

# 公告本

修正 年 月 日  
補充 87. 1. 23

408115

申請日期	85. 5. 24
案 號	85106166
類 別	C07D 251/54, 251/62

A4  
C4

(以上各欄由本局填註)

## 發 明 專 利 說 明 書

408115

一、發明 新型名稱	中 文	增加蜜胺純度之方法
	英 文	METHOD FOR INCREASING PURITY IN MELAMINE
二、發明 創作人	姓 名	1) 大衛·倍司特 2) 艾美特·古普塔
	國 籍	1) 美 國 2) 印 度
三、申請人	住、居所	1) 美國路易士安納州普來維爾市捷美路42238號 2) 美國路易士安納州巴頓羅居市學院道2100號
	姓 名 (名稱)	德士門蜜胺公司
	國 籍	荷 蘭
	住、居所 (事務所)	荷蘭西爾藍黑特奧莫隆1號
	代 表 人 姓 名	培特·哈騰

408115

裝

訂

線

# 公告本

修正 年 月 日  
補充 87. 1. 23

408115

申請日期	85. 5. 24
案 號	85106166
類 別	C07D 251/54, 251/62

A4  
C4

(以上各欄由本局填註)

## 發 明 專 利 說 明 書

408115

一、發明 新型名稱	中 文	增加蜜胺純度之方法
	英 文	METHOD FOR INCREASING PURITY IN MELAMINE
二、發明 創作人	姓 名	1) 大衛·倍司特 2) 艾美特·古普塔
	國 籍	1) 美 國 2) 印 度
三、申請人	住、居所	1) 美國路易士安納州普來維爾市捷美路42238號 2) 美國路易士安納州巴頓羅居市學院道2100號
	姓 名 (名稱)	德士門蜜胺公司
	國 籍	荷 蘭
	住、居所 (事務所)	荷蘭西爾藍黑特奧莫隆1號
	代 表 人 姓 名	培特·哈騰

408115

裝

訂

線

408115

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6

B6

本案已向：

美國(地區) 申請專利，申請日期：06/07/95 案號：08/479,003 有 無主張優先權

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

### 五、發明說明(03)

此一理論可由下述得到支持，且將於下述的實例中再予說明，當依本發明以氮處理不純蜜胺時，起始物的重量會增加，且該增加量與不純物中蜜白胺與蜜勒胺分析所知之數量一致。

所以，本發明不僅無需以再結晶或化學處理來去除雜質，更無須丟棄雜質，同時可以提高蜜胺產物的製得量，因而具有相當增進之優點。

#### 圖式與詳細說明

以上所述本發明簡單說明，再配合圖式以詳細說明較佳具體例。第1圖顯示出進行本發明方法之反應器。

請參照第1圖所示，將蜜胺粉末經由管線10裝填至容器12中，用加熱元件14將容器加熱至約250°F至1000°F的溫度，較好為約500°F至800°F。在此溫度下，藉著幫浦18把氮經由閥17與管線16注入容器12中，並使容器內的壓力提高到預期範圍，即約600至3000psi，較好者為約1200至1600psi。溫度與壓力係由溫度探針15與壓力感應器19測知。繼續加熱至預期範圍，壓力則由閥22與管線20釋出氮來控制。接著將反應器與蜜胺迅速地冷卻，使剩餘的氮由閥22與管線20排出以將壓力降至常壓。打開傾卸閥24，經由管線26將容器12排空。

應用上述反應器與步驟，依據下述實例可將不純蜜胺予以純化。

#### 實例 1

在無加壓下，於一絕熱反應器12中，將100份蜜胺(純

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

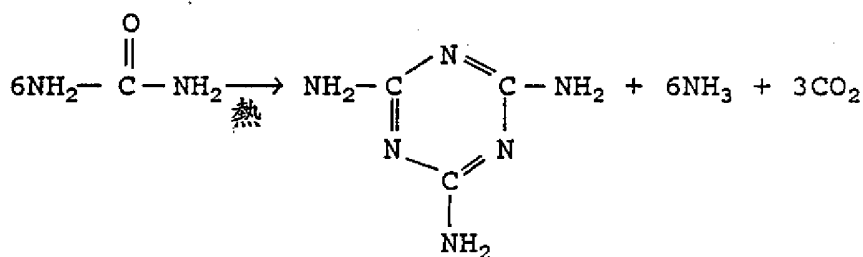
## 五、發明說明(01)

發明範疇

本發明係有關於一種純化蜜胺之方法，該蜜胺係由尿素於高壓、非催化性、非水性製程中製得。更特別地，本發明係有關下述方法：令不純蜜胺在約600至3000psi的壓力下，且有氮存在時，受熱至約250°F至1000°F的溫度，以製出純度達為99.0%或更高之蜜胺。

發明背景

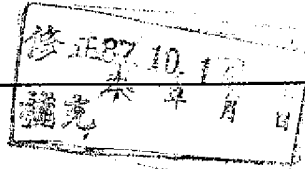
蜜胺的商業製法係將尿素加熱以製得蜜胺以及副產物氮與二氧化碳。其基本反應為：



此一由尿素產製蜜胺的方法係為高壓非催化性或是低壓催化性（使用如氧化鋁之觸媒）。在低壓催化性方法中，係得到不純的蜜胺，所以隨後需以化學處理進行再結晶以製得幾乎100%純的蜜胺。類似地，自高壓非催化性方法製得的蜜胺，仍得以化學處理與再結晶步驟得到純的蜜胺。

美國專利4565867（1986年1月21日發証，亦為本案申請人所有）說明一種高壓製法，依之可以得到相當高純度之蜜胺，而且無需經化學處理或再結晶等步驟即可使用。此一方法的效率高，且可提供低價的蜜胺。4565867專利之方法所製得的蜜胺，如該專利所述，具有96至99.5%的純度，而含有低濃度的蜜勒胺（melem）與蜜白胺（melam）等

408115



五、發明說明(06)

如熟悉此技藝人士所知，在上述說明範圍內，可以作出許多變化，例如，本發明係以參考高壓非催化法製得之不純蜜胺來作說明，但是本發明亦可應用於低壓催化法所製得之蜜胺(惟催化劑得先分離出來)。這類變化惟熟習於此技藝者根據本發明所能達成者，因此於所附申請專利範圍中予以涵蓋。

圖式簡單說明

第1圖係用以進行本發明方法的反應器之剖視圖

元件代碼

- 10、16、20、26.....管線
- 12.....絕熱反應容器
- 14.....加熱元件
- 15.....溫度探針
- 17.....閥
- 18.....幫浦
- 19.....壓力感應器
- 22.....調節閥
- 24.....傾卸閥

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

## 五、發明說明(02)

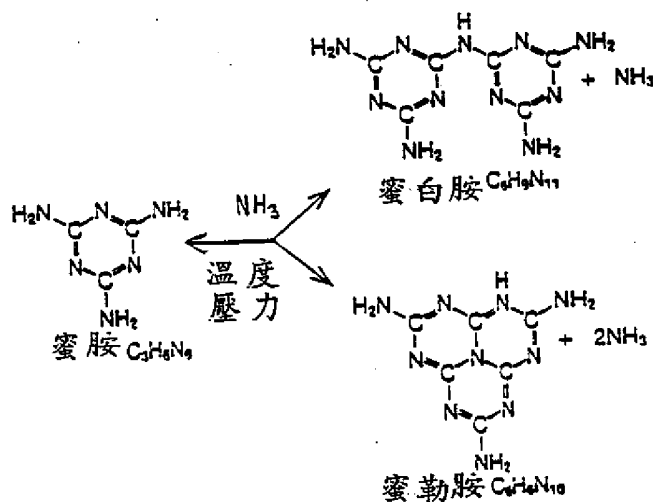
雜質。惟此一專利方法在商業操作時，製得蜜胺約 97.5%，而主要雜質為蜜勒胺、蜜白胺、脲基蜜胺與氰尿二醯胺(ammeline)。雖然此項產物可用在大部份的蜜胺市場中，但因含有雜質使其用在某些場合中仍有限制。

所以商業上需要有能產製更高純度蜜胺(即 99%以上)的方法，且其無需以再結晶或純化去除副產物。

## 發明目的與簡述

本發明首要目的係提出一種提高蜜胺純度的方法，該蜜胺係由無水高壓之蜜胺合成法製成，本方法無需去除雜質或經昂貴的再結晶步驟。

本發明上述目的及其他目的係如下達成：使蜜胺在約 600 至 3000psi 的壓力下，較好為約 1200 至 1400psi，於蜜胺的固化點及氨存在之情況下，受熱至約 250°F 至 1000°F 的溫度，較好為約 500°F 至 800°F。理論上，(非用於限制)在產製蜜胺時，會形成少量蜜白胺與蜜勒胺。一般咸信若將純度較低的蜜胺於氨存在時，高溫高壓下加熱，會使之反應逆向進行而形成蜜白胺與蜜勒胺，即如下式所示：



### 五、發明說明(03)

此一理論可由下述得到支持，且將於下述的實例中再予說明，當依本發明以氮處理不純蜜胺時，起始物的重量會增加，且該增加量與不純物中蜜白胺與蜜勒胺分析所知之數量一致。

所以，本發明不僅無需以再結晶或化學處理來去除雜質，更無須丟棄雜質，同時可以提高蜜胺產物的製得量，因而具有相當增進之優點。

#### 圖式與詳細說明

以上所述本發明簡單說明，再配合圖式以詳細說明較佳具體例。第1圖顯示出進行本發明方法之反應器。

請參照第1圖所示，將蜜胺粉末經由管線10裝填至容器12中，用加熱元件14將容器加熱至約250°F至1000°F的溫度，較好為約500°F至800°F。在此溫度下，藉著幫浦18把氮經由閥17與管線16注入容器12中，並使容器內的壓力提高到預期範圍，即約600至3000psi，較好者為約1200至1600psi。溫度與壓力係由溫度探針15與壓力感應器19測知。繼續加熱至預期範圍，壓力則由閥22與管線20釋出氮來控制。接著將反應器與蜜胺迅速地冷卻，使剩餘的氮由閥22與管線20排出以將壓力降至常壓。打開傾卸閥24，經由管線26將容器12排空。

應用上述反應器與步驟，依據下述實例可將不純蜜胺予以純化。

#### 實例 1

在無加壓下，於一絕熱反應器12中，將100份蜜胺（純

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明(04)

度97.5%)加熱至 400°F。然後打開閥17，經由管線16添加氮將反應器加壓至1000psi，並繼續加熱至750°F，同時藉調節閥22釋出氣態氮，以調節容器內的壓力。令反應器在750°F維持30分鐘，然後切斷熱源並移去絕熱物，而使其迅速冷卻。雖然亦可用液態氮或其他方法來冷卻，但其並非必要。

所用不純蜜胺命名為M-II。其起始前與處理後的重量測定如下：

M-II	粗重	45.8414	
	容器重	24.3244	
	淨重	21.5170	
	起始時重	20.9723	
淨所得		0.5447 克	2.5972%

反應開始時與兩次處理後，M-II產物的不純物如下：

分析	M-II	
	開始時	終了時
氰尿醯胺	0	0
氰尿二醯胺	0.1442	0.015
蜜胺	97.5	99.62
脲基蜜胺	0.0657	0
蜜勒胺	0.139	0.3644
蜜白胺	1.9215	0.0

M-II試樣增加的重量相等於蜜勒胺與蜜白胺轉化成蜜胺的重量。

## 實例 2

在無加壓下，於一絕熱反應器12中，將100份蜜胺(純度97.5%)加熱至 400°F。然後打開閥17，經由管線16添加氮將反應器加壓至1000psi，並繼續加熱至750°F，同時藉調節閥22釋出氣態氮，以調節容器內的壓力。令反應器在

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明(05)

750°F 維持 30 分鐘，然後切斷熱源並移去絕熱物，而使其迅速冷卻。反應開始時與三次處理後，不純蜜胺(命名為 M-II)之不純物如下：

分析	M-II			
	開始時	終了時		
氰尿醯胺	0	0	0	0.0035
尿二醯胺	0.1442	0.0387	0.0876	0.0575
蜜胺	97.5	99.04	98.87	98.80
脲基蜜胺	0.0657	0	0	0
蜜勒胺	0.139	0.4904	0.5191	0.7415
蜜白胺	1.9215	0.0	0.0202	0.0070

## 實例 3

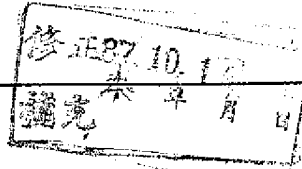
在無加壓下，於一絕熱反應器 12 中，將 100 份蜜胺(純度 97.5%)加熱至 400°F。然後打開閥 17，經由管線 16 添加氮將反應器加壓至 1200psi，並繼續加熱至 750°F，同時藉調節閥 22 釋出氣態氮，以調節容器內的壓力。令反應器在 750°F 維持 30 分鐘，然後切斷熱源並移去絕熱物，而使其迅速冷卻。

所用不純蜜胺命名為 M-II。反應開始時與兩次處理後，M-II 產物的不純物如下：

分析	M-II			
	開始時	終了時		
氰尿醯胺	0	0.0096	0.0101	0.004
尿二醯胺	0.1442	0.0895	0.0657	0.578
蜜胺	97.5	99.75	99.82	99.86
脲基蜜胺	0.0657	0.0	0	0
蜜勒胺	0.139	0.1384	0.098	0.0765
蜜白胺	1.9215	0	0	0

本發明，如上所述，係在提供一種無需化學處理與再結晶等步驟而可以提高蜜胺純度之方法。

408115



### 五、發明說明(06)

如熟悉此技藝人士所知，在上述說明範圍內，可以作出許多變化，例如，本發明係以參考高壓非催化法製得之不純蜜胺來作說明，但是本發明亦可應用於低壓催化法所製得之蜜胺(惟催化劑得先分離出來)。這類變化惟熟習於此技藝者根據本發明所能達成者，因此於所附申請專利範圍中予以涵蓋。

#### 圖式簡單說明

第1圖係用以進行本發明方法的反應器之剖視圖

#### 元件代碼

- 10、16、20、26.....管線
- 12.....絕熱反應容器
- 14.....加熱元件
- 15.....溫度探針
- 17.....閥
- 18.....幫浦
- 19.....壓力感應器
- 22.....調節閥
- 24.....傾卸閥

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

四、中文發明摘要(發明之名稱:

用以增加蜜胺純度之方法)

本發明係有關於一種純化蜜胺的方法，該蜜胺是由尿素於高壓、非催化性製程中製得，在本方法中，令不純蜜胺在約600至3000pis之壓力下，且氨存在時，使之受熱至約250°F至1000°F之溫度，以使蜜胺之純度為99.0%或更高，本方法因為不需化學處理與再結晶步驟，所以十分經濟。

英文發明摘要(發明之名稱:

METHOD FOR INCREASING PYRITY IN MELAMINE)

A method of purifying melamine produced from urea in a high-pressure, non-catalytic, non-aqueous process is described. In the method impure melamine is heated to a temperature of from about 250 to about 1000 °F under a pressure from about 600 to 3000 psi in the pressence of ammonia to provide melamine having a purity of 99.0% or above. The method is economical since chemical treatment and recrystallization steps are not required.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

1. 一種純化蜜胺之方法，其包括下述步驟：

將不純蜜胺饋入反應器之中；

於該反應器中，在約 600 至 3000 psi 之壓力下，將該蜜胺加熱至約 250 至 1000°F，同時將氨加入該反應器之中；並

回收純化之蜜胺。

2. 如申請專利範圍第 1. 項之方法，其中該不純蜜胺係由尿素從高壓、分催化性、非水性製成中製得者。

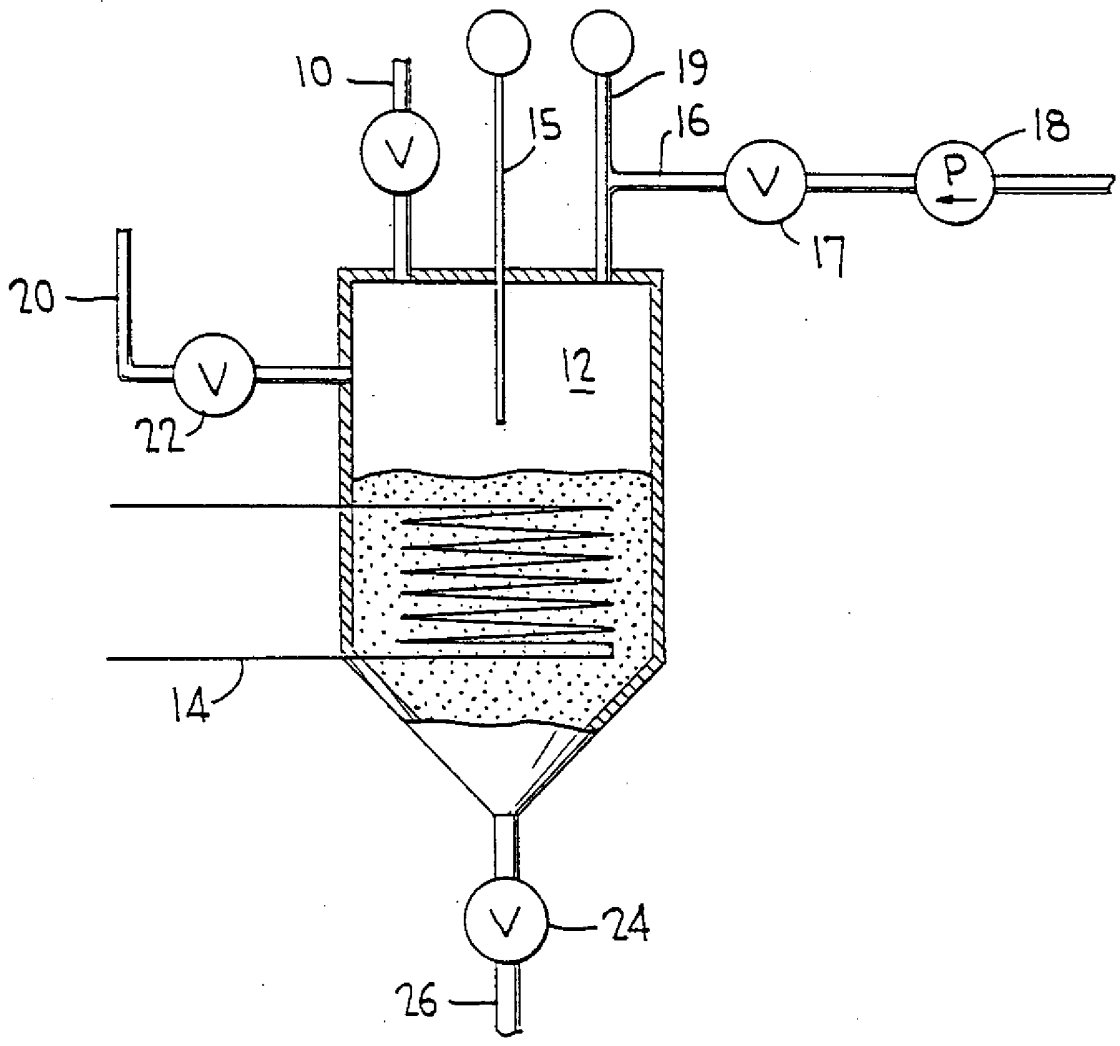
3. 如申請專利範圍第 1. 項或第 2. 項之方法，其中該蜜胺係在約 800 至 1400 psi 之壓力下，加熱至約 250 至 1000°F 者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

修 訂 7.10.14  
補 充 本 年 月 日

圖 式  
公 告 本  
1518



(請先閱讀背面之注意事項再行繪製)

裝

訂

錄

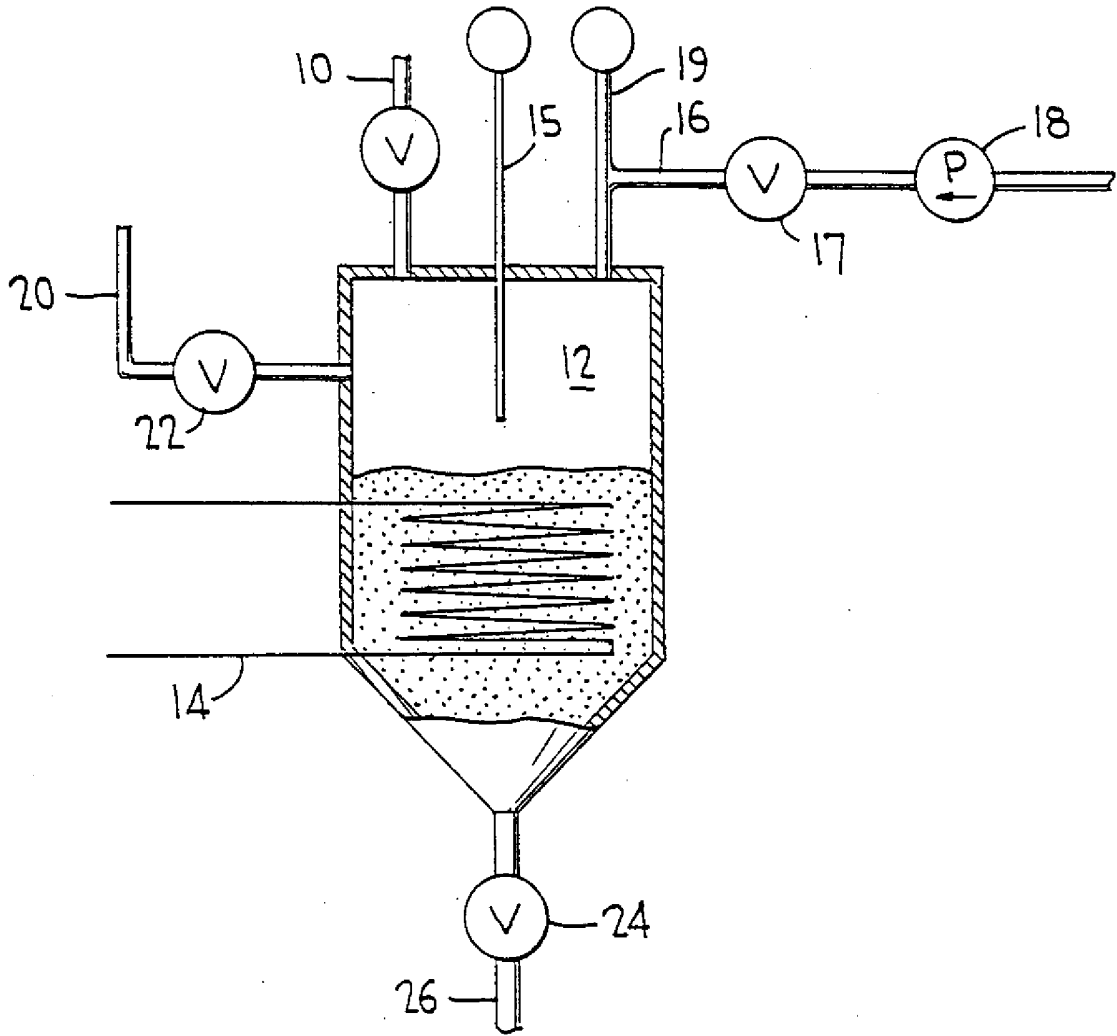
第 1 圖

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

修 訂 7.10.14  
補 充 本 年 月 日

圖 式  
公 告 本

1518



(請先閱讀背面之注意事項再行繪製)

裝

訂

錄

第 1 圖