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

[11] رقم البراءة: ١٥١١
[45] تاريخ المنح: ١٤٢٧/١٠/١٣هـ
الموافق: ٢٠٠٦/١١/٠٤م

[12] براءة اختراع

[72] اسم المخترع: تجاي تجين تجيو
[73] مالك البراءة: دي اس ام آي بي أسيتس بي.في.
عنوانه: هيت اوفرلون ١، ٦٤١١ تي إي، هيرلين، هولندا
[74] الوكيل: سعود محمد الشواف

[21] رقم الطلب: ٩٩٢٠٠٣٦٦
[22] تاريخ الإيداع: ١٤٢٠/٠٤/٠٥ هـ
الموافق: ١٩٩٩/٠٧/١٨ م

[51] التصنيف الدولي[٧]:
Int. Cl.[7]:C07D 251/60

[56] المراجع:
طلب دولي ٩٩٠٠٣٧٤ ١٩٩٩/٠١/٠٧م

اسم الفاحص: عزيز بن محمد المنصور

[54] اسم الاختراع: طريقة لتحضير الميلامين melamine

[57] الملخص: يتعلق الاختراع الراهن بطريقة لإنتاج الميلامين melamine من اليوريا urea عن طريق عملية غير حفزية عالية الضغط حيث تُفاعَل اليوريا المصهورة molten urea لإنتاج الميلامين melamine، ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide، والأمونيا ammonia، وتفصل المنتجات الثانوية الغازية by-product gases من صهارة الميلامين melamine melt، وتعالج صهارة الميلامين melamine بالأمونيا ammonia في عمود مملوء بسائل liquid filled column لإزالة ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide المذاب، ويتم تصليب صهارة الميلامين melamine المعالجة لإنتاج ميلامين melamine عالي النقاوة. وفي العمود المملوء بالسائل، أو عمود الفقاقيع bubble column، تعالج صهارة الميلامين melamine بمقدار يتراوح بين ٢٠ و ٣٠٠٠ كغم (٠,٠٢ و ٣ أطنان) من الأمونيا ammonia لكل ١٠٠٠ كغم (١ طن) من الميلامين melamine، ويشغل عمود الفقاقيع عند ضغط يتراوح بين ١ و ٤٠ ميغاباسكال ودرجة حرارة تتراوح بين درجة انصهار الميلامين melamine عند الضغط السائد prevailing pressure و ٤٥٠°م، وزمن بقاء residence time لصهارة الميلامين melamine في عمود الفقاقيع يتراوح بين دقيقة و ١٠ ساعات.

١٩ عنصر حماية

طريقة لتحضير الميلامين melamine

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يتعلق الاختراع بطريقة لتحضير الميلامين melamine عن طريق جعل يوريا سائلة liquid urea تتفاعل وتكون صهارة ميلامين melamine، فصل صهارة الميلامين melamine عن المنتجات الغازية المتكونة خلال التفاعل، ومعالجة صهارة الميلامين melamine بالأمونيا ammonia لإزالة معظم مقدار ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide المذاب.

توصف هذه الطريقة، من جملة مراجع أخرى، في براءة الاختراع الأمريكية رقم ٣١١٦٢٩٤ التي تكشف عن تحضير الميلامين melamine عن طريق تحويل اليوريا urea إلى ميلامين melamine، ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide، وأمونيا ammonia، بحيث يشكل معظم مقدار الميلامين melamine طوراً سائلاً liquid phase، ويشكل معظم مقدار ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide والأمونيا ammonia طوراً غازياً gas phase. ويفصل بعد ذلك الطور الغازي عن الطور السائل، ثم تُعالج صهارة الميلامين melamine بالأمونيا ammonia لإزالة ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide المذاب. ومع أن الطريقة الموصوفة وفقاً لبراءة الاختراع الأمريكية رقم ٣١١٦٢٩٤ تعتبر مناسبة لإنتاج الميلامين melamine عالي النقاوة، إلا أن الوصف لا يزود طريقة محددة لتطبيق الطريقة الموصوفة في المجال الصناعي.

وتكمن طريقة شائعة لتنقية التيار السائل في استخدام عملية تنصيل stripping process حيث تزال الشوائب impurities بالاستعانة بغاز مار خلال السائل. وعادةً ما تجرى عمليات التنصيل في أعمدة محشوة packed columns مملوءة بالغاز أو أعمدة ذات صواني tray columns مملوءة بالغاز.

وتكون الأعمدة المحشوة عبارة عن أعمدة مملوءة بجسيمات bodies (حشوات packings) تعزز التلامس بين الأطوار المختلفة الموجودة في العمود. ويمكن الحصول على هذه الجسيمات بتشكيلة واسعة من الأشكال، مثل الأشكال الكروية spheres، الأشكال الحلقية، والأشكال المحدبة السرجية saddles، والأحجام والتراكيب. وقد توضع الجسيمات في العمود المحشو في صورة حشوات عشوائية أو قد تشتمل على وحدات خاصة تكون متراصة فوق بعضها (حشوات تركيبية structured packings). وفي العمود المحشو المملوء بالغاز، يكون الطور الغازي هو الطور المتصل continuous phase، وعادةً ما يتدفق الطور السائل للأسفل خلاله على طول الحشوة في صورة طبقة رقيقة film، وبذلك تزود مساحة تلامس كبيرة بين الطورين السائل والغازي.

وعلى أيه حال، يشتمل العمود ذو الصواني، عادةً على عدد من الصواني أو الصفائح التي تقسم العمود إلى عدد من الحجيرات compartments المنفصلة. وعادةً ما توضع الصواني بشكل موازٍ لبعضها البعض وتباعد بالتساوي على طول محور العمود. وعند التشغيل، سيحتفظ العمود ذو الصواني بشكل نموذجي بطبقة رقيقة من السائل فوق كل صينية مع ترك حيز كبير مملوء بالغاز بين الصواني لمنع السحب entrainment والإفاضة flooding. ويشير مصطلح السحب إلى الحالة التي تسحب فيها القطيرات السائلة liquid droplets أو تدفع بالنفخ من حجيرة إلى الحجيرة التالية عن طريق تدفق الغاز. وفي عملية تتدفق فيها التيارات باتجاهات معاكسة، تدفع القطيرات السائلة المسحوبة باتجاه معاكس لاتجاه معظم التيار المتدفق السائل. ويشير مصطلح الإفاضة إلى الحالة التي يملأ فيها الطور السائل الحجيرة، مزيلاً الحيز الغازي المرغوب بين الحجيرات، ويبدأ بالتدفق إلى الحجيرة المجاورة. وفي حالة الإفاضة غير الصحيحة سيملأ الطور السائل العمود ويتدفق باتجاه معاكس لاتجاه التدفق المرغوب. ولقد وجد أن استخدام الأعمدة المحشوة المملوءة بالغاز والأعمدة ذات الصواني لتنصيل صهارة الميلامين melamine، التي تعمل بصفة خاصة عند ضغوط عالية، تحقق نتائج غير مرضية إما من حيث النقاوة أو استهلاك الطاقة والغاز.

الوصف العام للاختراع

لقد وجد مقدم الطلب حالياً أنه من الممكن تحقيق تنصيل أفضل بكثير لثاني أكسيد الكربون carbon dioxide من صهارة الميلامين melamine، دون زيادة حجم المنصلة stripper أو زيادة كمية الأمونيا ammonia المستخدمة. ويتم إحراز هذا التحسين باستخدام عمود تنصيل مملوء بالسائل، يشار إليه أيضاً بعمود الفقاقيع bubble column، لإزالة ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide المذاب من صهارة الميلامين melamine. ووفقاً للاختراع الراهن، يستخدم عمود الفقاقيع ما بين ٢٠ و ٣٠٠٠ كغم (٠,٠٢ و ٣ أطنان) من الأمونيا ammonia لكل ١٠٠٠ كغم (١ طن) من صهارة الميلامين melamine أثناء تشغيلـــه عند ضغط يتراوح بين ١ و ٤٠ ميغاباسكال megapascal (MPa)، ودرجة حرارة تتراوح بين درجة انصهار الميلامين melamine عند ضغط التشغيل و ٤٥٠°م، مع تزويد زمن بقاء residence time يتراوح بين دقيقة و ١٠ ساعات لصهارة الميلامين melamine. ويفضل أن يستخدم عمود الفقاقيع وفقاً للاختراع الراهن مقداراً يتراوح بين ١٠٠ و ١٠٠٠ كغم (٠,١ و ١ طن) من الأمونيا ammonia لكل ١٠٠٠ كغم (١ طن) من الميلامين melamine أثناء تشغيله عنـــد ضغط يتراوح بين ٤ و ٢٥ ميغاباسكال مع تزويد زمـــن بقـــاء لصهارة الميلامين melamine يتراوح بين ١٠ دقائق و ٣ ساعات في المنصلة.

وتختلف طريقة تشغيل عمود الفقاقيع هذه لتنصيل صهارة الميلامين melamine اختلافاً واضحاً عن الطرق التي تستخدم عموداً محشواً مملوءاً بالغاز في أن غاز الأمونيا ammonia، يتواجد في صورة فقاقيع في صهارة الميلامين melamine التي تشكل طوراً سائلاً متصلاً، بدلاً من أن يمثل الطور المتصل. ويمكن أن يشغل عمود الفقاقيع بحيث يتدفق الطوران الغازي والسائل المعنيان بنفس الاتجاه، باتجاهين متعاكسين أو معترضين. ويفضل اختيار معدل الدفق العابر throughput من غاز الأمونيا ammonia gas وقطر العمود بحيث تتراوح السرعة السطحية للغاز superficial gas velocity التي تعتمد على المقطع العرضي الكلي للعمود بين ٠,٠٠١ و ٠,٢ م/ثانية، والأفضل بين ٠,٠٠٣ و ٠,١ م/ثانية. ويشير مصطلح السرعة السطحية للغاز إلى معدل التدفق الحجمي للغاز (مقاساً بوحدة م^{٣}/ثانية) عند ضغط التشغيل مقسوماً على قطر العمود (مقاساً بوحدة م^{٢}).

ويفضل تزويد عمود الفقاقيع وفقاً للاختراع الراهن بحشوة. ويمكن أن تكون هذه الحشوة، إن وجدت، عشوائية أو تركيبية، شريطة أن توفر حيزاً واسعاً كافياً لتدفق المقدار المرغوب من غاز الأمونيا ammonia. ويفضل أن يتوزع تيار الغاز المتدفق بالتساوي عبر المقطع العرضي للعمود. وإذا استخدمت الحشوة، فمن المفضل أن تختار حشوة لها مساحة سطحية نوعية specific surface area تتراوح بين ١٠ و ٣٠٠٠ م^{٢}/م^{٣}، والأفضل بين ٢٥ و ٦٠٠ م^{٢}/م^{٣}.

ومن المفضل أكثر، عوضاً عن استخدام الحشوات، تقسيم عمود الفقاقيع بواسطة عدة صفائح إلى عدة حجيرات حيث يعالج السائل بغاز الأمونيا ammonia، ويتم دمج الغاز في صهارة الميلامين melamine بنمط تتدفق فيه التيارات في نفس الاتجاه، بعكس الاتجاه أو باتجاهات معترضة. ومن الواضح أنه يمكن أيضاً استخدام توليفة من أنماط تدفق مختلفة، توليفة من عمود محشو وعمود ذي صواني، أو توليفة من مناطق محشوة ومناطق ذات صواني ضمن عمود مفرد.

وإذا قسم عمود الفقاقيع إلى حجيرات باستخدام سلسلة من الصواني أو الصفائح، فإنه يفضل أن يقل عدد الحجيرات عن ٥٠٠، والأفضل أن يكون عددها ١٠٠ أو أقل. وقد تكون الصفائح المستخدمة لفصل الحجيرات مصمتة أو مثقوبة. وإذا كانت مثقوبة، فإنه يمكن تحديد حجم الثقوب perforations وتهيئتها لإتاحة أو تعزيز تدفق صهارة الميلامين melamine، غاز الأمونيا ammonia، أو كليهما. ولا يجب أن يُفسَّر مصطلح الصفيحة على أنه محدد ببنية مستوية بشكل عام وإنما يجب أن يدرك أنه يشمل عدة تشكيلات بنيوية قد تستخدم لتقسيم العمود إلى عدة حجيرات.

وفي تجسيد أول، تقع الحجيرات في مواقع مجاورة لبعضها البعض وتفصل بصفيحة واحدة أو أكثر، إما مصمتة أو مثقوبة، لتحديد عدة مجاري منفصلة مملوءة بشكل جزئي على الأقل بصهارة الميلامين melamine. وفي تجسيد آخر، تقع الحجيرات تحت بعضها بتشكيلة متراصة وتفصل بصفيحة واحدة أو أكثر، إما مصمتة أو مثقوبة، موضوعة بشكل عام أفقياً خلال عمود الفقاقيع.

وإذا كانت الصفيحة مثقوبة بطريقة مصممة للسماح بتدفق الغاز خلال بعض الثقوب على الأقل، سيتم إحراز سرعة محددة للغاز خلال هذه الثقوب. ووفقاً للاختراع الراهن، يجب اختيار عدد وحجم هذه الثقوب لتوليد سرعة غاز تتراوح بين ٠,٠١ و ١٠٠ م/ثانية، ويفضل بين ٠,٢ م/ث و ٢٠ م/ث، خلال الثقوب. وبصفة خاصة، وجد أنه يمكن استخدام ثقوب بحجم يتراوح بين ٠,١ و ٢٠٠ ملم (millimeter (mm، والأفضل، بين ٠,٥ ملم و ١٠٠ ملم، لإحراز سرعات الغاز هذه. ولصفيحة محددة، يفضل أن تمثل المساحة الكلية للثقوب المعدة لتدفق الغاز بين ٠,٠٢% و ٣٠% من مساحة المقطع العرضي لعمود الفقاقيع. وبدلاً من ذلك، إذا لم تكن الصفائح مثقوبة، يجب توفير حيز كافٍ بين جدار العمود والصفائح لتدفق الحجم المطلوب من السائل والغاز. وبالرغم من أنه يمكن للغاز والسائل أن يتدفقا خلال نفس الثقوب، فمن المفضل تزويد ثقوب منفصلة لتدفق الغاز والسائل. ومن المفضل أيضاً توزيع الثقوب المعدة لتدفق الغاز بالتساوي عبر المقطع العرضي للعمود.

وبصورة متوافقة مع الاختراع الراهن، من الممكن أيضاً استخدام توليفة من عمود فقاقيع ذي حشوات وعمود فقاقيع ذي حجيرات أو تزويد المناطق المحشوة والحجيرات معاً في عمود فقاقيع مفرد. وعلاوة عن ذلك، يمكن إجراء عملية التنصيل الموصوفة إما على دفعات أو بشكل متواصل، بصرف النظر عن الشكل المحدد لعمود الفقاقيع المختار.

ويتمثل اختلاف جوهري بين عمود الفقاقيع وفقاً للاختراع الراهن والأعمدة المملوءة بالغاز المستخدمة بشكل اعتيادي لتنصيل صهارة الميلامين melamine في زيادة كمية السائل المحتجزة خلال التشغيل. وتعرّف كمية السائل المحتجزة هذه وفقاً للمعادلة التالية:

$$\text{كمية السائل المحتجزة} = \frac{\text{(الحجم الديناميكي للسائل dynamic liquid volume في منطقة التنصيل)}}{\text{(حجم العمود في منطقة التنصيل)}}$$

وكما استخدم في هذا البيان، يقصد بمصطلح الحجم الديناميكي للسائل الحجم الكلي للسائل مطروحاً منه الحجم السكوني للسائل static liquid volume. (ولقياسه عملياً، انظر: H. Z. Kister, *Distillation Design,* McGraw-Hill (1992), chapter 8.2.14). ويشير مصطلح "منطقة التنصيل" إلى ذلك القسم من عمود التنصيل الذي يقع بين الموقع الذي يحدث فيه أول تلامس

لغاز التنصيل مع السائل والموقع الذي يزال فيه أكبر مقدار من غاز التنصيل بحيث لا يعد متلامساً مع السائل.

وتكون تصاميم أعمدة التنصيل التقليدية (أعمدة محشوة مملوءة بالغاز أو أعمدة ذات صواني) معدة لإحراز كمية قليلة محتجزة من السائل، تقل عموماً عن ٢٠٪، في حالة التصميم الجيد، وغالباً تقل عن ١٠٪. وبشكل مغاير، يـُصمّم عمود الفقاقيع وفقاً للاختراع الراهن لتزويد كمية سائل محتجزة تبلغ ٣٥٪ على الأقل، ويفضل أن تكون أكبر من ٥٠٪، والأكثر تفضيلاً أن تكون أكبر من ٧٠٪.

ومـــن المفيد أيضـــاً للطريقـــة الراهنة أن تكون معدّة بحيث تـــُبرّد فيها صهارة الميلاميـــن melamine في نفس الوقت الذي يتم فيه تنصيلها في عمود الفقاقيع إلى درجة حرارة تتراوح بين درجة حرارة دخول inlet temperature ودرجة حرارة بلورة crystallization temperature صهارة الميلامين melamine. ويفضل إحراز هذا التبريد بإدخال غاز أمونيا ammonia تتراوح درجة حرارته بين ١٥٠°م و ٣٥٠°م إلى المنصلة.

وتتمثل ميزة الاختراع الراهن في أنه يتم الحصول على الميلامين melamine النهائي بحيث تكون نسبة المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen فيه أقل بكثير مقارنة بما يتم إحرازه بواسطة التنصيل باستخدام العمود المملوء بالغاز. وتكمن أمثلة المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen في الأميلين ammeline، الأميليد ammelide، اليوريا urea، حمض السيانوريك cyanuric acid ويوريدوميلامين ureidomelamine. وعلى وجه التحديد، يمكن باستخدام الطريقة الراهنة الحصول على منتجات نهائية من الميلامين melamine بها مركبات تحتوي على أكسجين oxygen بنسبة تقل عن ٠,٧٪ وزناً بشكل ثابت. وينبغي على نحو مفضل أن تختار ظروف العملية أيضاً لمنع تشكل المنتجات الثانوية لعملية نزع الأمونيا deammoniation by-products، وعلى وجه التحديد للحفاظ على محتـــوى ميلام melam يقل عن ١,٥٪ وزناً، لإحراز نسبة نقاوة للمنتج النهائـــي من الميلامين melamine تزيد عن ٩٨,٥٪ وزناً.

ويمكن إحراز هذه النتيجة بالمحافظة على ضغط أمونيا ammonia عالٍ بشكل كافٍ خلال صهارة الميلامين melamine، بحيث يعتمد مقدار الضغط اللازم على درجة حرارة

صهارة الميلامين melamine، وباستخـــدام الاختراع الراهن لإزالة ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide والمركبات التي تحتوي على أكسجين oxygen الموجودة في عمود الفقاقيع. وبالرغم من أن استخدام ضغط أعلى من الأمونيا ammonia، عند درجة حرارة محددة، سيقلل من محتوى الميلام melam في صهارة الميلامين melamine، إلا أنه سيزيد أيضاً مقدار الأمونيا ammonia اللازم للحفاظ على فعالية تنصيل مماثلة.

ويكفل الاختراع الراهن تصميم وتشغيل عمود الفقاقيع بحيث يمكن أن يزال ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide المذاب من صهارة الميلامين melamine بالاستعانة بالأمونيا ammonia.

ويزود الاختراع أيضاً عمود فقاقيع حيث تنصـــّل صهارة الميلامين melamine وتبرّد في نفس الوقت إلى درجة حرارة تتراوح بين درجة حرارة دخول ودرجة حرارة بلورة صهارة الميلامين melamine باستخدام غاز أمونيا ammonia تتراوح درجة حرارته بين ١٥٠°م و ٣٥٠°م.

ويفضل أن تبدأ عملية تحضير الميلامين melamine وفقاً للاختراع الراهن باستخدام اليوريا urea المصهورة كمـــادة أوليـــة . وفي مفاعل مـــُعدّ عند درجات حرارة وضغوط مناسبة، ستتفاعل اليوريـــا urea المصهـــورة وفقاً للمعادلة التالية لإنتاج الميلامين melamine، NH_3، و CO_2:

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

ويمكن إجراء هذا التفاعل عند ضغط عالٍ، ويفضل بين ٤ و ٢٥ ميغاباسكال، دون استخدام حفاز، وعند درجات حرارة عالية، ويفضل بين ٣٥٠ و ٤٢٥°م. ثم تفصل المنتجات الثانوية الغازية، وهي NH_3، و CO_2، بشكل عام عن صهارة الميلامين melamine ويفضل أن يعاد تدويرها إلى مرفق إنتاج يوريا urea مجاور.

الوصف التفصيلي

في أحد تجسيدات الاختراع، يحضر الميلامين melamine من اليوريا urea في جهاز يشتمل على وحدة غسل scrubber unit، مفاعل ميلامين melamine، جهاز لفصل الغاز عن السائل، عمود فقاقيع، ووحدة لتبريد المنتج. ويفضل ضم جهاز فصل الغاز عن السائل مع عمود الفقاقيع في وحدة مفردة. وتبدأ عملية إنتاج الميلامين melamine من اليوريا urea باستخدام هذا الجهاز بتغذية صهارة اليوريا urea إلى وحدة الغسل عند ضغط يتراوح من ١ إلى ٤٠ ميغاباسكال، ويفضل من ٤ إلى ٢٥ ميغاباسكال، وعند درجة حرارة أعلى من درجة انصهار اليوريا urea. وقد تزود وحدة الغسل بدثار تبريد cooling jacket أو جسيمات تبريد داخلية internal cooling bodies بهدف تزويد تبريد إضافي.

وفي وحدة الغسل تتلامس اليوريا urea السائلة مع غازات التفاعل المنصرفة من جهاز فصل الغاز عن السائل. وتتكون غازات التفاعل بصفة أساسية من CO_2 و NH_3 وتشتمل أيضاً على مقدار قليل من بخار الميلامين melamine. وتقوم اليوريا urea المصهورة بتنقية بخار الميلامين melamine من غازات التفاعل بالغسل وتبريد الغازات من درجة حرارة المفاعل، أي من درجة حرارة تتراوح من ٣٥٠ إلى ٤٢٥°م، إلى درجة حرارة تتراوح من ١٧٠ إلى ٢٤٠°م، على أن تسخن صهارة اليوريا urea إلى درجة حرارة تتراوح من ١٧٠ إلى ٢٤٠°م. وتفصل غازات التفاعل المزالة بالغسل من الجزء العلوي لوحدة الغسل ويفضل أن يعاد تدويرها إلى وحدة مجاورة لتصنيع اليوريا urea لاستخدامها كمواد أولية لإنتاج اليوريا urea.

وتغذى صهارة اليوريا urea المسخنة بصورة أولية، مع الميلامين melamine المنقى من غازات التفاعل بالغسل، إلى المفاعل، الذي يشغل عند ضغط يتراوح من ١ إلى ٤٠ ميغاباسكال، ويفضل من ٤ إلى ٢٥ ميغاباسكال، وعند درجة حرارة تتراوح بين درجة انصهار الميلامين melamine و ٤٥٠°م. ويمكن تنفيذ عملية نقل صهارة اليوريا urea من وحدة الغسل إلى المفاعل عن طريق استخدام مضخة عالية الضغط high-pressure pump، أو بدلاً من ذلك، عن طريق الجاذبية الأرضية gravity بشكل جزئي على الأقل، إذا كانت وحدة الغسل موضوعة فوق المفاعل.

وفي المفاعل، تسخن اليوريا urea المصهورة إلى درجة حرارة تتراوح من ٣٢٥ إلى ٤٥٠°م، ويفضل من حوالي ٣٥٠ إلى ٤٢٥°م، عند ضغط يتراوح بين ١ و ٤٠ ميغاباسكال، لتحويل اليوريا urea إلى ميلامين melamine، CO_2 و NH_3. ويمكن تغذية مقدار إضافي من الأمونيا ammonia إلى المفاعل بمعدل ثابت، في صورة سائل أو غاز ساخن، لمنع تشكل منتجات التكثيف condensation (نزع الأمونيا) للميلامين melamine مثل الميلام melam، الميليم melem، والميلون melon، و/أو لتعزيز عملية الخلط في المفاعل. وعموماً يتناسب مقدار الأمونيا ammonia المزود إلى المفاعل مع مقدار اليوريا urea الداخل إلى المفاعل وقد يصل إلى ١٠ مول من الأمونيا ammonia، ويفضل أن يصل إلى ٥ مول من الأمونيا ammonia والأكثر تفضيلاً بين ٠,١ و ٢ مول من الأمونيا ammonia، لكل مول من اليوريا urea.

ويُفصل كل من CO_2 و NH_3 الناتجين في التفاعل، مع معظم المقدار الإضافي من الأمونيا ammonia الذي أضيف للمفاعل، عن صهارة الميلامين melamine إما في جهاز مستقل لفصل الغاز عن السائل أو، بشكل مفضل أكثر، في وحدة تضم جهاز فصل الغاز عن السائل وعمود الفقاقيع. كما يزود مقدار إضافي من الأمونيا ammonia إلى عمود الفقاقيع بمعدل ثابت يتراوح من ٢٠ إلى ٣٠٠٠ كغم (٠,٠٢ إلى ٣ أطنان) من الأمونيا ammonia لكل ١٠٠٠ كغم (١ طن) من الميلامين melamine لتعزيز فصل ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide المذاب. ويعتقد أن هناك ميزة للاختراع الراهن تكمن في منع تشكل المنتجات الثانوية التي تحتوي على الأكسجين oxygen بإزالة سريعة لمعظم مقدار ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide المذاب من صهارة الميلامين melamine بمعالجتها بالأمونيا ammonia في عمود الفقاقيع.

ويغذى الخليط الغازي المزال من جهاز فصل الغاز عن السائل إلى وحدة الغسل كما وصف أعلاه لإزالة بخار الميلامين melamine وتسخين صهارة اليوريا urea تسخيناً أولياً.

وإذا كان لصهارة الميلامين melamine الخارجة من عمود الفقاقيع درجة حرارة أعلى من درجة انصهار الميلامين melamine، قد تبرَّد صهارة الميلامين melamine إلى درجة حرارة أدنى لكنها أعلى من درجة انصهار الميلامين melamine. ويمكن تبريد الميلامين

melamine السائل الخارج من المفاعل والذي يفضل أن تكون درجة حرارته أعلى من ٣٨٠°م، إلى درجة حرارة تزيد عن درجة تصليب الميلامين melamine بمقدار ٥°م على الأقل، والأفضل بمقدار ١٥°م على الأقل، والأكثر تفضيلاً بمقدار يتراوح بين ٥ و ٢٠°م. وقد يحدث هذا التبريد في جهاز فصل الغاز عن السائل، أو في عمود الفقاقيع، أو في وحدة تبريد مستقلة، بحيث تستخدم بصورة منفردة أو مجتمعة. ويمكن إحراز درجة التبريد المرغوبة بحقن وسط تبريد cooling medium، على سبيل المثال غاز الأمونيا ammonia أو أمونيا ammonia سائلة، أو باستخدام مبادل حراري heat exchanger، مزود بشكل منفرد أو تم ضمه في وحدة أخرى مثل عمود الفقاقيع.

ثم تنقل صهارة الميلامين melamine، ويفضل مع مقدار قليل من غاز الأمونيا ammonia، إلى وسيلة رش، مثل فوهة nozzle أو صمام valve، وترش إلى وحدة تبريد المنتج. وفي وحدة تبريد المنتج، قد تبرد صهارة الميلامين melamine بشكل إضافي بخلطها مع وسط تبريد مثل أمونيا ammonia سائلة أو غاز أمونيا ammonia بارد. ويُفضل إبقاء جو من الأمونيا ammonia في وحدة تبريد المنتج، ويحافظ على ضغط الأمونيا ammonia عند قيمة تتراوح بين ٠,١ و ٢٥ ميغاباسكال. وفي وحدة تبريد المنتج تصلَّب صهارة الميلامين melamine وتبرَّد لإنتاج مسحوق ميلامين melamine powder درجة حرارته أدنى من درجة تصلب الميلامين melamine.

وسيوضَّح الاختراع بتفصيل أكثر بالرجوع إلى الأمثلة التالية.

المثال ١

تم تنصيل صهارة ميلامين melamine تحتوي على نسبة بلغت ٢,٣٪ من المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen باستخدام الأمونيا ammonia. وتم تقسيم المنصلة إلى ست حجيرات، مرتبة رأسياً، بوضع صفائح (غربالية) مثقوبة بينها، بحيث تعمل بصفتها عمود فقاقيع مملوء بسائل. وتشتمل كل صفيحة غربالية على ٦ ثقوب لتدفق الغاز ذات قطر يبلغ ١ ملم. وكان للصفيحة الغربالية حافة عند طرف الصفيحة موجهة للأسفل لمنع تدفق الغاز بين الجدار والصفيحة الغربالية. وتدفقت صهارة الميلامين melamine للأسفل من حجيرة إلى أخرى خلال أنبوب نازل downcomer. وبلغ الضغط في المنصلة ١٨,٢ ميغاباسكال وبلغت

درجة الحرارة ٣٦٦°م. وتم تغذية غاز الأمونيا ammonia إلى الجزء السفلي للمنصلة بمعدل بلغ ١,٣ كغم/ساعة وتم تغذية صهارة الميلامين melamine إلى الجزء العلوي للمنصلة بمعدل بلغ ١,٦ كغم/ساعة للحصول على تدفق متعاكس التيار. وبلغ القطر الداخلي للمنصلة ٤ سم وبلغ ارتفاع السائل في العمود مترين. وكانت النسبة المحتجزة من السائل في عمود الفقاقيع أكبر من ٩٧٪. وبعد التنصيل، تبين أن المنتج النهائي يحتوي على نسبة بلغت ٠,٢١٪ وزناً فقط من المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen ونسبة ميلامين melamine بلغت ٩٩,٢٪ وزناً.

مثال المقارنة أ

تم تنصيل صهارة ميلامين melamine تحتوي على نسبة بلغت ٢,٣٪ من المركبات التي تحتوي على أكسجين oxygen باستخدام الأمونيا ammonia. وتم أيضاً استخدام المنصلة المستخدمة في المثال ١، لكن بصفتها تعمل كعمود تنصيل تقليدي مملوء بالغاز يشتمل فقط على طبقة رقيقة من الطور السائل فوق الصفائح الغربالية. وتم تغذية غاز الأمونيا ammonia إلى الجزء السفلي للمنصلة بمعدل بلغ ١,٣ كغم/ساعة وتم تغذية صهارة الميلامين melamine إلى الجزء العلوي للمنصلة بمعدل بلغ ١,٦ كغم/ساعة للحصول على تدفق متعاكس التيار. وبلغ الضغط في المنصلة ١٨,٢ ميغاباسكال وبلغت درجة الحرارة ٣٦٦°م. وكانت نسبة السائل المحتجزة في العمود المملوء بالغاز أقل من ١٠٪. وبعد التنصيل، تبين أن المنتج النهائي يحتوي على نسبة بلغت ١,١٪ وزناً من المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen ونسبة ميلامين melamine بلغت ٩٨,٣٪ وزناً.

المثال ٢

تم تنصيل صهارة ميلامين melamine تحتوي على نسبة بلغت ٢,١٪ من المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen باستخدام الأمونيا ammonia. وتم ملء المنصلة بحشوات لها مساحة سطحية نوعية بلغت ٢٥٠م^{٢}/م^{٣} وتم تشغيلها بصفتها عمود فقاقيع مملوء بسائل. وبلغ الضغط في المنصلة ١٨,١ ميغاباسكال وبلغت درجة الحرارة ٣٦٩°م. وتم تغذية غاز الأمونيا ammonia إلى الجزء السفلي للمنصلة بمعدل بلغ ١,٣ كغم/ساعة وتم تغذية صهارة الميلامين melamine إلى الجزء العلوي للمنصلة بمعدل بلغ ١,٦ كغم/ساعة للحصول على

تدفق متعاكس التيار. وبلغ القطر الداخلي للمنصلة ٤ سم وبلغ ارتفاع السائل في العمود مترين. وكانت نسبة السائل المحتجزة في عمود الفقاقيع أكبر من ٩٥٪. وبعد التنصيل، تبين أن المنتج النهائي يحتوي على نسبة بلغت ٠,١٨٪ وزناً فقط من المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen ونسبة ميلامين melamine بلغت ٩٩٪.

مثال المقارنة ب

تم تنصيل صهارة ميلامين melamine تحتوي على نسبة بلغت ٢,١٪ من المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen باستخدام الأمونيا ammonia. وتم أيضاً استخدام المنصلة المستخدمة في المثال ٢، لكنها شغلت بصفتها عمود تنصيل تقليدي مملوء بغاز يشتمل فقط على طبقة رقيقة من الطور السائل فوق الحشوة. وتم تغذية غاز الأمونيا ammonia إلى الجزء السفلي للمنصلة بمعدل بلغ ١,٣ كغم/ساعة وتم تغذية صهارة الميلامين melamine إلى الجزء العلوي للمنصلة بمعدل بلغ ١,٦ كغم/ساعة للحصول على تدفق متعاكس التيار. وبلغ الضغط في المنصلة ١٨,١ ميغاباسكال وبلغت درجة الحرارة ٣٦٩°م. وكانت نسبة السائل المحتجزة في العمود المملوء بالغاز أقل من ١,٠٪. وبعد التنصيل، تبين أن المنتج النهائي يحتوي على نسبة بلغت ١٪ وزناً فقط من المكونات التي تحتوي على الأكسجين oxygen ونسبة ميلامين melamine بلغت ٩٨,٢٪ وزناً.

عناصر الحماية

١- طريقة لتحضير الميلامين melamine تتضمن مفاعلة يوريا urea في حالة مصهورة لتشكيل صهارة ميلامين melamine، فصل صهارة الميلامين melamine الناتجة من المنتجات الغازية المتكونة أثناء التفاعل، معالجة صهارة الميلامين melamine المذكورة في عمود بالأمونيا ammonia لإزالة ثاني أكسيد الكربون carbon dioxide المذاب فيها، ويتراوح مقدار الأمونيا ammonia المستخدمة في الصهارة بين ٢٠ و ٣٠٠٠ كغم (٠,٠٢ و ٣ أطنان) لكل ١٠٠٠ كغم (١ طن) من الميلامين melamine، ويشغل العمود عند ضغط يتراوح بين ١ و ٤٠ ميغاباسكال megapascal (MPa) ودرجة حرارة تتراوح بين درجة انصهار الميلامين melamine عند الضغط السائد prevailing pressure و ٤٥٠°م، مع زمن بقاء residence time لصهارة الميلامين melamine في العمود يتراوح بين دقيقة و ١٠ ساعات، وحيث يكون العمود المذكور عبارة عن عمود فقاقيع bubble column مملوء بحشوة packing أو مقسم إلى عدة حجيرات compartments أو مزود بمناطق محشوة وعدة حجيرات compartments معاً، وحيث لا تقل كمية السائل المحتجزة في عمود الفقاقيع bubble column عن ٣٥٪، وتعرّف كمية السائل المحتجزة المذكورة كما يلي:

كمية السائل المحتجزة= (الحجم الديناميكي للسائل dynamic liquid volume في منطقة التنصيل) / (حجم العمود في منطقة التنصيل)

٢- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يزود عمود الفقاقيع bubble column بحشوة packing.

٣- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٢، حيث يكون للحشوة packing مساحة سطحية نوعية specific surface area تتراوح بين ١٠ و ٣٠٠٠ م^2/م^3.

٤- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث تجرى المعالجة بالأمونيا ammonia في عمود فقاقيع bubble column يحتوي على حجيرات compartments يتراوح عددها من ٢ إلى ١٠٠ حجيرة.

٥- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٤، حيث تقع الحجيرات compartments في مواقع مجاورة لبعضها البعض وتفصل بواسطة حاجز partition واحد أو أكثر.

٦- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٤، حيث تشتمل الحجيرات compartments على مجاري منفصلة تكون مملوءة كلياً أو جزئياً بصهارة الميلامين melamine melt.

٧- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٤، حيث تقع الحجيرات compartments تحت بعضها وتفصل بصفيحة plate واحدة أو أكثر موضوعة بشكل أفقي تقريباً.

٨- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٥، حيث تحتوي الصفائح plates على ثقب perforation واحد أو أكثر وحيث يختار عدد وحجم الثقوب perforations بحيث تتراوح سرعة الغاز gas velocity خلال الفتحات holes المعدة لمرور الغاز بين ٠,٢ م/ثانية و ٢٠ م/ثانية.

٩- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٥، حيث تحتوي الصفائح plates على ثقب perforation واحد أو أكثر وحيث يتراوح حجم الفتحات holes المعدة لمرور الغاز بين ٠,٥ ملم و ١٠٠ ملم.

١٠- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٥، حيث تحتوي الصفائح plates على ثقب perforation واحد أو أكثر وحيث تمثل المساحة الكلية للثقوب perforations المعدة لمرور الغاز بين ٠,٠٢٪ و ٣٠٪ من المقطع العرضي للعمود.

١١- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يختار معدل الدفق العابر throughput من غاز الأمونيا ammonia وقطر العمود بحيث تتراوح السرعة السطحية للغاز superficial gas velocity التي تعتمد على المقطع العرضي الكلي للعمود بين ٠,٠٠١ و ٠,٢ م/ثانية.

١٢- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث تبرد صهارة الميلامين melamine في عمود الفقاقيع bubble column، في نفس الوقت، إلى درجة حرارة تتراوح بين درجة حرارة دخول incoming temperature ودرجة حرارة بلورة crystallization temperature صهارة الميلامين melamine.

١٣- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ١٢، حيث يحرز التبريد باستخدام غاز أمونيا ammonia تتراوح درجة حرارته بين ١٥٠°م و ٣٥٠°م.

١٤- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يكون مقدار المركبات التي تحتوي على الأكسجين oxygen في المنتج النهائي من الميلامين melamine أقل من ٠,٧٪ وزناً.

١٥- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث يكون مقدار الميلام melam في المنتج النهائي أقل من ١,٥٪ وزناً.

١٦- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ١، حيث تكون نسبة الميلامين melamine في المنتج النهائي أعلى من ٩٨,٥٪ وزناً.

١٧- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٧، حيث تحتوي الصفائح plates على ثقب perforation واحد أو أكثر وحيث يختار عدد وحجم الثقوب perforations بحيث تتراوح سرعة الغاز gas velocity خلال الفتحات holes المعدة لمرور الغاز بين ٠,٢ م/ثانية و ٢٠ م/ثانية.

١٨- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٧، حيث تحتوي الصفائح plates على ثقب perforation واحد أو أكثر وحيث يتراوح حجم الفتحات holes المعدة لمرور الغاز بين ٠,٥ ملم و ١٠٠ ملم.

١٩- طريقة وفقاً لعنصر الحماية ٧، حيث تحتوي الصفائح plates على ثقب perforation واحد أو أكثر وحيث تمثل المساحة الكلية للثقوب perforations المعدة لمرور الغاز بين ٠,٠٢٪ و ٣٠٪ من المقطع العرضي للعمود.