني لحمض بإضافة حمض نيتريك. بذلك تكون كمية كبيرة نسبيًا من الحمض ضرورية.

تصف براءة الاختراع الأوروبية رقم (أ١) ١٥٩٣٦٥٤ عملية لتطوير مياه صرف قلوية متشكلة أثناء غسل النيتروبنزين خام، حيث يحضر النيتروبنزين الخام عن طريق نيترة بنزين كاظم للحرارة مع حمض النيترة nitrating acid ثم يُغسل في غسل حمض وبعدها في غسل قلوي، حيث نحصل على ماء صرف قلوي يشمل بنزين بتركيزات من ١٠٠ إلى ٣٠٠٠ جزء في المليون ونيتروبنزين بتركيزات من ١٠٠٠ إلى ١٠٠٠٠ جزء في المليون، حيث البنزين و/أو النيتروبنزين الموجود في شكل غير مذاب يتم فصلهما بعدئذ عن ماء الصرف القلوي، ثم يزال اختياريًا البنزين و/أو النيتروبنزين المتخلف من ماء الصرف القلوي بالتنصيل، ثم يسخن ماء الصرف القلوي إلى درجات حرارة من ١٥٠ إلى ٥٠٠°مئوية تحت ضغط مرتفع، مع استبعاد الأكسجين. بذلك يمكن تلقيم ماء الصرف المعالج بهذه الطريقة مباشرة إلى وحدة معالجة حيوية بدون تخفيف. مع هذا،

بانحلال مركبات نيترو في مياه صرف مائية طبقا لحالة الفن، تتشكل أمونيا، لها تأثير عكسي في وحدات المعالجة الحيوية (انظر أيضا الفقرة التالية المتعلقة ببراءة الاختراع الدولية رقم (أ١) ٢٠١٢/٠٢٥٣٩٣.

يصف الطلب الدولي رقم (أ١) ٢٠١٢/٠٢٥٣٩٣ تطوير مياه الصرف الناتجة في عملية تنقية مركبات نيترو أروماتية خام بعد النترة للمركبات الأروماتية، وبوجه خاص يعالج مشاكل إزالة الأمونيا، المتشكلة أثناء التحلل الحراري لمركبات النيترو. توفر العملية الموصوفة الخطوات التالية: (أ) غسل على مرحلة واحدة أو متعدد المراحل لمركب النيترو الأروماتي الخام للحصول على طور عضوي واحد على الأقل وطور مائي واحد على الأقل، وفصل الطور المائي أو الأطوار المائية، حيث تتضمن الخطوة (أ) إضافة قاعدة مختلفة عن الأمونيا، ثم (ب) اختياريًا إزالة المقومات العضوية من جزء على الأقل من الطور المائي أو الأطوار المائية الناتجة في الخطوة (أ) بواسطة التنصيل، يفضل مع بخار، بعد هذا الخطوة (جـ) لإزالة المركبات العضوية من جزء على الأقل من الطور المائي أو الأطوار المائية الناتجة من الخطوة (أ) أو، على التوالي، الخطوة (ب) عن طريق الانحلال الحراري و/أو التأكسدي، ثم الخطوة (د) باستنزاف أمونيا من جزء على الأقل من الطور المائي أو الأطوار المائية الناتجة من الخطوة (جـ) بواسطة التقطير، ثم الخطوة (هـ) اختياريًا تلقيم جزء على الأقل من الطور المائي أو الأطوار المائية الناتجة من الخطوة (د) إلى معالجة ماء صرف حيوية. بوجه خاص، يجب خفض محتوى الأمونيا في ماء الصرف في الخطوة (د)، الناتج في النيترة للمركبات الأروماتية والإزالة اللاحقة للمقومات العضوية. بهذا الخصوص يشير الطلب الدولي رقم (أ١) ٢٠١٢/٠٢٥٣٩٣ إلى أمونيا حرة وأيونات أمونيوم ammonium غير مذابة في ماء الصرف بعد TPD، الذي يلقم إلى معالجة ماء صرف حيوية. من ثاني أكسيد الكربون الموجود في ماء الصرف القلوي وأمونيا، في الحقيقة، تتشكل أيضًا دائمًا كربونات أمونيوم ammonium carbonate إلى مدى معين، والتي نتيجة لخاصيتها الملحية لا يمكن إزالتها بالتنصيل مثل الأمونيا.

الوصف العام للاختراع

لذلك هناك حاجة لعملية متقدمة لتطوير مياه صرف قلوية متشكلة أثناء غسل نيتروبنزين خام محضر عن طريق نيترة بنزين كاظمة للحرارة. بوجه خاص، يجب أن يكون من الممكن استخدام

العمليات المثبتة بذاتها لانحلال ضغط حراري (TPD) دون أن يمثل محتوى أمونيا وأيونات أمونيوم في ماء الصرف المتشكل بهذه الطريقة مشاكل في التطور الإضافي، على سبيل المثال في وحدة معالجة حيوية.

مع الأخذ في الاعتبار هذه الحاجة، يوفر الاختراع الحالي عملية لتطوير ماء صرف قلوي متشكل أثناء غسل نيتروبنزين خام ناتج عن طريق نيترة بنزين، يفضل كاظمة للحرارة، حيث:

(١) يسخن ماء الصرف القلوي إلى درجة حرارة من ١٥٠ إلى ٥٠٠°مئوية، يفضل من ٢٥٠ إلى ٣٥٠°مئوية، يفضل بصفة خاصة من ٢٧٠ إلى ٢٩٠°مئوية، تحت ضغط مرتفع بالنسبة للضغط الجوي، يفضل تحت ضغط مطلق من ٥٠ إلى ٣٥٠ بار، يفضل بصفة خاصة من ٥٠ إلى ٢٠٠ بار، يفضل تحديدا جدًا من ٧٠ إلى ١٣٠ بار، لفترة زمنية يفضل من ٥ إلى ١٢٠ دقيقة، يفضل بصفة خاصة من ١٥ إلى ٣٠ دقيقة، مع استبعاد الأكسجين ثم يبرد بصورة مفضلة إلى درجة حرارة من ٦٠ إلى ١٠٠°مئوية؛

(٢) تضاف قاعدة، يفضل محلول مائي من قاعدة مختارة من المجموعة المتكونة من هيدروكسيد ليثيوم lithium hydroxide، هيدروكسيد صوديوم sodium hydroxide، هيدروكسيد بوتاسيوم potassium hydroxide وهيدروكسيد روبيديوم rubidium hydroxide، يفضل تحديدا محلول هيدروكسيد صوديوم مائي، إلى ماء الصرف الناتج في (١)، ويفضل بالفعل بحيث يكون الأس الهيدروجيني على الأقل ١٢، يفضل ١٢ إلى ١٣؛

(٣) ينقى ماء الصرف الناتج في (٢) إضافيًا بالتنصيل مع غاز تنصيل، يفضل بخار، يفضل تحت ضغط مطلق من ٠,١ إلى ٥ بار، يفضل بصفة خاصة من ٠,٥ إلى ٢ بار ويفضل عند درجة حرارة من ٤٠ إلى ١٦٠°مئوية، يفضل بصفة خاصة من ٨٠ إلى ١٢٠°مئوية، ثم يبرد تيار غاز التنصيل المحمل بالشوائب إلى درجة حرارة من ١٠ إلى ٦٠°مئوية، يفضل من ٢٠ إلى ٥٠°مئوية، يفضل بصفة خاصة من ٢٥ إلى ٤٥°مئوية، يفضل تحديدا جدًا من ٣٠ إلى ٤٠°مئوية.

طبقا للاختراع، يفهم أن التنصيل يعني إزالة مقومات متطايرة معينة من السوائل بإمرار غاز تنصيل (هواء، بخار، إلخ) خلالها، تنتقل المقومات المذكورة إلى طور الغاز (أي تفرغ من السائل مع الغاز المار خلاله).

توصف تجسيدات الاختراع بمزيد من التفصيل فيما يلي. في هذا السياق، يمكن اتحاد تجسيدات متنوعة معًا حسب الرغبة، إذا لم يظهر خلاف هذا بوضوح من السياق.

في تجسيد مفضل بوجه خاص، تتضمن العملية الإجمالية الخطوات التالية:

(أ) عملية نيترة بنزين مع حمض نيتريك أو، يفضل، خليط من حمض نيتريك وحمض كبريتيك (يسمى أيضًا فيما يلي الحمض المختلط) وفصل الطور المائي؛

(ب) غسل منتج العملية العضوي الناتج في الخطوة (أ)؛

(ج) الغسل القلوي لمنتج العملية العضوي المغسول الناتج في الخطوة (ب)، ويفضل الحصول على ماء صرف قلوي يشمل بنزين بتركيز من ١٠٠ إلى ٣٠٠٠ جزء في المليون ونيتروبنزين بتركيز من ١٠٠٠ إلى ١٠٠٠٠ جزء في المليون؛

(د) فصل البنزين و/أو النيتروبنزين اختياريًا من ماء الصرف القلوي الناتج في الخطوة (ج)؛

(هـ) تنصيل اختياري لماء الصرف القلوي الناتج في الخطوة (ج) أو الخطوة (د) لإزالة كميات متخلفة من البنزين و/أو النيتروبنزين؛

(و) تطوير ماء الصرف القلوي الناتج في الخطوة (ج) أو الخطوة (د) أو الخطوة (هـ)، بما في ذلك الخطوات (١) إلى (٣) الموصوفة أعلاه.

تجرى في هذا السياق عملية نيترة بنزين لإعطاء نيتروبنزين مع حمض نيتريك أو خليط من حمض نيتريك وحمض كبريتيك (حمض مختلط) في الخطوة (أ) بواسطة أي عملية مرغوبة من الفن الحالي معروفة للشخص الماهر في الفن، كما هو موصوف مثلاً في براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠٤٣٦٤٤٣، براءة الاختراع الأوروبية (ب١) ٠٧٧١٧٨٣، براءة الاختراع الأمريكية رقم (ب٢) ٦٥٦٢٢٤٧ أو في براءة الاختراع الأوروبية رقم (ب١) ٠١٥٦١٩٩. ما إن تم الحصول

على نيتروبنزين خام يشمل حمض فائض، بنزين غير متفاعل، ماء ومنتجات ثانوية عضوية في كل العمليات من الفن السابق، يمكن تطبيق التنقية طبقًا للاختراع من أجل النيتروبنزين الخام الناتج في الخطوة (أ) مبدئيا على كل العمليات. على سبيل المثال، يمكن إجراء عملية نيترة مع تبديد حرارة التفاعل (يعني، متساوي الحرارة أو متساوي الحرارة تقريبا) أو أيضًا بدون تبديد حرارة التفاعل يفضل في مفاعلات معزولة (يعني، كاظمة للحرارة). مع هذا، يفضل تفاعل بنزين مع خليط من حمض نيتريك وحمض كبريتيك باستخدام إجراء عملية كاظمة للحرارة، كما هو موصوف بوجه خاص في براءة الاختراع الألمانية رقم (أ١) ٧١٣ ٠٤٨ ٢٠٠٨ ١٠، وبوجه خاص في الفقرة [٠٠٢٤]. ينفصل أخيرًا النيتروبنزين الخام المحضر في الخطوة (أ) من الحمض الفائض (عند استخدام حمض مختلط جوهريًا حمض الكبريتيك) في خزان فصل.

يغسل الطور العضوي، الذي لا يزال يشمل تقليديًا كميات ضئيلة من الحمض، الناتج في الخطوة (أ) بعد فصل الطور في الخطوة (ب) في عملية أو عمليتي غسل، يفضل عملية غسل واحدة، ثم ينفصل عن الطور المائي للحمض عن طريق فصل طور (في حالة مرات غسل عديدة بعد كل غسلة فردية). في الخطوة (ب) تزال بالغسل متخلفات الحمض التي يحتويها النيتروبنزين الخام؛ لذلك تسمى خطوة العملية هذه أيضًا غسل حمض acid wash. يفضل، إجراء العملية في هذا السياق بحيث يستقر أسها الهيدروجيني < ٥ (مقاس عند ٢٠°مئوية) في الطور المائي الناتج بعد فصل الطور. يمكن استعمال أي نوع من الماء، مثلاً ماء مزال التأين أو متكثف بخار، كسائل الغسل في الخطوة (ب). قد يحتوي الماء أيضًا على أملاح مذابة. يفضل إعادة تدوير تيارات مائية ناتجة في الوحدة لإجراء الخطوة (ب).

عندئذ يغسل الطور العضوي الناتج بهذه الطريقة في الخطوة (ج) بصورة مفضلة مرة غسل واحدة أو اثنتين، بصورة مفضلة بوجه خاص غسل (غسلات) قلوي واحد مع قاعدة، يفضل محلول مائي من قاعدة مختارة من المجموعة المتكونة من هيدروكسيد صوديوم، كربونات صوديوم وبيكربونات صوديوم sodium bicarbonate، ثم ينفصل عن ماء الغسل القلوي عن طريق فصل الطور (في حالة غسلات عديدة بعد كل غسلة فردية). يفضل استخدام محلول هيدروكسيد صوديوم كمحلول القاعدة المائي. يوصف الغسل القلوي فيما يلي بواسطة محلول هيدروكسيد صوديوم؛ من

السهل على الشخص الماهر في الفن إجراء تعديلات ملائمة عند الضرورة عند استخدام قواعد أخرى.

بصورة مفضلة، يكون محلول هيدروكسيد الصوديوم المستخدم له أس هيدروجيني بين ٩ و١٤ (مقاس عند ٢٠°مئوية). تعتمد نسبة وزن محلول هيدروكسيد الصوديوم إلى الطور العضوي (جوهريًا نيتروبنزين) على فائض البنزين المستعمل في الخطوة (أ) ويفضل أن تكون بين ١:٨٠ و١:٥٠٠. يستقر الأس الهيدروجيني لمحلول هيدروكسيد الصوديوم المستخدم ونسبة وزنه إلى الطور العضوي بحيث أن شوائب الحمض (مثلا نيتروفينولات المتشكلة كمنتجات ثانوية ومتخلفات الحمض غير المزالة بالكامل في الخطوة (ب))، تكون متعادلة بدرجة كبيرة أو بالكامل، من المفضل أن تكون متعادلة بالكامل في الخطوة (جـ).

في الخطوة (د) الاختيارية، ينفصل البنزين و/أو النيتروبنزين غير المذاب الذي لا يزال موجود في ماء الصرف القلوي من الخطوة (جـ). بعدئذ يفضل تلقيم البنزين و/أو النيتروبنزين المنفصل بهذه الطريقة مرة أخرى إلى عملية نيترة، يفضل خصوصًا إلى النيتروبنزين الخام. في هذا السياق، يمكن إجراء فصل النيتروبنزين الموجود في الشكل غير المذاب عن طريق أدوات فصل، خزانات ترسيب أو أجهزة فصل طور أخرى. يفضل استخدام خزان ترسيب. بصورة مفضلة، نحصل في الخطوة (د) على ماء صرف قلوي الذي يشمل بنزين بتركيز من ١٠٠ إلى ١٠٠٠ جزء في المليون ونيتروبنزين بتركيز من ١٢٠٠ إلى ٣٠٠٠ جزء في المليون. يفضل إجراء الخطوة (د).

اختياريا، في الخطوة (هـ) يمكن بعدئذ إزالة البنزين وإذا كان ملائما النيتروبنزين المتخلف بالتنصيل من ماء الصرف القلوي الناتج من الخطوة (جـ) و، بالاعتماد على إجراء الخطوة (د) من عدمه، من الخطوة (د). في هذا السياق يفضل إجراء التنصيل في عمود تنصيل لتنصيل الكميات المتخلفة من البنزين والنيتروبنزين علويا مع بخار. بعدئذ يفضل إعادة تدوير الأبخرة الناتجة، المشتملة على البنزين والنيتروبنزين، إلى الغسل القلوي في الخطوة (جـ). يمكن مراقبة تعطل عمود التنصيل، على سبيل المثال، بواسطة أداة أمان إضافية. بصورة مفضلة، نحصل في الخطوة (هـ) على ماء صرف قلوي لا يزال مشتملا على بنزين فقط بتركيز يصل إلى ١٠ جزء في المليون ونيتروبنزين بتركيز يصل إلى ١٠ جزء في المليون.

في الخطوة (و) (١) (عملية TPD) يسخن ماء الصرف القلوي، الناتج من الخطوات (جـ)، (د) و(هـ) ولايزال محملاً بالأملاح العضوية من المواد الأروماتية نيترو- هيدروكسي، إلى درجة حرارة من ١٥٠ إلى ٥٠٠°مئوية، يفضل من ٢٥٠ إلى ٣٥٠°مئوية، يفضل بصفة خاصة من ٢٧٠ إلى ٢٩٠°مئوية، تحت ضغط مرتفع بالنسبة للضغط الجوي، يفضل تحت ضغط مطلق من ٥٠ إلى ٣٥٠ بار، يفضل بصفة خاصة من ٥٠ إلى ٢٠٠ بار، يفضل تحديدا جدًا من ٧٠ إلى ١٣٠ بار، مع استبعاد الأكسجين. من الممكن أيضًا تسخين ماء الصرف القلوي تحت جو غاز خامل أو تحت ضغط إدخال غاز خامل، على سبيل المثال ٠,١ إلى ١٠٠ بار. الغازات الخاملة المناسبة هي مثلاً نيتروجين و/أو أرجون argon. بالاعتماد على درجة الحرارة وإذا كان ملائما ضغط إدخال الغاز الخامل، يفضل استقرار الضغوط سالفة الذكر أثناء تسخين مياه الصرف. يجري تقليديًا في هذا السياق تسخين ماء الصرف القلوي وانحلال الضغط الحراري للمقومات العضوية مثل بنزين، نيتروبنزين ومواد أروماتية نيترو- هيدروكسي لمدة ٥ إلى ١٢٠ دقيقة، يفضل ١٥ إلى ٣٠ دقيقة. بصورة مفضلة، بعدئذ يبرد ماء الصرف القلوي بحيث يغادر TPD مع درجة حرارة من ٦٠ إلى ١٠٠°مئوية.

تجرى الخطوات (د)، (هـ) و(و)(١) طبقًا للفن الحالي، يفضل طبقًا لكشف براءة الاختراع الأوروبية رقم (أ١) ١٥٩٣٦٥٤.

في الخطوة (و) (٢) تضاف قاعدة، يفضل محلول مائي من قاعدة مختارين من المجموعة المتكونة من هيدروكسيد ليثيوم، هيدروكسيد صوديوم، هيدروكسيد بوتاسيوم وهيدروكسيد روبيديوم، يفضل تحديدا محلول هيدروكسيد صوديوم مائي، إلى ماء الصرف الناتج في الخطوة (و) (١)، ويفضل هذا بحيث يكون الأس الهيدروجيني على الأقل ١٢، يفضل من ١٢ إلى ١٣. بهذا نضمن أن تظل تلك الكربوناتات الموجودة في ماء الصرف الناتج في الخطوة (و) (١) في ماء الصرف، ويفضل بالفعل إلى مدى > ٩٩,٩٩٩٪، ولا يتشكل ثاني أكسيد الكربون. العملية طبقا للاختراع تجعل من الممكن الحد من محتوى ثاني أكسيد الكربون في ماء الصرف الناتج في الخطوة (و) (٢) إلى < ١٠ جزء في المليون، بالاعتماد على الوزن الإجمال لماء الصرف الناتج في الخطوة (و) (٢). نتيجة للأس الهيدروجيني العالي في الخطوة (و) (٢)، تحرر

الأمونيا من كربونات الأمونيوم. على العكس من كربونات الأمونيوم، يمكن إزالة الأمونيا بسهولة بواسطة التنصيل.

في الخطوة (و)(٣)، ينقى في النهاية إضافيًا ماء الصرف الناتج من الخطوة (و)(٢) بالتنصيل وبعدئذ يبرد تيار غاز التنصيل المحمل بالشوائب إلى درجة حرارة من ١٠ إلى ٦٠°مئوية، يفضل من ٢٠ إلى ٥٠°مئوية، يفضل بوجه خاص من ٢٥ إلى ٤٥°مئوية، يفضل جدًا بوجه خاص من ٣٠ إلى ٤٠°مئوية. تزال الأمونيا والمقومات العضوية التي لاتزال موجودة بواسطة هذا الإجراء. بصورة مفضلة، يتم التنصيل في سياق الاختراع الحالي في تيار متقاطع في عمود التنصيل، يستخدم تيار غاز من غاز التنصيل (يفضل البخار) ويفضل نشوء المقومات المتطايرة المتنصلة عند رأس عمود التنصيل (الأبخرة) ويفضل إزالة ماء الصرف المُنصل عند قاع عمود التنصيل. يبرد تيار الغاز المزال عند رأس عمود التنصيل (الأبخرة) في مكثف إلى درجة حرارة من ١٠ إلى ٦٠°مئوية، يفضل من ٢٠ إلى ٥٠°مئوية، يفضل بوجه خاص من ٢٥ إلى ٤٥°مئوية، يفضل تحديدا جدًا من ٣٠ إلى ٤٠°مئوية، وبعدئذ يفضل أن ينقل التيار السائل المتشكل بهذه الطريقة إلى جهاز فصل طور، الذي منه تنظف المواد العضوية، المنفصلة. التيار الناتج بهذه الطريقة، المحرر بدرجة كبيرة من المواد العضوية (في التجسيد المفضل مع بخار كغاز التنصيل، ما يسمى بخار الماء)، يفضل أن يدفع مرة أخرى جزئيا إلى كليا إلى رأس عمود التنصيل. يفضل أن يلقم مباشرة الجزء المتبقي من التيار المحرر بدرجة كبيرة من المواد العضوية (بدون خطوات تنقية وسطية إضافية) لمعالجة ماء صرف، يفضل وحدة معالجة حيوية. يفضل أن يكون عمود التنصيل أداة أنبوبية مع حواجز متعددة (مثلاً، قيعان معبأة، عبوات هيكلية أو صواني نقل كتلة) من أجل نقل كتلة كثيفة من الطور الغازي والسائل. تعرف عمليات وأعمدة ملائمة للشخص الماهر في الفن، وتوصف على سبيل المثال في:

W. Meier, Sulzer, Kolonnen für Rektifikation und Absorption, in: Technische Rundschau Sulzer, 2 (1979), page 49 to 61.

بصورة مفضلة، يجرى التنصيل طبقًا للخطوة (و)(٣) تحت ضغط مطلق من ٠,١ إلى ٥ بار، يفضل بوجه خاص من ٠,٥ إلى ٢ بار، ويفضل عند درجة حرارة من ٤٠ إلى ١٦٠°مئوية، يفضل بصفة خاصة ٨٠ إلى ١٢٠°مئوية.

يمكن دفع الأمونيا المنصلة في الخطوة (و)(٣) في نظام غاز الصرف بواسطة غاز خامل، يفضل نيتروجين، بضخ فقاعات فيه عند رأس عمود التنصيل، ويلقم لتطهير هواء مستنفد تقنيا.

طبقا للفن الحالي، سوف يقوم الشخص الماهر في الفن دائما بإبقاء درجات الحرارة في كل الخطوات بعد TPD أعلى من ٦٠°مئوية، لتجنب مشكلة ترسيب كربونات الأمونيوم. كنتيجة لهذا، على الرغم من هذا، تضعف إمكانية فصل المواد العضوية عند رأس أداة التنصيل في جهاز فصل الطور، بسبب ذوبان المواد العضوية بصورة أفضل في الماء عند درجة حرارة مرتفعة وينشأ مستوى متزايد من المقومات العضوية على التوالي في ماء الصرف المرسل إلى وحدة المعالجة الحيوية.

تتميز العملية طبقا للاختراع بعدد من السمات غير الموجودة في الفن السابق. هكذا، عند تطور ماء الصرف القلوي طبقا للاختراع، بعد إضافة قاعدة بعد TPD وبالتالي ضمان أس هيدروجيني عالي جدا، يحفظ ثاني أكسيد الكربون في الطور المائي ككربونات. في خطوة التطوير الإضافية في التنصيل، لذلك، قد لا تتشكل كربونات الأمونيوم، التي قد تؤدي، على سبيل المثال، إلى انسدادات في نظام الغاز المستنفد من عمود التنصيل، بتفاعل أمونيا مع ثاني أكسيد الكربون. علاوة على هذا، يمكن الآن تبريد الأبخرة عند رأس عمود التنصيل بدون تشكيل كربونات أمونيوم ضارة. يتحقق فصل طور أفضل بين الطور العضوي والطور المائي المشتملين على أمونيا في جهاز فصل الطور من عمود التنصيل.

<u>الوصف التفصيلي:</u>

يمكن إرسال ماء الصرف المنقى طبقا للاختراع (أي ماء الصرف المنصل في الخطوة (٣)، الذي يزال في التجسيد المفضل من قاع عمود التنصيل) بدون مشاكل مباشرة، أي بدون خطوات تنقية إضافية وسطية، إلى معالجة ماء صرف، تفضل وحدة معالجة حيوية.

الأمثلة

طرق القياس:

محتوى المكونات العضوية: تحليل كروماتوجرافي غاز gas chromatography (GC)، تتحدد المساحة٪.

محتوى أيون أمونيوم: مقياس ضوئي طبقا إلى DIN 38406، تتحدد محتويات الوزن بجزء في المليون.

٥ الشروط العامة لتحضير النيتروبنزين

يحضر النيتروبنزين في عملية كاظمة للحرارة كما هو موصوف في براءة الاختراع الأوروبية رقم (أ١) ٢١٦٨٩٤٢. يستخدم في الأمثلة التالية ماء الصرف الناتج في الغسل القلوي الأخير في هذا الإجراء.

مثال ١ (مقارن– درجة حرارة تكثيف عالية، لا تضاف قاعدة بعد TPD):

١٠ يدفع ماء الصرف من الغسل القلوي إلى خزان ترسيب فيه يزال بالفصل البنزين والنيتروبنزين غير المذابين. يدفع ٣,٥ طن في الساعة من ماء الصرف الذي له محتوى نيتروبنزين بمقدار ٢٢٩٣ جزء في المليون، ومحتوى بنزين بمقدار ٢١٢ جزء في المليون ومحتوى نيتروفينولات بمقدار ١٦,٢٤٤ جزء في المليون وأس هيدروجيني بمقدار ١٣,٤ (٢٪ هيدروكسيد صوديوم فائض مقارنة مع محتوى النيتروفينولات) من خزان الترسيب إلى TPD ويعالج مع زمن
١٥ استبقاء ٢٠ دقيقة، درجة حرارة ٢٩٠°مئوية وضغط مطلق ٩٠ بار. بعدئذ يبرد ماء الصرف المتشكل إلى ٨٨°مئوية بعد TPD. ماء الصرف هذا له أس هيدروجيني بمقدار ١٠,٣ (٠,١٪ هيدروكسيد الصوديوم، بالاعتماد على ماء الصرف) ومحتوى عالي جدا من الأمونيا الحرة (٢٣٠٠ جزء في المليون) وكربونات (١,٥٨٪). بعدئذ ينصل ماء الصرف هذا مع بخار مباشر. نحصل على تيار من ٣,٩ طن لكل ساعة المشتمل جوهريا على ماء، أمونيا، ثاني أكسيد الكربون ومواد
٢٠ عضوية في قاع عمود التنصيل تحت ضغط مطلق بمقدار ١,٠٢ بار في العمود المنصل. يتكثف منتج الرأس من عمود التنصيل ويبرد إلى ٦٥°مئوية. ينظف تيار تنظيف من المواد العضوية من المادة المتكثفة. يعاد تدوير ٠,٢٥ طن لكل ساعة من تيار المادة المائية المتكثفة المستنفدة في المواد العضوية كإعادة تكثيف للبخار في عمود التنصيل. محتوى المواد العضوية، المقاس على أنه TOC (كربون عضوي إجمالي total organic carbon)، في ماء الصرف الناتج (تيار قاع

من عمود التنصيل)، المرسل إلى وحدة معالجة حيوية، يكون بمقدار ٥٩٤٥ جزء في المليون. محتوى الأمونيوم في ماء الصرف هذا يكون ١٨٢ جزء في المليون.

مثال ٢ (مقارن– درجة حرارة تكثيف منخفضة، لا تضاف قاعدة بعد TPD):

يجرى مثال ٢ كما في مثال ١، مع الاختلاف المتمثل في تكثف منتج الرأس من عمود التنصيل وتبريده إلى ٣٥°مئوية. محتوى المواد العضوية في ماء الصرف الناتج، المرسل إلى وحدة معالجة حيوية، يكون بمقدار ٥٦٦١ جزء في المليون. هناك مشاكل ضخمة بسبب الانسدادات في نظام الغاز المستنفد من عمود التنصيل، المنسوبة إلى ترسب كربونات أمونيوم على الصمامات وفي خطوط الأنابيب من نظام الغاز المستنفد. محتوى الأمونيوم في ماء الصرف هذا يكون بمقدار ٢١٢ جزء في المليون.

مثال ٣ (مقارن– درجة حرارة تكثيف عالية، تضاف قاعدة بعد TPD):

يجرى مثال ٣ كما في مثال ١، حتى، ويتضمن خطوة العملية TPD. يضاف محلول هيدروكسيد الصوديوم بتركيز ٣٠٪ (١٠٠ لتر/ ساعة) إلى ماء الصرف من TPD، المبرد إلى ٨٨°مئوية. بعدئذ يكون الأس الهيدروجيني بمقدار ١٢,٥. بعدئذ، ينصل ماء الصرف مع بخار مباشر. نحصل على تيار بمقدار ٤ طن في الساعة المتكون جوهريا من ماء، أمونيا، ثاني أكسيد الكربون ومواد عضوية في قاع عمود التنصيل تحت ضغط مطلق بمقدار ١,٠٢ بار. يتكثف منتج القمة ويبرد إلى ٦٥°مئوية. ينظف تيار تنظيف المواد العضوية من المادة المتكثفة. يعاد تدوير ٠,٢٥ طن لكل ساعة من تيار المادة المتكثفة المائية المستنفد في المواد العضوية كإعادة لتكثيف البخار في عمود التنصيل. محتوى المواد العضوية في ماء الصرف، المرسل إلى وحدة معالجة حيوية، يكون بمقدار ٥٨٩٤ جزء في المليون. محتوى الأمونيوم أقل من ٩١ جزء في المليون.

مثال ٤ (طبقا للاختراع، درجة حرارة تكثيف منخفضة، تضاف قاعدة بعد TPD):

يجرى مثال ٤ كما في مثال ٣، مع الاختلاف المتمثل في تكثف منتج الرأس من عمود التنصيل وتبريده إلى ٣٥°مئوية. محتوى المواد العضوية في ماء الصرف الناتج، المرسل إلى وحدة معالجة حيوية، يكون بمقدار ٤٧٢٦ جزء في المليون. محتوى الأمونيوم في ماء الصرف يكون أقل

من ٨٧ جزء في المليون. لا توجد مشاكل على الإطلاق مع الرواسب في منطقة الغاز المستنفد من عمود التنصيل.

توضح الأمثلة أن فقط الإجراء طبقا للاختراع مع إضافة قاعدة (الخطوة (٢)) ودرجة حرارة تكثيف منخفضة (الخطوة (٣)) يؤدي إلى محتويات منخفضة من المواد العضوية أقل من ٥٠٠٠ جزء في المليون ومحتويات أمونيوم منخفضة أقل من ٩٠ جزء في المليون.

عناصر الحماية

١- عملية لتطوير ماء صرف قلوي alkaline waste water الذي يتشكل أثناء غسل نيتروبنزين nitrobenzene خام ناتج عن طريق عملية نيترة بنزين (إضافة حمض نيتريك إلى البنزين) benzene nitration، حيث:

(١) يسخن ماء الصرف القلوي alkaline waste water إلى درجة حرارة من ١٥٠°مئوية إلى ٥٠٠°مئوية تحت ضغط مرتفع بالنسبة للضغط الجوي مع استبعاد الأكسجين؛

(٢) تضاف قاعدة إلى ماء الصرف waste water الناتج في (١)؛

(٣) ينقى ماء الصرف waste water الناتج في (٢) إضافيًا عن طريق التنصيل مع غاز التنصيل ثم يبرد تيار غاز التنصيل المحمل بالشوائب إلى درجة حرارة من ١٠ إلى ٦٠°مئوية.

٢- عملية طبقا لعنصر الحماية ١، فيها يجرى تسخين ماء الصرف القلوي alkaline waste water في الخطوة (١) تحت ضغط مطلق من ٥٠ بار إلى ٣٥٠ بار.

٣- عملية طبقا لعنصر الحماية ١ أو ٢، فيها يجرى تسخين ماء الصرف القلوي alkaline waste water في الخطوة (١) لفترة من ٥ دقائق إلى ١٢٠ دقيقة.

٤- عملية طبقا لعنصر الحماية ٣، فيها بعد تسخين ماء الصرف القلوي alkaline waste water يبرد إلى درجة حرارة من ٦٠°مئوية إلى ١٠٠°مئوية.

٥- عملية طبقا لعناصر الحماية من ١ إلى ٤، فيها تكون القاعدة base المستخدمة في الخطوة (٢) عبارة عن محلول مائي من قاعدة base مختارة من المجموعة المتكونة من هيدروكسيد ليثيوم lithium hydroxide، هيدروكسيد صوديوم sodium hydroxide، هيدروكسيد بوتاسيوم potassium hydroxide وهيدروكسيد روبيديوم rubidium hydroxide.

٦- عملية طبقا لواحد من عناصر الحماية من ١ إلى ٥، فيها تضاف القاعدة base في الخطوة (٢) بحيث يصبح الأس الهيدروجيني على الأقل ١٢.

٧- عملية طبقا لواحد من عناصر الحماية من ١ إلى ٦، التي فيها يجرى التنصيل في الخطوة (٣) تحت ضغط مطلق من ٠,٥ بار إلى ٢ بار وعند درجة حرارة من ٨٠°مئوية إلى ١٢٠°مئوية.

٨- عملية طبقا لواحد من عناصر الحماية من ١ إلى ٧، فيها يكون غاز التنصيل هو البخار.

٩- عملية طبقا لواحد من عناصر الحماية من ١ إلى ٨، فيها تنظف المقومات العضوية من التيار الناتج في الخطوة (٣) بعد تبريد تيار غاز التنصيل المحمل بالشوائب إلى درجة حرارة من

١٠°مئوية إلى ٦٠°مئوية، بحيث نحصل على تيار مستنفد في المقومات العضوية

١٠- عملية طبقا لعنصر الحماية ٩، فيها يتم ارتداد التيار المستنفد في المقومات العضوية جزئيا أو بالكامل إلى التنصيل (٣).

١١- عملية طبقا لعنصر الحماية ٩ أو ١٠، فيها يرسل التيار المستنفد في المقومات العضوية، في حالة عدم ارتداده إلى التنصيل (٣)، مباشرة إلى معالجة ماء الصرف waste water.

١٢- عملية طبقا لواحد من عناصر الحماية من ١ إلى ١١، فيها يرسل مباشرة ماء الصرف waste water المنصل الناتج في الخطوة (٣) إلى معالجة ماء الصرف waste water.

١٣- عملية طبقا لواحد من عناصر الحماية ١ إلى ١٢، التي فيها ينتج ماء الصرف القلوي alkaline waste water المستخدم في الخطوة (١) من الخطوة (جـ) أو الخطوة (د) أو الخطوة (هـ) من خطوات العملية التالية:

(أ) نيترة بنزين benzene nitration مع حمض نيتريك nitric acid أو خليط من حمض نيتريك nitric acid وحمض كبريتيك sulfuric acid وفصل الطور المائي aqueous phase؛

(ب) غسل منتج العملية العضوي الناتج في الخطوة (أ)؛

(جـ) الغسل القلوي لمنتج العملية العضوي المغسول الناتج في الخطوة (ب)؛

(د) فصل بنزين benzene و/أو نيتروبنزين nitrobenzene اختياريًا من ماء الصرف القلوي alkaline waste water الناتج في الخطوة (جـ)؛

(هـ) تنصيل اختياري لماء الصرف القلوي alkaline waste water الناتج في الخطوة (جـ) أو الخطوة (د).

مدة سريان هذه البراءة عشرون سنة من تاريخ إيداع الطلب

وذلك بشرط تسديد المقابل المالي السنوي للبراءة وعدم بطلانها أو سقوطها لمخالفتها لأي من أحكام نظام براءات الاختراع والتصميمات التخطيطية للدارات المتكاملة والأصناف النباتية والنماذج الصناعية أو لائحته التنفيذية

صادرة عن
مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية ، مكتب البراءات السعودي
ص ب ٦٠٨٦ ، الرياض ١١٤٤٢ ، المملكة العربية السعودية
بريد الكتروني: patents@kacst.edu.sa