



NORGE

(12) PATENT

(19) NO

(11) 321902

(13) B1

(51) Int Cl.

C07D 251/60 (2006.01)

### Patentstyret

|      |            |                                                               |      |                           |                              |
|------|------------|---------------------------------------------------------------|------|---------------------------|------------------------------|
| (21) | Søknadsnr  | 20001961                                                      | (86) | Int.inng.dag og søknadsnr | 1998.10.12<br>PCT/NL98/00583 |
| (22) | Inng.dag   | 2000.04.14                                                    | (85) | Videreføringsdag          | 2000.04.14                   |
| (24) | Løpedag    | 1998.10.12                                                    | (30) | Prioritet                 | 1997.10.15, US, 062574       |
| (41) | Alm.tilgj  | 2000.06.05                                                    |      |                           |                              |
| (45) | Meddelt    | 2006.07.17                                                    |      |                           |                              |
| (73) | Innehaver  | DSM IP Assets BV , Het Overloon 1, 6411 TE HEERLEN, NL        |      |                           |                              |
| (72) | Oppfinner  | David Edward Best, Prairieville, LA, US                       |      |                           |                              |
|      |            | Tjay Tjien Tjioe, Hillenraedtstraat 7, 6136 BR SITTARD, NL    |      |                           |                              |
| (74) | Fullmektig | Oslo Patentkontor AS , Postboks 7007 Majorstua, 0306 OSLO, NO |      |                           |                              |

|      |                       |                                                  |
|------|-----------------------|--------------------------------------------------|
| (54) | Benevnelse            | <b>Fremgangsmåte ved fremstilling av melamin</b> |
| (56) | Anførte publikasjoner | US 4 565 867                                     |

(57) Sammendrag

Fremgangsmåte ved fremstillingen av melamin fra urea ved en høytrykksprosess i hvilken tørt melaminpulver oppnås ved overførsel av melaminsmelten som forlater reaktoren til en beholder hvor melaminsmelten avkjøles ved hjelp av ammoniakk karakterisert ved at melaminsmelten sprayes inn i en kjølebeholder og kjøles av dråper av fordampende flytende ammoniakk som sprayes inn i den samme beholderen ved et trykk over 0,1 MPa og en temperatur mellom 50°C og smeltepunktet til melaminen i kjølebeholderen.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte og et apparat for fremstillingen av melamin fra urea via en høytrykksprosess hvor fast melamin oppnås ved overførsel av melaminsmelten som forlater reaktoren til en tank hvor melaminsmelten avkjøles ved hjelp av ammoniakk.

En slik fremgangsmåte er beskrevet i, blant annet, US-A-4565867, som beskriver en høytrykksfremgangsmåte for fremstilling av melamin fra urea. US-A-4565867 beskriver spesielt pyrolysen av urea i en reaktor ved et trykk på 10,3 - 17,8 MPa og en temperatur på 354 - 427°C for fremstilling av et reaksjonsprodukt. Dette reaksjonsproduktet inneholder flytende melamin, CO<sub>2</sub> og NH<sub>3</sub> og overføres under trykk, som en blandet strøm, til en separator. I denne separatoren, som holdes ved praktisk talt samme trykk og temperatur som reaktoren, separeres reaksjonsproduktet i en gasstrøm og en væskestrøm. Gasstrømmen inneholder CO<sub>2</sub> og NH<sub>3</sub> avgasser og også melamindamp. Væskestrømmen består i all hovedsak av flytende melamin. Gassproduktet overføres til en gassvaskeenhet, mens den flytende melaminen overføres til en produktkjøler. I gassvaskeenheten, vaskes de ovennevnte CO<sub>2</sub> og NH<sub>3</sub> avgassene, som inneholder melamindamp, ved praktisk talt samme trykk som reaktortrykket, med smeltet urea for å forvarme ureaen og avkjøle avgassene og fjerne melaminen som er tilstede fra avgassene. Den forvarmede smeltede ureaen, som inneholder melaminen, tilføres så reaktoren. I produktkjøleren reduseres trykket i den flytende melaminen og den kjøles ved hjelp av et væskekjølede medium for å fremstille et fast melaminprodukt uten vasking eller videre rensing. I US-A-4565867 er foretrukken bruk gjort av flytende ammoniakk som flytende kjølemedium.

En ulempe ved denne fremgangsmåten er at ved en produksjonsinstallasjon i kommersiell målestokk er melaminproduktet som oppnås inhomogent både i partikkelstørrelse og renhet. Viktige kvalitetsparametre inkluderer farge, reaktivitet, og typen og konsentrasjonen av urenheter. Ved melaminproduksjonen for fremstilling av melaminbaserte harpikser,

er renheten og konsistensen til produktet svært viktig. Opprettholdelse av lavt og repeterbart nivå av forurensninger, som for eksempel melem og ammelid, er nødvendig for gjennomsluktigheten av de melaminbaserte harpikser.

- 5 Målet med oppfinnelsen er å oppnå en forbedret høytrykksprosess for fremstilling av melamin fra urea hvor melamin med en enhetlig produktkvalitet oppnås som et tørt pulver direkte fra den flytende melaminsmelten.

10 Det er nå funnet at melaminpulver med den ønskede produktkvaliteten kan oppnås ved bruk av en prosess hvor melaminsmelten sprayes inn i en kjølebeholder hvor den kjøles svært hurtig gjennom kontakt med små dråper av ammoniakk som sprayes samtidig inn i den samme kjølebeholderen, kjølebeholderen har et trykk over 0,1 MPa og en temperatur  
15 over 50°C og under smeltepunktet til melaminen.

Foreliggende oppfinnelse vedrører således en fremgangsmåte for fremstilling av tørt melaminpulver fra smeltet melamin bestående av trinnene å:

20 fremstille smeltet melamin ved å reagere urea og  $\text{NH}_3$  i en høytrykksprosess;

føre den smeltede melaminen og den flytende ammoniakken til en kjølebeholder for å fremstille et fast melaminprodukt ved kjøling av melaminen med ammoniakk,

25 særpreget ved at den smeltede melaminen sprayes inn i en kjølebeholder, kjølebeholderen har en temperatur mellom 50°C og smeltepunktet til melaminen og et trykk mellom 0,1 MPa - 20 MPa; og ved at flytende ammoniakk som det flytende kjølemediet sprayes inn i kjølebeholderen, den flytende ammoniakken består av vesentlig  
30 små dråper flytende ammoniakk;

blande den smeltede melaminsprayen og den flytende ammoniakkssprayen, som dermed avkjøler og størkner den smeltede melaminen.

Det tørre melaminpulveret produsert i henhold til fremgangsmåten ifølge foreliggende fremgangsmåte er egnet for applikasjoner som krever melamin med høy renhet uten videre rensing. Trykket i kjølebeholderen er foretrukket under 20 MPa og mer foretrukket under 15 MPa. Temperaturen i kjølebeholderen er foretrukket under 270°C og mer foretrukket under 200°C.

For å maksimere renheten til det oppnådde faste melaminet, er det foretrukket å kjøle melaminsmelten så raskt som mulig gjennom hurtig og grundig blanding med de kalde ammoniakkssprayene. Denne fremgangsmåten får den smeltede melaminen til å størkne svært raskt og forhindrer dermed den smeltede melaminen fra å komme i kontakt med veggene i kjølebeholderen. Kontakt mellom den smeltede melaminen og veggene i kjølebeholderen resulterer i dannelsen av store klumper av melamin inneholdende ulike nivåer av urenheter som vil begrense renheten og konsistensen av melaminproduktet som kan oppnås.

Det er videre funnet at det er nødvendig å minimere enhver kontakt mellom den flytende ammoniakken og veggene i kjølebeholderen. Når den flytende ammoniakkssprayen ikke har blitt fullstendig fordampet før den når veggen på kjølebeholderen, kan den flytende ammoniakken selv utløse dannelsen av klumper av melamin inneholdende ulike nivåer av forurensninger som vil begrense renheten og konsistensen av melaminproduktet som kan oppnås.

For å minimere muligheten for at flytende ammoniakk skal nå veggen i kjølebeholderen, sprayer i følge oppfinnelsen den flytende ammoniakken inn i melamin-smeltesprayen som små dråper ved en hastighet tilstrekkelig til å skaffe hurtig blanding av ammoniakken og melaminsprayene mot senter av

kjølebeholderen. Den lille størrelsen på ammoniakkdråpene øker også hastigheten som melaminet kjøles med ved fordampningen av ammoniakk. For å oppnå fordelene av den hurtige avkjølingen skaffet ved fremgangsmåten, skulle ammoniakk-sprayen plasseres nær melamininnløpet inn i kjølebeholderen med sprayretning, hastighet og mengde valgt for å oppnå grundig og hurtig blanding av ammoniakk og melaminsprayene for å oppnå hurtig størkning og kjøling av melaminet uten å avsette klumper av melamin på veggene i kjølebeholderen. For å oppnå blandingen av melamin- og ammoniakk-sprayene ifølge fremgangsmåten, er det forstått at ammoniakk-spraydysene og melamininnløpet generelt vil plasseres relativt nær hverandre innen kjølebeholderen.

Dette behovet for nær plassering av ammoniakk-spraydysene og melamininnløpet er ikke reflektert i kjøleutstyret generelt brukt i dagens teknikk for melaminproduksjon. Ved utøvelse av dagens fremgangsmåter for kjølingen av melamin-slurrier eller smelter er ikke naturen, posisjonen, og hastigheten som kjøle eller tørkemediet tilføres kjølebeholderen kritisk, hvilket tillater drift av slike prosesser i beholdere som har et vidt spekter av fysiske fasonger. Ved utøvelse av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, blir imidlertid avstanden mellom melamininnløpet og ammoniakkspraydysen i beholderen viktig for suksessfull drift. I praksis er det foretrukket at denne avstanden er under 2 m, og mer foretrukket mindre enn 1,5 m, hvilket tillater tilfredsstillende drift ved akseptable ammoniakktilførselsbetingelser. Større avstand mellom melamininnløpet og ammoniakk-spraydysene ville skapt en uønsket forsinkelse i avkjøling av melaminet, kreve mer ekstreme ammoniakktilførselsbetingelser, eller begge.

Ved utførelse av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, må den flytende ammoniakksprayen og melaminsmeltesprayen kombineres ved hastigheter, forhold og retninger som er tilstrekkelige til å forårsake hurtig og grundig blanding av ammoniakkdråpene og melamin-dråpene. For å oppnå slik blanding,

er det foretrukket at hastigheten til den flytende ammoniakken er minst 6 m/s. Denne hastigheten (i m/s) bestemmes ved å dividere volumstrømmen av væsken (i m<sup>3</sup>/s) med det minste tverrsnittet for strømming (i m<sup>2</sup>) i spraydysen. På samme måte, er det foretrukket at melaminsmelten sprayeres inn ved en høy hastighet.

Selv om ammoniakkspraydysen(e) kan konfigureres for å spraye den flytende ammoniakken i mange forskjellige retninger, er det foretrukket at dysene er orientert for å spraye ammoniakkdiråpene rett inn i sprayen av melamindråper med den sentrale aksene til ammoniakkdysene plassert for å krysse den sentrale aksene til melamindysen. For å minimere avstanden ammoniakksprayen må vandre for å nå melaminsmeltesprayen, er det foretrukket å orientere ammoniakkdysene slik at deres sentrale akse er omtrent vinkelrett på den sentrale aksene til melaminsmelte-dysen. Ved oppmåling langs den sentrale aksene av ammoniakksmelte-dysene til krysningspunktet med sentralaksene til melaminsmelte-dysen, setter denne konfigurasjonen ammoniakkspraydistansen lik separasjonsavstanden mellom dysene, foretrukket under 2 m. Det vil forstås at ammoniakkspraydysene også kan orienteres for å gi en vinkel på kryssingen på mindre enn 90° for å danne en lengre ammoniakkspraydistanse, men fremdeles foretrukket under 5 m, så lenge andre betingelser velges for å sikre den nødvendige hurtige og grundige blandingen av ammoniakken og melaminsmeltesprayen.

Det er foretrukket å bruke minst to ammoniakkspraydyser for å skaffe tilfredsstillende kjøling av melaminsmelten. Selv om det ikke er noe teoretisk maksimalt antall dyser som kan benyttes ved utøvelse av fremgangsmåten, er det forventet at fysiske og økonomiske betraktninger vil motvirke bruken av overdrevne antall ammoniakkspraydyser. To slike fysiske betraktninger er evnen til å plassere spraydysene i kjølebeholderen uten å på noen måte støte sammen med tilstøtende spraydyser og potensialet for gjensidig påvirkning mellom den flytende ammoniakksprayen fra tilstøtende spraydyser

som resulterer i dannelsen av større dråper. Større ammoniakkdråper, med mindre sannsynlighet for fullstendig for-  
dampning, har større sannsynlighet for å nå veggene i kjø-  
lebeholderen og gi de negative resultatene nevnt over. I  
5 lys av disse betraktningene, tror søkerne at den presenter-  
te fremgangsmåten i praksis normalt vil operere med mindre  
enn 25 ammoniakkspraydyser.

Foreliggende oppfinnelse vedrører således også et appa-  
rat for fremstilling av tørt melaminpulver fra smeltet  
10 melamin omfattende:

et virkemiddel for å reagere urea og  $\text{NH}_3$  for å produ-  
sere smeltet melamin;

en kjølebeholder, kjølebeholderen har en topp, en bunn  
og sidevegger som forbinder toppen og bunnen, kjølebe-  
holderen er plassert med sideveggene hovedsakelig ver-  
15 tikalt;

et innløp for smeltet melamin, melamininnløpet er  
plassert nær senteret av toppen av kjølebeholderen,  
melamininnløpet omfatter et sprederrhode orientert for  
20 å rette en spray av smeltet melamin mot bunnen av kjø-  
lebeholderen;

et flertall innløp for flytende ammoniakk, ammoniakk-  
innløpene består av flere sprederrhoder, ammoniakk-  
innløpene er videre plassert rundt melamininnløpet og  
25 orientert for å rette flere ammoniakksprayer inn i  
sprayen av smeltet melamin for å fremstille fast mela-  
min; og et virkemiddel for å fjerne den faste melami-  
nen fra kjølebeholderen, virkemiddelet er plassert nær  
bunnen av kjølebeholderen.

30 For å evaluere naturen til blandingen mellom melaminsmelte-  
sprayen og ammoniakksprayeren, er det nyttig å betrakte im-  
pulsflyten til ammoniakk og melaminsprayene. Impuls-verdien

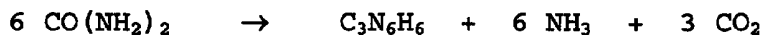
til ammoniakksprayen kan beregnes ved å multi-plisere massestrømmen gjennom ammoniakkdysen (i kg/s) med hastigheten (som beregnet over) til den flytende ammoniakk-strømmen (i m/s) gjennom ammoniakkspraydysene. Ifølge foreliggende oppfinnelsen, er impulsverdien til ammoniakk-sprayen foretrukket minst  $0,1 \text{ kg}\cdot\text{m}/\text{s}^2$  og mest foretrukket minst  $0,2 \text{ kg}\cdot\text{m}/\text{s}^2$ . På samme måte, er impulsverdien til melaminsmeltesprayen foretrukket  $5 \text{ kg}\cdot\text{m}/\text{s}^2$ , og mest foretrukket minst  $10 \text{ kg}\cdot\text{m}/\text{s}^2$ .

- 10 En ammoniakkspraydyse passende for bruk i fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen har blitt evaluert (ved bruk av vann ved en massestrømning lik den forutsett for den flytende ammoniakken og ved atmosfærisk trykk for enkelhets skyld) og har blitt funnet å gi både en dråpestørrelsesfordeling med  $d_{50} < 1,0 \text{ mm}$  og trykkfall gjennom spraydysen på mellom 30 KPa og 60 KPa. En type spraydyser som er funnet å være tilfredsstillende for denne anvendelsen er SK SprayDry® spraydyser fra Spraying Systems Company i Wheaton, Illinois.
- 20 I løpet av kjøleprosessen kjøles dråpene fra melaminsmeltesprayen og størkner til melaminpulver ved å kontakte melaminsmeltesprayen med sprayen til små dråper flytende ammoniakk. Volumet av den flytende ammoniakken som brukes kan være i overskudd av det som er nødvendig for størkning av melaminsmelten for å skaffe ekstra kjøling av den faste melaminen. For å maksimere renheten og konsistensen til den produserte melaminen, er det foretrukket at kjøletiden (ammoniakkspraylengden (som målt over) dividert med summen av hastighetene den flytende ammoniakken og melamin smelten føres) er mindre en  $0,04 \text{ s}$ , mest foretrukket under  $0,02 \text{ s}$ .

Fordelen ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er at melaminpulveret kan oppnås på et kommersielt nivå med en renhet høyere enn 97,5 vekt% og et konstant nivå av flere vanlige forurensninger, dvs. en konstant produktkvalitet. Renhetsnivået og konsistensen av forurensninger gjør melaminet

tilstrekkelig for bruk i praktisk talt alle melaminapplikasjoner.

I fremstillingen av melamin, er urea foretrukket brukt som startmateriale i form av en smelte.  $\text{NH}_3$  og  $\text{CO}_2$  er biprodukter som oppnås gjennom melaminfremstillingen, som går i henhold til følgende reaksjonsligning:



Fremstillingen kan utføres ved et høyt trykk, foretrukket mellom 7 - 25 MPa, uten nærværet av en katalysator. Reaksjonstemperaturen varierer mellom 325 - 450°C og er foretrukket mellom 370 - 440°C.  $\text{NH}_3$  og  $\text{CO}_2$  biproduktene blir vanligvis returnert til en tilgrensende urea fabrikk.

Det ovennevnte målet for oppfinnelsen er nådd i en fabrikk passende for fremstillingen av melamin fra urea. En fabrikk passende for oppfinnelsen kan bestå av en gass-vaskeenhet, en reaktor i kombinasjon med en gass/væske-separator eller med en separat gass/væske-separator, valgfritt en post-reaktor, og en kjøle- og/eller ekspansjonsbeholder.

I en utførelse av fremgangsmåten, fremstilles melamin fra urea i en fabrikk bestående av en gassvaskeenhet, en melaminreaktor, valgfritt i kombinasjon med en gass/væske-separator eller en separat gass/væske-separator, valgfritt en post-reaktor og en kjølebeholder. Ureasmelte fra urea-fabrikken tilføres gassvaskeenheten ved et trykk på 7 - 25 MPa, foretrukket 8 - 20 MPa, og ved en temperatur over smeltepunktet til urea, foretrukket mellom 170 - 270°C. Denne gassvaskeenheten kan utstyres med en mantling for å gi ekstra kjøling i gassvaskeren. Gassvaskeenheten kan også utstyres med interne kjølelegemer. I gassvaskeenheten kommer den flytende ureaen i kontakt med reaksjonsgassene fra melaminreaktoren og fra en separat gass/væske-separator installert nedstrøms fra reaktoren eller fra post-reaktoren. I tilfellet av en separat gass/væske-separator, kan trykket

og temperaturen avvike fra temperaturen og trykket i melaminreaktoren. Reaksjonsgassene består i hovedsak av  $\text{CO}_2$  og  $\text{NH}_3$  og inneholder også en mengde melamindamp. Den smeltede ureaen vasker melamin-dampen ut av avgassene og bærer denne  
5 melaminen tilbake til reaktoren. I gassvaskeprosessen blir avgassene kjølt fra temperaturen i reaktoren, for eksempel fra  $370 - 440^\circ\text{C}$ , til  $170 - 270^\circ\text{C}$ , ureaen varmes til  $170 - 270^\circ\text{C}$ . Avgassene blir fjernet fra toppen av gassvaskeenheten og for eksempel returnert til en ureafabrikk for bruk  
10 som utgangsmateriale for ureaproduksjonen.

Den forvarmede ureaen fjernes fra gassvaskeenheten med den utvaskede melaminen og tilføres for eksempel via en høytrykkspumpe, til reaktoren, som har et trykk på  $7 - 25 \text{ MPa}$ , og foretrukket på  $8 - 20 \text{ MPa}$ . Bruk kan også gjøres av gravitasjon for overførsel av ureasmelten til melamin-  
15 reaktoren ved å plassere gassvaskeenheten over reaktoren.

I reaktoren varmes den smeltede ureaen til en temperatur på  $325 - 450^\circ\text{C}$ , foretrukket på omtrent  $370 - 440^\circ\text{C}$ , ved et trykk som beskrevet over, under slike betingelser konverteres ureaen til melamin,  $\text{CO}_2$  og  $\text{NH}_3$ .  
20

Til reaktoren kan en mengde ammoniakk doseres, for eksempel i form av en væske eller en varm damp. Den tilførte ammoniakken kan for eksempel, tjene til å forhindre dannelsen av melaminkondensasjonsprodukter slik som melam, melem og melon, eller til å fremme blanding i reaktoren. Mengden ammoniakk som tilføres reaktoren er  $0 - 10 \text{ mol}$  pr. mol urea; foretrukket brukes  $0 - 5 \text{ mol}$  ammoniakk per mol urea, og spesielt  $0 - 2 \text{ mol}$  ammoniakk per mol urea.  $\text{CO}_2$  og  $\text{NH}_3$  dannet i reaksjonen i tillegg til den ekstra ammoniakken tilført samles i separasjonstrinnet, for eksempel på toppen av  
30 reaktoren, men en separat gass/væske-separator nedstrøms for reaktoren er også mulig, og separeres i gassform, fra den smeltede melaminen. Den resulterende gassblandinger sendes til gassvaskeenheten for fjerning av melamindampen og for forvarming av ureasmelten.  
35

- Den flytende melaminen blir fjernet fra reaktoren og kan overføres til en post-reaktor, i hvilken den flytende melaminen bringes i kontakt med ammoniakk ved en temperatur mellom smeltepunktet til melaminen og 440°C. Oppholdstiden til melaminsmelten i kjølebeholderen er mellom to minutter og ti timer, og foretrukket mellom ti minutter og fem timer. Trykket i kjølebeholderen er foretrukket  $> 5$  MPa og spesielt mellom 7 - 25 MPa, dette trykket foretrekkes opprettholdt ved introduksjonen av ammoniakk.
- 10 Den flytende melaminen overføres så ifølge oppfinnelsen til en kjølebeholder hvor, gjennom kjøling med ammoniakk, fast melaminpulver blir frigjort.

Oppfinnelsen vil bli forklart med referanse til følgende eksempel.

15 Eksempel

- Melaminsmelte med en temperatur på 395°C introduseres via et sprayingsutstyr til en høytrykksbeholder og avkjøles med flytende ammoniakk som sprayeres på samme måte inn i beholderen. Antallet spraydyser brukt er 4. Ammoniakksspraydysene rettes mot retningen av spraykonen til melamindråpene. Avstanden mellom innløpet av den flytende ammoniakken til kjølebeholderen og krysningspunktet mellom sentralaksen av melaminspraykonen og sentralaksen til ammoniakksspraykonen er 0,5 m. Temperaturen i beholderen varierer mellom 176 - 182°C. Ammoniakktrykket i beholderen varierer mellom 6,8 - 9,2 MPa. Etter 2 minutter blir produktet avkjølt videre til omgivelsestemperatur. Sluttproduktet inneholder mindre enn 0,1 vekt% av melem og mindre enn 0,05 vekt-% ammelid. Produktet hadde en ensartet kvalitet.
- 20
- 25

**P a t e n t k r a v**

1. Fremgangsmåte ved fremstilling av tørt melaminpulver fra smeltet melamin bestående av trinnene av å:

5 fremstille smeltet melamin ved å reagere urea og  $\text{NH}_3$  i en høytrykksprosess;

føre den smeltede melaminen og den flytende ammoniakken til en kjølebeholder for å fremstille et fast melaminprodukt ved avkjøling av melaminen med ammoniakk,  
10 k a r a k t e r i s e r t ved at den smeltede melaminen sprayeres inn i en kjølebeholder, kjølebeholderen har en temperatur mellom  $50^\circ\text{C}$  og smeltepunktet til melaminen og et trykk mellom 0,1 MPa - 20 MPa; og ved at flytende ammoniakk som det flytende kjølemediet sprayeres inn i kjølebeholderen,  
15 den flytende ammoniakken består hovedsakelig av små dråper av flytende ammoniakk; å blande den smeltede melaminsprayen og den flytende ammoniakksprayen, som dermed avkjøler og størkner den smeltede melaminen.  
20

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1 hvori de små ammoniakkdråpene har en  $d_{50} < 1 \text{ mm}$ .

3. Fremgangsmåte ifølge krav 1 hvori den flyende ammoniakk-sprayen har en impulsverdi på minst  $0,1 \text{ mg}\cdot\text{m/s}^2$ .

25 4. Fremgangsmåte ifølge krav 3 hvori den smeltede melaminsprayen har en impulsverdi på minst  $5 \text{ mg}\cdot\text{m/s}^2$ .

5. Apparat for fremstilling av tørt melaminpulver fra smeltet melamin omfattende:

30 et virkemiddel for å reagere urea og  $\text{NH}_3$  for å produsere smeltet melamin;

en kjølebeholder, kjølebeholderen har en topp, en bunn og sidevegger som forbinder toppen og bunnen, kjølebeholderen er plassert med sideveggene hovedsakelig vertikalt;

5 et innløp for smeltet melamin, melamininnløpet er plassert nær senteret av toppen av kjølebeholderen, melamininnløpet omfatter et sprederrhode orientert for å rette en spray av smeltet melamin mot bunnen av kjølebeholderen;

10 et flertall innløp for flytende ammoniakk, ammoniakkinnløpene består av flere sprederrhoder, ammoniakkinnløpene er videre plassert rundt melamininnløpet og orientert for å rette flere ammoniakksprayer inn i sprayen av smeltet melamin for å fremstille fast melamin;  
15 og et virkemiddel for å fjerne den faste melaminen fra kjølebeholderen, virkemiddelet er plassert nær bunnen av kjølebeholderen.

6. Apparat ifølge krav 5 hvori hvert av de mange ammoniakkinnløpene er innen to meter fra melamininnløpet.

20 7. Apparat ifølge krav 5 hvori hvert av de mange sprederrhodene, når testet med vann ved omtrent atmosfærisk trykk og med en massestrømning omtrent ekvivalent med massestrømmen av flytende ammoniakk brukt for å kjøle og størkne melaminsmelten, gir et trykkfall på minst  
25 30 kPa.