الهيئة السعودية للملكية الفكرية
Saudi Authority for Intellectual Property

المملكة العربية السعودية
Kingdom of Saudi Arabia

براءة اختراع

إن الرئيس التنفيذي للهيئة السعودية للملكية الفكرية و بموجب أحكام نظام براءات الإختراع و التصميمات التخطيطية للدارات المتكاملة و الأصناف النباتية و النماذج الصناعية الصادر بالمرسوم الملكي الكريم رقم م/27 وتاريخ 1425/05/29هـ و المعدل بقرار مجلس الوزراء رقم 536 و تاريخ 1439/10/19هـ ، و لائحته التنفيذية.
يقرر منح :

أركيما فرانس
ARKEMA FRANCE

براءة اختراع رقم : SA 11953

بتاريخ : 1444/06/17 هـ
الموافق : 2023/01/10 م

عن الإختراع المسمى :

طريقة لتنقية استرات (ميث) أكريليك

METHOD FOR PURIFYING (METH)ACRYLIC ESTERS

وفق ما هو موضح في وصف الاختراع المرفق، ولمالك البراءة الحق في الانتفاع بكامل الحقوق النظامية في المملكة العربية السعودية خلال فترة سريان الحماية.

الرئيس التنفيذي

د. عبدالعزيز بن محمد السويلم

الهيئة السعودية للملكية الفكرية
Saudi Authority for Intellectual Property

[19] **الهيئة السعودية للملكية الفكرية**
[11] **رقم البراءة:** SA 11953 B1

[12] **براءة اختراع**

[45] **تاريخ المنح:** 1444/06/17 هـ
الموافق: 2023/01/10 م

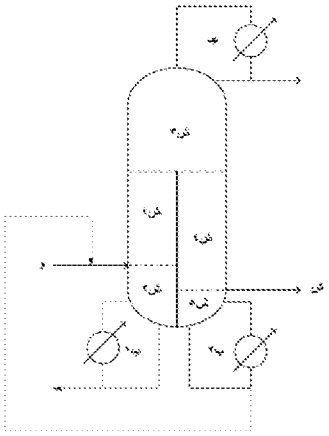
[21] رقم الطلب: 519410648
[22] تاريخ دخول المرحلة الوطنية: 1441/03/30 هـ
الموافق: 2019/11/27 م
[30] بيانات الأسبقية:
1757038 FR 2017/07/25 م
[72] اسم المخترع: الوي روليز ، سيرج تريتجاك
[73] مالك البراءة: أركيما فرانس
عنوانه: لينينويبرستر. 5، 79108 فرايبورغ، فرنسا
جنسيته: فرنسية
[74] الوكيل: عبدالله محمد عبدالعزيز العجالين

[86] رقم الطلب الدولي: PCT/FR2018/051645
تاريخ إيداع الطلب الدولي: 2018/07/03 م
[87] رقم النشر الدولي: WO/2019/020889
تاريخ النشر الدولي: 2019/01/31 م
[51] التصنيف الدولي(IPC⁸):
B01D 003/014, C07C 213/006
C07C 213/010
[56] المراجع:
US 2013284586, JP 2005239564

الفاحص: عبدالعزيز بن سلمان المعتق

[54] اسم الاختراع: طريقة لتنقية استرات (ميث) أكريليك
METHOD FOR PURIFYING (METH)ACRYLIC ESTERS

[57] الملخص: يتعلق الاختراع الحالي بإنتاج إسترات (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters وفقًا لعملية متواصلة عن طريق الأسترة التبادلية transesterification، وبالتحديد يتعلق الاختراع بتنقية خليط تفاعل خام يشتمل على إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester به من 4 ذرات كربون إلى 12 ذرة كربون C_4-C_{12} بمساعدة عمود ذو جدار فاصل يستخدم في تشكيلة مستمثلة من حيث الفصل وإعادة تدوير الحفاز، وفي موازنة طاقة عملية التنقية الإجمالية. ويتم تجهيز العمود ذو الجدار الفاصل بجدار تجزئة partition wall ينشئ مناطق فصل في العمود، ويكون الجدار غير متلامس مع القبة العلوية للعمود في الجزء العلوي ويكون متلامساً مع الجزء السفلي للعمود في الجزء السفلي.
الشكل (1)



عدد عناصر الحماية (12)، عدد الأشكال (1)

طريقة لتنقية استرات (ميث) أكريليك

METHOD FOR PURIFYING (METH)ACRYLIC ESTERS

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يتعلق الاختراع الحالي بإنتاج إسترات (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters وفقاً لعملية متواصلة عن طريق الأسترة التبادلية transesterification، وبالتحديد يتعلق الاختراع بتنقية خليط تفاعل خام يشتمل على إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester به من 4 ذرات كربون إلى 12 ذرة كربون C_4-C_{12} باستخدام عمود ذو جدار فاصل يستخدم في تشكيلة محددة.

وينتج عن هذه التشكيلة تبسيط لعملية التنقية مع تقليل في استهلاك الطاقة والوصول لمحتوى أدنى من الشوائب الموجودة في استر (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters المنقّى.

ويتعلق الاختراع أيضاً بعملية لإنتاج استر (ميث) أكريليك C_4-C_{12} (meth)acrylic esters يشتمل على عملية الاستعادة/ التنقية هذه.

ويتم تصنيع إسترات (ميث) أكريليك C_4-C_{12} (meth)acrylic esters بشكل عام عن طريق تفاعل الأسترة التبادلية بين كحول (ميث) أكريلات alcohol (meth)acrylate منخفض الوزن الجزيئي (يشار إليه بـ (ميث) أكريلات (meth)acrylate منخفض الوزن الجزيئي) وكحول مرتفع الوزن الجزيئي (كحول C_4-C_{12} alcohol مقابل).

ويكون هذا التفاعل عبارة عن تفاعل محفّز متوازن ينتج عنه توليد كحول alcohol منخفض الوزن الجزيئي، والذي يجب إزالته أثناء التفاعل من أجل تحويل التوازن في اتجاه إنتاج استر (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters.

وتنتج التفاعلات الثانوية أثناء التصنيع شوائب، منتجات ثانوية بشكل عام بنقطة غليان مرتفعة أو بنقطة غليان قريبة من نقطة غليان الإستر ester المرغوب فيه، وهو أمر ضروري للإزالة للحصول على استر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester بدرجة نقاوة عالية، مما يلبي المتطلبات التقنية المتعلقة باستخدامها النهائي كمونمر لتصنيع البوليمرات التي يمكن استخدامها في العديد من مجالات التطبيق.

وبالإضافة لذلك، فإن المنتجات القابلة للتجديد الموجودة في خليط التفاعل، وبالتحديد المواد المتفاعلة التي لم تتفاعل والحفاز، يتم إعادة تدويرها قدر الإمكان في العملية.

ولهذه الأسباب، يتم بشكل عام تنفيذ عملية الفصل/ التنقية، التي تشتمل على سلسلة من

عمليات التقطير، الاستخلاص، و/أو الانفصال عن طريق الترسيب، وهي عملية معقدة نسبياً ومكلفة من حيث الطاقة وتكلفة رأس المال للوحدة الصناعية.

وتم وصف عمليات تنقية استرات (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters على نطاق واسع في التقنية السابقة.

ويمكن الإشارة، على سبيل المثال، للوثيقة براءة الاختراع الأمريكية رقم 7268251، حيث تتم معالجة الصبيب المنصرف من التفاعل الناشئ من عملية الأسترة التبادلية بواسطة عملية تتطلب استخدام أربعة أعمدة تقطير أو تصفية على الأقل، بما في ذلك مبخر لفصل الحفاز. واتضح أن العملية الموضحة في الوثيقة براءة الاختراع الأمريكية رقم 7268251 معقدة التنفيذ على النطاق الصناعي، نتيجة لاستمثال ظروف التشغيل لسلسة عناصر التقطير/ التصفية الأربعة، من أجل الحصول على منتج عالي النقاوة ومخرجات مرضية. وهذه العملية، المكلفة للغاية من حيث تكلفة رأس المال، بشكل إضافي تتطلب مساحة كبيرة للمنشأة. وتتضح بتصنيع ثنائي مثيل أمينو إثيل أكريلات dimethylaminoethyl acrylate من ثنائي مثيل أمينو إيثانول dimethylaminoethanol وإثيل أكريلات ethyl acrylate.

وتوضح الوثيقة براءة الاختراع الأوروبية رقم 960877، نيابة عن شركة مقدم الطلب، عملية أخرى لتصنيع ثنائي مثيل أمينو إثيل أكريلات dimethylaminoethyl acrylate. وتتألف هذه العملية من إزالة الحفاز والمنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي (الطبقة السفلية)، يليها إزالة المركبات منخفضة الوزن الجزيئي (الطبقة العلوية) وبالتصفية النهائية لخليط التفاعل الخام. وبالتالي تظهر هذه العملية ميزة اشتمالها على ثلاثة أعمدة تقطير فقط في خط تنقية خليط التفاعل.

وتصف الوثيقة براءة الاختراع الأمريكية رقم 7294240 B2 عملية التصنيع المتواصل لاسترات (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters، وبالتحديد تصنيع ثنائي مثيل أمينو إثيل أكريلات dimethylaminoethyl acrylate من ثنائي مثيل أمينو إيثانول dimethylaminoethanol وبيوتيل أكريلات butyl acrylate، وبالدمج يتم تنفيذ التصنيع في نظام تفاعل يشتمل على مفاعلين على التوالي، من أجل الحد من التفاعلات الثانوية، عمود يجعل من الممكن فصل الحفاز من بقايا خليط التفاعل وعمود تقطير تيار جانبي يجعل من الممكن الحصول على ثنائي مثيل أمينو إثيل أكريلات dimethylaminoethyl acrylate بنقاوة عالية. وتستخدم تنقية خليط التفاعل عمودي تقطير ويتم سحب الإستر ester المنقّى كتيار جانبي من العمود الثاني.

وتصف الوثيقة طلب براءة الاختراع الدولي رقم 2013/110876 عملية تنقية مناسبة بالتحديد لـ 2-أوكتيل أكريلات 2-octyl acrylate تتضمن فصل أولي للحفاز والتنقية باستخدام عمودي تقطير على التوالي أو عمود تقطير تيار جانبي واحد.

وعلاوة على ذلك، قدم اقتراح لاستخدام عمود تقطير جانبي مفرد لتنقية، في مرحلة واحدة،

خليط تفاعل اكريلات الكيل C_4-C_9، كما هو موصوف في طلب براءة الاختراع الدولي رقم 2014/096648 بالنيابة عن الشركة المقدمة لطلب براءة الاختراع.

وبشكل عام، تشمل عمليات التقنية السابقة عملية فصل أولى للحفاز عن وسط التفاعل، ثم تقطير خليط التفاعل لتفريغ الحفاز باستخدام واحد أو اثنين من أعمدة التقطير، وذلك للحصول على إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester بنقاء عالٍ.

ويتم تزويد عمليات تنقية مبسطة بفضل تطوير أعمدة ذات جدران فاصلة (تعرف بالاسم DWC- عمود ذي جدار فاصل Divided Wall Column). وتقوم التقنية على أن عمود التقطير يشتمل على جدار فاصل داخلي يجعل من الممكن دمج تشغيل عمودي تقطير اثنين بصورة تقليدية على التوالي في عنصر واحد من المعدات.

وعلى سبيل المثال، تصف براءة الاختراع الأوروبية رقم 265943 ترتيبة عمود ذي جدار فاصل وتشغيله في عملية لإنتاج 2-إثيل هكسيل اكريلات 2-ethylhexyl acrylate بنقاء عالٍ. وبالرغم من أن هذا العمود يعد تصنيعه وتشغيله معقداً، إلا أنه يظهر فائدة تتمثل في خفض تكلفة المعدات واستهلاك الطاقة في عملية التنقية، بالمقارنة مع منشأة تقليدية تشتمل على عمودي تقطير اثنين. ولم يتم تحقيق مسألة الاستقرار اللازم للتشغيل المُرضي. ولم تذكر عملية التنقية الموصوفة في هذه الوثيقة المشاكل المتعلقة بالفصل الأولي للحفاز، الذي يمكن أن يسبب وجوده تفاعلات ارتجاعية retrogradation في العمود ذي الجدار الفاصل.

وتصف أيضاً براءة الاختراع اليابانية رقم 2005-239564 استخدام عمود ذي جدار فاصل في عملية لتصنيع إسترات (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters، التي يتم تمثيلها في حالة تصنيع ميثاكريلات بيوتيل butyl methacrylate عن طريق تفاعل أسترة تبادلية بين ميثاكريلات المثيل methyl methacrylate وبيوتانول butanol. وفي هذه العملية، تم دمج مزيل الضباب في العمود ذي الجدار الفاصل لمنع جرف قطيرات عوامل التثبيت في تيار السحب الجانبي والتحكم بمقدار عوامل التثبيت في المنتج المنقى. ويجعل العمود ذو الجدار الفاصل من الممكن إجراء عملية الفصل للإستر المستهدف بوجود المنتجات الثقيلة والمنتجات الخفيفة. ومع ذلك، تكون عملية التنقية الموصوفة في هذه الوثيقة قابلة للتطبيق على إنتاج (ميث) أكريلات أمينو ألكيل aminoalkyl (meth)acrylates ولا تقدم حل لمسألة الفصل التمهيدي للحفاز عندما تكون الإسترات حساسة للتفاعلات الارتجاعية. وعلى نحو محدد، فإن وجود الحفاز في العمود ذي الجدار الفاصل يجلب المخاطر حول تفاعلات التكسير التي تنتج عند تشكل المركبات التي تلوث المنتج المنقى الذي يتم سحبه على شكل تيار جانبي.

وتعد تقنية الأعمدة ذات الجدران الفاصلة معروفة بشكل عام ويتم وصفها على سبيل المثال في المرجع التالي Asprion N. et al., "Dividing wall columns: Fundamentals and

recent advances", Chemical Engineering and Processing, vol. 49 (2010), pages 139-146, or by Dejanovic I. et al., "Dividing wall column – A breakthrough towards sustainable distilling", Chemical Engineering and Processing, vol. 49 (2010), pages 559-580.

ومع ذلك، تتعلق التشكيلات المختلفة الموصوفة فقط بحفظ الطاقة المتوقع، وحالة التقنية في مجملها لا تشير على الأقل إلى نوع التشكيلة المناسب لتنقية مخاليط تفاعل (ميث) أكريليك (meth)acrylic الخام الناتجة من تفاعل الأسترة التبادلية الحفزية.

ولا تزال هناك حاجة لتحسين تنقية إسترات (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters "الثقيلة", مثل, على سبيل المثال, أكريلات ثنائي مثيل أمينو إثيل dimethylaminoethyl acrylate أو أكريلات 2-أوكتيل 2-octyl acrylate, من حيث فصل/إعادة تدوير الحفاز وتوازن الطاقة لعملية التنقية ككل.

ويلبي هدف الاختراع الحالي هذه الحاجة من خلال تزويد عملية لاستعادة إستر (ميث) أكريليك C_4-C_{12} (meth)acrylic ester الذي يتم تنقيته باستخدام نظام تنقية يتألف من عمود ذي جدار فاصل يستخدم في تشكيلة محددة، مما يجعل من الممكن تجنب خطر التلوث بالإستر النهائي الذي تنتجه التفاعلات الارتجاعية بوجود حفاز في العمود.

وبالتالي يزود الاختراع حلاً تقنياً/اقتصاديا لمشكلة تنقية خليط التفاعل الخام الناتج تفاعل الأسترة التبادلية لإستر حمض (ميث) أكريليك (meth)acrylic acid ester خفيف بواسطة كحول C_4-C_{12}، مع انخفاض في رأس المال وتكاليف الإنشاء المرتبطة بانخفاض في عدد الأعمدة وعناصر المعدات ذات الصلة (مضخات pumps، مبادلات exchangers، وما شابه ذلك)، ولكن أيضا مع زيادة طاقة المعالجة، في حين تستجيب للمتطلبات فيما يتعلق بنقاء الإستر الناتج.

الوصف العام للاختراع

يتمثل موضوع الاختراع في عملية لاستعادة إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester C_4-C_{12}، من خليط تفاعل خام يتم الحصول عليه عن طريق الأسترة التبادلية لإستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester خام بواسطة الكحول المقابل،

وتتميز العملية المذكورة في أنها تجرى باستخدام نظام تنقية يشتمل على عمود ذي جدار فاصل مزود بجدار فصل يشكل مناطق فصل في العمود، ولا يكون الجدار متصلاً بالقبة العلوية للعمود في الجزء العلوي ويكون متصل بأسفل العمود في الجزء السفلي، ويتم دمج العمود ذي الجدار الفاصل المذكور عند الأعلى بمكثف مفرد وعند الأسفل بمرجلين اثنين، وتشتمل على قسم تكرير مشترك فوق الجدار، قسم تجزئة مسبقة يشتمل على نقطة تغذية للعمود، قسم سحب منفصل عن قسم التجزئة المسبقة بجدار يشتمل على تيار سحب من الإستر المنقى، و

تتميز بما يلي 1) يتم استخلاص تيار غازي عند أعلى قسم التكرير وإعادة تدويره بعد تكثيفه على الأقل جزئياً في المفاعل، 2) يتم سحب التيار عند أسفل قسم التجزئة المسبقة ويعاد تدويره على الأقل جزئياً في المفاعل، 3) يتم سحب التيار عند أسفل قسم السحب ويعاد تدويره على الأقل جزئياً في قسم التجزئة المسبقة في العمود، و 4) يتم سحب تيار إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester المنقى على شكل تيار جانبي من قسم السحب عند نقطة يتم تحديدها فوق جزء السحب السفلي في قسم السحب المذكور.

ووفقاً للاختراع، يشتمل خليط التفاعل الخام الخاضع لعملية استعادة إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester المنقى السابقة على الأقل جزئياً، ويفضل بشكل كامل، على حفاز يستخدم في قسم الأسترة التبادلية.

ويتم تطبيق العملية وفقاً للاختراع على تصنيع (ميث) أكريلات الألكيل alkyl (meth)acrylates، ويكون الكحول المستخدم في قسم الأسترة التبادلية عبارة عن كحول أليفاتي أولي أو ثانوي يشتمل على سلسلة ألكيل خطية أو متفرعة تحتوي على 4 إلى 12 ذرة كربون carbon، ويفضل 5 إلى 10 ذرات كربون carbon، ويكون قابل للتقاطع مع ذرة مغايرة واحدة أو أكثر، مثل نتروجين N nitrogen أو أكسجين O oxygen، ويفضل N.

ووفقاً لأحد تجسيدات الاختراع، يكون الكحول عبارة عن كحول أليفاتي أولي أو ثانوي، يشتمل على سلسلة ألكيل خطية أو متفرعة تحتوي على 4 إلى 12 ذرة كربون carbon، ويفضل 5 إلى 10 ذرات كربون carbon.

ويمكن ذكر، كأمثلة على الكحول، 2-إثيل هكسانول 2-ethylhexanol، 2-أوكتانول 2-octanol أو 2-بروبيل هبتانول 2-propylheptanol. ويفضل كحول 2-أوكتانول 2-octanol.

ووفقاً لأحد تجسيدات الاختراع، يكون الكحول عبارة عن كحول أميني aminoalcohol، وتحديداً كحول ثنائي ألكيل أمينو dialkylaminoalcohol بالصيغة:

$HO\text{-}A - N(R_1)(R_2)$

حيث

- A يمثل جذر ألكيلين C_1-C_5 alkylene خطي أو متفرع،
- R_1 وR_2، المتطابقان أو المختلفان عن بعضهما البعض، يمثل كل منهما جذر ألكيل C_1- alkyl C_4.

ويمكن ذكر، كأمثلة على الكحول، N، N-ثنائي مثيل أمينو إيثانول N,N-DMAE dimethylaminoethanol، N، N-ثنائي إثيل أمينو إيثانول N,N-diethylaminoethanol أو N، N-ثنائي مثيل أمينو بروبانول N,N-dimethylaminopropanol.

وبشكل مفضل، يكون الكحول هو N، N-ثنائي مثيل أمينو إيثانول N,N-

DMAE dimethylaminoethanol، ويشار له كذلك باستمرار بثنائي مثيل أمينو إيثانول dimethylaminoethanol.

ومن المفهموم أنه يقصد بإستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester خفيف (ميث) أكريلات (meth)acrylate يحتوي على سلسلة ألكيل C_1 أو C_2، مثل مثيل (ميث) أكريلات methyl (meth)acrylate أو إثيل (ميث) أكريلات ethyl (meth)acrylate.

ويعني مصطلح "(ميث) أكريليك (meth)acrylic" أكريليك acrylic أو ميثاكريليك methacrylic، ويعني مصطلح "(ميث) أكريلات (meth)acrylate" أكريلات acrylate أو ميثاكريلات methacrylate.

وعلى نحو مفضل، يكون إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester الخفيف هو مثيل أكريلات methyl acrylate أو إثيل أكريلات ethyl acrylate، والأفضل إثيل أكريلات ethyl acrylate.

ووفقاً لتجسيد مفضل، يكون إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester C_4-C_{12} المنقى عبارة عن أكريلات acrylate C_4-C_{12} منقى، والأفضل أكريلات 2-أوكتيل 2-octyl acrylate أو أكريلات ثنائي مثيل أمينو إثيل DAMEA dimethylaminoethyl acrylate.

وتنتج عملية الاستعادة وفقاً للاختراع إستر (ميث) أكريلات (meth)acrylic ester C_4-C_{12} بنقاء يضاهي على الأقل ذلك الذي يتم الحصول عليه في منشأة تقليدية تشتمل على عمودي فصل اثنين على الأقل، وهذه هذ الحالة التي تكون في ظروف التشعيل التي تقلل من التحلل الحراري للمركبات الحساسة للحرارة، وفي ظروف طاقة أكثر اقتصادية.

ويكمن موضوع آخر للاختراع في استخدام نظام تنقية لاستعادة إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester C_4-C_{12}، بدءاً من خليط تفاعل نقي يتم الحصول عليه عن طريق أسترة تبادلية حفزية لإستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester خفيف بواسطة كحول مقابل، حيث يشتمل النظام المذكور على عمود ذي جدار فاصل مزود بجدار فصل يشكل مناطق فصل في العمود، ولا يكون الجدار متصلاً بالقبة العلوية للعمود في الجزء العلوي ويكون متصل بأسفل العمود في الجزء السفلي، ويتم دمج العمود ذي الجدار الفاصل المذكور عند الأعلى بمكثف مفرد وعند الأسفل بمرجلين اثنين، ويشتمل على قسم تكرير مشترك فوق الجدار، قسم تجزئة مسبقة يشتمل على نقطة تغذية للعمود بالخليط المراد تنقيته، قسم سحب منفصل عن قسم التجزئة المسبقة بجدار يشتمل على تيار سحب من الإستر المنقى.

ويتمثل موضوع آخر للاختراع في عملية لإنتاج إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester C_4-C_{12} منقى، من خلال أسترة تبادلية لإستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester خفيف بواسطة الكحول المقابل، وتتميز في أنه يتم إخضاع خليط التفاعل الخام إلى عملية استعادة باستخدام نظام

التنقية المعرف أعلاه.

وبناءً على ذلك، يمكّن الاختراع من تحقيق المواصفات المرغوبة من حيث نقاء إسترات (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester في ظروف اقتصادية.

شرح مختصر للرسومات

الشكل 1 يمثل تشكيلة لنظام تغذية يشتمل على عمود ذي جدار فاصل يمكن استخدامه في العملية وفقاً للاختراع.

الوصف التفصيلي:

سيتم الآن وصف الاختراع بشكل مفصل أكثر بأسلوب غير محدد في الوصف التالي.

وتبسيطاً لتتمة وصف الاختراع، وبأسلوب غير محدد، يتم وصف العملية وفقاً للاختراع بالإشارة إلى إنتاج أكريلات ثنائي مثيل أمينو إثيل DAMEA dimethylaminoethyl acrylate الذي يتم الحصول عليه عن طريق الأسترة التبادلية بدءاً من إثيل أكريلات EA ethyl acrylate وثنائي مثيل أمينو إيثانول DMAE dimethylaminoethanol.

وفي مفاعل الأسترة التبادلية، تمثل المكونات الخفيفة الموجودة في وسط التفاعل عموماً مواد متفاعلة متبقة، إثيل أكريلات ethyl acrylate وثنائي مثيل أمينو إيثانول dimethylaminoethanol في الحالة المحددة هذه.

ويؤدي تفاعل التدوير إلى تشكل 1، 4-ثنائي مثيل بيبرازين 1,4-dimethylpiperazine DMPPZ، والذي تكون درجة غليانه قريبة من ثنائي مثيل أمينو إيثانول dimethylaminoethanol. ومن ثم يتم استخلاص المنتج الثانوي هذا بنفس الوقت على شكل كحول متبقي.

وكتفاعلات ثانوية تؤدي إلى تشكيل منتجات ثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي أثناء تصنيع إسترات (ميث) أكريليك (meth)acrylic esters، يتواجد هناك بالتحديد تفاعل إضافة مايكل Michael لجزيء يحتوي على ذرة هيدروجين قابلة للاستبدال labile hydrogen atom (على سبيل المثال كحول alcohol) إلى الرابطة المزدوجة لمركب (ميث) أكريليك (meth)acrylic compound (على سبيل المثال لتشكيل (ميث) أكريلات منخفض الوزن الجزيئي light (meth)acrylate أو إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester المتشكل). ويمكن أيضاً إجراء تفاعلات تشكيل حلقة.

وفي حالة محددة لتصنيع الـ DAMEA من EA و DMAE، يتم إضافة كحول DMAE الذي لم يتفاعل أو الإيثانول ethanol الذي تم إطلاقه، إلى الرابطة المزدوجة لـ DAMEA الذي تم

تشكيله بالفعل أو لـ EA غير المتفاعل، لتشكيل منتجات ثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي لتفاعل إضافة مايكل Michael وهي [DMAE+DAMEA] أو [DMAE+EA].

وتتمثل إحدى سمات هذه المنتجات الثانوية في أنه يكون لها نقطة غليان أعلى من نقاط غليان المنتجات المستخدمة في التفاعل و/أو لـ DAMEA المرغوب. وهذا هو السبب بكون هذه المنتجات الثانوية المدمجة تعرف لاحقاً كمنتجات ثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي.

وفي حالة محددة لتصنيع الـ DAMEA، تشتمل المنتجات الثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي على نواتج إضافة مايكل Michael adducts، بالتحديد إيثوكسي بروبيونات الإثيل EEP ethoxypropionate، إيثوكسي بروبيونات الأمييثيل AEP amiethyl ethoxypropionate، أمييتوكسي بروبيونات الأمييثيل AAP amiethyl amietoxypropionate وأمييتوكسي بروبيونات الإثيل EAP ethyl amietoxypropionate، والعديد من المركبات مرتفعة الوزن الاجزيئي الأخرى.

ويتمثل هدف العملية وفقاً للاختراع في استعادة إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester بنسبة نقاوة أكبر من 99.5٪، على نحو مفضل أكبر من 99.8٪، من خليط التفاعل الذي يشتمل على منتجات ثانوية منخفضة الوزن الجزيئي (مركبات متطايرة أو مركبات منخفضة الوزن الجزيئي)، ويتم عادةً إضافة أيضاً منتجات ثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي (مركبات مرتفعة الوزن الجزيئي أو مركبات أقل تطايراً)، وكذلك حفاز الأسترة التبادلية transesterification catalyst، ومثبطات عملية البلمرة إلى مفاعل الأسترة التبادلية. ويمكن إجراء هذا مع نظام تنقية يشتمل على عمود ذي جدار فصل مدمج مع مكثِّف عند الجزء العلوي ومرجلي غلي عند الجزء السفلي، كما هو موضح في الشكل المرفق.

وبالرجوع إلى الشكل، يشتمل العمود ذو الجدار الفاصل المستخدم في العملية وفقاً للاختراع على جدار رأسي جزئي (أو فاصل) ف موضوع داخل العمود، والذي يحدد ثلاث مناطق منفصلة: منطقة علوية، قسم التصفية المشار إليه، منطقة مركزية تشتمل على منطقتين على كلا جانبي الفاصل ويمتد إلى أبعد ما يكون بالنسبة للجزء السفلي للعمود.

ووفقاً لأحد التجسيدات، يمكن أن يكون الجدار قطري الشكل بشكل جزئي. ويمكن أن يكون الجدار مستوياً أو أسطوانياً، بحيث يمكن أن تكون الحيوز المفصولة بواسطة الجدار موضوعة في شكل متحد المركز.

ولا يقوم الجدار عند تثبيته بالضرورة إلى فصل المنطقة المركزية إلى منطقتين متساويتين؛ وهذا لأنه قد يكون من المفيد في بعض التجسيدات وجود مناطق غير متساوية لتقليل إلى أدنى حدّ فقد التيار الامامي أو الميل إلى الانسداد، وفقاً لطبيعة أو شدة التيار الدائر في العمود.

ويمثل ارتفاع الجدار من 30٪ إلى 70٪ من ارتفاع العمود.

وتتألف المنطقة المركزية من منطقتين على كلا جانبي الجدار، حيث تمثل إحداهما قسم "تجزئة مسبقة" والأخرى قسم سحب للمنتج النقي.

وتبسيطاً لتتمة وصف الاختراع، من المفهوم أنه يقصد بـ "قسم التجزئة المسبقة" القسم من العمود ذي جدار فصل الذي يتم تغذيته بتيار من إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester ليتم تنقيته، وتتم التغذية فقط على جانب واحد من الجدار، ومن المفهوم أنه يقصد بـ "قسم السحب" القسم من العمود على الجانب الآخر من جدار الفصل، الذي يتم من خلاله استخلاص تيار من إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester النقي كتيار جانبي.

ويشتمل قسم التجزئة المسبقة، المدمج مع مرجل الغلي ب1 على نقطة تغذية و للعمود، الذي فصل قسم ش1 فوق نقطة التغذية وقسم ش2 أسفل نقطة التغذية. ويكون لقسم التجزئة المسبقة تأثير على تركيز المنتجات الأكثر تطايراً، المعروفة بالمركبات منخفضة الوزن الجزيئي، عند الجزء العلوي من العمود وتركيز المنتجات الأقل تطايراً، المعروفة بالمركبات مرتفعة الوزن الجزيئي، عند الجزء السفلي من العمود. على نحو خاص في قسم التجزئة المسبقة هذا، المدمج مع مرجل الغلي ب1، يوجد الحفاز، جزء كبير من مثبطات البلمرة وكذلك الشوائب مرتفعة الوزن الجزيئي عند الجزء السفلي لهذا القسم. ويمكن تجديد هذا المنتج السفلي لعملية التجزئة المسبقة عن طريق إعادة تدوير كل أو جزء من المركب الأخير في مفاعل الأسترة التبادلية.

ووفقاً لأحد التجسيدات، تقع نقطة التغذية في النص السفلي لقسم التجزئة المسبقة، على نحو مفضل في الثلث السفلي، على سبيل المثال تحت الألواح الأخيرة.

ويشتمل قسم السحب على مخرج جانبي لسحب الإستر النقي ش، ويعمل المخرج الجانبي على فصل قسم السحب إلى قسمين ش4 و ش5. ويمكن إجراء سحب للإستر النقي على شكل تيار سائل أو تيار غازي؛ على نحو مفضل، يتم سحب تيار غازي. وفي هذا القسم، يتم إرسال المركبات منخفضة الوزن الجزيئي وكذلك الإستر إلى أعلى العمود ويتم إرسال المركبات مرتفعة الوزن الجزيئي إلى أسفل العمود. ويشتمل التيار السفلي بشكل أساسي على مركبات مرتفعة الوزن الجزيئي ومثبطات عملية البلمرة ويتم سحب مقدار ضئيل من الإستر الناتج من قسم السحب المدمج مع مرجل الغلي ب2 ويتم على نحو مفيد إعادة تدويره، جزئياً على الأقل، في قسم التجزئة المسبقة، على نحو مفضل عند نقطة التغذية و، أو عند نقطة واقعة أعلى أو أسفل نقطة التغذية. وتؤدي إعادة تدوير المنتج السفلي من قسم السحب إلى إمكانية تقليل إلى أدنى حدّ فقد إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester.

ووفقاً لأحد التجسيدات، تقع نقطة سحب التيار الجانبي في النصف السفلي من قسم السحب، على نحو مفضل في الربع السفلي.

وتوجد منطقة مشتركة، المعروفة بقسم التصفية ش3، فوق الجدار عند الجزء العلوي من العمود ذو جدار فاصل، ويجعل هذا القسم من الممكن فصل المركبات منخفضة الوزن الجزيئي، التي تم استخلاصها، ومن ثم تكثيفها، جزئياً على الأقل، في المكثف جـ المدمج مع العمود. ويتم إرجاع المنتج المكثف هذا، جزئياً كتيار راجع reflux إلى القسم ش3، ويتم على نحو مفيد إرسال الجزء الآخر، جزئياً على الأقل، إلى مدخل المفاعل، لأنه يتكون بشكل أساسي من المواد المتفاعلة التي لم تتفاعل ومقدار ضئيل من الإستر المتشكل.

وبذلك، يمكن تزويد التيار الراجع السائل عند الجزء العلوي للعمود. وفي أعلى الجدار، يتم استعادة السائل وفصله على جانبي الجدار نحو القسمين ش1 وش4. وتتراوح النسبة الوزنية للسائل العائد نحو القسم ش1 عموماً بين 20٪ و 50٪.

وهناك عدد معين من الوسائط التي تميز التصميم وعملية تشغيل العمود ذو الجدار الفاصل. والتي تتعلق بشكل أساسي بعدد من المراحل النظرية في كل قسم من العمود ذي الجدار الفاصل، بالتحديد تقابل الأعداد ن1، ن2، ن3، ن4 و ن5 بالترتيب عدد المراحل في كل قسم من الأقسام ش1 إلى ش5 الموصوفة أعلاه، نسبة التيار الراجع للعمود، نسبة التيار السائل الناتج من قسم التصفية على كل جانب من الجدار، نسبة التيار الغازي الناتج من قسم إعادة الغلي على كل جانب من الفاصل، وضع نقطة التغذية و أو نقطة سحب التيار الجانبي ش للمنتج النقي.

ويمكن تحديد تلك الوسائط المختلفة من الطرق المعروفة للشخص المتمرس في التقنية، بحيث يتم إنتاج إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester بنسبة نقاوة تلبي المواصفات المطلوبة.

ويتم اختيار العمود ذو الجدار الفاصل والأجزاء الداخلية الموجودة فيه للحصول على العدد اللازم من المراحل النظرية في كل قسم. ومن الممكن استخدام ألواح، حشوة متراصة، على سبيل المثال حشوة منظمة، أو حشوة عشوائية، كأجزاء داخلية.

ووفقاً لأحد التجسيدات، يتراوح عدد المراحل النظرية لقسم التجزئة المسبقة ش1 + ش2 بين 1 و 20، ويتم على نحو مفضل وضع نقطة التغذية للعمود في الثلث السفلي الأخير تقريباً من هذا القسم.

ووفقاً لأحد التجسيدات، يتراوح عدد المراحل النظرية لقسم السحب ش4 + ش5 بين 1 و 15، ويتم على نحو مفضل وضع نقطة سحب الإستر النقي في الرُبع السفلي الأخير تقريباً من هذا القسم.

ووفقاً لأحد التجسيدات، يتراوح عدد المراحل النظرية لقسم التجزئة المسبقة ش3 بين 1 و 15.

ويمكن تشغيل العمود في جو مفرغ من الهواء، لتقليل إلى أدنى حد من تعرض للحرارة المركبات الحساسة للحرارة الموجودة داخل العمود. وعلى نحو مفيد، يتم تشغيل العمود في جو مفرغ من الهواء يتراوح من 1.33 إلى 13.3 كيلوباسكال (10 إلى 100 ملم زئبقي).

وعلى نحو مفيد، تتراوح درجة حرارة التشغيل بين 50°م و 150°م.

ويمكن أن تكون الأجزاء الداخلية المستخدمة للعمود عبارة عن ألواح صمامي valve plates أو ألواح مثقبة ذات حشوة شبكية أو منظمة.

وبالإضافة إلى الظروف التشغيلية المناسبة لإجراء تفاعل الأسترة التبادلية التي تقلل إلى أدنى حد من تشكل المركبات مرتفعة الوزن الجزيئي وتحسن معدل الإنتاج للتفاعل، فإنه يكون من الضروري إدخال مثبطات لعملية البلمرة (معروفة أيضاً بالمثبتات stabilizers) ليس فقط أثناء التفاعل بل أيضاً أثناء عملية تنقية خليط التفاعل الخام الناتج من مفاعل الأسترة.

واكتشف المخترعون أن تثبيت نظام التنقية الذي يضم عمود ذو جدار فاصل أكثر فائدة من تثبيت الوحدة الصناعية التقليدية التي تشتمل على عمودين مرتبين على التوالي. وذلك لأنه يتم إدخال مثبط عملية البلمرة المستخدم لتثبيت الإستر المرغوب به في نظام التنقية كمثبط لعملية البلمرة مفرد، ويؤدي هذا إلى جعل عملية التثبيت أبسط ومتسقة. وعلى نحو بديل، يمكن استخدام مثبط لعملية البلمرة أقل تكلفة لتثبيت العمود ذو الجدار الفاصل، ويتم لاحقاً تثبيت الإستر النقي مع مركب آخر ملائم أكثر لتثبيت المنتج النهائي لغرض تخزينه واستخدامه في وقت لاحق. وفي هذه الحالة، يمكن خفض التكاليف ذات الصلة بمثبطات عملية البلمرة بشكل كبير.

ومن الأمثلة التي يمكن ذكرها، كمثبطات لعملية البلمرة التي يمكن استخدامها، على سبيل المثال، فنوثيازين PTZ phenothiazine، هيدروكينون HQ hydroquinone، هيدروكينون أحادي مثيل إيثر HQME hydroquinone monomethyl ether، ثنائي (ثث-بيوتيل)-بارا-كريزول BHT di(tert-butyl)-para-cresol، بارا-فنيلين ثنائي أمين para-phenylenediamine، 2، 2، 6، 6-رباعي مثيل-1-بيبريدينيلوكسي TEMPO 2,2,6,6-tetramethyl-1-piperidinyloxy، ثنائي (ثث-بيوتيل) كاتيكول di(tert-butyl)catechol، أو مشتقات من TEMPO، مثلاً OH-TEMPO، لوحدها أو مخاليط منها بجميع النسب.

ووفقاً لأحد التجسيدات، يتم تثبيت نظام التنقية باستخدام مثبط لعملية البلمرة مفرد، على نحو مفضل محقون عند المكثف العلوي، ويتم سحب إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester النقي كتيار جانبي من العمود ذي الجدار الفاصل على شكل تيار سائل أو غازي ثابت.

ووفقاً لهذا التجسيد، من المفضل استخدام هيدروكينون أحادي مثيل إيثر hydroquinone monomethyl ether كمثبت.

ووفقاً لأحد التجسيدات، يتم تثبيت نظام التنقية باستخدام مثبط لعملية بلمرة أول، على نحو مفضل محقون عند المكثف العلوي، ويتم سحب إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester النقي كتيار جانبي من العمود ذي الجدار الفاصل على شكل تيار غازي الذي، بعد عملية التكثيف، يتم لاحقاً تثبيته مع مثبط لعملية البلمرة مختلف عن المثبط الأول. ووفقاً لهذا التجسيد، من الممكن استخدام مثبط أول الذي يكون أرخص بشكل كبير وليتم تحريره من المنتج النقي عن طريق إجراء سحب للطور الغازي، ويبقى مثبط عملية البلمرة الأول في تيار المنتجات الثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي المفصول عند الجزء السفلي للعمود. ويمكن أن يكون الفنوثيازين phenothiazine أو OH-TEMPO ملائماً كمثبط لعملية البلمرة أول وبما أنها تجعل من الممكن تثبيت جميع التيارات العضوية. ويتم من ثم تثبيت المنتج النقي المسحوب كتيار جانبي، بعد عملية التكثيف، وفقاً للممارسة التقليدية، على سبيل المثال باستخدام هيدروكينون أحادي مثيل إيثر hydroquinone monomethyl ether.

وعلى نحو مفيد، يتم إدخال مقدار يتراوح من 100 إلى 5000 جزء في المليون من مثبط عملية البلمرة أثناء عملية تنقية خليط التفاعل في نظام التنقية وفقاً لعملية الاختراع.

ولجعل المثبطات أكثر فعالية، من الممكن عند الجزء السفلي من العمود، حقن الأكسجين oxygen، الهواء أو هواء "مستنفد"، على سبيل المثال يشتمل على 7٪ من O_2. وعلى نحو مفضل، يكون مقدار الأكسجين المحقون مطابقاً للمحتوى من 0.2٪ حجماً إلى 0.5٪ حجماً، بالنسبة لمقدار البخار العضوي في العمود.

ومن المفهوم أنه يقصد بإستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester النقي منتج به محتوى من إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester > 99.5٪ وزناً، على نحو مفيد > 99.8 ٪ وزناً، وبشكل عام يكون محتوى الشوائب مرتفعة الوزن الجزيئي أقل من 1500 جزء في المليون، على نحو مفيد أقل من 1200 جزء في المليون.

ويتمثل موضوع آخر للاختراع في عملية لإنتاج إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester C_4-C_{12} بواسطة الأسترة التبادلية، حيث تتميز في أنه يتم تعريض خليط التفاعل الخام لعملية استعادة باستخدام نظام تنقية كما هو معرف أعلاه.

وتكون شروط تفاعل الأسترة التبادلية هي تلك المعروفة لشخص متمرس في التقنية ويمكن تنفيذها وفقاً لعملية من نوع متواصل، شبه متواصل أو دفعي.

وبالتالي يوفر الاختراع عملية لإنتاج إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester C_4–C_{12} في وحدة صناعية مضغوطة، يتم تخفيض رأس المال وتكلفة التشغيل له، وتوفير منتج ذو نسبة نقاوة عالية مع معدل إنتاج مستمثل.

وبالمقارنة مع عمليات التقنية السابقة، فإنه من الممكن خفض استهلاك الطاقة اللازمة لإجراء عملية التنقية وفقاً للاختراع بنسبة أكبر من 10٪. وبالإضافة إلى ذلك، وُجِد أنه يتم تقليل محتوى الشوائب التي يصعب فصلها كنتيجة لنقطة غليانها المماثلة لتلك الخاصة بالإستر ester المطلوب إلى أدنى حد في المنتج المنقى الذي تم الحصول عليه وفقاً للعملية وفقاً للاختراع.

وتوضح الأمثلة أدناه الاختراع الحالي دون الحد من نطاقه.

الجزء التجريبي

في الأمثلة، يتم توضيح النسب المئوية وزناً، ما لم يتم الإشارة إلى خلاف ذلك، وتم استخدام الاختصارات التالية:

EA: إثيل أكريلات Ethyl acrylate

AAP: اميثيل اميتوكسي بروبيونات amiethyl amietoxypropionate

AEP: اميثيل إثوكسي بروبيونات amiethyl ethoxypropionate

EEP: إثيل إثوكسي بروبيونات ethyl ethoxypropionate

DAMEA: ثنائي مثيل أمينو إثيل أكريلات dimethylaminoethyl acrylate

PTZ: فنوثيازين phenothiazine

DMAE: ثنائي مثيل أمينو إيثانول dimethylaminoethanol

HQME: هيدروكوينون مثيل إيثر hydroquinone methyl ether

حفاز : تم التعبير عنه في شكل إثيل تيتانات ethyl titanate

المثال 1 (مقارن): التنقية باستخدام 3 أعمدة تقطير على التوالي

تم تعريض خليط التفاعل DAMEA الخام الناتج من التصنيع بواسطة الأسترة التبادلية لإثيل أكريلات Ethyl acrylate وثنائي مثيل أمينو إيثانول dimethylaminoethanol لمعالجة تنقية باستخدام ثلاثة أعمدة تقطير على التوالي.

ويشتمل العمود الأول على مكافئ، في مراحل نظرية، عددها 9 ويتم دمجه في الجزء السفلي مع مرجل وفي الجزء العلوي مع مكثف حيث يتم إعادة تدوير الطور العضوي جزئياً في العمود من أجل تزويد العمود بتيار راجع. ويتم تثبيت العمود عن طريق حقن PTZ عند مكثف الجزء العلوي. وتبلغ الطاقة التي يزودها المرجل 0.74 ميغاواط.

ويشتمل العمود الثاني على مكافئ، في مراحل نظرية، عددها 14 ويتم دمجه في الجزء السفلي مع مرجل وفي الجزء العلوي مع مكثف. ويتم تغذيته عن طريق تيار الجزء السفلي من العمود الأول، الذي يشتمل على DAMEA، وأيضاً المنتجات منخفضة الوزن الجزيئي (EA، DMAE) والمنتجات الثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي، مثل نواتج إضافة مايكل Michael. ويتم

تثبيت العمود الثاني عن طريق حقن PTZ عند مكثف الجزء العلوي. وتبلغ الطاقة التي يزودها المرجل 0.61 ميغاواط.

ويشتمل العمود الثالث على مكافئ، في مراحل نظرية، عددها 4 ويتم دمجه في الجزء السفلي مع مرجل وفي الجزء العلوي مع مكثف. ويتم تغذيته عن طريق تيار الجزء السفلي من العمود الثاني، الذي يشتمل على DAMEA، المنتجات الثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي، مثل نواتج إضافة مايكل Michael، وعوامل التثبيت. ويتم تثبيت العمود الثالث عن طريق حقن HQME عند مكثف الجزء العلوي. وتبلغ الطاقة التي يزودها المرجل 0.36 ميغاواط. ويُقطر DAMEA المنقى عند الجزء العلوي للعمود الثالث.

ويكون لتيار تغذية العمود الأول التركيب وزناً والخصائص التاليين:

DAMEA: 48٪ - EA: 23٪ - DMAE: 14٪

AAP: 1 ٪ - AEP: 0.2٪ - EEP: 0.04٪ - المنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي الأخرى: 164 جزء في المليون، الحفاز: 1.5٪

تيار كلي: 6780 كغم/ساعة - درجة حرارة: 110°م - ضغط: 89.1 كيلو باسكال (0.891 بار)

وتم إجراء محاكاة ASPEN باستخدام نموذج دينامي حراري وتوفر التركيب التالي وزناً للمنتج المنقى المقطر عند الجزء العلوي للعمود الثالث.

DAMEA: 99.8٪ - DMAE: < 1 جزء في المليون

بقايا AAP - AEP: 214 جزء في المليون - EEP: 889 جزء في المليون - المنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي، بما في ذلك AEP: 729 جزء في المليون

تيار كلي: 2870 كغم/ساعة - درجة حرارة: 35°م - ضغط: 5 كيلو باسكال (0.05 بار).

وفي هذه التشكيلة، يتم استعادة DAMEA بنسبة نقاوة أكبر من 99.8٪ مع معدل إنتاج يبلغ 88٪، بالنسبة إلى تيار التغذية. ويبلغ إجمالي استهلاك الطاقة 1.7 ميغاواط. ويبلغ مقدار مجموع الشوائب مرتفعة الوزن الجزيئي (EEP، AEP، المنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي الأخرى) 1618 جزء في المليون.

المثال 2 (مقارن): التنقية باستخدام عمودي تقطير اثنين على التوالي وسحب تيار جانبي للمنتج المنقى

تم تعريض خليط التفاعل DAMEA الخام الناتج من التصنيع بواسطة الأسترة التبادلية لإثيل أكريلات ethyl acrylate وثنائي مثيل أمينو إيثانول dimethylaminoethanol لمعالجة تنقية باستخدام عمودي تقطير اثنين على التوالي.

ويشتمل العمود الأول على مكافئ، في مراحل نظرية، عددها 9 ويتم دمجه في الجزء السفلي مع مرجل وفي الجزء العلوي مع مكثف حيث يتم إعادة تدوير الطور العضوي جزئياً في

العمود من أجل تزويد العمود بتيار راجع. ويتم تثبيت العمود عن طريق حقن PTZ عند مكثف الجزء العلوي. وتبلغ الطاقة التي يزودها المرجل 0.74 ميغاواط.

ويشتمل العمود الثاني على مكافئ، في مراحل نظرية، عددها 16 ويتم دمجه في الجزء السفلي مع مرجل وفي الجزء العلوي مع مكثف. ويتم تغذيته عن طريق تيار الجزء السفلي من العمود الأول، الذي يشتمل على DAMEA، وأيضاً المنتجات منخفضة الوزن الجزيئي (EA، DMAE) والمنتجات الثانوية مرتفعة الوزن الجزيئي، مثل نواتج إضافة مايكل Michael. ويتم تثبيت العمود الثاني عن طريق حقن HQME عند مكثف الجزء العلوي. وتبلغ الطاقة التي يزودها المرجل 0.8 ميغاواط. ويمثل العمود الثاني هذا عمود سحب تيار جانبي ويتم سحب DAMEA في الثلث الأدنى للعمود.

ويكون لتيار تغذية العمود الأول التركيب وزناً والخصائص التاليين:

DAMEA: 48٪ – EA: 23٪ – DMAE: 14٪

AAP: 1 ٪ – AEP: 0.2٪ – EEP: 0.04٪ – المنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي الأخرى: 164 جزء في المليون، الحفاز: 1.5٪

تيار كلي: 6780 كغم/ساعة – درجة حرارة: 110°م – ضغط: 89.1 كيلو باسكال (0.891 بار)

وتم إجراء محاكاة ASPEN باستخدام نموذج دينامي حراري وتوفر التركيب التالي وزناً للمنتج المنقى الذي تم الحصول عليه عن طريق سحب التيار الجانبي.

DAMEA: 99.8٪ – DMAE: < 1 جزء في المليون

بقايا AAP – AEP: 510 جزء في المليون – EEP: 936 جزء في المليون – المنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي، بما في ذلك AEP: 534 جزء في المليون

تيار كلي: 2870 كغم/ساعة – درجة حرارة: 120°م – ضغط: 18.8 كيلو باسكال (0.188 بار).

وفي هذه التشكيلة، يتم استعادة DAMEA بمعدل إنتاج يبلغ 88٪، بالنسبة إلى تيار التغذية، ويكون لـ DAMEA نسبة نقاوة أكبر من 99.8٪. ويبلغ إجمالي استهلاك الطاقة 547 ميغاواط. ويبلغ مقدار مجموع الشوائب مرتفعة الوزن الجزيئي (EEP، AEP، المنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي الأخرى) 1470 جزء في المليون.

المثال 3 (وفقاً للاختراع):

تم إجراء محاكاة ASPEN باستخدام نموذج دينامي حراري على خليط التفاعل DAMEA الخام، على النحو الموصوف في المثالين 1 و 2، ولكن تم إخضاعه لتنقية باستخدام نظام التنقية كما هو موضح في الشكل.

وفي هذا المثال، يتم تثبيت العمود ذو الجدار الفاصل عند مكثف الجزء العلوي مع PTZ ويتم تثبيت DAMEA المسحوب كتيار جانبي في طور الغاز مع HQME.

وفي هذه التشكيلة، يكون عدد الألواح للأقسام المختلفة كما يلي:

ن1: 8 – ن2: 6 – ن3: 5 – ن4: 10 – ن5: 1.

وتبلغ الطاقة التي يزودها المرجل 1.4 ميغاواط.

ويكون للمنتج المنقى المسحوب كتيار جانبي التركيب التالي وزناً:

DAMEA: 99.8٪ – DMAE: بقايا

بقايا AAP – AEP: 237 جزء في المليون – EEP: 919 جزء في المليون – المنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي، بما في ذلك AEP: 254 جزء في المليون

تيار كلي: 2870 كغم/ساعة – درجة حرارة: 110°م – ضغط: 11.8 كيلو باسكال (0.118 بار)

وفي هذه التشكيلة، يتم استعادة DAMEA بمعدل إنتاج يبلغ 88٪، بالنسبة إلى تيار التغذية، ويكون لـ DAMEA نسبة نقاوة أكبر من 99.8٪.

ويبلغ إجمالي استهلاك الطاقة 1.4 ميغاواط. ويبلغ مقدار مجموع الشوائب مرتفعة الوزن الجزيئي (EEP، AEP، المنتجات مرتفعة الوزن الجزيئي الأخرى) 1173 جزء في المليون.

وبالمقارنة مع عملية التقنية وفقاً للتقنية السابقة التي تستخدم 2 أو 3 أعمدة تقطير، فإنه يتم تخفيض الحرارة اللازمة لتنقية تيار التفاعل بحسب الترتيب بمقدار 18٪ (مخطط يحتوي على 3 أعمدة) أو بمقدار 10٪ (مخطط يحتوي على عمودين).

وينخفض أيضاً محتوى الشوائب مرتفعة الوزن الجزيئي بشكل كبير، بحسب الترتيب بمقدار 20٪ إلى 30٪.

المثال 4: تحلل منتج الجزء السفلي أثناء التقطير

ويتمثل هدف هذا المثال في توضيح أهمية وضع جدار الفصل في العمود ذو الجدار الفاصل من أجل جودة المنتج الذي تم الحصول عليه في سحب التيار الجانبي، وبالتحديد الحاجة إلى وجود جدار يفصل الجزء السفلي للعمود.

وتم استخدام تركيبة مختبر تتكون من مفاعل مُقلّب stirred reactor، عمود تقطير وحمام زيت مما يجعل من الممكن تسخين المنتج إلى درجة الحرارة المطلوبة.

وتم إدخال خليط له تركيب قريب من التركيب المتوقع عند الجزء السفلي لعمود التقطير عند المرجل ب1 إلى المفاعل وتم تعريضه لدرجة حرارة تبلغ 140°م عند الضغط الجوي لمدة 3 ساعات.

وتم لاحقاً تحليل ناتج التقطير الذي تم جمعه عند الجزء العلوي لعمود التقطير ومنتج الجزء السفلي للتقطير.

ويوضح الجدول أدناه المقادير وزناً للمنتجات المنخفضة الوزن الجزيئي المقطرة، بالمقارنة مع المقادير الموجودة في الخليط الذي تم إدخاله إلى المفاعل.

	تيار التغذية	ناتج التقطير	الملاحظات
EtOH، غم	0	0.086	تشكيل
EA، غم	0	0.145	تشكيل
DMAE، غم	0	10.87	تشكيل
EEP، غم	0	0.706	تشكيل

ويبين هذا الاختبار أن منتج الجزء السفلي لعمود التقطير، كنتيجة لوجود حفاز، يُغيّر ويُشكّل المركبات المنخفضة الوزن الجزيئي عند الاحتفاظ به عند درجة حرارة.

ووفقاً للاختراع، يجعل جدار فصل يمتد بقدر الجزء السفلي للعمود من الممكن منع هذه المنتجات منخفضة الوزن الجزيئي من تلويث سحب التيار الجانبي.

عناصر الحماية

1- عملية لاستعادة إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester C_4-C_{12}، من خليط تفاعل خام تم الحصول عليه بالأسترة التبادلية transesterification لإستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester منخفض الوزن الجزيئي بالكحول alcohol المقابل، يشتمل خليط التفاعل الخام المذكور على حفاز الأسترة التبادلية transesterification، حيث يكون الكحول alcohol المقابل عبارة عن كحول alcohol أليفاتي أولي أو ثانوي، له سلسلة ألكيل alkyl خطية أو متفرعة تشتمل على 4 إلى 12 ذرة كربون،

وتتميز العملية المذكورة بأنها تنفذ باستخدام نظام تنقية يشتمل على عمود ذو جدار فاصل مزود بجدار فصل ينشئ مناطق فصل في العمود، ولا يتم ربط الجدار بالقبة العلوية للعمود في الجزء العلوي ويتم ربطه بأسفل العمود في الجزء السفلي، ويتم دمج العمود ذو الجدار الفاصل المذكور من الأعلى باستخدام مكثف مفرد وعند أسفل مرجلي غلي، يشتملان على قسم تكرير مشترك أعلى الجدار، قسم تجزئة مسبقة يشتمل على نقطة تغذية العمود، قسم سحب مفصول عن قسم التجزئة المسبقة بواسطة الجدار الذي يشتمل على تيار سحب الاستر ester المنقّى، و

تتميز بأنه 1) يتم استخلاص التيار الغازي عند الجزء العلوي لقسم التكرير وإعادة تدويره بعد تكثيف جزء في عمود التنقية، 2) يتم سحب التيار عند الجزء السفلي لقسم التجزئة المسبقة وإعادة تدويره عند جزء في عمود التنقية، 3) يتم سحب التيار عند الجزء السفلي لقسم السحب وإعادة تدويره عند جزء في قسم التجزئة المسبقة للعمود، و4) يتم سحب تيار إستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester منقّى كتيار جانبي من قسم السحب عند نقطة تقع أعلى نقطة السحب السفلية لقسم السحب المذكور.

2- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأن الكحول alcohol عبارة عن 2-إثيل هكسانول 2-ethylhexanol، 2-أوكتانول 2-octanol أو 2-بروبيل هبتانول 2-propylheptanol، ويفضل 2-أوكتانول 2-octanol.

3- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1 أو 2، تتميز بأن الكحول alcohol عبارة عن كحول ثنائي ألكيل أمينو dialkylaminoalcohol، بالصيغة:

$$HO\text{-}A - N(R_1)(R_2)$$

حيث

- A عبارة عن جذر ألكايلين C_1-C_5 alkylene خطي أو متفرع،
- R_1 وR_2، المتطابقتين أو المختلفتين عن بعضهما البعض، تمثل كل منها جذر ألكيل C_1- alkyl C_4.

4- العملية وفقاً لعنصر الحماية 3، تتميز بأن الكحول عبارة عن N، N-ثنائي مثيل أمينو إيثانول

N,N-dimethylaminoethanol، N، N–ثنائي إثيل أمينو إيثانول N,N-diethylaminoethanol أو N، N–ثنائي مثيل أمينو بروبانول N,N-dimethylaminopropanol، ويفضل N، N–ثنائي مثيل أمينو إيثانول N,N-diethylaminoethanol.

5- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأن استر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester منخفض الوزن الجزيئي عبارة عن مثيل (ميث) أكريلات methyl (meth)acrylate أو إثيل (ميث) أكريلات ethyl (meth)acrylate، ويفضل إثيل أكريلات ethyl acrylate.

6- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأن عدد المراحل النظرية لقسم التكرير يتراوح بين 1 و15.

7- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأن عدد المراحل النظرية لقسم التجزئة المسبقة يتراوح بين 1 و20.

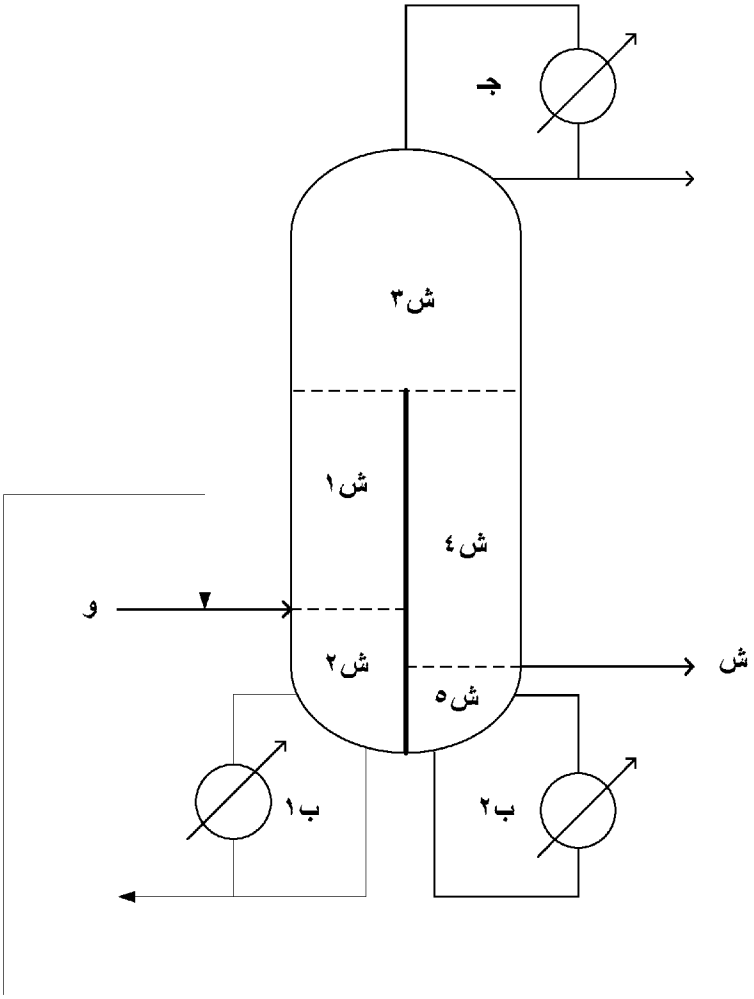
8- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأن عدد المراحل النظرية لقسم السحب يتراوح بين 1 و15.

9- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأنه يتم تثبيت نظام التنقية باستخدام مثبط بلمرة مفرد، ويفضل حقنه في المكثف العلوي، حيث يتم سحب استر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester المنقى كتيار جانبي من العمود ذو الجدار الفاصل على شكل تيار غازي أو سائل ثابت.

10- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأنه يتم تثبيت نظام التنقية باستخدام مثبط بلمرة أول، ويفضل حقنه في المكثف العلوي، حيث يتم سحب استر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester المنقّى كتيار جانبي من العمود ذو الجدار الفاصل على شكل تيار غازي، حيث بعد التكثيف، يتم تثبيته بعد ذلك بمثبط بلمرة مختلف عن المثبط الأول.

11- العملية وفقاً لعنصر الحماية 1، تتميز بأن استر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester المنقى عبارة عن ثنائي مثيل أمينو إثيل أكريلات dimethylaminoethyl acrylate أو 2–أوكتيل أكريلات 2-octyl acrylate.

12- عملية لإنتاج استر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester المنقى، بواسطة الأسترة التبادلية transesterification لاستر (ميث) أكريليك (meth)acrylic ester منخفض الوزن الجزيئي مع الكحول alcohol المقابل، تتميز بأنه يتم إخضاع خليط التفاعل الخام لعملية الاستعادة كما هو مطالب بحمايته في عناصر الحماية السابقة.



الشكل ١

مدة سريان هذه البراءة عشرون سنة من تاريخ إيداع الطلب

وذلك بشـرط تسـديد المقابل المالي السـنوي للبراءة وعدم بطلانها أو سـقوطها لمخالفتها لأي من أحكام نظام براءات الاختراع والتصميمات التخطيطية للدارات المتكاملة والأصناف النباتية والنماذج الصناعية أو لائحته التنفيذية.

صادرة عن

الهيئة السعودية للملكية الفكرية

ص ب ٦٥٣١ ، الرياض ١٣٣٢١ ، المملكة العربية السعودية

SAIP@SAIP.GOV.SA