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

[11] رقم البراءة:١٤٠١
[45] **تاريخ المنح** ١٤٢٧/٠٩/١٨هـ
الموافـــق: ٢٠٠٦/١٠/١١م

[12] براءة اختراع

[72] **اسم المخترع:** فيرونيكا ماريـــا ليونـــاردا جوزيفينـــا آرتس، تجاي تيجين تجوي، كورت ليكليما

[73] **مالك البراءة:** دي اس ام آي بي أسيتس بي.في.
عنوانه: هيت اوفرلون ١، ٦٤١١ تي إي هيرلين ، هولندا

[74] **الوكيل:** سليمان ابراهيم العمار

[21] **رقم الطلب:** ٠٠٢١٠٦٠٤

[22] **تاريخ الإيداع :** ١٤٢١/٠٩/١٥ هـ
الموافق : ٢٠٠٠/١٢/١١ م

[51] **التصنيف الدولي**[٧] :
Int. Cl.[7]:C08G 73/006

[56] **المراجع:**
براءة أمريكية ٤٥٦٥٨٦٧ ١٩٨٦/٠١/٢١م

اسم الفاحص: ماجد بن غرم الله الغامدي

[54] **اسم الاختـــراع:** ميلامـــين بللـــوري crystalline melamine وإستخدامه في راتنيجـــات الأمينـــو- فورمالدهيد amino- formaldehyde resins

[57] **الملخص:** مسحوق من ميلامين melamine متعـــدد البللورية multicrystalline له مساحة محـــددة مـــن حوالي ٠,٧ – ٥م^{٢}/ جم، نسبة من مكونات محتويـــة على أكسجين أقل من ٠,٧٪ بالوزن ، لـــون APHA أقل من ١٧ ونسبة ميلام أعلى مـــن ١,٥٪ بـــالوزن. ويمكن أن يستخدم مسحوق الميلامين المتعدد البللورية فـــي راتنيجـــات الأمينـــو- فورمالدهيـــد-amino formaldehyde resin.

١٢ عنصر حماية

ميلامين بللوري crystalline melamine وإستخدامه في راتنيجات الأمينو- فورمالدهيد amino - formaldehyde resins

الوصف الكامل

خلفية الاختراع:-

يتعلق هذا الإختراع بميلامين بللوريCrystalline melamine ، وبصفة خاصة جداً بمسحوق ميلامين متعدد البللوريةmulticrystalline وإستخدامه في راتينجات الأمينو- فورمالدهيد.

ويحضر الميلامين بطرق مختلفة بالمجال الصناعي. وتوجد طرق مشتملة على تبلور للميلامين من محلول مائي، وتوجد طريقة فيها يتم الحصول على الميلامين مباشرة من طور الغاز، وتوجد طريقة فيها يتم تحضير الميلامين عند ضغط عالي (٧-٢٥ ميجاباسكال) وفيها يرش منصهر الميلامين الذي تم الحصول عليه بتلك الطريقة في جو أمونيا ويبرد. ويتم باستخدام الطريقة الأخيرة الحصول على مسحوق بللوري والذي يمكن أن يستخدم كما هو بدون مراحل تنقية أخرى.

ويشتمل الميلامين البللوري الناتج وفقاً للطريقة الأولى على ميلامين نقي جداً، ولكن البللورات الناتجة تكون كبيرة نسبياً، لذا يكون معدل الذوبان في مذيب على سبيل المثال، ماء أو مخلوط ماء/ فورمالدهيد منخفض. ويسحق الميلامين الناتج بتلك الطريقة للحصول على جزيئات أصغر مما كانت عليه مناسبة جداً. وبينما تكون الجزيئات ذات معدل ذوبان عالي، فإنها يكون لها أيضاً كثافة حجمية منخفضة وغالباً خواص تدفق أضعف. ونتيجة لذلك، لم يكن الناتج الذي تم الحصول عليه مثالي بسبب إتحاد معدل الذوبان، الكثافة الحجمية وخواص التدفق. ويكون الميلامين المستخلص مباشرة من طور الغاز دقيق جداً وبالتالي له كثافة حجمية قليلة وَ خواص تدفق ضعيفه ويكون الميلامين البللوري الناتج وفقاً لتلك الطريقة

ويشمل مسحوق الميلامين متعدد البللورية على جزيئات متعددة البللوريةmulticrystalline. وهذا يعني أن الجزيئات الكبيرة (اكبر من ٢٠ ميكرومتر) يتم تركيبها من بللورات صغيرة متعددة، مرتبطة سوياً لتكوين جزيئات مسامية كبيرة. ونتيجة لذلك، فإن الجزيئات المتعددة البللوريةmulticrystalline يكون لها مساحة السطح الكبيرة نفسها الموجودة عادة في الجزيئات الصغيرة وكذلك فإن لها مميزات البلورات الكبيرة مثل خواص التدفق الجيدة، وتبين صور المجهر الإلكتروني تمييز واضح بين تلك الجزيئات والميلامين المتبلور من الماء. ويكون للجزيئات الناتجة برش منصهر ميلامين في جو أمونيا تركيب مثل تركيب القرنبيط. ويحتوي الميلامين المتبلور من الماء على كمية أساسية من بللورات لها حجم بللوري أكبر من ٥٠ ميكرومتر.

ويتم وصف طريقة لتحضير الميلامين المتعدد البللورية عند ضغط عالي وفيها يتم الحصول على منصهر الميلامين الذي يبرد في جو أمونيا كما هو موصوف في البراءة الأمريكية رقم ٤٥٦٥٨٦٧ وعلى وجه الخصوص ، فإن وصف هذه البراءة يصف كيفية التحلل الحراري لليوريا في مفاعل عند ضغط من حوالي ١٠,٣ إلى ١٧,٨ ميجاباسكال ودرجة حرارة من ٣٥٤ إلى ٤٢٧°م للحصول على منتج مفاعل. ويحتوي ناتج هذا المفاعل على ميلامين سائل، CO_2 و NH_3 ويتم نقل هذا المنتج كتيار مخلوط تحت ضغط إلى وحدة فصل. وفي وحدة الفصل تلك، والتي يتم الاحتفاظ بها تحت نفس الضروف من قيمة الضغط ودرجة حرارة المفاعل المذكور، ويفصل ناتج المفاعل المذكور في تيار غازي وتيار سائل. ويحتوي التيار الغازي على الغازات المفصولة CO_2 و NH_3 وأيضاً بخار الميلامين. ويتضمن التيار السائل أساساً على ميلامين سائل.

وينقل التيار الغازي إلى وحدة غسيل بالدعك، بينما ينقل الميلامين السائل إلى وحدة تبريد الناتج. وفي وحدة الغسيل بالدعك، فإن الغازات المفصولة المذكورة CO_2 و NH_3، التي تحتوي على بخار ميلامين، يتم غسلها بالدعك، وذلك عند قيمة ضغط تشبه ضغط المفاعل، وذلك مع اليوريا المنصهره المطلوبة في تلك الطريقة لكي يتم التسخين المسبق لليوريا وإزالة

الميلامين الموجود من غازات العادم. وبعد ذلك فإن اليوريا المنصهرة السابقة التسخين ، التي تحتوي على الميلامين المذكور،يتم تغذيتها إلى المفاعل. وفي وحدة تبريد المنتج فإنه يتم تقليل الضغط فوق الميلامين السائل ويبرد بوسط تبريد سائل لإنتاج ناتج ميلامين صلب بدون الغسيل بالدعك أو تنقية أخرى. يفضل في البراءة الأمريكية رقم ٤٥٦٥٨٦٧ استخدام الأمونيا السائلة كوسط تبريد سائل.

ومن أهم سلبيات الطريقة وفقاً للبراءة الأمريكية رقم ٤٥٦٥٨٦٧ هو أن الميلامين الناتج له لون أصفر، وذلك نتيجة لعدم قدرتها على الإستخدام في كل تطبيقات الميلامين.

ويمكن أن يستخدم الميلامين المتعدد البللورية**Crystalline melamine** الناتج وفقاً للبراءة الأمريكية رقم ٤٥٦٥٨٦٧ في راتينجات الأمينو فورمالدهيد وفيها يكون لون الميلامين له أهية طفيفة. وتعرف راتينجات الأمينو- فورمالدهيد، مثل على سبيل المثال راتنيجات الملامين فورمالدهيد (MF)، راتينجات اليوريا فورمالدهيد (UF) وراتينجات الميلامين – يوريا – فورمالدهيد (UMF) بوجه عام. وتصف البراءة الأمريكية رقم ٥٢١٠٨٢١-أ- طريقة لتحضير راتينجات الميلامين- فورمالدهيد بداية من الميلامين الذي لا يزال يحتوي على ٢-٨٪ من الشوائب من عملية تحضير الميلامين. وتتضمن هذه الشوائب كميات صغيرة من أميلين، أميليد، يوريد وميلاأمين، ميليم وميلام. وتكون الزيادة في هذا الإتحاد من الشوائب غير مفضل بالأخص للإستخدام في راتينجات الأمينو- فورمالدهيد للإستخدامات الشفافة. نجد أن نسبة عالية جداً من المركبات المحتوية على أكسجين مثلاً تقلل الأس الهيدروجينيPH للمحلول الراتينجي وذلك يمكن أن يتسبب في الراتينجات غير مستقرة- وينخفض الأس الهيدروجينيPH بواسطة، مركبات الأميلين، الأميليدو حمض السانوريك المحتوين على أكسجين، ARCs لقصر (المركبات المتعلقة بالأميلين).

الوصف العام للاختراع:-

إن هدف هذا الإختراع هو الحصول على مسحوق بللوري محسن بواسطة طريقة ميلامين عالية الضغط وفيها يتم الحصول على الميلامين كمسحوق جاف مباشرة من منصهر

الميلامين. وبالاخص جداً يكون هدف هذا الإختراع هو الحصول على مسحوق ميلامين بللوري بواسطة طريقة ميلامين عالي الضغط مع معدل ذوبان عالي في الماء، خواص تدفق مقبولة، نسبة مركبات محتوية على أكسجين ولون جيد.

ومن المدهش،أنه قد وجد أن راتينجات الأمينو- فورمالدهيد مع خواص محسنة بقوة يمكن أن يتم الحصول عليها باستخدام ميلامين، الناتج بواسطة طريقة عالية الضغط، ويكون لتلك الراتنجات العديد من الخواص الجيدة والتي تتضمن نسبة ميلام عالية.

<u>الوصف التفصيلي:</u>

يتعلق هذا الإختراع بمسحوق ميلامين متعدد البللورية، بالأخص مسحوق ميلامين متعدد البللورية الناتج بواسطة طريقة الطور السائل، مع الخواص التالية: لون APHA أقل من ١٧ فضلاً عن نسبة الميلام أكبر من ١,٥٪ بالوزن لمكونات محتوية على أكسجين أقل من ٠,٧ بالوزن٪ ومساحة سطح محددة بين ٠,٧ و ٥ م^{٢}/ جم.

ويكون تركيز الميلام في مسحوق الميلامين بصورة مفضلة أكبر من ٢٪ بالوزن، وبصورة خاصة جداً أكبر من ٢,٥٪ بالوزن.

يفضل ان تكون نسبة المركبات المحتوية على أكسجين أقل من٠,٤٪ بالوزن. وتكون نسبة ARC من بين المركبات المحتوية على أكسجين عادة أقل من ٠,١٥٪ بالوزن، وبصورة مفضلة أقل من ٠,١ بالوزن٪ وبالأخص أقل من ٠,٠٥٪.

وتقع مساحة السطح المحددة بصورة مفضلة بين ٠,٩ و ٣ م^{٢}/ جم.

وتسمى الطريقة التقليدية لتحديد لون الميلامين مقياس اللونية APHA. وتشتمل على تحضير راتينج ميلامين- فورمالدهيد بنسبة M/F تساوي ٣، محلول فورمالدهيد المستخدم الذي يحتوي على ٣٥٪ بالوزن فورمالدهيد، بين ٧,٥ و ١١,٢٪ بالوزن ميثانول و ٠,٠٢٨٪ بالوزن حمض (مثل حمض فورميك). وتكون نسبة المواد الصلبة تقطرياً حوالي ٥٦٪ بالوزن. ويذاب ٢٥ جم ميلامين في ٥١ جم من المحلول السابق بواسطة تسخين للمخلوط بسرعة إلى ٨٥°م. وبعد ٣ دقائق من تمام الذوبان لكل كمية الميلامين. يضاف ٢ ملي من

٢,٠ مول/ لتر من محلول كربونات الصوديوم إلى هذا المحلول يتبع بتقليب لمدة ١-٢ دقيقة. وبعد ذلك، يبرد المخلوط بسرعة إلى ٤٠°م. ويحدد اللون بواسطة الطيف الضوئي Hitachi U100 مع ٤ سم من كويب مخبري بواسطة تعريض المحلول المذكور من قبل لمقاييس إمتصاصية عند طول موجي ٣٨٠ نانومتر و ٦٤٠ نانومتر مع ماء منزوع المعادن كقطعة معدنية معدة للتشكيل في الكويب المخبري المرجعي.

ويحسب لون APHA باستخدام الصيغة التالية:

$$APHA = f * (A380 - A640)$$

حيث A٣٨٠=امتصاص الضوء عند ٣٨٠ نانومتر

A٦٤٠= امتصاص الضوء عند ٤٦٠ نانومتر

f = عامل المعايرة.

ويتم تحدد عامل المعايرة f على أساس مقاييس الإمتصاص عند ٣٨٠ نانومتر على محاليل معايرة محضرة من كلوريد الكوبلت وسادس كلورو بلاتينات البوتاسيوم ويحتوي محلول المعايرة APHA ٥٠٠ أنجستروم على ١,٢٤٥ جم سادس كلورو بلاتينات البوتاسيوم (٦)، ١,٠٠٠ جم كلوريد كوبل (٢) و ١٠٠ ملي ١٢ مولار من محلول حمض هيدروليكي لكل لتر من محلول المعايرة. وبإتمام تخفيضات محلول المعايرة عند ١٠ و ٢٠ APHA. ويحسب عامل المعايرة f باستخدام الصيغة التالية:

$$F = APHA \text{ (محلول المعايرة)} / A380$$

حيث APHA (محلول المعايرة) = قيمة APHA لمحلول المعايرة

٣٨٠ أنجستروم عباره عن قيمة الامتصاص عند ٣٨٠ نانومتر.

ويكون لون الميلامين متعدد البللورية الناتج بالطريقة وفقاً لموضوع الإختراع أقل من ١٧ APHA، ويفضل أقل من ١٥ APHA.

والجدير بالذكر أن هناك طريقة تقليدية لتحديد مساحة السطح المحددة وهي طريقة إمتصاص الغاز وفقا للطريقة BET . بالنسبة لوصف الطريقة BET راجع S.Brunauer, P.H-Emmett, E.Teller; J.Am.Chem.Soc.; 60(1938) 309.

و الأمثلة على الخواص المميزة الأخرى لناتج موضوع هذا الإختراع تشمل :

حجم مسام المسحوق: ٠,٣٥- ٠,٦٥ سم^{٣}/ جم، نسبة اليوريا: أقل من٠,٣٪ بالوزن، نسبة يوديد وملامين: أقل من٠,٣٪ بالوزن، نسبة الأميلين: أقل من٠,١٤٪ بالوزن، نسبة الأميليد: أقل من٠,٠١٥٪ بالوزن، نسبة حمض سيانوريك: أقل من٠,٠١٪ بالوزن، نسبة جوانيدين: أقل من ٠,٠٤٪بالوزن.

ويبدأ تحضير الميلامين بصورة مفضلة من اليوريا كمادة خام في صورة منصهرة وتعتبر NH_3 و CO_2 نواتج ثانوية أثناء تحضير الميلامين، الذي ينتج وفقاً لمعادلة التفاعل التالية:

$$6\ CO(NH_2)_2 \rightarrow C_3N_6H_6 + 6\ NH_3 + 3\ CO_2$$

ويمكن أن يجرى التحضير عند ضغط عالي، ويستحسن بين ٥ و ٢٥ ميجاباسكال، بدون وجود عامل حفاز. وتتغير درجة حرارة التفاعل بين ٣٢٥ و ٤٥٠°م. ويستحسن بين ٣٥٠ و ٤٢٥°م. ويتم إعادة دورة النواتج الثانوية من NH_3 و CO_2 كنواتج ثانوية الى وحدة تصنيع يوريا مصاحبة لتلك الوحدة.

ويتم الوصول للهدف السابق الذكر لهذا الاختراع على سبيل المثال في تركيب مناسب لتحضير الميلامين من اليوريا باستخدام طريقة ذات ضغط مرتفع. والوضع المناسب لهذا الإختراع يمكن يتضمن على وحدة غسيل بالدعك، مفاعل بالتبادل مع فاصل غاز/ سائل أو مع وحدة فاصل غاز/ سائل، ويكون إختيارياً بعد المفاعل أو وعاء تعتيق (تغير الخواص بالتعتيق مع الزمن) ووحدة تبريد مشتملة على وعاء واحد أو أكثر.

وفي أحد تجسيمات تلك بالطريقة، يتم تحضير الميلامين من اليوريا في تركيب مشتملاً على وحدة غسيل بالدعك، مفاعل ميلامين وحدة لفصل غاز/ سائل ووحدة تبريد. وذلك يشتمل على منصهر اليوريا من وحدة يوريا يتم تغذيته إلى وحدة غسيل بالدعك عند ضغط من ٥ إلى ٢٥ ميجاباسكال، وبصورة مفضلة من ٦ إلى ١٥ ميجاباسكال، وعند درجة حرارة أعلى من درجة الإنصهار لليوريا. ويمكن أن يتم إعداد تلك الوحدة المنظفة بالدعك بغطاء تبريد حتى يضمن تبريد إضافي داخل المنظف بالدعك. ويمكن أن يتم إعداد الوحدة المنظفة بالدعك أيضاً بأجسام تبريد داخلية. وفي الوحدة المنظفة بالدعك يعمل سائل اليوريا على إتصال غازات التفاعل من فاصل غاز/ سائل في إتجاه سفلي من المفاعل. وتشتمل غازات التفاعل أساساً على CO_2 و NH_3 وتحتوي أيضاً على كمية من بخار الميلامين. ويعمل منصهر الميلامين على غسيل بخار الميلامين بالدعك من الغاز العادم ويحجز هذا الميلامين خلف المفاعل. وفي طريقة الغسيل بالدعك، تبرد الغازات العادم من درجة حرارة المفاعل، يعني من ٣٥٠- ٤٢٥°م، إلى١٧٠- ٢٧٠°م ، وتسخن اليوريا إلى١٧٠- ٢٧٠°م وحدة يوريا، وفيها يتم إستخدامها كمادة خام لإنتاج اليوريا.

وتسحب اليوريا المسخنة من قبل من وحدة التنظيف بالدعك، سوياً مع الميلامين المنظف بالدعك، وترد، على سبيل المثال عن طريق مضخة عالية الضغط، إلى المفاعل الذي له ضغط من ٥ إلى ٢٥ ميجاباسكال ويفضل من ٦ إلى ١٥ ميجاباسكال. وبصورة بديلة، يمكن إستخدام الجاذبية لنقل منصهر اليوريا إلى مفاعل الميلامين بواسطة وضع الوحدة المنظفة بالدعك فوق المفاعل.

وفي المفاعل، يسخن منصهر اليوريا إلى درجة حرارة من ٣٢٥ إلى ٤٥٠°م، ويفضل تقريباً ٣٥٠ إلى ٤٢٥°م، عند ضغط كما تقرر سابقاً، تحت تلك الظروف التي تحول اليوريا إلى الميلامين، CO_2 و NH_3. ويمكن قياس كمية من الأمونيا في المفاعل، على سبيل المثال في صورة سائل أو بخار ساخن. ويمكن أن تعمل الأمونيا المزودة، على سبيل المثال، على منع تكوين نواتج تكثيف غير مطلوبة من الميلامين أو لتنشيط عمليات الخلط في

المفاعل. وتكون كمية الأمونيا المزودة إلى المفاعل هي صفر إلى ١٠ مول لكل مول يوريا؛ وبصورة مفضلة يستخدم صفر إلى ٥ مول أمونيا وبالأخص صفر إلى ٢ مول أمونيا لكل مول يوريا.

ويفضل CO_2 و NH_3 في التفاعل بالإضافة إلى الأمونيا المشحونة بصورة إضافية من الميلامين السائل في فاصل غاز/ سائل موضوع في إتجاه سفلي من المفاعل. ومن المميز أن جرعة الأمونيا إلى هذا الفاصل غاز/ سائل موضوعة في إتجاه سفلي من المفاعل. وتكون كمية الأمونيا بعد ذلك ٠,١- ١٥ مول أمونيا لكل مول ميلامين، ويستحسن ٠,٣- ١٠ مول. وذلك له ميزة وهي أن ثاني أكسيد الكربون يفصل بسرعة، لذا تثبط تكوين النواتج الثانوية المحتوية على أكسجين.

وعند ضغط عالي في المفاعل فإن كمية الأمونيا المستخدمة أكبر ما هي عليه عند ضغط مفاعل منخفض.

ويسحب الميلامين السائل الذي له درجة حرارة بين درجة الإنصهار للميلامين و ٤٥٠°م من فاصل غاز/ سائل موضوع في إتجاه سفلي من المفاعل ويمكن أن يبرد إختيارياً إلى درجة حرارة فوق درجة الإنصهار للميلامين قبل الرش. وينقل منصهر الميلامين، إختيارياً سوياً مع غاز الأمونيا، إلى وحدة التبريد وفيها يرش منصهر الميلامين السائل عن طريق جهاز رش في بيئة أمونيا ويبرد بوسط غازي أو تبخير عند ضغط من ٠,١- ١٠ ميجاباسكال، ويستحسن ٠,١- ٢ ميجاباسكال، والذي يتسبب في تكوين مسحوق، بحيث أن المسحوق، إختيارياً بعد التبريد أيضاً، له درجة حرارة أقل من ٥٥٠°م مثل إستخدام وسط تبريد يكون مصنوع من الأمونيا.

وللتأثير على نسبة ميلام في الميلامين المتعدد البللورية وفقاً لهذا الإختراع، وجد أن البارامتران المحددان تماماً هما ضغط الأمونيا في المفاعل ودرجة الحرارة في المفاعل. ويمكن أن تتم زيادة نسبة الميلام بإختزال ضغط الأمونيا في المفاعل، خلال الحدود المعطاة. وعلى النقيض من ذلك، ستقل نسبة الميلام عند زيادة ضغط الأمونيا في المفاعل. ويمكن أن

تتم زيادة نسبة الميلام بزيادة درجة حرارة المفاعل. وفي الحدود كما هي معطـــاة. وعلـــى النقيض من ذلك، ستقل نسبة الميلام عندما تقل درجة حرارة المفاعل.

وقد وجد أن إستخدام مسحوق الميلامين المتعدد البللورية وفقاً لموضـــوع الإختـــراع ينتج راتنج فورمالدهيد مع خواص خاصة مدهشة. كما أن ذلك يستخدم لكل الخواص أثنـــاء تحضير الراتنج نفسه وخواص النواتج النهائية المحضر باستخدام هذا الراتينج.

الوصف التفصيلي:-

وبالتالي يتعلق هذا الإختراع أيضاً براتينجات الأمينو- فورمالدهيد المتضمنة ميلامين متعدد البللورية وفقاً لموضوع هذا الإختراع، والذي له نسبة ميلام عالية، ويفضل أعلى مـــن ١,٥٪ بالوزن، وبالأخص أعلى من ٢ بالوزن٪ وبصورة خاصـــة جـــداً أعلـــى مـــن ٢,٥ ٪بالوزن.

وقد وجد أنه يمكن تقصير زمن تحضير الراتنج بـــ ١٠- ٢٠٪ بدون إختزال الأس الهيدروجيني الأولي. ويلاحظ أن زمن تحضير الراتينج معتمد على الأس الهيدروجيني ويبين مع الأخذ في الإعتبار خواص أخرى مثالية. وستقل إستقرارية الراتينج، على سبيل المثـــال، عند أس هيدروجيني منخفض من الراتينج. وينتج الأس الهيدروجيني العالي جـــداً تفـــاعلات جانبية غير مرغوب فيها متعلقة بتحلل الفورمالدهيد.

ويوضح المثال ٣ والتجربة المقارنة أ هذا التقصير في زمن تحضير الراتينج عنـــد نفس الأس الهيدروجيني لمحلول الراتينج.

وقد وجد أيضاً أن الراتينجات المحضرة بميلامين متعدد البللورية وفقـــاً لموضـــوع الإختراع تثبط ثبات التخزين المحسن بالنسبة للراتينجات القابلة للمقارنة المحضرة على أساس ميلامين عياري بواسطة طريقة الطور الغازي. ويبين مثال ٤ والتجربة المقارنة ب الثبـــات المزدوج. ويتم إستخدام كل التجارب للنسبة المولاريـــة (F/M) فورمالدهيـــد/ ميلامـــين ١,٥ والأس الهيدروجيني للفورمالين ٨,٨.

وعند زيادة نسبة F/M تتحسن الإستقرارية أيضاً. في تجارب أخرى عند نسب مولارية F/M أعلى فإن الإستقرارية لـ ٦ أسابيع تقاس للراتينج على أساس مسحوق الميلامين المتعدد البللورية وفقاً لموضوع هذا الإختراع، مقارنة بـ ٤ أسابيع للراتينج الذي له نفس نسبة F/M على أساس الميلامين العياري الناتج بواسطة طريقة الطور الغازي.

وتثبت الراتينجات المحضرة باستخدام الميلامين المتعدد البللورية وفقاً للإختراع قلة الحساسية بتغيرات متعاقبة للأس الهيدروجيني أثناء التحضير، لذا فإن عدم الدقة في جرعات الحمض والقاعدة لها تبعات أقل خطورة فيما يخص فترات التكثيف وثبات الراتينج.

وبجانب الميلامين، يمكن أن يحتوي راتينج الأمينو- فورمالدهيد أيضاً على صفر - ٤٠ ٪بالوزن لمركب أمينو أخر، مثل اليوريا على سبيل المثال.

وتستخدم راتينجات الأمينو- فورمالدهيد غالباً في أعلى الطبقات الرقيقة (الزخرفية)، وفي الغراء وكمسحوق للتشكيل لتصنيع منتجات مقاومة للكشط مثل الأواني الفخارية والأدوات الكهربائية. ولذلك، تحتاج راتينجات الأمينو- فورمالدهيد خواص ميكانيكية، على سبيل المثال شدة عالية وسطح صلب (مقاوم للتآكل والاحتكاك) ومقاوم لدرجة حرارة عالية بصورة كافية. وتصنع الطبقات العلوية عادة بواسطة تشريب ماده حاملة، على سبيل المثال ورقة، على راتينج أمينو- فورمالدهيد بطريقة معروفة لذوي الخبرة في المجال. وفي عمل هذا وجد أن منتجات الالواح التي تتكون من طبقة واحدة أو أكثر من الالواح الحاملة والذي يتم تشريبها براتينج أمينو- فزرمالدهيد على أساس مسحوق الميلامين المتعدد البللورية وفقاً لهذا الإختراع، والمحتوي إختيارياً غلى إضافات تقليدية، لها خواص مناسبة ممتازة لمعالجة حافظة (بالتمليح أو التعتيق بالكيماويات أو التجفيف) (راجع المثال ٥ والتجربة المقارنة ج).

ويتم الحصول على خواص مناسبة ممتازة بصورة عادية عندما يتم إستخدام الراتينج مع نسبة F/M منخفضة. وعندما يستخدم الميلامين المتعدد البللورية وفقاً لموضوع الإختراع الذي له ٢ ٪بالوزن ميلام، ونسبة F/M من ١,٣٩ أثبت إحتمالها، منتجة في إمكانية تكون لاحق لطبقة رقائقية منخفضة الضغط (LPL). ويعني إمكانية أن تكون لاحقا هدف يمكن أن يعاد تكوينه

بعد أن تم تكوينه. ومع ميلامينات معروفة أخرى، على سبيل المثال ميلامين ناتج بواسطة طريقة- الطور الغازي، فإن نسبة F/M ١,٣٩ لم تكن ممكنة عند ظروف جوية نتيجة لمعدل ذوبان منخفض. وفي التجربة المقارنة ج يتم إختيار راتينج على أساس ميلامين الطور الغازي به نسبة F/M فقط ١,٤٩ ممكنة عند ظروف جوية. وقد وجد أن إمكانية التكوين اللاحق من الالواح الحاملة على أساس الميلامين المتعدد البللورية وفقاً لموضوع الإختراع من المثال ٥ كان أفضل بنسبة عامل ٢.

ومن المدهش، وجد أن الالواح الحاملة التي تم عملها باستخدام راتينجات مع ميلامين متعدد البللورية وفقاً للإختراع تبين سطح أعلى لمعان من الطبقات الرقائقية التي تصنع باستخدام راتينجات مصنوعة بميلامينات معروفة. وتوضح هذه النتيجة المفاجئة في المثال٦ والتجربة المقارنة د.

ويمكن أن يستخدم أيضاً مسحوق الميلامين متعدد البللورية وفقاً لموضوع الإختراع في المواد الاصقة ويرش على الجاف من راتينجات الأمينو- فورمالدهيد، وفيه تلعب المميزات المذكورة سابقاً دور أيضاً.

وسوف يتم توضيح هذا الإختراع بمزيد من التفاصيل بالرجوع إلى الأمثلة التالية:

مثال ١

يتم إدخال منصهر الميلامين الذي له درجة حرارة ٤٠٠°م وضغط ١٥ ميجاباسكال إلى وعاء بواسطة جهاز رش ويبرد بأمونيا سائلة، والتي ترش أيضاً في الوعاء. وتكون درجة الحرارة في الوعاء ١٦٠°م. ويكون ضغط الأمونيا ٠,١ ميجاباسكال. وبعد ١ دقيقة يبرد الناتج إلى درجة حرارة الوسط ثم يتم تعريض الوعاء للهواء. ويكون الناتج النهائي مسحوق متعدد البللورية له الخواص التالية:

مساحة سطح نوعية: ١,٢ م^{٢}/ جم.

نسبة المكونات المحتوية على أكسجين: ٠,١٢ ٪بالوزن.

لون (APHA): ١٤

٢,٤ ٪بالوزن ميلام

٠,٢٣ ٪بالوزن ميليم

تركيز أمونيا ٥٠ جزء لكل مليون.

مثال ٢

يتم إدخال منصهر الميلامين الذي له درجة حرارة ٤٠٢°م وضغط ٨,١ ميجاباسكال إلى وعاء بواسطة جهاز رش ويبرد بواسطة أمونيا سائلة، التي ترش أيضاً في الوعاء. وتكون درجة الحرارة في الوعاء ١٤٦°م. ويكون ضغط الأمونيا ١,٤ ميجاباسكال. وبعد ١ دقيقة يبرد الناتج إلى درجة حرارة الوسط المحيط ومن ثم يتم تعريض الوعاء للهواء. ويكون الناتج النهائي مسحوق متعدد البللورية له الخواص التالية:

مساحة سطح نوعية: ١,٣ م^{٢}/ جم.

نسبة مكونات محتوية على أكسجين

لون (APHA): ١٥

٣,٢ ٪بالوزن ميلام

٠,٥٩ ٪بالوزن ميليم

تركيز أمونيا أقل من٥٠ جزء لكل مليون.

مثال ٣

ويحضر محلول الميلامين- الفورمالدهيد المحتوي على ميلام إذابة ١١١٣ جم من الميلامين المتعدد البللورية وفقاً للإختراع (نسبة الميلام = ٢ ٪بالوزن، والمكونات المحتوية على أكسجين = ٠,٤ ٪بالوزن؛ مساحة سطح النوعية = ١,٣ م^{٢}/ جم؛ لون = ١٤ (APHA) في ١٥٨٩ جم من محلول فورمالين ٣٠٪ و ٢٧٢ جم ماء، والأس الهيدروجيني التي تم ضبطها إلى ٩,٠ بـ ٢ عياري NaOH، ويتم التسخين بعد ذلك إلى درجة حرارة الإرتجاع. وبعد ٨٧ دقيقة اضيف ١,٠ (جم ماء/ جم راتنج) من الماء. وتعرف هذه النسبة بمعالجة الماء

وهي كمية من الماء بالجرام والتي يمكن أن تضاف عند ٢٠°م إلى ١ جم من الراتينج قبل تعكر الراتينج.

تجربة مقارنة أ

يحضر محلول راتينج ميلامين- فورمالدهيد كما في المثال ٢ بإذابة ١١١٣ جم ميلامين (نسبة ميلام ٠,٠٥ ٪بالوزن)، الناتج بواسطة طريقة الطورالغازي، في ١٥٨٩ جم من ٣٠٪ محلول فورمالدهيد و ٢٧٢ جم ماء كما أن الأس الهيدروجيني الذي يضبط إلى ٩,٠ بـ ٢ عياري NaOH، متبوعاً بالتسخين إلى درجة حرارة الإرتجاع. وفي هذه الحالة فإن نسبة معالجة الماء ١,٠ (جم ماء/ حجم راتينج) يعد ١١٠ دقيقة.

مثال ٤

يحضر محلول راتينج ميلامين- فورمالدهيد بإذابة ١٥٧ جم ميلامين متعدد البللورية وفقاً للإختراع كما إستخدم في المثال ٣ في ١٨٦ جم من ٣٠٪ محلول فورمالين و ٨٢ جم ماء، الأس الهيدروجيني الذي يضبط إلى ٨,٨ بـ ١٠٪ $NaCO_3$ مائي ١٠٪، وبعد ذلك يتم التسخين إلى ٩٥°م. وقد وجد أن الثبات الثاني لمدة إسبوعين عند نسبة معالجة الماء ٣,٠ (حجم ماء/ حجم راتينج).

تجربة مقارنة ب

يحضر محلول راتينج ميلامين- فورمالدهيد كما في المثال ٤ بإذابة ١٥٧ حجم ميلامين (نسبة ميلام ٠,٠٥ ٪بالوزن)، الناتج بواسطة طريقة الطور الغازي، في ١٨٦ جم من محلول فورمالين ٣٠٪ و ٨٢ جم ماء، والأس الهيدروجيني الذي يتم ضبطه إلى ٨,٨ بـ ١٠٪ $NaCO_3$ مائي، وبالتالي يتم التسخين إلى ٩٥°م وفي هذه الحالة يكون الثبات المثالي إسبوع واحد فقط عند نفس نسبة معالجة الماء كما في المثال ٤.

المثال ٥

ومع هذا الراتينج، المحفز مع بارا تولوين كبريتوناميد، تشرب الورقة بالتالي (١٢٠ جم/ م^2 ورقة زخرفة). وتجفف هذه الورقة المشربة لمدة ٦ دقائق عند ١٠٠°م. وبعد تمرر هذه الورقة المشربة لمدة ٣٠ ثانية عند درجة حرارة ١٦٠°م وضغط ٢,٢ ميجاباسكال للحصول على طبقة رقيقة. وبعد التبريد يتم قياس إمكانية التكوين اللاحقة وفقاً لـ EN438.2 (١٩٢°م، نصف قطر ٦ مم). ومن العينات- المختبرة، فإن ٨٩٪ تجاوزت الإختبار بنجاح.

تجربة مقارنة ٢٠

يحضر محلول راتنج ميلامين فورمالدهيد كما في المثال ٥، كمادة أولية تستخدم والتي تصنع من ٦١٥ جم من الميلامين القياس الناتج بواسطة طريقة الطور الغازي، ٧٢٩ جم من ٣٠٪ فورمالين و ١٧٢ جم من ماء. ومع هذا الراتينج، أيضاً، تصنع الطبقة الرقائقية كما وصف في المثال ٥. وفي هذه الحالة ٤٤٪ من العينات تجاوزت بنجاح إختبار إمكانية التكوين اللاحقة وفقاً لـ EN458-2 (١٩٢°م، نصف قطر ٢ مم).

مثال ٦

يحضر محلول راتينج ميلامين- فورمالدهيد محتوي على ميلام بإذابة ٥٢٢ جم ميلامين كما هو موجود في المثال ٢ ، محتوياً على ٣,٢ ٪بالوزن ميلام، وفي ٥٧٦ جم من ٣٠٪ محلول فورمالدهيد و ١٦٥ جم ماء، الأس الهيدروجيني الذي يضبط إلى ٩,٣ بـ ٤,٣ جم NaOH، وبالتالي يتم التسخين إلى درجة حرارة الإتجاع. ويتم الوصول إلى ٥٥ دقيقة-

عند نقطة السحابة، وتخفض درجة حرارة التفاعل إلى ٩٠°م. وعند نقطة السحابة تضاف إلى ١ قطرة من الراتينج إلى كمية كبيرة من الماء عند ٢٠°م. فإن تلك القطرة لاتذوب ولكن يحدث تعكر وعند نسبة معالجة للماء ١,٣ (جم ماء/ جم راتينج) يتم وصوله (خلال ١٠ دقائق)، ويبرد مخلوط التفاعل إلى درجة حرارة الغرفة. وفي هذا الراتينج، المحفز ببارا تولوين كبريتوناميد، ويتم تشريب الماء بالتالي (١٢٠ جم/ م^{٢} ورقة زخرفة). وتجفف هذه الورقة المشربة لمدة ٦ دقائق عند ١٠٠°م. وبالتالي يتم ضغط هذه الورقة المتشربة لمدة ٣٠ ثانية عند درجة حرارة ١٦٠°م. وضغط ٢,٢ ميجاباسكال للحصول على طبقة رقائقية- وبعد التبريد يكون اللمعان ٨٣، المقاس وفقاً لـ EN-438-2 عند زاوية ٦٠°م.

مثال مقارنة د

ويحضر محلول الراتينج ميلامين- فورمالدهيد كما في المثال ٦؛ كمادة أولية الإستخدام التي تصنع من ٦١٥ جم من الميلامين العياري الناتج بواسطة طريقة الطور الغازي الذي له نسبة ميلام صفر٪بالوزن، ٧٢٩ جم من ٣٠٪ فورمالين و ١٧٢ جم ماء. ومع هذا الراتينج، أيضاً، يتم الحصول على طبقة رقائقية كما وصف في المثال ٦. وفي هذه الحالة يقاس اللمعان ٦٥، وفقاً لـ EN-438-2 عند زاوية ٦٠°م.

عناصر الحماية

١ ١- مسحوق من ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline له الخواص التاليـــة:
٢ مساحة السطح النوعية: ٠,٧- ٥م٢/ جم، نسبة المكونات المحتوية على أكسجين أقل من٠,٧
٣ ٪ بالوزن، لون APHA أقل من ١٧ ونسبة ميلام أعلى من ١,٥٪.

١ ٢- مسحوق ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline وفقاً للعنـــصر ١، وفيـــه
٢ تتراوح مساحة السطح النوعية بين ٠,٩ و ٣ م٢/ جم.

١ ٣- مسحوق ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline وفقاً للعنـــصر ١، وفيـــه
٢ يكون اللون أقل من ١٥ APHA.

١ ٤- مسحوق ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline وفقاً للعنـــصر ١، وفيـــه
٢ يكون تركيز الميلام أعلى من ٢,٠ ٪ بالوزن.

١ ٥- مسحوق ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline وفقاً للعنـــصر ١، وفيـــه
٢ يكون تركيز الميلام أعلى من ٢,٥ ٪ بالوزن.

١ ٦- مسحوق ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline وفقاً للعنـــصر ٥، وفيـــه
٢ تكون نسبة المكونات المحتوية على أكسجين أقل من ٠,٤ ٪ بالوزن.

١ ٧- مسحوق ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline وفقاً للعنـــصر ١، وفيـــه
٢ تكون نسبة المركبات المتعلقة بالأميلين (ARC) أقل من ٠,١٥ ٪ بالوزن.

١ ٨- راتنج الأمينو- فورمالدهيد amino-formaldehyde resin متضمناً ميلامين مع نسبة ميلام
٢ أعلى من ١,٥ ٪ بالوزن.

١ ٩- مسحوق ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline وفقاً للعنصر ٤، وفيه
٢ تكون نسبة المركبات المتعلقة بالأميلين أقل من ٠,١ ٪ بالوزن.

١ ١٠- مسحوق ميلامين melamine متعدد البللورية multicrystalline وفقاً للعنصر ٥، وفيه
٢ تكون نسبة المركبات المتعلقة بالأميلين (ARC) أقل من ٠,٠٥ ٪ بالوزن.

١ ١١- راتنج الأمينو- فورمالدهيد amino-formaldehyde resin متضمناً الميلامين المتعدد
٢ البللورية مع نسبة ميلام أعلى من ٢ ٪ بالوزن.

١ ١٢- راتنج الأمينو- فورمالدهيد amino-formaldehyde resin متضمناً ميلامين متعدد بللورية
٢ مع نسبة ميلام أعلى من ٢,٥٪ بالوزن.