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

[11] رقم البراءة:١٢٩٨
[45] تاريخ المنح :١٤٢٧/٠٨/٢٧هـ
الموافـــق: ٢٠٠٦/٠٩/٢٠م

[12] براءة اختراع

[72] **اسم المخترع:** نوي سيرجيو، بارميجياني ماسيمو، موريللو جيوفاني

[73] **مالك البراءة :** يوروتيكنيكا ميلامين- لوكسمبورغ - تسفايغنيدر لاسونغ ان اتيجين

عنوانه: تالجوت-زينتروم ١٩، اتيجين، سي اتش - ٣٠٦٣، سويسرا

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

[21] **رقم الطلب:** ٠١٢١٠٦٩٧.

[22] **تاريخ الإيداع :** ١٤٢١/١١/٠٩ هـ
الموافق : ٢٠٠١/٠٢/٠٣ م

[51] **التصنيف الدولي[7] :**
Int. Cl.[7]:C07D 251/60

[56] **المراجع:**

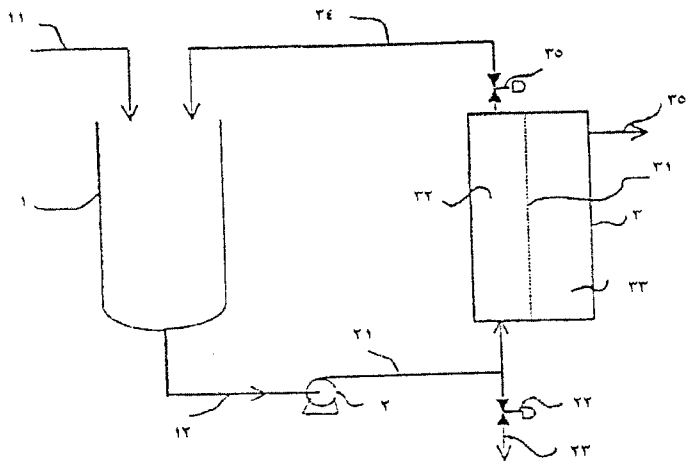
براءة أمريكية	٣٤٢٣٤١١	١٩٦٩/٠١/٢١م
براءة أمريكية	٣٤٩٦١٧٦	١٩٧٠/٠٢/١٧م

اسم الفاحص: علي بن يحيى نمازي

[54] **اسم الاختراع:** عملية لتصنيع ميلامين melamine مرتفع النقاء بمعدلات عالية

[57] **الملخص:** يتعلق الاختراع بعملية لاستخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحاليل الأم الناتجةعن تبلور crystallisation الميلامين melamine ، وتشمل الخطوات التالية: أ) إضافة عامل قلوي إلى محلول مائي يحتوي على ميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين OAT عند درجة حرارة مرتفعة، حتى يصل الرقم الهيدروجيني pH للمحلول إلى قيمة مساوية أو أعلى من ١١؛ ب) تبلور crystallisation أغلب الميلامين melamine عن طريق تبريد المحلول؛ ج) فصل واستخلاص الميلامين melamine المترسب؛ د) تحميض المحلول الناتج، بعد فصل الميلامين melamine المترسب، للوصول إلى رقم هيدروجيني بحوالي ٧؛ هـ) يتعرض المعلق الناتج بالخطوة د) أعلاه بعد استخلاص الميلامين melamine المترسب، إلى الترشيح filtration وفقاً لتقنية الترشيح المماسي tangential filtration لإنتاج محلول قابل للنفاذ صاف يحتوي كمحلول على كل الميلامين الذي لم يترسب بالخطوة ب) ومحلول غير قابل للانتشار يحتوي على مشتت OAT dispersion؛ و) تتم إعادة تدوير المحاليل الأم التي لا يوجد بها OAT من هـ) إلى خطوة تحضير محلول الميلامين melamine الخام؛ وبهذه الطريقة، يتم استخلاص الكمية الإجمالية تقريباً من الميلامين melamine التي لم تترسب بالخطوة ب)؛ ز) يُستخلص OAT من المحلول غير القابل للانتشار الخطوة هـ) باستخدام أي تقنيات فصل تقليدية.

١٧ عنصر حماية، ٣ أشكال



الشكل (١)

عملية لتصنيع ميلامين melamine مرتفع النقاء بمعدلات عالية

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

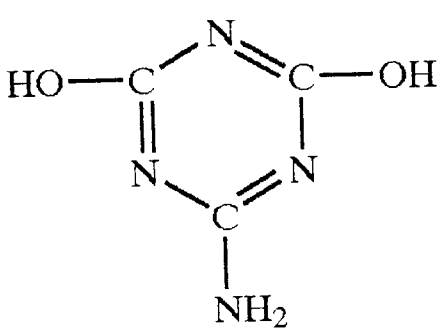
يتعلق الاختراع بعملية لتصنيع ميلامين melamine مرتفع النقاء بمعدلات عالية بدءاً من اليوريا urea.

على وجه الخصوص، يتعلق الاختراع الحالي بعملية بسيطة وغير مكلفة لاستخلاص الميلامين على نحو منفصل وبعض المنتجات الثانوية الهامة المشتقة من تفاعل تخليق الميلامين أو المعالجات التالية له، وأيضاً من محاليل أو مشتتات تحتوي على ميلامين ، وتتكون المنتجات الثانوية المذكورة أثناء دورة تنقية الميلامين. في الواقع، من المعروف أنه في كل عمليات الميلامين تقريباً التي تبدأ باليوريا urea الحفزية catalytic وغير المحتوية على محفز catalytic، يذوب منتج التفاعل الخام في الماء، ثم يخضع لواحدة أو أكثر من خطوات التنقية، وأخيراً، ينفصل المنتج الذي يحتوي على مستوى النقاء المطلوب عن المحلول بواسطة التبلور crystallisation.

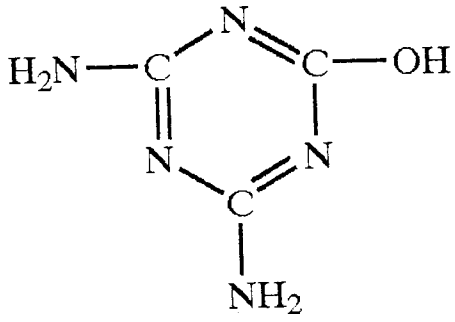
أثناء معالجة محلول ماء الميلانين، تتم المحافظة على درجة الحرارة عند مستويات أعلى من ١٣٠ °م، (ويفضل ما يتراوح بين ١٦٠ و ١٧٠ °م) للانتفاع بذوبان الميلامين الأعلى، وبالتالي، تقليل كمية الماء المراد معالجتها.

لا تفضل درجات الحرارة الأعلى بسبب احتجاز المزيد من تيار الماء في التدفق- والمسمى بالغاز المنصرف الذي يتكون بكل رئيسي من NH_3 و CO_2، وحدوث المزيد من التآكل

بالمعدات، إلى جانب المزيد من الفقدان في تحلل الميلانين بالماء. وفي النهاية، ينفصل المنتج الناتج، المتكون من ميلامين ذي درجة نقاء مرتفعة (الدرجة > ٩٩,٨٪)، عن المحلول عن طريق التبريد والتبلور التالي عند درجة حرارة تتراوح بين ٤٠- ٥٠ م. في هذه الحالات، يترسب أغلب الميلامين في صورة متبلرة وينفصل عن طريق الترشيح أو الطرد المركزي أو أي وسيلة تقليدية ملائمة. ويحتوي المحلول المائي بعد فصل الميلامين ذي درجة النقاء المرتفعة، إلى جانب الميلامين على مركبات أوكسي أمينو تريازين (OAT) oxyaminotriazines والتي تشمل كل من أميليد amelide وأميلين ameline لهما الصيغة العامة التالية:



amelide



ameline

وإلى جانب كون مركبات أوكسي أمينو تريازين (OAT) oxyaminotriazines منتجات وسيطة في تفاعل تخليق ميلامين، غير أنها تتكون أيضاً في المحلول المائي بسبب التحلل المائي لميلامين . مع ذلك، دائما ما تتواجد OAT في المحلول المائي الذي يتم استخلاص ميلامين منه.

إن OAT عبارة عن منتجات أقل ذوبانا في الماء إلى حد كبير من الميلامين، ولكن يزيد ذوبانها في الماء بترتيب مقادير معينة بزيادة الرقم الهيدروجيني pH، بينما يظل ذوبان الميلامين كما هو على نحو عملي داخل نطاق رقم هيدروجيني pH يتراوح بين ٧ و ١٤.

ويسمح هذا الأداء المختلف بتبلور ميلامين بمفرده عندما يتم تبريد ميلامين ومحلول يحتوي على OAT عند رقم هيدروجيني pH أعلى من ٧، ويفضل أن يكون أعلى من ١١.

يتم الحصول على قيمة الرقم الهيدروجيني pH المرتفعة عن طريق إضافة مركب قلوي للمحلول مثل الأمونيا ammonia أو هيدروكسيد الصوديوم sodium hydroxide .

وعلى ذلك، يحتوي محلول التبلور الأصلي المستخلص بعد ترسيب وفصل الميلامين في محلول كمية البدء الكلية من OAT إلى جانب الميلامين المتبقي بما يوافق ذوبان الميلامين عند ظروف التبلر.

على سبيل المثال، عن طريق تشغيل التبلور عند ٤٠ °م، ورقم هيدروجيني pH أعلى من ١١، يحتوي المحلول الأم على الكميات التالية من ميلامين وOAT :

ميلامين	٠,٧/ ١ ٪ بالوزن
OAT	٠,٣- ٠,٥ ٪ بالوزن

وللحصول على ناتج مرتفع من الميلامين من عملية التصنيع، من الضروري إعادة تدوير الكمية الإجمالية من هذا المحلول الأم أو جزء منه إلى العملية. مع ذلك، من الضروري إزالة OAT قبل إعادة تدوير المحلول الأم، وإلا يتراكم OAT في المحلول معاد التدوير بما يصل إلى نقطة التشبع ثم يترسب مع الميلانين ملوثاً إياه.

للمحافظة على توازن الدورة، من الضروري تفريغ المحلول الأم من نفس كمية OAT المتكونة في كل من منطقة التفاعل والمحلول المائي بواسطة التحلل المائي للميلامين.

تتحقق العملية السابقة عن طريق تحميض المحلول الأم، الذي تم الحصول عليه بعد إزالة بلورات الميلامين، باستخدام حمض ملائم، إلى قيمة الرقم الهيدروجيني pH ٧. ونمطياً، يكون عامل التحميض هو CO_2 لتجنب إدخال أي مادة غريبة في موائع العملية.

عند الرقم الهيدروجيني pH ٧، تكون OAT غير قابلة للذوبان في الماء عملياً، وعلى ذلك، تترسب تماماً؛ وعلى العكس من ذلك، لا يترسب ميلامين، حيث أن ذوبانه داخل نطاق رقم هيدروجيني pH من ٧ إلى ١٤، لا يعتمد على الرقم الهيدروجيني pH. مع ذلك، حينما تنفصل OAT، يمكن إعادة تدوير المحلول الأم جزئياً أو كلياً إلى العملية لإنتاج الاستخلاص الجزئي أو الكلي لمحتوى ميلامين.

ويصعب تنفيذ فصل OAT المترسب بسبب الطبيعة الغروانية لناتج ترسيب OAT.

وفي الواقع، يصعب فصل OAT المعلقة في المحلول الأم المحمض عن طريق الترسيب، حتى إذا ما تم إجراء العملية في أداة طرد مركزي مرتفعة السرعة. كما يصعب إجراء عمليات الترشيح، ولا يمكن استخدامها عملياً حيث أن طبيعة قالب الترشيح الغروانية تكون بحيث تتم إعاقة سطح الترشيح بسرعة. والنظام الوحيد الذي يسمح بالفصل هو الترشيح المدعم بواسطة مساعدات الترشيح مثل التربة النقاعية (منتجات Dicalite أو منتجات مشابهة). كما أنه في هذه الحالة، لا يكون الترشيح مرضياً بالقدر التام ولا تعمل دورة عمر المرشح (وتشمل تحميل مساعد الترشيح- الترشيح- إزالة القالب- الغسل) لأكثر من ٤ ساعات. بالإضافة إلى ذلك، يتم الحصول على OAT في صورة خليط مع مادة غريبة (مساعد الترشيح) التي تجعل من الصعب فصلهما.

وعندئذ، تكون النتيجة أن العملية المطبقة صناعياً لفصل OAT (أي الترشيح في وجود مساعد ترشيح) باهظة التكاليف فيما يلي:

حيث تتطلب تكاليف استثمار مرتفعة بسبب تعقيد التشغيل إلى جانب سطح الترشيح المرتفع المطلوب؛

كما تتطلب الكثير من الطاقة البشرية لتنفيذ دورة الترشيح التي تتكرر كل ٤ ساعات؛

وتستهلك كمية كبيرة من مساعد الترشيح (ما يتراوح بين ٥ و ٣٠٪ بالوزن على أساس OAT المنفصل)؛

كما تسمح فقط باستخلاص ميلامين جزئي، وبسبب كونه ترشيح غير تام، فإنه يكون من الضروري تطهير كمية كبيرة من ناتج الترشيح لتجنب تراكم OAT في دورة الماء؛

ويتم استخلاص لوح OAT / مساعد ترشيح مختلط، والذي يكون بلا نفع عملياً.

وبسبب المشاكل السابقة، تمت دراسة العمليات وتشغيلها مع تضمين التفكك التام لكل من NH_3 و CO_2، للمنتجات العضوية الموجودة في المحلول الأم. وتدمر تلك العمليات إلى جانب تفكيكها لـ OAT، الميلامين (الذي يمكن استخلاصه على نحو مربح)، وتستهلك كمية كبيرة الطاقة وتتطلب تكاليف استثمارية كبيرة.

ومن المزمع أن يتجنب الاختراع كل العوائق سابقة الذكر بواسطة عملية تسمح باستخلاص كل من الميلامين المذاب المتبقي و OAT من محلول تبلور الميلامين الأم.

<u>وصف عام للاختراع</u>

تشمل العملية وفقاً للاختراع الحالي الخطوات التالية:

أ) إضافة عامل قلوي إلى محلول مائي يحتوي على ميلامين و OAT عند درجة حرارة مرتفعة، حتى يصل الرقم الهيدروجيني pH لمحلول ناتج إلى قيمة قدرها ١١ على الأقل.

ب) تبلور الجزء الأكبر من الميلامين عن طريق تبريد المحلول الناتج من الخطوة أ).

ج) فصل واستخلاص الميلامين المترسب.

د) تحميض المحلول الناتج (المحلول الأم)؛ بعد فصل الميلامين المترسب، للوصول إلى رقم هيدروجيني pH بحوالي ٧ مما يؤدي إلى ترسيب كل OAT المذاب عملياً.

هـ) يتعرض المعلق الناتج بالخطوة د) أعلاه، إلى الترشيح وفقاً لتقنية الترشيح المماسي لإنتاج محلول قابل للنفاذ صاف يحتوي كمحلول على كل الميلامين الذي لم يترسب بالخطوة ب) ومحلول غير قابل للانتشار يحتوي على مشتت OAT.

و) إعادة تدوير المحلول الأم من هـ) (المحلول القابل للنفاذ) الذي لا يوجد به OAT إلى خطوة تحضير محلول الميلامين الخام؛ وبهذه الطريقة، يتم استخلاص الكمية الإجمالية تقريباً من ميلامين التي لم تترسب بالخطوة ب).

ز) يُستخلص OAT من الخطوة هـ) المحلول غير القابل للانتشار باستخدام أي تقنيات فصل تقليدية.

وقد تم اكتشاف أنه بالتشغيل وفقاً للإجراءات السابقة واستخدام ما يسمى بطريقة الترشيح المماسية، يكون من الممكن استخلاص أكثر من ٩٤٪ وما يصل إلى ٩٦٪ من المحلول الأم (يحتوي على ما يتراوح بين ٠,٧ و ١٪ بالوزن من ميلامين)، مما يترك محتوى OAT في هذا المحلول الأم أقل من ١٠٠ جزء في المليون، أي أنه يكون محتوى مناظر لذوبان OAT عند الرقم الهيدروجيني pH ٧ ودرجة حرارة تشغيل تتراوح بين ٤٠ و ٥٠ ْم تقريباً.

وتكون درجة حرارة المحلول المضاف إليه عامل قلوي وفقاً للخطوة أ) أعلى من ١٣٠ ْم، ويفضل أن تتراوح بين ١٦٠ و ١٨٠ ْم، بينما تتراوح درجة حرارة التبلور وفقاً للخطوة ب) بين ٤٠ و ٥٠ ْم تقريباً.

والترشيح المماسي عبارة عن تقنية ترشيح حيث يتحرك المعلق المراد ترشيحه بسرعة مرتفعة في اتجاه مواز لسطح الترشيح لإيجاد حركة دوامية للمعلق يمنع تكون قالب الترشيح إلى جانب الإعاقة المتكررة للمرشح.

بينما يتدفق المعلق بسرعة كبيرة موازياً لسطح الترشيح، تمر المادة المذابة من خلال فتحات سطح الترشيح بسبب اختلاف الضغط وتتم إزالتها باستمرار.

يجب تصميم سطح الترشيح بحيث يقاوم اختلاف الضغط بين غرفة المحلول غير القابل للانتشار (أي غرفة تركيز المعلق) وغرفة المحلول القابل للنفاذ (المحلول المرشح الصافي الخالي من الجسيمات المعلقة) آلياً؛ بالإضافة إلى ذلك، يجب أن يبدي سطح الترشيح مقاومة كيميائية ملائمة لمعالجة المائع وبنية مسامية بحيث تمنع مرور أيونات OAT الغروانية المعلقة و/ أو المتكتلات المتبلرة.

ولتطبيق الاختراع بوجه خاص، تم اكتشاف أن سطح الترشيح يمكن أن يكون مصنوع من الألومينا alumina وهي متاحة تجارياً بدرجة نقاء مرتفعة. مع ذلك، يمكن استخدام مواد أخرى تلبي المتطلبات المذكورة أعلاه، على نحو نافع.

ومن بين المواد النافعة لتحضير سطح الترشيح، يمكن ذكر ما يلي: سيليكو- ألومينا، وزيركونيا، وتيتانيا، وبوريا، ومركبات زيوليت، وثوريا، وخلائط منها. يجب أن تكون مسامية سطح الترشيح (أي متوسط قطر مسام المرور) أقل من ٥ ميكرو متر، ويفضل أن تكون أقل من ٠,٢

ميكرو متر ويفضل نطاق يتراوح بين ٢٠- ١٠٠ نانو متر. وتتطلب المسامية الأقل من ٢٠ نانو متر نسب ضغط متباينة مرتفعة. وبكون الضغط المتباين هو نفسه، فإن ذلك يسمح بتدفق نـــاتج ترشيح نوعي منخفض للغاية وبالتالي إنتاجية منخفضة. ولا تضمن المسامية الأعلى من٥ ميكرو متر فصل جيد.

٥ شرح مختصر للرسومات

سوف يتم فهم الاختراع وتتضح المزايا ذات الصلة على نحو أفضل من الوصف التالي لـــبعض نماذج التطبيق المدرجة بالاتصال بالأشكال المرفقة. ولا يجب تفسير الوصف والأشكال على أي حال من الأحوال كتحديد للاختراع الحالي.

الشكل ١ عبارة عن توضيح لتطبيق صناعي للاختراع حيث يُستخدم ترشيح مماسي تشغيلي شبه ١٠ متصل.

الشكل ٢ عبارة عن توضيح لمخطط ترشيح مماسي تشغيلي متصل.

الشكل ٣ عبارة عن رسم تخطيطي إطاري يوضح موضع الترشيح المماسي لمعلـــق OAT فـــي عملية تصنيع الميلامين.

الوصف التفصيلي

١٥ بالإشارة إلى الشكل ١، يتم شحن خام تغذية يحتوي على المعلق OAT في الوعاء ١ من خـــلال الخط ١١. ويظل معلق OAT متجانساً بواسطة أي أداة تقليب تقليدية غير موضحة بالرسم. ومن خلال الخط ١٢ يتم سفط معلق OAT بواسطة المضخة ٢ ويُرسل من خلال الخط ٢١ إلى مقطع طرفي لأداة الترشيح ٣.

تنقسم أداة الترشيح ٣ إلى غرفتين: غرفة المحلول غير القابل للانتشار ٣٢ وغرفة المحلول القابل للنفاذ ٣٣. وتنفصل الغرف السابقة بواسطة سطح الترشيح ٣١.

يدخل المحلول غير القابل للانتشار، أي معلق OAT باستمرار إلى الغرفة ٣٢ من خلال الخط ٢١ ويصطدم بسطح الترشيح ٣١ على نحو مماسي، ويخرج من الطرف المقابل للأداة ٣، ثم يعود بواسطة الخط ٤ إلى وعاء المعلق ١.

تضمن المضخة ٢ إلى جانب صمام التحكم ٣٥ ذي الصلة المحافظة على الضغط والسرعة المماسية المطلوبين في الغرفة ٣٢ من الأداة ٣ أثناء الزمن الكلي للعملية. تعمل غرفة المحلول القابل للنفاذ ٣٣ تحت ٢ ضغط أقل من ضغط غرفة المحلول غير القابل للانتشار ٣٢، مما يسمح للمحلول غير القابل للانتشار بالمرور من خلال سطح الترشيح ٣١ بكمية تعتمد على اختلاف الضغط بين الغرفتين ٣٢ و ٣٣. يخرج المحلول القابل للنفاذ باستمرار من الأداة ٣ خلال الخط ٣٦، وتتم إعادة تدويره إلى عملية الميلامين.

حينما يزيد تركيز المحلول غير القابل للانتشار على النحو المطلوب (١٦ مثل نمطياً، ولكن يمكن أيضاً أن يصل إلى ٢٤ مثل التركيز عند البدء)، يتم تصريف المحلول غير القابل للانتشار من خلال الصمام ٢٢ إلى الخط ٢٣ كي يتم إرساله إلى مقطع استخلاص المادة الصلبة (OAT).

بالإشارة إلى الشكل ٢، سوف يتم الآن وصف عملية معالجة الاختراع في نمط التشغيل المتصل.

ولتبسيط الوصف، سوف يؤخذ في الاعتبار عملية متصلة مكونة من مرحلتين. مع ذلك، يمكن أن يتجاوز عدد المراحل مرحلتين. ويعتمد العدد الأقصى للمراحل على تقييمات اقتصادية.

في الواقع، سوف يتطلب زيادة عدد المراحل زيادة في تعقيد الوحدة وبالتالي عدد الأجهزة المطلوبة، بينما من الممكن استخدام تقليل في سطح الترشيح للوصول إلى نفس النتائج.

وتسحب المضخة ١٠١ المعلق OAT من خزان (غير موضح بالرسم)، من خلال الخط ١١١ وتدفع المعلق، من خلال الخط ١١٢، في نظام الترشيح المتكون من مرحلتين متعاقبتين، والمتكون من مضخة إعادة التدوير ١٠٤ مع أداة الترشيح ١٠٢ ومضخة إعادة التدوير ١٠٥ مع أداة الترشيح ١٠٣.

ويدخل المعلق OAT بواسطة الخط ١٢١ إلى دائرة المحلول غير القابل للانتشار ١٠٢ المتكون من مضخة إعادة التدوير ١٠٤، وخط الإمداد ١٤٢، وخط المدخل ١٢١، وغرفة المحلول غير القابل للانتشار ١٢٢، (التي تقع داخل المرشح ١٠٢) وخط المخرج ١٤١ الذي يتصل بالمضخة ١٠٤. ويتدفق معلق OAT يتميز بتركيز صلب وسيط بين المدخل والمخرج، باستمرار في دائرة المحلول غير القابل للانتشار. تضمن المضخة ١٠٤ السرعة المماسية المطلوبة للمحلول غير القابل للانتشار على سطح الترشيح ١٢٥ داخل المرشح ١٠٢. وتضمن المضخة ١٠١ ضغط المحلول غير القابل للانتشار داخل الغرفة ١٢٢، وأيضاً بواسطة الصمام المعاكس للضغط ١١٤ الذي يقع عند مخرج نظام الترشيح المكون من مرحلتين. ووفقاً لحقيقة أنه تتم المحافظة على الضغط في غرفة المحلول القابل للنفاذ ١٢٤ عند قيمة أقل من قيمة الغرفة ١٢٢، يتحقق مرور مستمر للمحلول الصافي من خلال سطح الترشيح ١٢٥؛ ويتم استخلاص هذا المحلول الصافي في الغرفة ١٢٤ ثم يخرج من خلال الخط ١٢٦.

وطالما أنه يتم ضبط معدل تدفق المضخة ١٠١ عند قيمة أعلى من كمية المحلول القابل للنفاذ المار من خلال سطح الترشيح ١٢٥، يمر المائع الفائض من خلال الخط ١١٣ إلى خطوة الترشيح التالية، ويدخل على وجه الخصوص إلى دائرة المحلول غير القابل للانتشار ذات الصلة المتكونة من مضخة إعادة التدوير ١٠٥، وخط الإمداد ١٥٢، وخط المدخل ١٣٢، وغرفة المحلول غير القابل للانتشار ١٣٣، (تقع داخل المرشح ١٠٣)، والخط ١٥١ الذي يرد المحلول

غير القابل للانتشار إلى المضخة ١٠٥. وفي هذه الدائرة أيضاً، يدور المحلول غير القابل للانتشار باستمرار وتركيز المادة الصلبة له هو التركيز النهائي المحدد مسبقاً. ويتم استخراج المحلول غير القابل للانتشار المحتوي على OAT من خلال الخط ١٢٣؛ ويتراوح تركيز المحلول غير القابل للانتشار بين ١٦ و ٢٤ أو أمثال أكثر لتركيز OAT لخام التغذية الذي يدخل من خلال الخط ١١٢.

في خطوة الترشيح الثانية المذكورة، تتم المحافظة على السرعة المماسية على سطح الترشيح ١٣١ بالقيمة المطلوبة بواسطة مضخة التدوير ١٠٥. ويسمح الاتصال بين مرحلتي الترشيح المذكورتين أعلاه، بالمحافظة في غرفة المحلول غير القابل للانتشار ١٣٣ للمرشح ١٠٣ على نفس الضغط عملياً مثل في الضغط في غرفة المحلول غير القابل للانتشار ١٢٢ بالمرشح ١٠٢، بينما تتم المحافظة على غرفة المحلول القابل للنفاذ ١٣٤ بالمرشح ١٠٣ تحت نفس ضغط الغرفة المناظرة ١٢٤ بالمرشح ١٠٢ بسبب الاتصال بين الخطوط ١٣٥ و ١٢٦.

وترتبط المحاليل القابلة للنفاذ الخارجة من الغرف ١٢٤ و ١٣٤ بواسطة الخطوط ١٢٣ و ١٣٥. وتخرج بعد ذلك من النظام من خلال الخط ١٣٦ إلى خزان استخلاص غير موضح بالشكل، ومنه يعاد تدويرها إلى العملية.

ويكون تدفق المحلول القابل للنفاذ المنصرف من ١٣٦ ٩٤٪ على الأقل، وعند الممارسة أكثر من ٩٦٪ من تدفق المعلق عند المدخل الذي يدخل ١١١. ويمكن إعادة تدوير المحلول القابل للنفاذ الخالي من OAT كلياً تقريباً إلى عملية الميلامين.

يوضح الشكل ٣ في صورة رسم تخطيطي إطاري، عملية لتخلق ميلامين حيث يتم إدخال عملية معالجة الماء الخاصة بالاختراع.

يتم تحويل اليوريا urea إلى ميلامين بتحويل مرتفع في مفاعل التخليق أ. يدخل كل تدفق المفاعل إلى دائرة استخلاص وتنقية الميلامين المائي ب، حيث تنفصل منتجات الغاز الثانوية، المتكونة من الأمونيا ammonia وثاني أكسيد الكربون ويتم إخراجها من الوحدة في صورة غازات مشبعة بالماء (الغاز المنصرف) من خلال الخط ج:

عادة ما يتم استخلاص الغاز المنصرف من الخط ج المذكور عن طريق العودة إلى وحدة تخليق اليوريا urea.

ويخرج من دائرة التنقية تيار سائل يحتوي على ميلامين من خلال الخط د، عند درجة حرارة أعلى من ١٣٠ °م. ويحتوي التيار المذكور أيضاً على OAT، باعتبارها شوائب يجب إزالتها. ولهذه الأسباب، تتم إضافة عامل قلوي من خلال الخط هـ إليه لزيادة الرقم الهيدروجيني pH إلى قيمة أعلى من ١١، ويُرسل المحلول إليه في وعاء تبلور و حيث يتم تخفيض درجة الحرارة إلى ٤٠ / ٥٠ °م. في تلك الظروف، يترسب الميلامين فقط ويُجمَع بنقاء مرتفع في الفاصل ز. ويُرسل الميلامين مرتفع النقاء إلى قسم التجفيف من خلال الخط ح.

وبسبب قيمة الرقم الهيدروجيني pH المرتفعة، تظل OAT في المحلول. ويتم إضافة عامل تحميض إلى المحلول الأم الغني بـ OAT المنصرف من فاصل السائل- المادة الصلبة ز (ويفضل CO_2) من خلال الخط ل لتخفيض الرقم الهيدروجيني pH إلى ٧. وتحت هذه الظروف يكون OAT غير قابل للذوبان عملياً، ويترسب بعد ذلك في صورة معلق مخفف للغاية ذي مظهر يشبه اللبن في وعاء التبلور م.

يُنقل المعلق من خلال الخط ن إلى نظام الترشيح المماسي س، والذي يفصل إجمالي المذيب تقريباً (ما يتراوح بين ٩٤ و ٩٦٪ وأكثر) والذي يحتوي كمحلول على كمية ميلامين المناظرة

للتشبع ٤٠/ ٥٠ °م (ما يتراوح بين ٠,٧ و ١٪ بالوزن)، وكمية ضئيلة من OAT أقل من ١٠٠ جزء في المليون).

تتم إعادة تدوير التيار المذكور أعلاه كلياً، من خلال الخط ع إلى دائرة تجميع وتنقية الميلامين ب، مما يسمح بالاستخلاص التام لمحتوى الميلامين.

على الجانب الآخر، يتم تجميع OAT كمحلول غير قابل للانتشار في صورة معلق غني بالمادة الصلبة ويُرسل من خلال الخط ف إلى مقطع استخلاص تقليدي، غير موضح بالرسم. ويتراوح محتوى OAT في التيار ف بين ١٦ و أكثر من ٢٤ مثل محتوى التيار الذي تتم التغذية به من خلال الخط ن إلى وحدة الترشيح المماسية س.

المثال ١

تتم التغذية بكمية ١٠ لتر من المحلول الأم الناتج عن تبلور وفصل الميلامين والذي يقل الرقم الهيدروجيني pH له إلى ٧ عن طريق إضافة CO_2 إلى نظام كالموضح بالشكل ١.

ويكون للمحلول الأم المعالَج بـ CO_2 شكل يشبه الحليب، ويحتوي على حوالي ٤٠ جم من OAT (٤٠٠٠ جزء في المليون)، وتكون الكمية كلها في المعلق تقريباً.

يتكون سطح الترشيح من شمعة ترشيح أسطوانية مجوفة طولها ٧٥٠ مم، القطر الخارجي والداخلي لها ١٠ مم و ٧ مم، على التوالي. وتُصنع شمعة الترشيح من الألومينا alumina ، ويكون لها متوسط مسامية قدرها ٥٠ نانو متر. ويتم تدوير المعلق المذكور أعلاه داخل الشمعة الأسطوانية بمتوسط معدل تدفق بحوالي ٤,٥ م/ الثانية. تتم المحافظة على الضغط في جانب المحلول غير القابل للانتشار عند قيمة ثابتة قدرها ٢,٥ بار طوال فترة الاختبار. ويُستخلَص المحلول القابل للنفاذ مباشرة إلى حاوية ملائمة تتم المحافظة عليها تحت ضغط جوي.

وتتم تجربة اختزال سريع لمعدل تدفق المحلول القابل للنفاذ في الـ ١٠٠ دقيقة الأولى للتدوير، عندئذ، يحقق معدل التدفق ما يتراوح بين ١٥٠- ١٦٠ لتر/ الساعة متر^{٢} حتى نهاية الاختبار.

كان المحلول القابل للنفاذ المجمع طوال فترة الترشيح صافياً.

تتم مقاطعة الاختبار بعد ٣ ساعات من التشغيل المتواصل بسبب إخفاق سقي المضخة بسبب الكمية الصغيرة للمحلول غير القابل للانتشار المدار.

يتم تجميع ٩,٤٢ لتر من المحلول غير القابل للانتشار الصافي، والتي أبدى التحليل الكيميائي له محتوى ٠,٩١ ميلامين و٨٧ جزء في المليون من OAT. وقد كانت زيادة تركيز OAT الصلب في المحلول غير القابل للانتشار ١٧,٢ مثل التركيز الأصلي.

المثال ٢

يتم تحميل نظام وفقاً للشكل ١ ولكن ذي حجم أكبر من الحجم بالمثال السابق، بكمية ١٥٠ لتر من نفس معلق المحاليل الأم كما في المثال ١، وعند درجة حرارة قدرها ٥٠ م والرقم الهيدروجيني pH ٧. ويحتوي المعلق على ٥٧٠ جم من OAT، تكون كلها تقريباً في صورة معلق، و١٤٠٠ جم من ميلامين، تكون كلها تقريباً في صورة محلول.

وقد تم استخدام عنصر ترشيح صناعي كسطح ترشيح، ويكون مصنوع من نفس مادة الشمعة المذكورة بالمثال ١، المتكونة من مقطع سداسي الشكل متوازي الأضلاع طوله ١٠٢٠ مم وسُمكه ٢٨ مم. وداخل متوازي الأضلاع ١٩ قنوات لها قطر داخلي بحوالي ٤ مم، تم توفيرها وفقاً لتصميم متحد المركز سداسي يتكون من قناة مركزية محاطة بست قنوات تقع رءوس المسدس، والذي يكون محاطاً بدوره باثنتي عشرة قناة متساوية البعد وفقاً لشكل سداسي ثان.

وتكون القنوات موازية للمحور متوازي الأضلاع.

يكون إجمالي السطح الداخلي للقناة هو ٠,٢٤ م^{٢}.

ويدور المعلق داخل القنوات الـ ١٩ بسرعة ٤,٣ متر/ الثانية.

تمت المحافظة على الضغط المتباين داخل سطح الترشيح ثابتاً عند قيمة ٢,٥ × ١٠^{٥} باسكال، كما في المثال ١.

أيضاً في هذا المثال، يتحقق تدفق المحلول غير القابل للانتشار بعد الساعتين الأوليتين، مع انخفاض ضئيل، إلى قيمة تتراوح بين ١٤٥ و ١٥٠ لتر / الساعة لكل متر^{٢}.

أثناء فترة ٤ ساعات، يتم تجميع محلول قابل للنفاذ صاف تماماً. بعد ٤ ساعات و٣ دقائق، يُلاحظ محلول قابل للنفاذ متلألئ ويتم إيقاف الدورة. لم يؤخذ المحلول القابل للنفاذ المتلألئ الناتج أثناء الثلاث دقائق الأخيرة من الاختبار في الاعتبار، فقط تم تقييم المحلول القابل للنفاذ المتلألئ الذي تم تجميعه أثناء الأربع ساعات. كان مجموع المحلول القابل للنفاذ المتلألئ المجمع ١٤٤,٨ لتر. تتم إضافة المحلول القابل للنفاذ المتلألئ المناظر للثلاث دقائق الأخيرة من الاختبار إلى محلول غير قابل للانتشار يصل إلى ٥,٢ لتر مع ٦٠٢ جم من محتوى المادة الصلبة (يتم قياسه بعد تبخر الماء). وصل المحلول القابل للنفاذ المجمع إلى ٩٦,٥٪ من المعلق الأساسي وكانت كمية OAT في المحلول القابل للنفاذ ٩٢ جزء في المليون.

كان إجمالي كمية المواد الصلبة في المحلول غير القابل للانتشار ١١٥,٨ جم/ لتر، تكون ١١٠ جم/ لتر منها عبارة عن مواد صلبة معلقة. ووفقاً لحقيقة أن محتوى تشتت المادة الصلبة المبدئي للمعلق كان ٥٧٠/ ١٥٠ = ٣,٨ جم/ لتر، فقد أدت زيادة محتوى المادة الصلبة المعلقة للمحلول غير القابل للانتشار إلى ٢٩ مثل.

عناصر الحماية

١- عملية لاستخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine ، وتشمل الخطوات التالية:

أ) إضافة عامل قلوي إلى محلول مائي يحتوي على ميلامين melamine و OAT عند درجة حرارة مرتفعة، حتى يصل الرقم الهيدروجيني pH لمحلول ناتج إلى قيمة قدرها ١١ على الأقل؛

ب) تبلور crystallisation جزء على الأقل من الميلامين melamine للحصول على ميلامين melamine مترسب عن طريق تبريد المحلول الناتج؛

ج) فصل واستخلاص الميلامين melamine المترسب من المحلول الأم؛

د) تحميض المحلول الأم باستخدام حمض ملائم للوصول إلى رقم هيدروجيني pH بحوالي ٧ مما يؤدي إلى ترسيب OAT للحصول على معلق؛

هـ) ترشيح filtration المعلق باستخدام تقنية الترشيح المماسي tangential filtration لإنتاج محلول قابل للنفاذ صاف يحتوي على كل الميلامين melamine الذي لم يترسب بالخطوة ب) ومحلول غير قابل للانتشار يحتوي على مشتت OAT dispersion له تركيز OAT بحوالي ١٥ مثل تركيز OAT الأصلي؛

و) إعادة تدوير المحلول القابل للنفاذ لاستخلاص كمية ميلامين melamine لم تترسب بالخطوة ب)؛

ز) يُستخلص OAT من المحلول غير القابل للانتشار.

٢- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث تتم معالجة المحلول بالعامل القلوي بالخطوة أ) عند درجة حرارة أعلى من ١٣٠ م تقريباً.

٣- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يتم تبلور crystallisation الميلامين melamine في الخطوة ب) عن طريق تبريد المحلول إلى درجة حرارة تتراوح بين ٤٠ م و ٥٠ م تقريباً.

٤- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يتراوح الرقم الهيدروجيني pH في الخطوة د) بين ٦,٥ و ٧,٥ تقريباً.

٥- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يتم استخدام مادة ترشيح filtering material سطح للترشيح المماسي filtration tangential وتكون مقاومة للضغط والعوامل الكيميائية.

٦- عملية استخـــــلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يتم استخدام مادة ترشيح filtering material سطح للترشيح المماسي filtration tangential ويتم اختيارها من الألومينا alumina ، وسيليكو- ألومينا silico-alumina ، وزيركونيا zirconia ، وتيتانيا titania ، وبوريا boria ، ومركبات زيوليت zeolites ، وثوريا thoria، وخلائط منها.

٧- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ٦، حيث تشتمل مادة ترشيح filtering material السطح المستخدمة بالترشيح المماسي tangential filtration وفقاً للخطوة هـ) على ألومينا alumina مرتفعة النقاء.

٨- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يتم استخدام مادة ترشيح filtering material سطح للترشيح المماسي، وتبدي مسامية أقل من ٥ ميكرون.

٩- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ٨، حيث تبدي

crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ٨، حيث تبدي مادة ترشيح filtering material السطح المستخدمة للترشيح المماسي filtration tangential مسامية porosity أقل من ٠,٢ ميكرون micron.

١٠- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين (OAT) oxyaminotriazines من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ٨، حيث تبدي مادة ترشيح filtering material السطح المستخدمة للترشيح المماسي tangential filtration مسامية porosity تتراوح بين ٢٠ و١٠٠ نانو متر nanometers.

١١- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين (OAT) oxyaminotriazines من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine تشمل الخطوات التالية:

أ) إضافة عامل قلوي إلى محلول مائي يحتوي على ميلامين melamine و OAT عند درجة حرارة مرتفعة، حتى يصل الرقم الهيدروجيني pH لمحلول ناتج إلى قيمة قدرها ١١ على الأقل؛

ب)تبلور crystallization جزء على الأقل من الميلامين melamine للحصول على ميلامينmelamine مترسب عن طريق تبريد المحلول الناتج؛

ج) فصل واستخلاص الميلامين melamine المترسب من المحلول الأم؛

د) تحميض المحلول الناتج للوصول إلى رقم هيدروجيني pH بحوالي حوالي ٧ مما يؤدي إلى ترسيب OAT للحصول على معلق؛

هـ) ترشيح filtration المعلق باستخدام تقنية الترشيح المماسي filtration

الذي لم يترسب بالخطوة ب) ومحلول غير قابل للانتشار يحتوي على مشتت OAT dispersion له تركيز OAT بحوالي ١٥ مثل تركيز OAT الأصلي؛

و) إعادة تدوير المحلول القابل للنفاذ لاستخلاص كمية ميلامين لم تترسب بالخطوة ب)؛

ز) يُستخلص OAT من المحلول غير القابل للانتشار.

١٢- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١١، حيث تتراوح درجة حرارة تبلور crystallisation ميلامين وفقاً للخطوة ب) عن طريق تبريد محلول بين ٤٠ و ٥٠ °م تقريباً.

١٣- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١٢، حيث يتراوح الرقم الهيدروجيني pH بالخطوة د) بين ٦,٥ و ٧,٥ تقريباً.

١٤- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١٣، حيث يتم استخدام مادة ترشيح filtering material سطح للترشيح المماسي tangential filtration وتكون مقاومة للضغط والعوامل الكيميائية.

١٥- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو
تريازين oxyaminotriazines (OAT) من المحلول الأم الناتج عن تبلور
crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١٤، حيث يتم
استخدام مادة ترشيح filtering material سطح للترشيح المماسي filtration
tangential ويتم اختيارها من :
الألومينا alumina ، وسيليكو- ألومينا silico-alumina ، وزيركونيا zirconia
، وتيتانيا titania ، وبوريا boria ، ومركبات زيوليت zeolites ، وثوريا
thoria، وخلائط منها.

١٦- عملية استخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي أمينو
تريازين(OAT) oxyaminotriazines من المحلول الأم الناتج عن تبلور
crystallisation الميلامين melamine وفقاً لعنصر الحماية ١٥، حيث تشتمل
مادة ترشيح filtering material السطح المستخدمة بالترشيح المماسي
tangential filtration وفقاً للخطوة هـ) على ألومينا alumina مرتفعة النقاء.

١٧- في عملية لاستخلاص كل من الميلامين melamine ومركبات أوكسي
أمينو تريازين (OAT) oxyaminotriazines من المحلول الأم الناتج عن تبلور
crystallisation الميلامين melamine تشمل الخطوات التالية:
أ) إضافة عامل قلوي إلى محلول مائي يحتوي على ميلامين melamine و
OAT عند درجة حرارة مرتفعة، حتى يصل الرقم الهيدروجيني pH لمحلول
ناتج إلى قيمة قدرها حوالي ١١ على الأقل؛

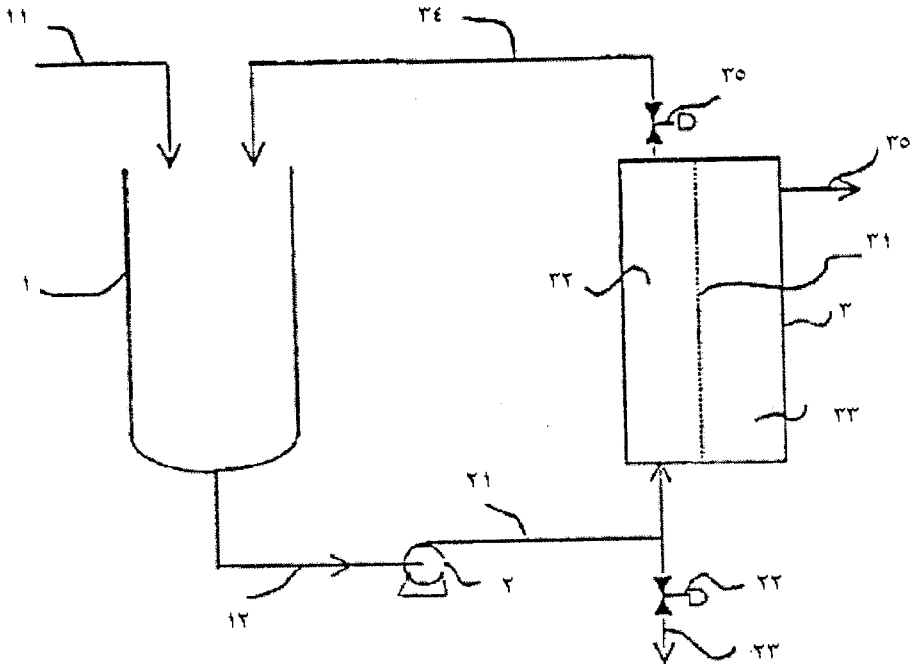
على ميلامين melamine مترسب عن طريق تبريد المحلول الناتج؛

ج) فصل واستخلاص الميلامين melamine المترسب من المحلول الأم؛

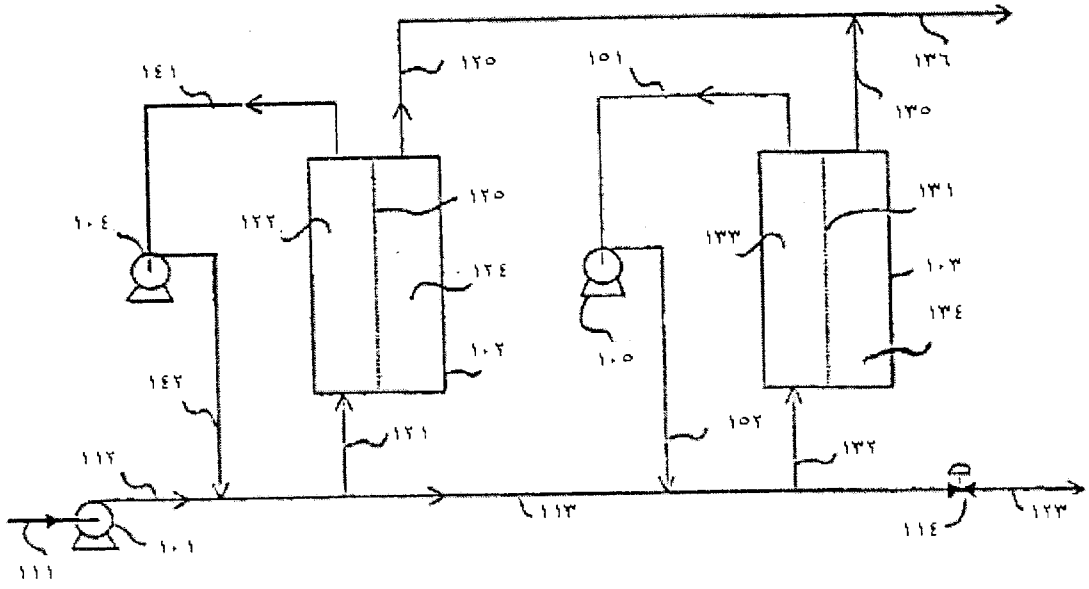
د) تحميض المحلول الأم باستخدام حمض ملائم للوصول إلى رقم هيدروجيني pH بحوالي حوالي ٧ مما يؤدي إلى ترسيب OAT للحصول على معلق؛

هـ) فصل المعلق الذي تم الحصول عليه بالخطوة د) للحصول على محلول قابل للنفاذ يحتوي كمحلول على كل الميلامين melamine الذي لم يترسب بالخطوة ب) ومحلول غير قابل للانتشار يحتوي على OAT في صورة مترسب غرواني؛

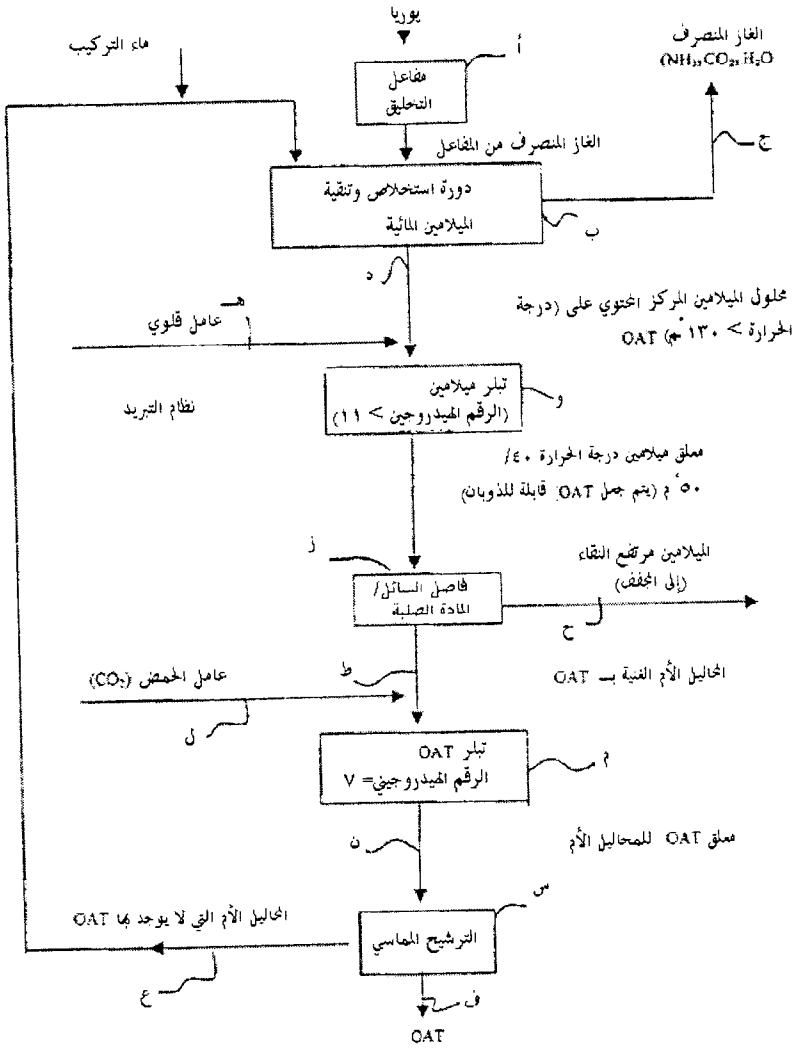
و) استخلاص OAT من المحلول غير القابل للانتشار، ويشتمل التحسين على: استخدام ترشيح مماسي tangential filtration ، كتقنية فصل وفقاً للخطوة هـ)، مما يؤدي إلى المحافظة على تركيز OAT في المحلول غير القابل للانتشار عند قيمة ١٥ مثل على الأقل لتركيز OAT الأصلي.



الشكل ١


١٤١
١٢٥
١٣٦
١٣٥
١٠٤
١٢٢
١٢٥
١٢٤
١٠٢
١٤٢
١٢١
١١٢
١١٣
١٠١
١١١
١٠٥
١٥١
١٣١
١٣٣
١٠٣
١٣٤
١٥٢
١٣٢
١١٤
١٢٣

الشكل ٢


يوريا
ماء التركيب
الغاز المنصرف
(NH_3, CO_2, H_2O)
أ
مفاعل التحليق
الغاز المنصرف من المفاعل
ج
دورة استخلاص وتنقية الميلامين المائية
ب
د
محلول الميلامين المركز المحتوي على (درجة الحرارة > ١٣٠ م° OAT)
هـ
عامل قلوي
نظام التبريد
تبلر ميلامين (الرقم الميدروجين > ١١)
و
معلق ميلامين درجة الحرارة ٤٠/ ٥٠ م° (يتم جعل OAT قابلة للذوبان)
ز
الميلامين مرتفع النقاء (إلى المجفف)
فاصل السائل/ المادة الصلبة
ح
ط
عامل الحمض (CO_2)
المحاليل الأم الغنية بـ OAT
ل
تبلر OAT الرقم الميدروجيني= V
م
ن
معلق OAT للمحاليل الأم
س
المحاليل الأم التي لا يوجد بها OAT
الترشيح المعاسي
ع
ف
OAT

الشكل ٣