



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 103 19 902 A1** 2005.08.18

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **103 19 902.0**

(22) Anmeldetag: **29.04.2003**

(43) Offenlegungstag: **18.08.2005**

(51) Int Cl.7: **C07D 251/56**
C07D 251/62

(71) Anmelder:

**AMI-Agrolinz Melamine International GmbH, Linz,
AT**

(74) Vertreter:

Maikowski & Ninnemann, Pat.-Anw., 10707 Berlin

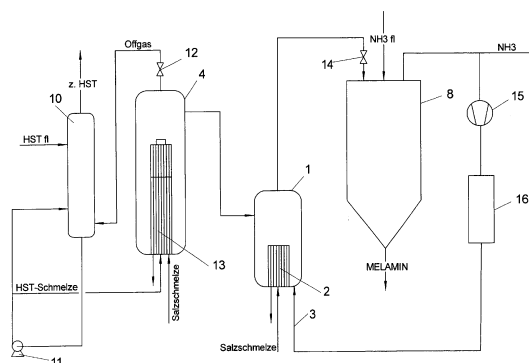
(72) Erfinder:

Coufal, Gerhard, Leonding, AT

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Melamin unter Hochdruck**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Melamin aus Harnstoff unter Hochdruck, mit einer Phasenwechsellvorrichtung (1) zur Überführung einer Melaminschmelze in die Gasphase, wobei der Phasenwechsellvorrichtung (1) Wärme über mindestens einen Wärmetauscher (2) und mindestens ein Stoffstrom (3) als Strippmedium zugeführt wird, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Teil der Melaminschmelze in flüssiger Form in die Phasenwechsellvorrichtung (1) geführt wird und dort im Gegenstrom zu der aufsteigenden gasförmigen Phase geführt wird oder Wirbelschichten aufweist. Die Erfindung betrifft auch eine Phasentrennvorrichtung für das Verfahren. Damit ist es in einfacher Weise eine Aufreinigung der gasförmigen Phase vor dem Abscheiden ermöglicht.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 14.

[0002] Die Herstellung von Melamin aus Harnstoff ist z.B. in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Edition, Vol. A 16, Seite 174ff) beschrieben.

[0003] Die bekannten Melaminherstellungsverfahren lassen sich in Niederdruckverfahren (unter Verwendung von Katalysatoren) und Hochdruckverfahren (ohne Verwendung von Katalysatoren) unterteilen.

[0004] Bei Niederdruckverfahren (z.B. den BASF-, Chemie-Linz-, DSM/Stamicarbon-Verfahren) verlässt Melamin den Reaktor in gasförmiger Form.

[0005] Bei Hochdruckverfahren (z.B. dem Montedison- oder Nissanverfahren) verlässt das Melamin den Reaktor in flüssiger Form. Die Hochdruckverfahren haben den Vorteil, dass der Reaktor wesentlich kompakter ausgeführt werden kann. Bei Hochdruckverfahren muss das flüssige Melaminreaktionsprodukt in eine feste Form überführt werden. Dies geschieht z.B. in der WO 95/01345 A1 dadurch, dass die Melaminschmelze zunächst in einem Verdampfer verdampft und dann in einem Quencher gekühlt wird, worauf kristallines Melamin entsteht. Dabei ist nachteilig, dass die Melaminschmelze CO_2 und andere sauerstoffhaltige Stoffe (z.B. Ammelide, Ammelin, Ammonium(iso)cyanat etc.) enthält. Das CO_2 kann im Quencher mit dem darin vorhandenen Ammoniak zu Carbamat reagieren, was unerwünscht ist.

[0006] In einer Abwandlung dieses Verfahrens wird in der WO 00/71525 A1 beschrieben, dass vor dem Verdampfer ein CO_2 -Stripper angeordnet wird und der Verdampfer bei hohen Temperaturen betrieben wird. Damit sollen die Nachteile des CO_2 -Eintrages vermieden werden.

[0007] Allerdings betrifft das in der WO 00/71525 A1 beschriebene Verfahren zwei Apparate, in denen jeweils nur ein Verfahrensschritt ausgeführt, nämlich einen Stripper zur Reduzierung des Gehaltes an CO_2 und sauerstoffhaltigen Verbindungen und einen Verdampfer. Es wird u.a. beschrieben, dass gasförmiges Ammoniak mit der Schmelze zusammen in den Verdampfer eingeführt wird und im Gleichstrom durch den Verdampfer strömt. Die Konvektion wird durch das gasförmige Ammoniak verbessert, was zu einem besseren Wärmeübergang führt.

[0008] Eine solche Verfahrensführung ist nicht optimal in Bezug auf die Reinigung der im Verdampfer aufsteigenden Gasphase.

[0009] Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Hochdruckverfahren zur Herstellung von hochreinem Melamin zu schaffen, das- in einfacher Weise eine Aufreinigung der gasförmigen Phase vor dem Abscheiden ermöglicht.

[0010] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst.

[0011] Dadurch, dass mindestens ein Teil der Melaminschmelze in flüssiger Form in eine Phasenwechsellvorrichtung geführt wird und dort im Gegenstrom zu der aufsteigenden gasförmigen Phase geführt wird, wird effizient eine hohe Melaminreinheit erreicht. Als Phasenwechsellvorrichtungen können grundsätzlich Apparate angesehen werden, in der mindestens eine flüssige Phase in eine gasförmige überführt wird. Im vorliegenden Fall können dies z.B. Verdampfer sein.

[0012] Dabei ist es vorteilhaft, wenn die im Gegenstrom geführte Melaminschmelze beim Eintritt in die Phasenwechsellvorrichtung eine niedrigere Temperatur aufweist als die Stelle der höchsten Temperatur in der Phasenwechsellvorrichtung.

[0013] Ferner ist es vorteilhaft, wenn der Melaminschmelzestrom aus einem Melaminreaktor mindestens in zwei Teilströme aufgeteilt wird und mindestens ein Teilstrom der Melaminschmelze im Gegenstrom zu der aufsteigenden gasförmigen Phase geführt wird. Durch die Aufteilung der Ströme kann z.B. das Volumen der Phasenwechsellvorrichtung gezielt eingestellt werden, d.h. es wird eingestellt, in welchem Bereich der Phasenwechsellvorrichtung ein Gas- und ein Flüssigphase vorliegt.

[0014] Die Aufgabe wird auch durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 4 gelöst.

[0015] Dabei wird die Melaminschmelze erfindungsgemäß mindestens einer ersten Wirbelschicht zur Verdampfung der Melaminschmelze und einer zweiten Wirbelschicht zur Verfestigung des Melamins aus der Gasphase zugeführt.

[0016] Ferner ist es vorteilhaft, wenn eine Salzschmelze als Wärmeübertragungsmedium, das mindestens einen Wärmetauscher durchströmt, verwendet wird. Damit kann die für den Phasenwechsel benötigte Energie effizient zugeführt werden.

[0017] In einer vorteilhaften Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Melaminschmelze vom Melaminreaktor zunächst in einen CO_2 -Stripper und anschließend in die Phasenwechsellvorrichtung geführt. Damit können im Feed des Melaminreaktors befindliche Verunreinigungen schon früh aus dem Verfahren ausgeschleust wer-

den.

[0018] In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der gasförmige Strom aus der Phasenwechselvorrichtung zur Verfestigung in mindestens eine Wirbelschichtvorrichtung geführt wird.

[0019] Mit Vorteil wird Ammoniak als Strippmedium im CO₂-Stripper und / oder in der Phasenwechselvorrichtung verwendet.

[0020] In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das gasförmige Melamin aus der Phasenwechselvorrichtung nach einer Druckentspannung zur Verfestigung in einen Abscheider geführt. Auch ist es vorteilhaft, wenn dem Abscheider ein Kühlmittel, insbesondere flüssiger Ammoniak, Wasser und / oder gasförmiges Ammoniak zugeführt wird.

[0021] Dabei lässt sich das Verfahren besonders effektiv gestalten, wenn ein gasförmiger Ammoniakstrom aus dem Abscheider in die Phasenwechselvorrichtung und / oder den CO₂-Stripper geführt wird. Dafür wird vorteilhafterweise der vom Abscheider stammende gasförmige Ammoniakstrom in mindestens einem Erhitzer erhitzt. Zur Energiesparung kann es vorteilhaft sein, wenn mindestens ein Erhitzer durch heiße Harnstoffschmelze beheizt wird, wobei die Harnstoffschmelze insbesondere dann als Edukt für den Melaminreaktor erwendet wird.

[0022] Die Aufgabe wird auch durch eine Phasenwechselvorrichtung mit den Merkmalen des Anspruchs 14 gelöst.

[0023] Durch ein Mittel zur Führung mindestens eines Teils der Melaminschmelze im Gegenstrom zur in der Phasenwechselvorrichtung aufsteigenden gasförmigen Phase, wird ein thermodynamisch besonders effektives Temperaturprofil erreicht.

[0024] Dabei ist es besonders vorteilhaft, wenn die Phasenwechselvorrichtung Mittel zur intensiven Kontaktierung flüssiger Melaminschmelze mit gasförmigem Melamin und / oder Ammoniak aufweist. Insbesondere einen Abtriebsteil einer Bodenkolonne.

[0025] Auch dient vorteilhafterweise mindestens eine erste Wirbelschicht zur Verdampfung der Melaminschmelze. Wobei zusätzlich oder alternativ mindestens eine zweite Wirbelschicht zur Verfestigung der Melaminschmelze verwendet wird.

[0026] Die Erfindung wird nachfolgend unter Bezugnahme auf die Figuren der Zeichnungen an mehreren Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigen:

[0027] [Fig. 1](#) eine erste Ausführungsform des erfin-

dungsgemäßen Verfahrens mit einer Gegenstromführung einer Melaminschmelze und einer Gasphase in einem Verdampfer;

[0028] [Fig. 2](#) eine zweite Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens gemäß [Fig. 1](#) mit einem CO₂-Stripper;

[0029] [Fig. 3](#) eine dritte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens mit einer Aufteilung des Melaminstroms in eine Phasenwechselvorrichtung;

[0030] [Fig. 4](#) eine vierte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens mit einer Aufteilung des Melaminstroms in eine Phasenwechselvorrichtung nach einem CO₂-Stripper;

[0031] [Fig. 5](#) eine fünfte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens mit einer Wirbelschichtvorrichtung zur Verfestigung gasförmigen Melamins;

[0032] [Fig. 6](#) eine sechste Ausführungsform mit einer Wirbelschichtvorrichtung zur Verdampfung und anschließender Verfestigung.

[0033] In [Fig. 1](#) wird ein Verfahrensfließbild für eine erste Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens dargestellt. Das Verfahren betrifft insbesondere eine Melaminabscheidung aus der Gasphase.

[0034] Das reine Melamin wird bei Drücken von 50 bis 200 bar, insbesondere bei Drücken zwischen 55 und 80 bar in einem Melaminreaktor **4** durch die thermische Umsetzung von Harnstoff (HST) synthetisiert. Die Temperatur im Melaminreaktor **4** liegt dabei knapp oberhalb des Schmelzpunktes von Melamin, maximal bei 480 °C. Im Melaminreaktor **4** ist zur Zuführung der notwendigen Reaktionswärme ein Heizelement **13** angeordnet, das von Salzsäure durchströmt wird.

[0035] Dem Melaminreaktor **4** wird als Edukt Harnstoffschmelze aus einem Harnstoffwäscher **10** zugeführt. Im Harnstoffwäscher **10** wird Melamin aus dem Offgas herausgewaschen. Die Harnstoffschmelze wird dabei als Waschmittel verwendet. Der bei dieser Reinigung anfallende gasförmige Anteil verlässt den Harnstoffwäscher **10** am Kopf und wird zu einer hier nicht dargestellten Harnstoffanlage geführt.

[0036] Am Sumpf des Harnstoffwäschers **10** wird Harnstoffschmelze durch eine Pumpe **11** zum Melaminreaktor **4** abgezogen.

[0037] Am Boden des Harnstoffwäschers **10** werden wiederum Offgase (vor allem NH₃, CO₂, Reste an Melamin) vom Kopf des Melaminreaktors **4** eingeleitet. Der Druck der Offgase wird vor der Einleitung in den Harnstoffwäscher **10** durch ein erstes Drosselventil **12** reduziert.

[0038] Am Kopf des Melaminreaktors **4** wird Melaminschmelze abgezogen und in den Kopf einer Phasenwechselvorrichtung **1** gegeben; die Melaminschmelze wird in der Phasenwechselvorrichtung **1** von der flüssigen Phase in die Gasphase überführt. In der Phasenwechselvorrichtung **1** wird die Melaminschmelze im Gegenstrom zu einer gasförmigen Ammoniakphase als Strippmedium **3** geführt; wobei das Strippmedium **3** von unten in die Phasenwechselvorrichtung **1** geführt wird. Durch das im Verhältnis zum Melamin im Überschuss und im Gegenstrom als Strippmittel zugeführte Ammoniak wird das Melamin in der Phasenwechselvorrichtung **1** gereinigt. Im Sumpf der Phasenwechselvorrichtung kommt es zu einer starken turbulenten Durchmischung auf Grund der eingeleiteten hohen Gasmengen.

[0039] Die Phasenwechselvorrichtung **1** weist einen Wärmetauscher **2** auf, der von einer Salzsäure durchströmt wird.

[0040] Am Kopf der Phasenwechselvorrichtung **1** wird gasförmiges Ammoniak (mit Melamin) abgezogen und durch ein zweites Drosselventil **14** in einen Abscheider **8** hinein entspannt. Der Abscheider **8** hat die Funktion der Verfestigung und der Trennung des Gasstroms von festen Bestandteilen. Die Abtrennung der festen Bestandteile wird z.B. mit einer Zyklonvorrichtung ausgeführt. Zusätzlich wird dem Abscheider **8** flüssiger Ammoniak als Kühlmittel zugeführt. Alternativ kann auch gasförmiges Ammoniak oder Wasser als Kühlmittel in den Abscheider **8** eingeführt werden.

[0041] Am Boden des Abscheiders **8** wird kristallines Melamin abgezogen. Am Kopf des Abscheiders **8** wird gasförmiges Ammoniak abgezogen, wobei ein Teilstrom des Ammoniaks durch einen Verdichter **15** auf höheren Druck und durch einen ersten Erhitzer **16** auf eine höhere Temperatur gebracht wird. Dieser Ammoniakstrom wird dann der Phasenwechselvorrichtung **1** unten als Strippmittel zugeführt.

[0042] Das Überschuss Ammoniakgas wird nicht zum Verdichter **15** geleitet, sondern aus dem Prozess ausgeschleust und z.B. in einer fraktionierten Kondensation wieder aufgearbeitet, wobei zwei Phasen anfallen, die leichter weiter verarbeitet werden können. Alternativ kann auch eine Absorption in Wasser erfolgen.

[0043] Die zweite Ausführungsform gemäß [Fig. 2](#) ist eine Abwandlung der ersten Ausführungsform, so dass auf die entsprechende Beschreibung im Zusammenhang mit [Fig. 1](#) Bezug genommen wird.

[0044] Die zweite Ausführungsform weist gegenüber der ersten Ausführungsform zusätzlich einen CO₂-Stripper **5** auf, mit dem das CO₂ und andere Nebenprodukte aus der vom Melaminreaktor **4** kommenden Melaminschmelze gestrippt werden.

[0045] Dazu wird in den unteren Teil eines CO₂-Strippers **5** gasförmiges Ammoniak geleitet. Der CO₂-Stripper **5** kann insbesondere auch als zweistufiger Apparat mit zwei Ammoniakeinspeisestellen ausgebildet sein.

[0046] Im vorliegenden Fall stammt das Ammoniak aus dem Abscheider **8**, wobei nach einer Verdichtung **15** nach einem ersten Erhitzer **16a** der Ammoniak-Strom geteilt wird.

[0047] Ein Teil wird wie in der ersten Ausführungsform über einen zweiten Erhitzer **16b** zurück zur Phasenwechselvorrichtung **4** geführt. Der andere Teil wird über ein Ventil **19** in den CO₂-Stripper **5** geführt. Das Ventil **19** dient dabei der Mengenregelung.

[0048] In [Fig. 3](#) ist eine Abwandlung der ersten Ausführungsform dargestellt, d.h. es wird eine Melaminabscheidung ohne Zwischenschaltung eines CO₂-Strippers vorgenommen. Ein weiterer Unterschied ist eine geänderte Rückführung eines Teils des im Abscheider **8** anfallenden Ammoniaks.

[0049] Analog zur ersten Ausführungsform wird Melaminschmelze aus dem Melaminreaktor **4** abgezogen und in die Phasenwechselvorrichtung **1** geführt.

[0050] Allerdings wird der Strom der Melaminschmelze vor der Einführung in die Phasenwechselvorrichtung **1** geteilt.

[0051] Ein Teil der Melaminschmelze wird dem Boden der Phasenwechselvorrichtung **1** zugeführt, an dem auch ein Wärmetauscher **2** für die notwendige Energiezufuhr über eine Salzsäure als Wärmeübertragungsmittel sorgt. Am Boden der Phasenwechselvorrichtung **1** wird ein Teil des aus dem Abscheider **8** rückgewonnenen Ammoniaks als Strippmedium **3** zugeführt.

[0052] Der andere Teil der Melaminschmelze wird dem Kopf einer als Bodenkolonnen **9** ausgebildeten Flüssig-Gas Mischers zugeführt, der hier in der Phasenwechselvorrichtung **1** integriert ist. Alternativ kann die Phasenwechselvorrichtung **1** auch über mehrere Apparate verteilt sein, so dass Verdampfung und Mischung der Phasen in getrennten Apparaten vorgenommen werden kann. Auch kann anstelle der Bodenkolonnen **9** ein anderes Mittel zur Mischung einer Flüssigkeit und eines Gases verwendet werden.

[0053] Die Melaminschmelze fließt in der Bodenkolonnen **9** im Gegenstrom zu dem aufsteigenden Strippmittel und Melamindämpfen. Durch die Bodenkolonnen **9** kommt es zu einer besonders intensiven Durchmischung von flüssiger und gasförmiger Phase. Es bildet sich ein Temperaturprofil aus.

[0054] Das gasförmige Melamin wird dann mit dem

zweiten Drosselventil **14** in den Abscheider **8** entspannt. Dabei kristallisiert Melamin aus und kann aus dem Verfahren ausgetragen werden.

[0055] Das im Abscheider **8** anfallende gasförmige Ammoniak wird teilweise in einem Verdichter **15** auf ein höheres Druckniveau gebracht. Anschließend wird flüssiges Ammoniak zugemischt und die Mischung in einem ersten NH_3 -Erhitzer **16a** erhitzt. Alternativ ist auch die Zumischung von gasförmigen Ammoniak möglich, wesentlich ist dabei die Gesamtmenge im Verdampfer. Es muss hinreichend Ammoniak für die Austragung des Melamins vorhanden sein.

[0056] Nach einer Entspannung im dritten Drosselventil **17** wird der Ammoniakstrom über einen zweiten NH_3 -Erhitzer **16b** in die Phasenwechselvorrichtung **1** geleitet.

[0057] In dieser Ausführungsform wird der erste Erhitzer **16a** durch heiße Harnstoffschmelze beheizt. Nach dem Erhitzen des Ammoniaks im ersten Erhitzer **16a** wird die dabei abgekühlte Harnstoffschmelze in den Harnstoffwäscher **10** zurückgeführt. Der zweite Erhitzer **16b** soll sicherstellen, dass die Temperatur des Strippmediums **3** beim Eintritt in die Phasenwechselvorrichtung **1** stabil und hinreichend hoch für die Melaminaustragung ist.

[0058] Die vierte Ausführungsform gemäß [Fig. 4](#) kann als Kombination der zweiten Ausführungsform mit der dritten Ausführungsform verstanden werden. Wie bei der dritten Ausführungsform wird eine Phasenwechselvorrichtung mit einer Bodenkolonnen **9** dazu verwendet, Melaminschmelze und aufsteigende Gase in engen Kontakt miteinander zu bringen. Die Melaminschmelze wird dabei aufgeteilt und teils dem Kopf der Bodenkolonnen **9**, teils dem Boden der Phasenwechselvorrichtung **1** zugeführt.

[0059] Allerdings stammt die Melaminschmelze nicht wie bei der dritten Ausführungsform direkt vom Melaminreaktor **3**. Vielmehr wird analog zur zweiten Ausführungsform die Melaminschmelze vom Melaminreaktor **4** abgezogen und einem CO_2 -Stripper **5** zugeführt. Vom CO_2 -Stripper **5** wird die Melaminschmelze dann zur Phasenwechselvorrichtung **1** geführt, wobei der Strom wie bei der dritten Ausführungsform vorher geteilt wird.

[0060] Bei der Rückführung des im Abscheider **8** anfallenden gasförmigen Ammoniaks wird ein Teil im Verdichter **15** verdichtet. Nach der Zuführung von flüssigem Ammoniak (alternativ auch gasförmiges Ammoniak) wird dieser Strom über einen ersten Erhitzer **16a** geführt. Dieser erste Erhitzer **16a** wird wie in der dritten Ausführungsform mit heißer Harnstoffschmelze beheizt.

[0061] Der so erhitze Ammoniakstrom wird geteilt. Ein Teil wird im dritten Drosselventil **17** entspannt und über den zweiten Erhitzer **16b** der Phasenwechselvorrichtung **1** zugeführt.

[0062] Der andere Teil des Ammoniakstroms aus dem ersten Erhitzer **16a** wird in einem vierten Drosselventil **18** entspannt, über einen dritten Erhitzer **16c** dem CO_2 -Stripper als Strippmittel zugeführt.

[0063] In [Fig. 5](#) ist als fünfte Ausführungsform eine Variante der vierten Ausführungsform dargestellt, so dass für die gemeinsamen Merkmale auf die entsprechende Beschreibung Bezug genommen werden kann. Wie die vierte Ausführungsform, weist die fünfte Ausführungsform einen CO_2 -Stripper **5** und eine Phasenwechselvorrichtung **1** mit zwei Melaminschmelze Feed-Strömen auf. Auch die Rückführung des gasförmigen Ammoniaks zur Phasenwechselvorrichtung **1** und zum CO_2 -Stripper **5** entspricht der vierten Ausführungsform, da der erste Erhitzer **16a** mit Harnstoffschmelze beheizt wird.

[0064] Im Unterschied zur vierten Ausführungsform wird das gasförmige Produkt der Phasenwechselvorrichtung **1** nicht direkt in den Abscheider **8** geführt. Vielmehr wird das gasförmige Produkt zunächst in eine Wirbelschichtvorrichtung **6** mit Inertkörpern (z.B. Titan) und flüssigem Ammoniak geführt, wodurch eine Verfestigung des Melamins eintritt. Das Melamin verfestigt sich an den Inertkörpern und wird dann abgerieben.

[0065] Das verfestigte Melamin wird dann in von der Wirbelschichtvorrichtung **6** zu einem Abscheider **8** geführt, in dem der Gasstrom von den festen Melaminpartikeln getrennt wird. Das feste Melamin wird ausgetragen.

[0066] Die in [Fig. 6](#) dargestellte sechste Ausführungsform ist eine Variante der zweiten Ausführungsform. Wie die zweite Ausführungsform, weist die sechste Ausführungsform einen CO_2 -Stripper **5** auf. Der aus dem Abscheider **8** rückgewonnene Ammoniak wird in den CO_2 -Stripper **5** und die Phasenwechselvorrichtung **1** rückführt, wobei hier der erste Erhitzer **16a** nicht mit heißer Harnstoffschmelze beheizt wird.

[0067] Die Phasentrennvorrichtung **1** weist zwei Wirbelschichten **21**, **22** auf.

[0068] Die vom CO_2 -Stripper **5** kommende Melaminschmelze wird unten in die erste Wirbelschicht **21** der Phasenwechselvorrichtung **1** zugeführt.

[0069] Im unteren Teil dient die erste Wirbelschicht **21** der Verdampfung der Melaminschmelze; also dem Phasenwechsel. Dazu wird Melamin unten in die erste Wirbelschicht **21** eintretenden Gasphase einge-

führt, insbesondere gesprüht. Die Gasphase ist hier rückgeführtes Ammoniakgas, dass durch Aufrechterhaltung (Fluidisierung) der erste Wirbelschicht **21** verwendet wird. Die Wärmezufuhr in das Inertbett erfolgt über einen Wärmetauscher **2**.

[0070] Im oberen Teil der Phasenwechselvorrichtung **1** wird die Temperatur in einer zweiten Wirbelschicht **22** durch Eindüsen von flüssigem Ammoniak so abgesenkt, dass eventuelle Neben- und / oder Beiprodukte ausgefällt werden. In einem nachgeschalteten Filter **23** werden die Neben- und / oder Beiprodukte abgeschieden. Wenn keine Nebenprodukte vorliegen, kann das Filter **23** grundsätzlich entfallen und das Melamin direkt in der zweiten Wirbelschicht **22** verfestigt werden.

[0071] Im vorliegenden Fall wird das aus dem Filter tretende verfestigte Melaminprodukt in den Abscheider **8** geführt und dann vom Gasstrom abgetrennt.

[0072] Die Erfindung beschränkt sich in ihrer Ausführung nicht auf die vorstehend angegebenen bevorzugten Ausführungsbeispiele. Vielmehr ist eine Anzahl von Varianten denkbar, die von dem erfindungsgemäßen Verfahren und der erfindungsgemäßen Vorrichtung auch bei grundsätzlich anders gearbeteten Ausführungen Gebrauch machen.

Bezugszeichenliste

1	Phasenwechselvorrichtung
2	Wärmetauscher
3	Strippmedium
4	Melaminreaktor
5	CO ₂ -Stripper
6	Wirbelschichtvorrichtung
8	Abscheider
9	Bodenkolonne
10	Harnstoffwäscher
11	Pumpe
12	erstes Drosselventil
13	Heizelement
14	zweites Drosselventil
15	Verdichter
16a, b, c	Ammoniak-Erhitzer
17	drittes Drosselventil
18	viertes Drosselventil
19	Ventil
21	erste Wirbelschicht
22	zweite Wirbelschicht
23	Filter

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Melamin aus Harnstoff unter Hochdruck, mit einer Phasenwechselvorrichtung (**1**) zur Überführung einer Melaminschmelze in die Gasphase, wobei der Phasenwechselvorrichtung (**1**) Wärme über mindestens einen

Wärmetauscher (**2**) und mindestens ein Stoffstrom (**3**) als Strippmedium zugeführt wird, **dadurch gekennzeichnet** dass mindestens ein Teil der Melaminschmelze in flüssiger Form in die Phasenwechselvorrichtung (**1**) geführt wird und dort im Gegenstrom zu der aufsteigenden gasförmigen Phase geführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die im Gegenstrom geführte Melaminschmelze beim Eintritt eine niedrigere Temperatur aufweist als die Stelle der höchsten Temperatur in der Phasenwechselvorrichtung (**1**).

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass ein Melaminschmelzestrom aus einem Melaminreaktor (**4**) in mindestens zwei Teilströme aufgeteilt wird und mindestens ein Teilstrom der Melaminschmelze im Gegenstrom zu der aufsteigenden gasförmigen Phase geführt wird.

4. Verfahren zur Herstellung von Melamin aus Harnstoff unter Hochdruck, mit einer Phasenwechselvorrichtung zur Überführung einer Melaminschmelze in die Gasphase, wobei der Phasenwechselvorrichtung Wärme über mindestens einen Wärmetauscher und mindestens ein Stoffstrom als Strippmedium zugeführt wird, dadurch gekennzeichnet dass mindestens ein Teil der Melaminschmelze in flüssiger Form in die Phasenwechselvorrichtung (**1**) geführt wird, wobei die Phasenwechselvorrichtung (**1**) eine erste Wirbelschicht (**21**) zur Verdampfung der Melaminschmelze und eine zweite Wirbelschicht (**22**) zur Verfestigung der Melaminschmelze aus der Gasphase aufweist.

5. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch eine Salzsäure als Wärmeübertragungsmedium, das mindestens einen Wärmetauscher (**2**) durchströmt.

6. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Melaminschmelze vom Melaminreaktor (**4**) zunächst in einen CO₂-Stripper (**5**) und anschließend in die Phasenwechselvorrichtung (**1**) geführt wird.

7. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der gasförmige Strom aus der Phasenwechselvorrichtung (**1**) zur Verfestigung in mindestens eine Wirbelschichtvorrichtung (**6**) geführt wird.

8. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass Ammoniak als Strippmedium im CO₂-Stripper (**5**) und / oder in der Phasenwechselvorrichtung (**1**) verwendet wird.

9. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet,

dass das gasförmige Melamin aus der Phasenwechselvorrichtung (1) nach einer Druckentspannung zur Verfestigung in einen Abscheider (8) geführt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass dem Abscheider (8) ein Kühlmittel, insbesondere flüssiger Ammoniak, Wasser und / oder gasförmiges Ammoniak zugeführt wird.

11. Verfahren nach 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, dass ein gasförmiger Ammoniakstrom aus dem Abscheider (8) in die Phasenwechselvorrichtung (1) und / oder den CO₂-Stripper (5) geführt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass der vom Abscheider (8) stammende gasförmige Ammoniakstrom in mindestens einem Erhitzer (16, 16a, 16b, 16c) erhitzt wird.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Erhitzer (16, 16a, 16b, 16c) durch heiße Harnstoffschmelze beheizt wird, wobei die Harnstoffschmelze insbesondere als Edukt für den Melaminreaktor (4) verwendet wird.

14. Phasenwechselvorrichtung zur Überführung von Melaminschmelze in die Gasphase, mit mindestens einem Wärmetauscher (3) zur Zufuhr von Wärme und ein Zufuhrmittel für ein Strippmedium (2), gekennzeichnet durch ein Mittel zur Führung mindestens eines Teils der Melaminschmelze im Gegenstrom zur in der Phasenwechselvorrichtung (1) aufsteigenden gasförmigen Phase.

15. Phasenwechselvorrichtung nach Anspruch 14, gekennzeichnet durch eine Vorrichtung zur intensiven Kontaktierung flüssiger Melaminschmelze mit gasförmigem Melamin und / oder Ammoniak, insbesondere ein Abtriebsteil einer Bodenkolonne.

16. Phasenwechselvorrichtung nach Anspruch 14 oder 15, gekennzeichnet durch mindestens eine erste Wirbelschicht (21) zur Verdampfung der Melaminschmelze.

17. Phasenwechselvorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 14 bis 16, gekennzeichnet durch mindestens eine zweite Wirbelschicht (22) zur Verfestigung der Melaminschmelze.

Es folgen 6 Blatt Zeichnungen

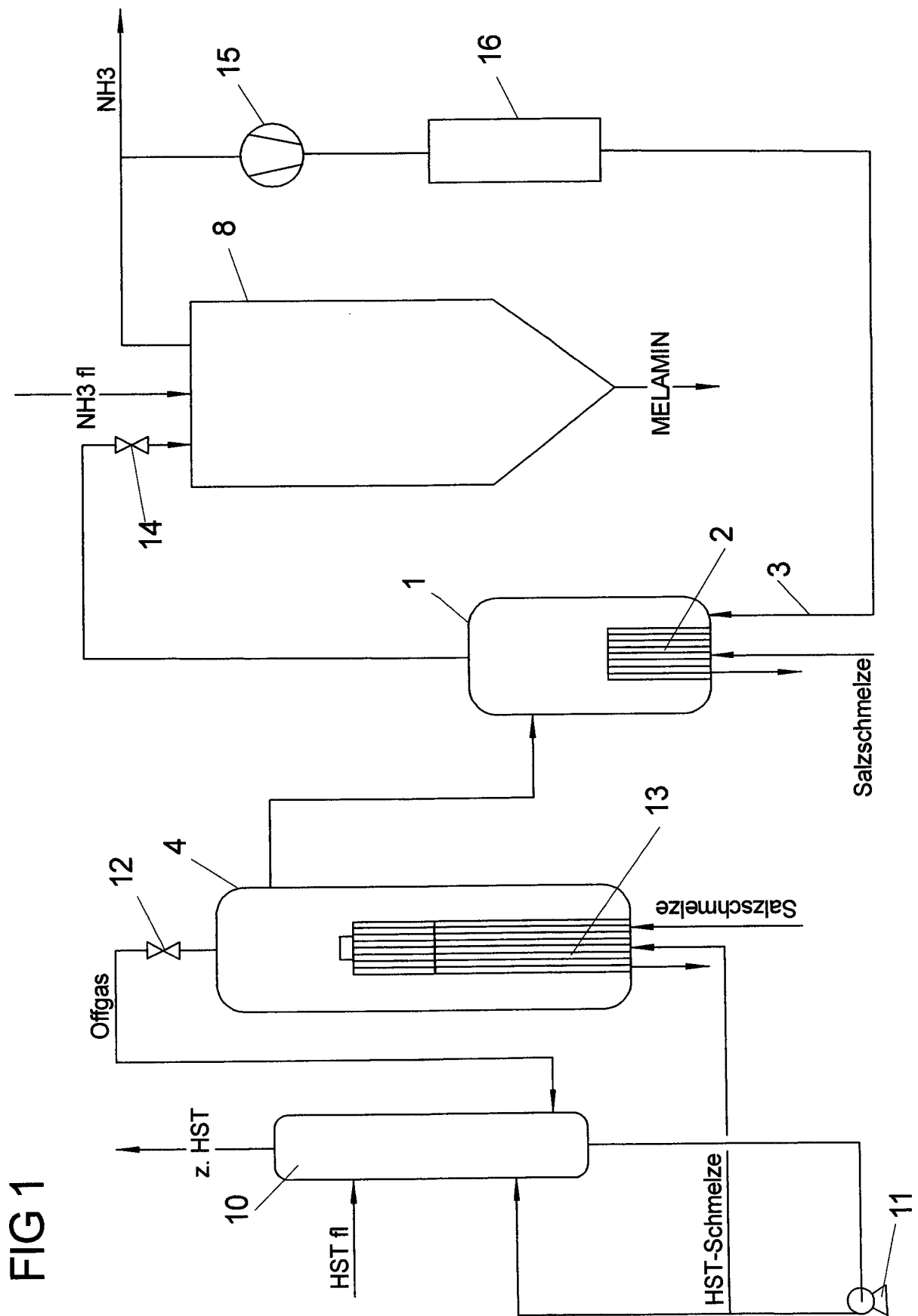
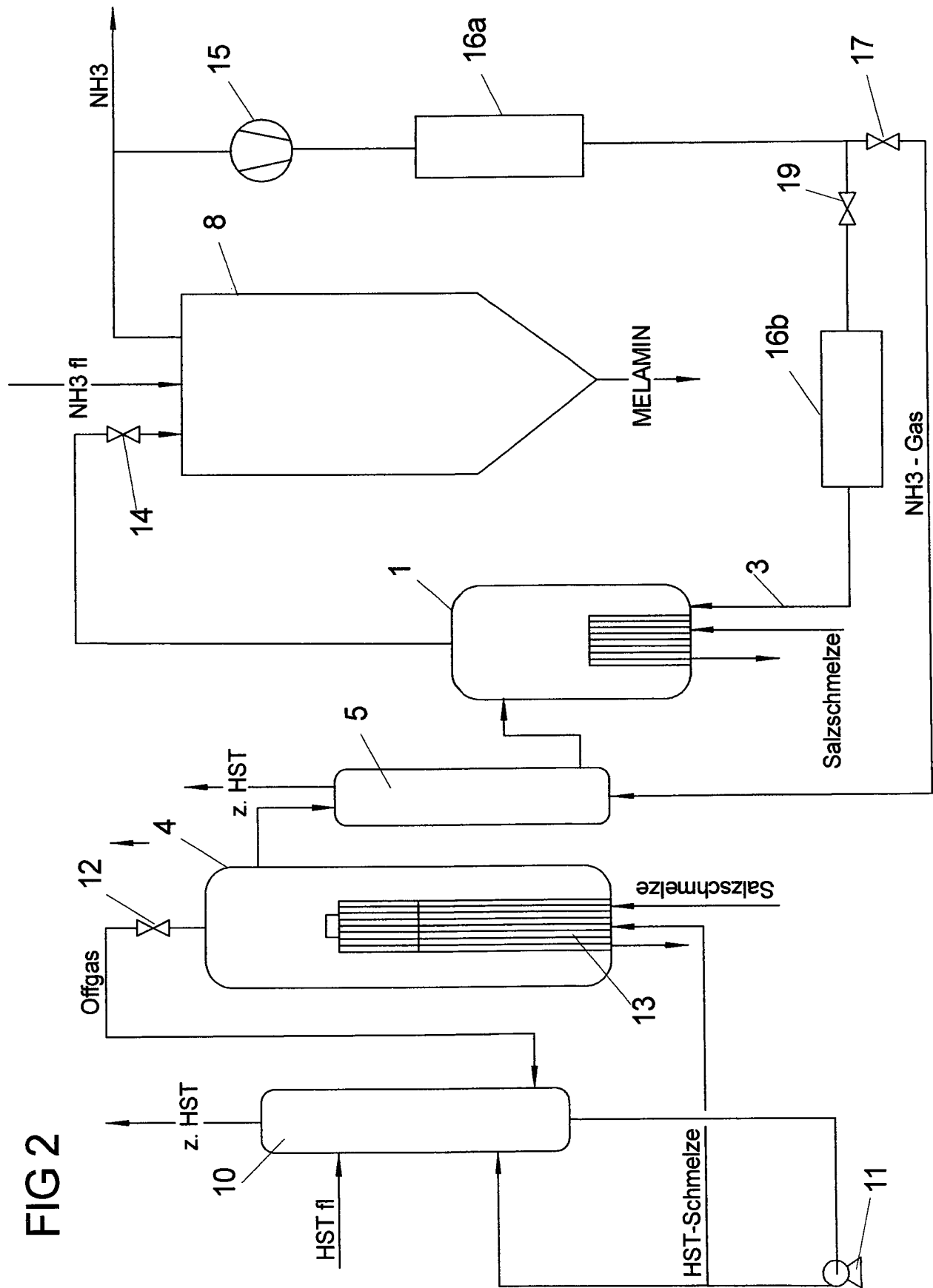
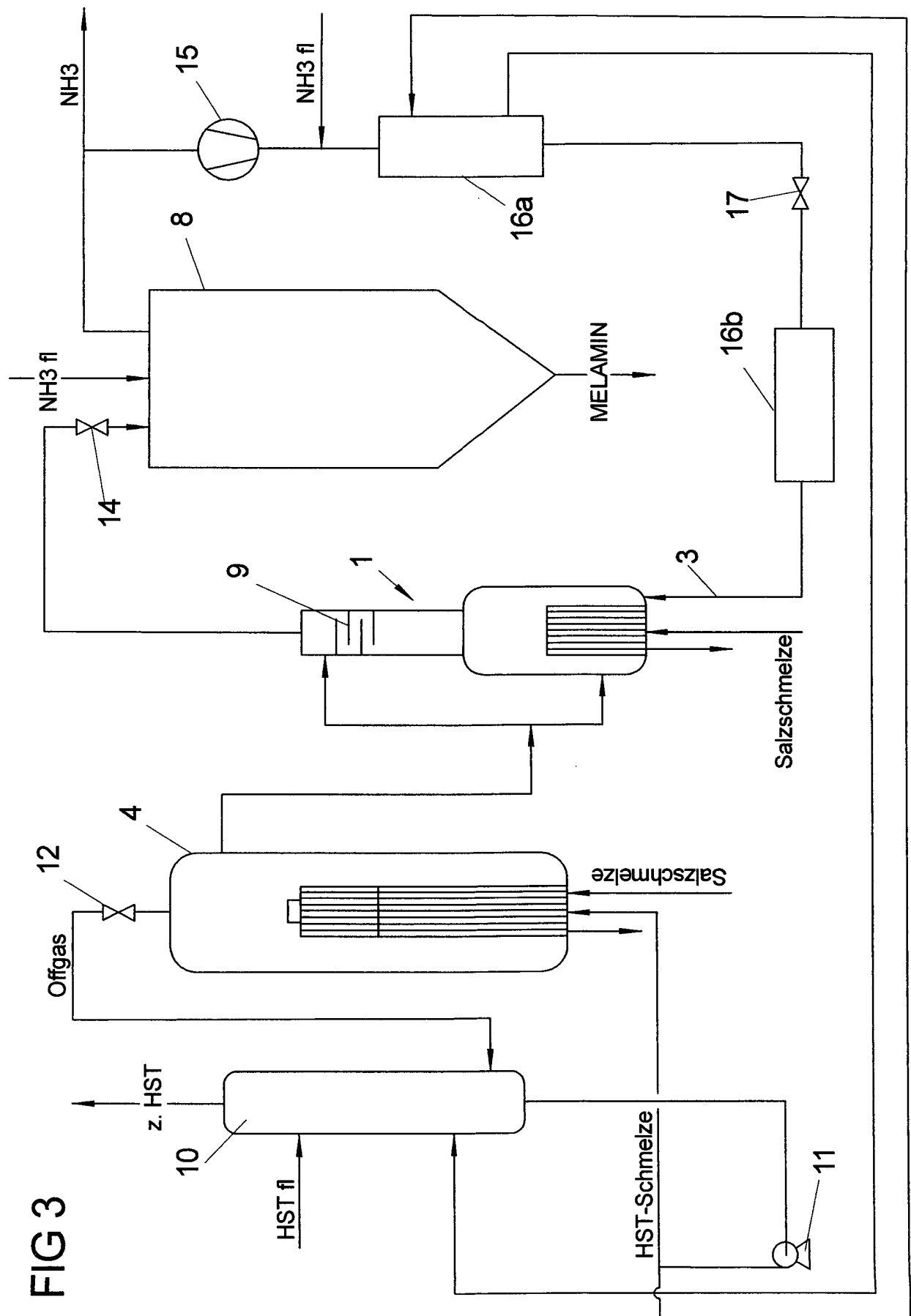
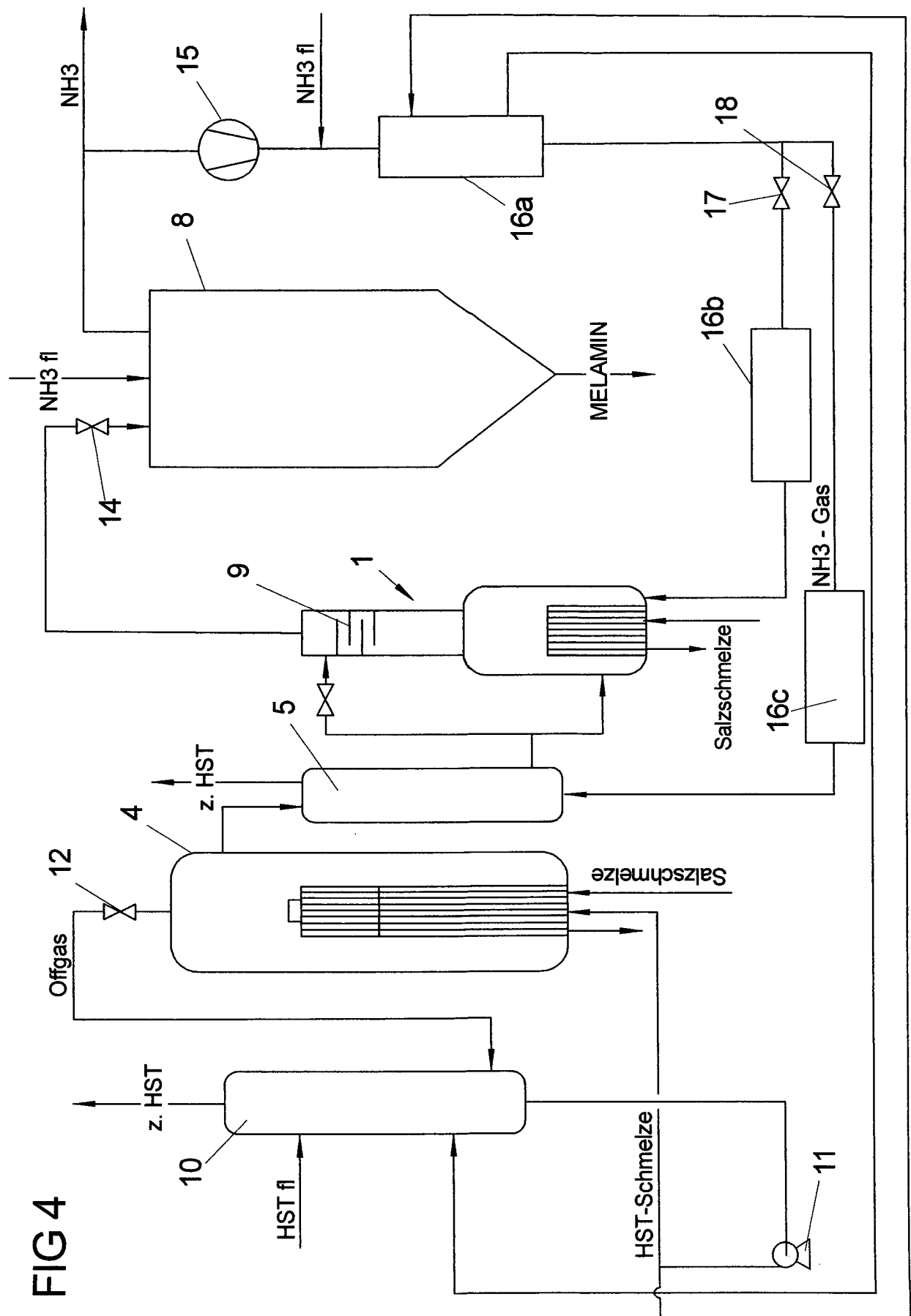


FIG 2







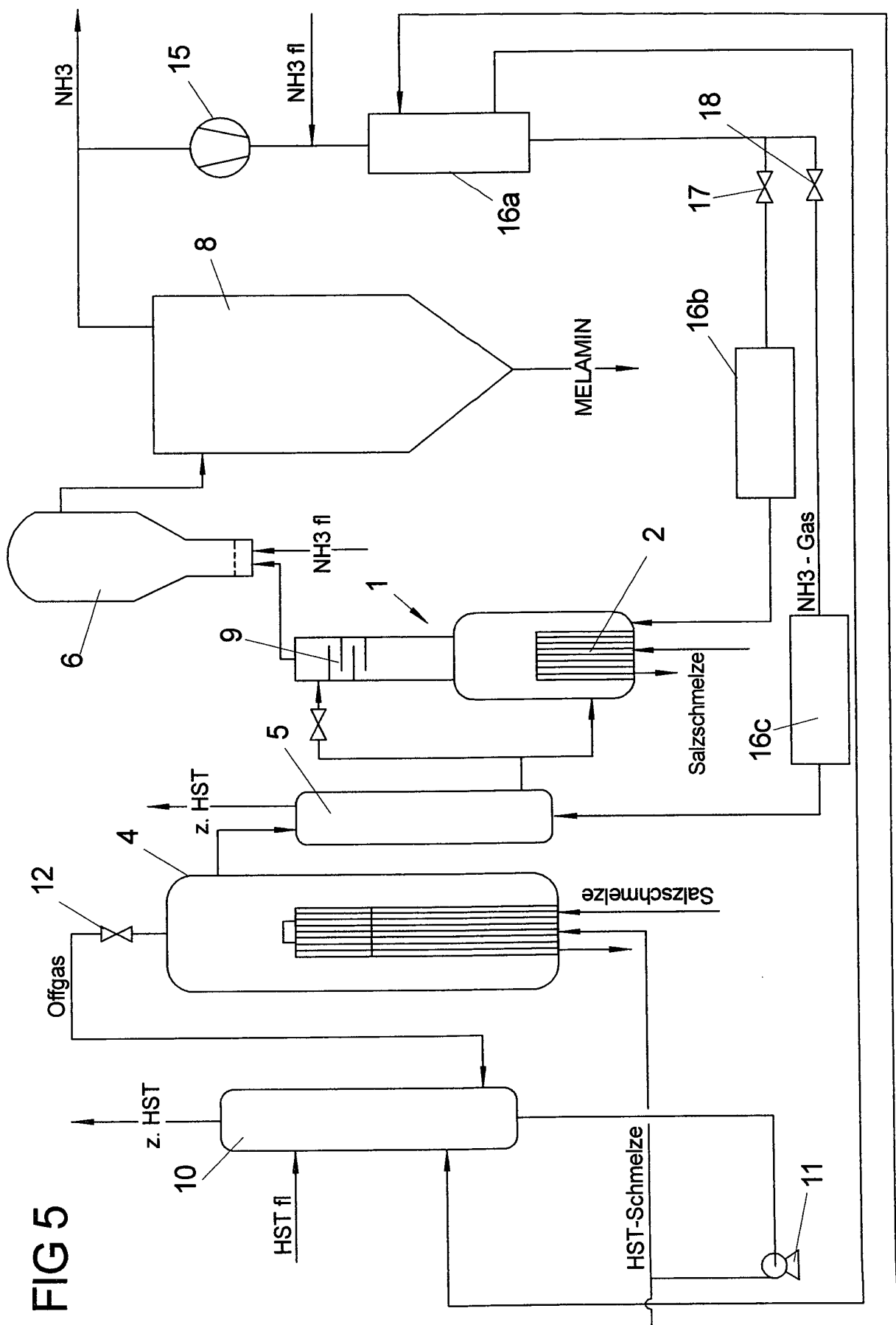


FIG 6

