



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I805852 B

(45) 公告日：中華民國 112 (2023) 年 06 月 21 日

(21) 申請案號：108135231

(22) 申請日：中華民國 108 (2019) 年 09 月 27 日

(51) Int. Cl. : **C08J11/02 (2006.01)** **C07D207/26 (2006.01)**
 B01D3/40 (2006.01) **C08G75/0204(2016.01)**
 C08G75/0259(2016.01) **C08G75/0281(2016.01)**

(30) 優先權：2018/09/28 南韓 10-2018-0116449
 2019/09/26 南韓 10-2019-0119141

(71) 申請人：南韓商 L G 化學股份有限公司 (南韓) LG CHEM, LTD. (KR)
 南韓

(72) 發明人：曹常煥 JO, SANGHWAN (KR)；韓仲鎮 HAN, JOONG JIN (KR)；金漢率 KIM, HANSOL (KR)

(74) 代理人：葉璟宗；鄭婷文；詹富閔

(56) 參考文獻：

TW 201035045A JP H4-277001A
 JP 2015-78197A

審查人員：鄭凱育

申請專利範圍項數：23 項 圖式數：4 共 51 頁

(54) 名稱

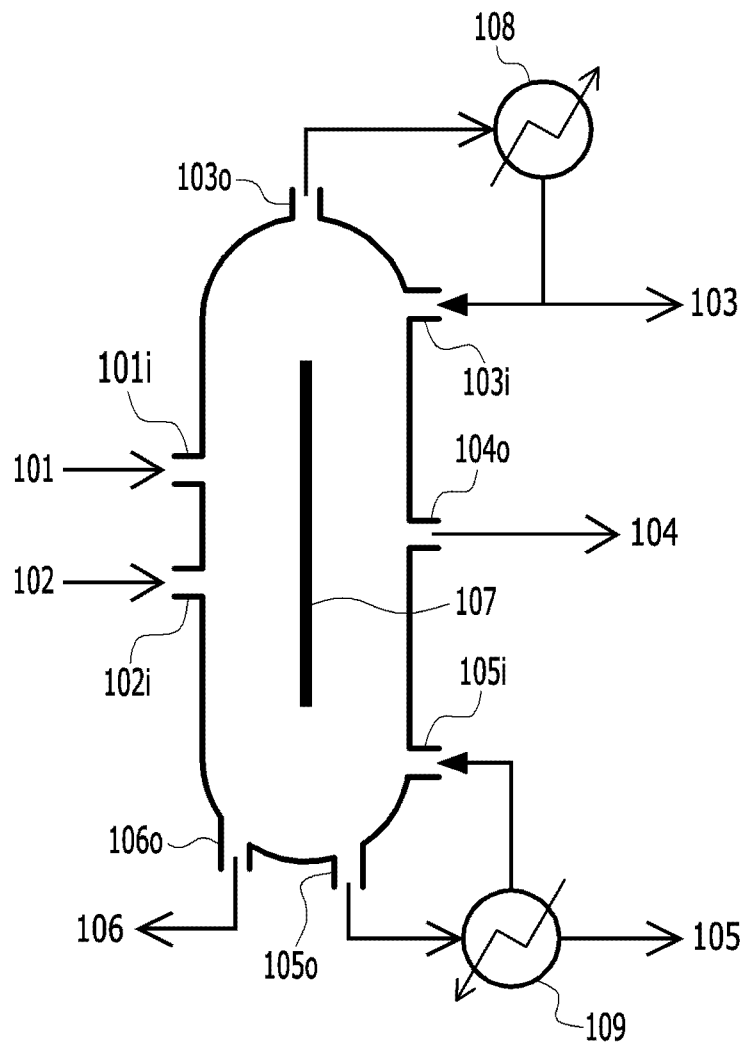
回收醯胺化合物製程以及其回收裝置以及聚芳硫醚的製備方法

(57) 摘要

本發明提供一種用於自含有諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的水溶液高效地回收諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的方法及裝置。本發明亦提供一種聚芳硫醚的製備方法。

The present disclosure provides a method and an apparatus for efficiently recovering an amide-based compound such as N-methyl-2-pyrrolidone from an aqueous solution containing an amide-based compound such as N-methyl-2-pyrrolidone. The present disclosure also provides a method of preparing a polyarylene sulfide.

指定代表圖：



【圖1】

符號簡單說明：

101:分隔壁蒸餾塔的混合溶液進料流

101i:分隔壁蒸餾塔的用於引入混合溶液的第一進料口

102:分隔壁蒸餾塔的萃取溶劑進料流

102i:分隔壁蒸餾塔的用於引入萃取溶劑的第二進料口

103:分隔壁蒸餾塔的塔頂部流

103i:分隔壁蒸餾塔的用於使塔頂部流再環流的額外進料口

103o:分隔壁蒸餾塔的用於排放塔頂部蒸汽外流流的第二外流口

104:分隔壁蒸餾塔的側流

104o:分隔壁蒸餾塔的用於排放側流的第三外流口

105:分隔壁蒸餾塔的塔底部流

105o:分隔壁蒸餾塔的用於排放塔底部流的第四外流口

105i:分隔壁蒸餾塔的用於使塔底部流再環流的額外進料口

106:分隔壁蒸餾塔液/液分離外流流

106o:分隔壁蒸餾塔的用於排放液/液分離流的第一外流口

107:分隔壁蒸餾塔的分隔壁

108:蒸餾塔的冷凝器

I805852

TW I805852 B

109:蒸餾塔的再沸器



I805852

【發明摘要】

【中文發明名稱】回收醯胺化合物製程以及其回收裝置以及聚芳硫醚的製備方法

【英文發明名稱】METHOD AND APPARATUS FOR RECOVERING AMIDE-BASED COMPOUND AND METHOD OF PREPARING POLYARYLENE SULFIDE

【中文】本發明提供一種用於自含有諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的水溶液高效地回收諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的方法及裝置。本發明亦提供一種聚芳硫醚的製備方法。

【英文】The present disclosure provides a method and an apparatus for efficiently recovering an amide-based compound such as N-methyl-2-pyrrolidone from an aqueous solution containing an amide-based compound such as N-methyl-2-pyrrolidone. The present disclosure also provides a method of preparing a polyarylene sulfide.

【指定代表圖】圖 1

【代表圖之符號簡單說明】

101:分隔壁蒸餾塔的混合溶液進料流

101i:分隔壁蒸餾塔的用於引入混合溶液的第一進料口

102:分隔壁蒸餾塔的萃取溶劑進料流

102i:分隔壁蒸餾塔的用於引入萃取溶劑的第二進料口

103:分隔壁蒸餾塔的塔頂部流

- 103i:分隔壁蒸餾塔的用於使塔頂部流再環流的額外進料口
- 103o:分隔壁蒸餾塔的用於排放塔頂部蒸汽外流流的第二外流口
- 104:分隔壁蒸餾塔的側流
- 104o:分隔壁蒸餾塔的用於排放側流的第三外流口
- 105:分隔壁蒸餾塔的塔底部流
- 105o:分隔壁蒸餾塔的用於排放塔底部流的第四外流口
- 105i:分隔壁蒸餾塔的用於使塔底部流再環流的額外進料口
- 106:分隔壁蒸餾塔的液/液分離外流流
- 106o:分隔壁蒸餾塔的用於排放液/液分離流的第一外流口
- 107:分隔壁蒸餾塔的分隔壁
- 108:蒸餾塔的冷凝器
- 109:蒸餾塔的再沸器

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】回收醯胺化合物製程以及其回收裝置以及聚芳硫醚的製備方法

【英文發明名稱】METHOD AND APPARATUS FOR RECOVERING AMIDE-BASED COMPOUND AND METHOD OF PREPARING POLYARYLENE SULFIDE

【技術領域】

【0001】本揭露內容是關於一種用於自含有諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的水溶液高效地回收諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的方法及裝置。

相關申請案之交叉引用

【0002】本申請案主張 2018 年 9 月 28 日在韓國智慧財產局申請的韓國專利申請案第 10-2018-0116449 號及 2019 年 9 月 26 日在韓國智慧財產局申請的韓國專利申請案第 10-2019-0119141 號的權益，所述申請案的揭露內容以全文引用的方式併入本文中。

【先前技術】

【0003】由聚苯硫醚（polyphenylene sulfide；PPS）表示的聚芳硫醚（Polyarylene sulfide；PAS）已歸因於其極佳的強度、耐熱性、阻燃性以及可加工性而普遍地用於汽車、電氣及電子產品、機械以及類似者中以取代金屬，尤其是諸如鋁及鋅的壓鑄法金屬。特定而言，由於 PPS 樹脂具有極佳的流動性，故其適合於藉由與諸如玻璃纖維的填充劑或增強劑捏合來用作化合物。

【0004】 一般而言，在業界中公知將諸如 N-甲基吡咯啉酮（N-methyl pyrrolidone；NMP）的醯胺類化合物用作 PAS 聚合製程中的溶劑的方法。此外，即使在 PAS 聚合之後，亦藉由用諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的醯胺類化合物或水洗滌來移除剩餘的未反應物質。如上文所描述而使用的諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物不僅比普通有機溶劑更昂貴，且亦已知在以水溶液形式排放時為環境污染的主要原因。因此，所述醯胺類化合物通常經回收、純化以及再使用。

【0005】 然而，由於諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物在有機物中具有高溶解度，故其具有與水的極佳相容性且其與水無限混合。此外，當大量無機鹽溶解（諸如來自 PAS 製造製程的流出物）時其難以原樣蒸餾，因此已嘗試各種回收方法。

【0006】 特定而言，習知蒸餾製程的不利之處在於，為了以高純度分離及回收諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物，用於增大蒸餾塔的理論塔板數的設備成本及能量消耗較高。此外，當無機鹽溶解（諸如來自 PAS 製造製程的流出物）時，應留下許多醯胺類化合物以便確保蒸餾塔中的流動性，此導致殘餘組分的較大損失及高處理成本。為克服蒸餾製程的此等缺點，已嘗試研發萃取製程或薄膜製程。然而，作為雜質含於萃取溶劑中的無機鹽與水混合及進一步萃取，且在此製程中，反向地萃取醯胺類化合物。因此，歸因於不良的分離效率，所述技術已過期或經拋棄且未普遍使用。

【0007】 因此，存在對於研發能夠最小化整個製程的能量消耗、降低初始設備成本且以高純度分離化合物的用於回收醯胺類化合物的製程的持續需求。

【發明內容】**[技術問題]**

【0008】 本揭露內容提供一種用於自含有諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的水溶液高效地回收諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的方法及裝置。

[技術解決方案]

【0009】 根據本揭露內容的一個實施例，提供一種用於回收醯胺類化合物的方法，所述方法包含以下步驟：將含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑引入至蒸餾塔的萃取區中，其中所述蒸餾塔具有分隔壁，且所述蒸餾塔分隔成其中未定位所述分隔壁的塔頂部區及塔底部區以及在其中定位所述分隔壁的中間區，其中所述中間區分隔成由所述分隔壁分隔的所述萃取區及蒸餾區（第一步驟）；將所述醯胺類化合物及所述萃取溶劑分離及排放至所述蒸餾塔中的所述萃取區的上部流中，隨後將水分離至所述萃取區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的所述萃取區側上的第一外流口（第二步驟）；以及

將所述萃取區的所述上部流及所述下部流中的至少一者引入至所述蒸餾塔的所述蒸餾區中，隨後將所述萃取溶劑分離至所述蒸餾區的上部流中且排放至所述蒸餾塔的所述塔頂部區的第二外流口，將所述水分離至所述蒸餾區的中間流中且排放至所述蒸餾區的第三外流口，且將所述醯胺類化合物分離至所述蒸餾區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的所述蒸餾區側上的第四外流口（第三步驟）。

【0010】 根據本揭露內容的另一實施例，提供一種可用於如上文所描述的方法中的用於回收醯胺類化合物的裝置。

【0011】 根據本揭露內容的另一實施例，提供一種包含如上文所描述的回收醯胺類化合物的步驟的聚芳硫醚的製備方法。

[有利效應]

【0012】 如上文所描述，本揭露內容可藉由同時進行萃取製程及蒸餾製程以提高分離效率來自含有諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的水溶液回收醯胺類化合物，藉此最小化整個製程的能量消耗且降低初始設備成本。

【圖式簡單說明】

【0013】

圖 1 為示出根據本揭露內容的一個實施例的包含分隔壁蒸餾塔的回收裝置及回收製程的示意性視圖。

圖 2 為示出根據比較例 1 的使用習知蒸餾製程的回收裝置及回收製程的示意性視圖。

圖 3 為示出根據比較例 2 的使用習知萃取及蒸餾製程的回收裝置及回收製程的示意性視圖。

圖 4 為示出根據比較例 3 的包含在不具有習知方式中的分離液/液萃取區的情況下僅進行蒸餾製程的分隔壁蒸餾塔的回收裝置及回收製程的示意性視圖。

【實施方式】

【0014】 在本揭露內容中，使用術語「第一」、「第二」、「第三」、

「第四」以及類似者來描述各種組件，且此等術語僅用以區分某一組件與其他組件。

【0015】 本文中所使用的術語僅出於描述特定實施例的目的，且並不意欲限制本發明。除非上下文另有清晰指示，否則單數形式亦意欲包含複數形式。應進一步理解，術語「包含」、「具有」或「擁有」在用於本說明書中時指定所陳述特徵、數目、步驟、組分或其組合的存在，但不排除一或多個其他特徵、數目、步驟、組分或其組合的存在或添加。

【0016】 由於本發明可進行各種修改且具有各種形式，故其具體實施例藉助於實例來繪示且將詳細描述。然而，不意欲將本發明侷限於所揭露的特定形式，且應理解，本發明包含本發明的想法及技術範圍內的所有修改、等效物以及替代。

【0017】 在下文中，將更詳細地描述本發明。

【0018】 在本揭露內容中，提供一種用於自含有諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的水溶液高效地回收諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物的方法及裝置。

【0019】 特定而言，本揭露內容的特徵在於，有可能藉由同時使用萃取製程及蒸餾製程以自由聚芳硫醚 (PAS) 製造製程生成的含有各種無機鹽及雜質的廢液以高純度高效地分離醯胺類化合物來最小化整個製程的能量消耗且降低初始設備成本，同時提高分離效率。

【0020】 根據本揭露內容的一個實施例，用於回收醯胺類化合物的方法包含以下步驟：將含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑引入至蒸餾塔的萃取區中，其中所述蒸餾塔具有分隔壁

(參見圖 1 中的分隔壁 107)，且所述蒸餾塔分隔成其中未定位所述分隔壁的塔頂部區及塔底部區以及在其中定位所述分隔壁的中間區，其中所述中間區分隔成由所述分隔壁分隔的所述萃取區及蒸餾區（第一步驟，參見圖 1 中的流 101 及流 102）；將所述醃胺類化合物及所述萃取溶劑分離及排放至所述蒸餾塔中的所述萃取區的上部流中，隨後將水分離至所述萃取區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的所述萃取區側上的第一外流口（參見圖 1 中的流 106）（第二步驟）；以及將所述萃取區的所述上部流及所述下部流中的至少一者引入至所述蒸餾塔的所述蒸餾區中，隨後將所述萃取溶劑分離至所述蒸餾區的上部流中且排放至所述蒸餾塔的所述塔頂部區的第二外流口（參見圖 1 中的流 103），將所述水分離至所述蒸餾區的中間流中且排放至所述蒸餾區的第三外流口（參見圖 1 中的流 104），且將所述醃胺類化合物分離至所述蒸餾區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的所述蒸餾區側上的第四外流口（參見圖 1 中的流 105）（第三步驟）。

【0021】 用於回收醃胺類化合物的方法的特徵在於，在一個蒸餾塔中同時進行使用萃取溶劑來液/液萃取含有醃胺類化合物的水溶液的步驟（第二步驟）及蒸餾所獲得的萃取物的步驟（第三步驟）。

【0022】 具體而言，用於回收醃胺類化合物的方法包含將含有水及醃胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑引入至分隔壁蒸餾塔的萃取區中的步驟（第一步驟）。

【0023】 特定而言，用於回收醃胺類化合物的方法可使用如圖 1 中所繪示的在其中具有分隔壁的分隔壁蒸餾塔來進行，且所述分隔

壁蒸餾塔分隔成其中未定位所述分隔壁的塔頂部區及塔底部區以及在其中定位所述分隔壁的中間區，其中所述中間區分隔成由所述分隔壁分隔的萃取區及蒸餾區。

【0024】 然而，圖 1 僅為實例，且本揭露內容的用於回收醯胺類化合物的方法及裝置的範圍不限於隨附圖式。

【0025】 可用於根據本揭露內容的用於回收醯胺類化合物的製程中的分隔壁蒸餾塔的具體種類不受特定限制。舉例而言，可使用如圖 1 中所繪示的具有一般結構的分隔壁蒸餾塔，或可使用藉由改變蒸餾塔中的分隔壁的位置或形狀來設計以提高純化效率的蒸餾塔。在一些情況下，可使用佩特柳克 (Petlyuk) 蒸餾塔，所述佩特柳克蒸餾塔中包含由分隔壁分隔的萃取區及蒸餾區作為分離塔，且其中未定位分隔壁的塔頂部區及塔底部區藉由在兩個方向上對萃取區及蒸餾區進行流連接來形成在熱力學上相同的空間，等等。舉例而言，當使用佩特柳克蒸餾塔作為分隔壁蒸餾塔的替代物時，所述佩特柳克蒸餾塔可呈其中由分隔壁蒸餾塔的分隔壁分隔的區由分離初步塔取代的蒸餾塔形式，其中將來自初步塔的頂部產物引入至後續塔 (不是分隔壁蒸餾塔) 的上部部分中，且將來自初步塔的底部產物引入至後續塔的下部部分中。本文中，初步塔不具有加熱器或冷凝器，亦不具有分隔壁，但可將來自初步塔後續塔的上部部分的液體及來自後續塔的下部部分的流引入至初步塔中。此外，蒸餾塔的塔板數及內徑不受特定限制。舉例而言，可考慮到待純化的混合物的組成基於自蒸餾曲線推導出的理論塔板數來設定所述塔板數及所述內徑。

【0026】 具體而言，分隔壁蒸餾塔為經設計用於蒸餾含有低沸點、

中間沸點以及高沸點的三個組分的原料的裝置，且在熱力學上類似於佩特柳克蒸餾塔。可將佩特柳克蒸餾塔用作分隔壁蒸餾塔的替代物。舉例而言，佩特柳克蒸餾塔經設計以首先藉由添加萃取溶劑來在萃取塔中分離低沸點材料及高沸點材料，且藉由將萃取塔的塔頂部區引入至蒸餾區的進料塔板中來在蒸餾區中分離低沸點材料、中間沸點材料以及高沸點材料。分隔壁蒸餾塔為其中藉由安設分隔壁來將萃取區及蒸餾區整合於塔內部的類型。包含使用分隔壁蒸餾塔或佩特柳克蒸餾塔的萃取步驟及純化步驟的本揭露內容可以高純度回收 NMP 及萃取溶劑。此方法為簡單且極經濟的。藉由使用分隔壁蒸餾塔或佩特柳克蒸餾塔，有可能減小蒸餾塔的數目（減少蒸餾塔的殼體、加熱器、冷凝器或內部部件），此降低蒸餾廠的初始投入及複雜度。此外，能量消耗可顯著降低。

【0027】 特定而言，不同於佩特柳克蒸餾塔，分隔壁蒸餾塔不能靈活改變操作條件，此是由於一旦決定設計則無法控制內部環流流動。因此，在蒸餾塔的初始設計階段中，需要精確模擬各種干擾且決定能夠容易地控制的控制結構。特定而言，取決於待蒸餾的化合物的性質，應專門改變諸如蒸餾塔的塔板數以及進料塔板及外流塔板的方位的設計結構，以及諸如蒸餾溫度、壓力以及回流比的操作條件。因此，如上文所描述，本揭露內容可提供經設計以以高純度及高效率分離用於聚苯硫醚聚合製程中的溶劑的分隔壁蒸餾塔的操作條件，以便節省能量且降低設備成本。

【0028】 在一個實例中，本揭露內容的分隔壁蒸餾塔可具有如圖 1 中所繪示的結構。如圖 1 中所繪示，例示性分隔壁蒸餾塔由分隔壁（107）分隔。此外，分隔壁蒸餾塔的内部可分隔成包含分隔壁

的中間區，以及未包含分隔壁的上部區及下部區，如圖 1 中所繪示。此外，中間區可分隔成由分隔壁分隔的萃取區及蒸餾區。舉例而言，分隔壁蒸餾塔可分隔成塔頂部區（自其中排放低沸點組分的流）、塔底部區（自其中排放高沸點組分的流）、萃取區（自其中用萃取溶劑萃取及分離含有水及醃胺類混合物的混合溶液）以及蒸餾區（自其中將萃取溶劑萃取及分離至中間流中）。分隔壁蒸餾塔的術語「塔頂部區」是指分隔壁蒸餾塔的頂部部分，且可包含於上文所描述的分隔壁蒸餾塔的上部區中。此外，分隔壁蒸餾塔的術語「塔底部區」是指分隔壁蒸餾塔的底部部分，且可包含於上文所描述的分隔壁蒸餾塔的下部區中。本文中，塔底部區可基於分隔壁的向下延長線進一步分隔成對應於萃取區的區及對應於蒸餾區的區。除非在本揭露內容中以其它方式定義，否則以與塔頂部區相同的意義使用上部區，且以與塔底部區相同的意義使用下部區。

【0029】 在本揭露內容的分隔壁蒸餾塔中，萃取區與蒸餾區可藉由分隔壁彼此分離或隔離。因此，有可能防止萃取區中的流與蒸餾區中的流彼此混合。用於本揭露內容中的術語「分離或隔離」是指其中由分隔壁分離的區中的每一者中的流獨立地流動或存在於區中的每一者中的狀態。特定而言，分隔壁蒸餾塔可以以下方式經組態：將萃取區及蒸餾區包含為單獨的塔，且萃取區及蒸餾區的上部流與下部流在分離流中彼此連接。在一個實例中，分隔壁蒸餾塔的分隔壁位於分隔壁蒸餾塔的中間區中。具體而言，分隔壁蒸餾塔的分隔壁可定位於基於塔頂部區計算出的總理論塔板數的約 20%至約 50%或約 25%至約 45%處。術語「理論塔板數」是指其中諸如氣相及液相的兩個相在分隔壁蒸餾塔中彼此建立平衡的假想區或

塔板的數目。當分隔壁在以上範圍內定位於分隔壁蒸餾塔內部時，有可能有效防止萃取區中的流與蒸餾區中的流彼此混合。

【0030】 在本揭露內容的一個實施例中，分隔壁蒸餾塔包含進料口，將含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑引入至所述進料口中。萃取區的進料口可由一個口構成，使得共同引入混合溶液及萃取溶劑，或可由兩個或大於兩個口構成：將含有水及醯胺類化合物的混合溶液引入至其中的第一進料口；以及將萃取溶劑引入至其中的第二進料口。經由進料口，將含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑引入至分隔壁蒸餾塔的萃取區中。

【0031】 本文中，萃取區的進料口可定位於基於蒸餾塔的塔頂部區計算出的理論塔板數的 2%至 98%處。當萃取區的進料口由兩個或大於兩個口（將含有水及醯胺類化合物的混合溶液引入至其中的第一進料口以及將萃取溶劑引入至其中的第二進料口）構成時，將含有水及醯胺類化合物的混合溶液引入至其中的第一進料口（參見圖 1 中的流 101 及流 101i）定位於基於蒸餾塔的塔頂部區計算出的理論塔板數的 20%或小於 20%處或 2%至 20%處，或 10%或小於 10%處或 2%至 10%處，且將萃取溶劑引入至其中的第二進料口（參見圖 1 中的流 102 及流 102i）定位於基於塔頂部區計算出的理論塔板數的 80%或大於 80%處或 80%至 98%處，或 90%或大於 90%處或 90%至 98%處。

【0032】 特定而言，本揭露內容自由聚芳硫醚（PAS）製造製程生成的含有各種無機鹽及雜質的廢液高效地分離諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮的醯胺類化合物。因此，引入至分隔壁蒸餾塔的萃取區中的混合溶液可進一步含有由下述者所組成的族群中選出的至少一者

以及水及醃胺類化合物：鹼金屬的硫氫化物、鹼金屬的硫化物、鹼金屬的鹵化物、二鹵代芳族化合物以及聚芳硫醚。具體而言，混合溶液可進一步含有由下述者所組成的族群中選出的至少一者以及水及醃胺類化合物：氯化鈉 (NaCl)、鄰二氯苯 (o-dichlorobenzene ; o-DCB)、間二氯苯 (m-dichlorobenzene ; m-DCB)、對二氯苯 (p-dichlorobenzene ; p-DCB)、硫化氫鈉 (NaSH)、硫化鈉 (Na₂S) 以及聚苯硫醚 (PPS)。

【0033】 舉例而言，在聚芳硫醚 (PAS) 製造製程中生成的廢液在洗滌之後可含有約 20 重量%至約 70 重量%或約 30 重量%至約 60 重量%的諸如 NMP 的醃胺類化合物，以及約 30 重量%至約 80 重量%或約 40 重量%至約 70 重量%的含氯化鈉 (NaCl) 鹽水。此外，廢液可進一步含有在按溶液介質的總重量計約 10 重量%內或約 5 重量%內的包含 p-DCB、NaSH、Na₂S 以及分散的 PPS 微粒的其他雜質。其他雜質包含 2-吡咯啉酮、1-甲基-2,5-吡咯啉酮、3-氯-N-甲基苯胺等，且可包含其中的一或多者。

【0034】 本文中，醃胺類化合物的具體實例可包含：醃胺化合物，諸如 N,N-二甲基甲醃胺或 N,N-二甲基乙醃胺；吡咯啉酮化合物，諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 或 N-環己基-2-吡咯啉酮；己內醃胺化合物，諸如 N-甲基-ε-己內醃胺；咪唑啉酮化合物，諸如 1,3-二烷基-2-咪唑啉酮；脲化合物，諸如四甲基脲；磷酸醃胺化合物，諸如六甲基磷酸三醃胺；以及類似者，且醃胺類化合物可包含其中的一或多者。

【0035】 此外，萃取溶劑 (其與含有水及醃胺類化合物的混合溶液一起添加至分隔壁蒸餾塔的萃取區以進行萃取製程) 可為不可溶

於水且比水的沸點更高並比諸如 NMP 的醯胺類化合物的沸點更低的材料。具體而言，萃取溶劑的沸點可為約 200°C 或小於 200°C 或約 55°C 或約 200°C、約 180°C 或小於 180°C 或約 58°C 至約 180°C，或約 160°C 或小於 160°C 或約 60°C 至約 160°C。萃取溶劑較佳地不溶解於水中，以便自水溶液有效地液/液萃取醯胺類化合物，且沸點較佳地為約 200°C 或小於 200°C 以在後續蒸餾製程中與醯胺類化合物容易地分離。

【0036】 此外，萃取溶劑可為由下述者所組成的族群中選出的至少一者：具有 1 個至 20 個碳原子的芳族或脂族烴化合物，以及其中烴的至少一個氫經諸如氯（chlorine；Cl）的鹵素元素取代的化合物。萃取溶劑可包含苯（C₆H₆）、氯苯（C₆H₅Cl）、三氯甲烷（CHCl₃）等，且可為其中的一或多者。

【0037】 以按含有水及醯胺類化合物的混合溶液的總重量的 100 重量份計約 100 重量份至 300 重量份、約 110 重量份至 280 重量份或約 120 重量份至 250 重量份的量添加萃取溶劑。

【0038】 本揭露內容在蒸餾塔的前區中使用如上文所描述的萃取溶劑，且在同一蒸餾塔的後區中蒸餾所分離的萃取物，藉此以高純度分離醯胺類化合物，同時最小化總能量消耗。

【0039】 舉例而言，在第一步驟中，可在室溫及正常壓力條件下將含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑添加至蒸餾塔。本文中，室溫可為約 20°C 至約 30°C，且正常壓力可意指大氣壓，所述大氣壓為約 0.8 公斤力/平方公分至 1.2 公斤力/平方公分。

【0040】 在本揭露內容的一個實施例中，在將含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑添加至分隔壁蒸餾塔的萃取區之

後，藉由萃取製程將醯胺類化合物及萃取溶劑分離及排放至萃取區的上部流中。接著，將水分離至萃取區的下部流中且排放至位於蒸餾塔的塔底部區中的萃取區側上的第一外流口（參見圖 1 中的流 106 及外流口 106o）（第二步驟）。

【0041】 此時，在第二步驟中，萃取製程可由約 3 個至約 10 個塔板、較佳地約 4 個至約 7 個塔板或約 5 個至約 6 個塔板構成。萃取製程的平衡塔板數根據溶質的萃取的所需程度來判定且可基於自給定溶劑與進料比推導出的平衡塔板數來設定。此外，可在大氣條件下在約 20°C 至 30°C 下進行萃取製程。然而，與萃取製程相關的具體製程條件可取決於水及醯胺類化合物的組成及流動速率以及萃取溶劑的類型及量來改變。

【0042】 同時，將經由萃取區中的液/液分離而分離至下部流中的水分離及排放至位於蒸餾塔的塔底部區中的萃取區側上的第一外流口（參見圖 1 中的 106o），且可排放至蒸餾塔的外部或再循環至第一步驟的混合溶液。本文中，自位於蒸餾塔的塔底部區中的萃取區側上的第一外流口排放的總組分中的水的含量可為約 90 重量%或大於 90 重量%或約 90 重量%至約 99.9 重量%，或約 95 重量%或大於 95 重量%或約 95 重量%至約 99.9 重量%。本文中，自位於蒸餾塔的塔底部區中的萃取區側上的第一外流口排放的總組分中的不同於水的殘餘量可為醯胺類化合物。

【0043】 位於蒸餾塔的塔底部區中的萃取區側上的第一外流口由一個口或兩個或大於兩個口構成，使得可根據下部流中的水的含量將水分別排放至外部或再循環至第一步驟的混合溶液。

【0044】 此外，本揭露內容可藉由最佳化萃取區中的萃取塔板數

及蒸餾區中的理論塔板數來組態。並且，本揭露內容可經組態以使得可藉由最佳化諸如蒸餾區中的蒸餾溫度及回流比的製程條件來儘可能多地將萃取區中的液/液分離的水經由位於蒸餾塔的塔底部區中的蒸餾區側上的第四外流口（參見圖 1 中的 105o）排放至外部（不排放至由分隔壁分離的諸如蒸餾區或萃取區的區）。此時，可將萃取區的下部流（參見圖 1 中的 106）在不遭遇蒸餾區的情況下排放至外部作為純水。

【0045】 在本揭露內容的一個實施例中，將萃取區的上部流及下部流中的至少一者引入至蒸餾塔的蒸餾區中，接著將萃取溶劑分離至蒸餾區的上部流中且排放至蒸餾塔的塔頂部區的第二外流口（參見圖 1 中的流 103 及外流口 103o），接著將水分離至蒸餾區的中間流中且排放至蒸餾區的第三外流口（參見圖 1 中的流 104 及外流口 104o），且接著將醃胺類化合物分離至萃取區的下部流中且排放至位於蒸餾塔的塔底部區中的蒸餾區側上的第四外流口（參見圖 1 中的流 105 及外流口 105o）（第三步驟）。

【0046】 在第三步驟中，蒸餾製程的理論塔板數可為約 9 個至約 25 個、約 12 個至約 20 個，或約 14 個至約 16 個。可考慮到原料的組成基於自蒸餾曲線推導出的理論塔板數來設定蒸餾區的理論塔板數。

【0047】 在蒸餾區中，排放主要含有萃取溶劑的餾出物的第二外流口（參見圖 1 中的 103o）位於塔頂部區中，且排放主要含有醃胺類化合物的餾出物的第四外流口（參見圖 1 中的 105o）位於塔底部區中。此外，排放主要含有蒸餾塔的中間區中的水的餾出物的第三外流口（參見圖 1 中的 104o）可定位於基於塔頂部區計算出

的理論塔板數的約 40%至約 65%或約 45%至約 60%處。本文中，可將自塔頂部區中的第二外流口（參見圖 1 中的 103o）排放的主要含有萃取溶劑的餾出物分別排放至外部或再循環至萃取區。此時，可將自第二外流口排放的流的一部分經由冷凝器（參見圖 1 中的 108）及額外進料口引入至分隔壁蒸餾塔的塔頂部區中以用於再循環（參見圖 1 中的 103i）。此外，可將自蒸餾塔的中間區中的蒸餾區的第三外流口（參見圖 1 中的 104o）排放的主要含有水的餾出物分別排放至外部或再循環至第一步驟的混合溶液。此外，可將自塔頂部區中的第四外流口（參見圖 1 中的 105o）排放的主要含有醯胺類化合物的餾出物分別排放至外部或再循環至蒸餾區。此時，可將自第四外流口排放的流的一部分經由冷凝器（參見圖 1 中的 109）及額外進料口引入至分隔壁蒸餾塔的塔底部區中以用於再循環（參見圖 1 中的 105i）。

【0048】 在蒸餾製程之後，自蒸餾塔的塔頂部區中的第二外流口排放的總組分中的醯胺類化合物的含量可為約 10 重量%或小於 10 重量%或約 0.1 重量%至約 10 重量%，或約 5 重量%或小於 5 重量%或約 0.1 重量%至約 5 重量%。本文中，自蒸餾塔的塔頂部區中的第二外流口排放的總組分中的不同於醯胺類化合物的殘餘量可為萃取溶劑或萃取溶劑與水的混合物。可將自塔頂部區中的外流口排放的餾出物分別排放至外部或再循環至萃取區或蒸餾區。此外，自位於蒸餾塔的塔底部區中的蒸餾區側上的第四外流口排放的總組分中的醯胺類化合物的含量可為約 90 重量%或大於 90 重量%或約 90 重量%至約重量%，或約 95 重量%或大於 95 重量%或約 95 重量%至約 99.9 重量%。本文中，自位於蒸餾塔的塔底部區

中的萃取區側上的第一外流口排放的總組分中的不同於醃胺類化合物的殘餘量可為水。

【0049】 位於蒸餾塔的塔頂部區中的、塔底部區中的以及中間區中的蒸餾區側上的外流口由一個口或兩個或大於兩個口構成，使得可根據餾出物的組成將餾出物排放至外部或再循環至萃取區或蒸餾區。

【0050】 此外，可將蒸餾塔內部的溫度及壓力條件控制至具體範圍，以便在如上文所描述的塔頂部區中及塔底部區中自含有水及醃胺類化合物的混合溶液以具體含量範圍排放醃胺類化合物。

【0051】 可將分隔壁蒸餾塔的塔頂部區的溫度調整至約 50°C 至約 90°C、約 50°C 至約 80°C，或約 50°C 至約 65°C。可將分隔壁蒸餾塔的塔底部區的溫度調整至約 180°C 至約 220°C、約 185°C 至約 215°C，或約 190°C 至約 210°C。

【0052】 此時，可在不具有單獨的減壓或加壓條件的情況下在大氣壓下進行第三步驟的蒸餾製程。

【0053】 分隔壁蒸餾塔的塔頂部流中的流動回至分隔壁蒸餾塔的塔頂部區的塔頂部流的回流比為約 1.0 或小於 1.0 或約 0.1 至 1.0、約 0.8 或小於 0.8 或約 0.15 至 0.8，或約 0.6 或小於 0.6 或約 0.2 至 0.6。本文中，「回流比」意謂回流流動速率（公斤/小時）相對於自蒸餾塔流出的外流流動速率（公斤/小時）的比。

【0054】 舉例而言，在一個蒸餾塔中進行第二步驟的萃取製程及第三步驟的蒸餾製程，且將相同的溫度、壓力以及回流比應用於蒸餾塔的塔頂部區及塔底部區。

【0055】 同時，根據本揭露內容的另一實施例，提供一種可用於如

上文所描述的方法中的用於回收醃胺類化合物的裝置。

【0056】 用於回收醃胺類化合物的裝置包含具有分隔壁的蒸餾塔；其中蒸餾塔分隔成其中未定位分隔壁的塔頂部區及塔底部區以及在其中定位分隔壁的中間區，且中間區分隔成由分隔壁分隔的萃取區及蒸餾區；其中萃取區包含用於引入含有水及醃胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑的至少一個進料口（參見圖 1 中的 101i 及 102i），以及用於排放含有水的液/液分離溶液的至少一個第一外流口（參見圖 1 中的 106o）；且蒸餾區側上的外流口由三個流組成且包含用於排放含有萃取溶劑的上部流的分離溶液的至少一個第二外流口（參見圖 1 中的 103o）、用於排放含有水的中間流的分離溶液的至少一個第三外流口（參見圖 1 中的 104o），以及用於排放含有醃胺類化合物的下部流的分離溶液的至少一個第四外流口（參見圖 1 中的 105o）。

【0057】 具體而言，用於回收醃胺類化合物的裝置的特徵在於，將含有水及醃胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑引入至萃取區中的進料口中，且如下分離及排放所引入的混合溶液及萃取溶劑：將醃胺類化合物及萃取溶劑分離及排放至萃取區的上部流中，且將水分離至萃取區的下部流中且排放至位於蒸餾塔的塔底部區中的萃取區側上的第一外流口。此外，用於回收醃胺類化合物的裝置的特徵在於，將萃取區的上部流及下部流中的至少一者引入至蒸餾塔的蒸餾區中，將萃取溶劑分離至蒸餾區的上部流中且排放至蒸餾塔的塔頂部區的第二外流口，將水分離至蒸餾區的中間流中且排放至蒸餾區的第三外流口，且將醃胺類化合物分離至蒸餾區的下部流中且排放至位於蒸餾塔的塔底部區中的蒸餾區側上的第四

外流口。

【0058】 特定而言，根據本揭露內容的用於回收醃胺類化合物的裝置由包含萃取區及蒸餾區的蒸餾塔構成，藉此最小化用於純化製程中的蒸餾塔（蒸餾塔的殼體、加熱器、冷凝器或內部部件）的數目。因此，可藉由簡化純化製程及最小化能量消耗來最大化總體製程效率。此可降低蒸餾製程的初始投入及複雜度且顯著降低能量消耗。

【0059】 在本揭露內容的另一實施例中，分隔壁蒸餾塔及與分隔壁、進料口、外流口、水、醃胺類化合物、萃取溶劑以及類似者相關的特徵的組態如上文所描述，且將省略對其的詳細描述。

【0060】 用於回收醃胺類化合物的裝置可進一步包含冷凝器、再沸器以及類似者。「冷凝器」為與蒸餾塔分離地安設的元件，且可指用於藉由與自外部引入的冷卻水接觸來冷卻自主塔排放的材料之元件。舉例而言，在圖 1 中所示出的用於回收醃胺類化合物的裝置中，冷凝器（108）可為用於冷凝自分隔壁蒸餾塔的塔頂部區排放的塔頂部流（103）的元件。此外，「再沸器」為安設於蒸餾塔外部的加熱元件，且其可指用於再加熱及蒸發具有高沸點的流的元件。舉例而言，在圖 1 中所示出的用於回收醃胺類化合物的裝置中，再沸器（109）可為用於加熱自位於分隔壁蒸餾塔的塔底部區中的蒸餾區側上的外流口排放的塔底部流（105）的元件。

【0061】 可藉由額外提供已知可用於萃取或蒸餾元件中的通常可改變的元件來修改用於回收醃胺類化合物的裝置。

【0062】 同時，根據本揭露內容的另一實施例，提供一種包含如上文所描述的醃胺類化合物的回收步驟的聚芳硫醚的製備方法。

【0063】 聚芳硫醚的製備方法包含以下步驟：藉由使鹼金屬的硫化物及鹼金屬的氫氧化物在水與醯胺類化合物的混合溶劑中脫水來製備包括鹼金屬的硫化物及水與醯胺類化合物的混合溶劑的硫源（製造製程的第一步驟）；藉由將二鹵代芳族化合物及醯胺類化合物添加至含有硫源的反應器且進行聚合反應來製備聚芳硫醚（製造製程的第二步驟）；用由下述者所組成的族群中選出的至少一者洗滌含有聚芳硫醚的聚合反應產物：醯胺類化合物及水（製造製程的第三步驟）；將在洗滌步驟中獲得的含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑引入至蒸餾塔的萃取區中，其中蒸餾塔具有分隔壁，且所述蒸餾塔分隔成其中未定位分隔壁的塔頂部區及塔底部區以及在其中定位分隔壁的中間區，其中中間區分隔成由分隔壁分隔的萃取區及蒸餾區（製造製程的第四步驟）；將醯胺類化合物及萃取溶劑分離及排放至蒸餾塔中的萃取區的上部流中，隨後將水分離至萃取區的下部流中且排放至位於蒸餾塔的塔底部區中的萃取區側上的第一外流口（製造製程的第五步驟），以及將萃取區的上部流及下部流中的至少一者引入至蒸餾塔的蒸餾區中，隨後將萃取溶劑分離至蒸餾區的上部流中且排放至蒸餾塔的塔頂部區的第二外流口，將水分離至蒸餾區的中間流中且排放至蒸餾區的第三外流口，且將醯胺類化合物分離至蒸餾區的下部流中且排放至位於蒸餾塔的塔底部區中的蒸餾區側上的第四外流口（製造製程的第六步驟）。

【0064】 將在每一步驟中描述根據本揭露內容的另一實施例的聚芳硫醚的製備方法。

【0065】 上述第一步驟為製備硫源。

【0066】 藉由使鹼金屬的硫氫化物及鹼金屬的氫氧化物在水與醯胺類化合物的混合溶劑中脫水來製備硫源。因此，硫源可包含在脫水之後剩餘的水與醯胺類化合物的混合溶劑，以及藉由鹼金屬的硫氫化物與鹼金屬的氫氧化物的反應來製備的鹼金屬的硫化物。

【0067】 同時，可取決於用於反應中的鹼金屬的硫氫化物的類型來決定鹼金屬的硫化物。所述鹼金屬的硫化物的具體實例包含硫化鋰、硫化鈉、硫化鉀、硫化銣以及硫化銇，且可使用其中的任一者或兩者或大於兩者的混合物。

【0068】 可用於藉由使鹼金屬的硫氫化物與鹼金屬的氫氧化物反應來製備硫源的鹼金屬的硫氫化物的具體實例包含硫氫化鋰、硫氫化鈉、硫氫化鉀、硫氫化銣、硫氫化銇以及類似者。可使用其中的任一者或兩者或大於兩者的混合物，且可使用其酞或水合物。

【0069】 鹼金屬的氫氧化物的具體實例包含氫氧化鋰、氫氧化鈉、氫氧化鉀、氫氧化銣、氫氧化銇以及類似者，且可使用其中的任一者或兩者或大於兩者的混合物。可以按鹼金屬的硫氫化物的 1 當量計 0.90 當量至 2.0 當量、更具體而言 1.0 當量至 1.5 當量、且更特定而言 1.0 當量至 1.2 當量的量使用鹼金屬的氫氧化物。

【0070】 在本揭露內容中，當量是指莫耳當量（當量/莫耳）。

【0071】 另外，在藉由鹼金屬的硫氫化物與鹼金屬的氫氧化物反應來製備硫源時，可添加能夠在短時間段內促進聚合反應且提高聚芳硫醚的聚合度的鹼金屬的有機酸鹽作為聚合助劑。鹼金屬的有機酸鹽的具體實例包含醋酸鋰、醋酸鈉以及類似者，且可使用其中的任一者或兩者或大於兩者的混合物。可以按鹼金屬的硫氫化物的 1 當量計約 0.01 當量至 1.0 當量、具體而言約 0.01 當量至 0.8

當量、且更具體而言約 0.05 當量至 0.5 當量的量使用鹼金屬的有機酸鹽。

【0072】 鹼金屬的硫氫化物與鹼金屬的氫氧化物之間的反應可在水與醯胺類化合物的混合溶劑中進行。醯胺類化合物的具體實例包含：醯胺化合物，諸如 N,N-二甲基甲醯胺或 N,N-二甲基乙醯胺；吡咯啉酮化合物，諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）或 N-環己基-2-吡咯啉酮；己內醯胺化合物，諸如 N-甲基- ϵ -己內醯胺；咪唑啉酮化合物，諸如 1,3-二烷基-2-咪唑啉酮；脲化合物，諸如四甲基脲；磷酸醯胺化合物，諸如六甲基磷酸三醯胺；以及類似者，且可使用其中的任一者或兩者或大於兩者的混合物。其中，考慮到作為用於製備聚芳硫醚的聚合溶劑的反應效率及共溶劑效應，醯胺類化合物可較佳地為 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）。

【0073】 可以按醯胺類化合物的 1 當量計約 1 當量至 8 當量、具體而言約 1.5 當量至 5 當量、且更具體而言約 2.5 當量至 5 當量的量使用水。

【0074】 同時，在第一步驟中，可藉由使含有鹼金屬的硫氫化物、鹼金屬的氫氧化物以及類似者的反應物脫水來製備鹼金屬的硫化物。本文中，可藉由在約 130°C 至 205°C 的溫度下以 100 轉/分鐘至 500 轉/分鐘攪拌來進行脫水反應。更具體而言，可藉由在約 175°C 至 200°C 的溫度下以 100 轉/分鐘至 300 轉/分鐘攪拌來進行脫水反應。脫水反應可進行約 30 分鐘至 6 小時，或約 1 小時至 3 小時。

【0075】 在脫水反應期間，可藉由蒸餾或類似者來移除反應物中的諸如水的溶劑，且可排放醯胺類化合物中的一些以及水。此外，含於硫源中的硫中的一些可在脫水反應期間藉由熱與水反應，且

可揮發為硫化氫氣體。

【0076】 由於鹼金屬的硫化物、鹼金屬的氫氧化物以及鹼金屬鹽的反應，鹼金屬的硫化物以固相沈澱於水與醯胺類化合物的混合溶劑中。因此，當將藉由使鹼金屬的硫化物與鹼金屬的氫氧化物反應來製備的硫源用作根據本揭露內容的聚芳硫醚的製備中的硫源時，硫源的莫耳比是指在反應期間引入的鹼金屬的硫化物的莫耳比。

【0077】 隨後，為了自因以上反應產生的含有鹼金屬的硫化物的反應產物移除諸如水的溶劑，進行脫水製程。可根據所屬技術領域中熟知的方法來進行脫水製程。條件不受特定限制，且具體製程條件如上文所描述。

【0078】 另外，在脫水反應期間，含於硫源中的硫與水反應以產生硫化氫及鹼金屬的氫氧化物，且所生成的硫化氫揮發。因此，可藉由在脫水反應期間揮發出系統的硫化氫來減少在脫水反應之後在系統中剩餘的硫源中的硫的量。舉例而言，當使用主要含有鹼金屬的硫化物的硫源時，在脫水反應之後在系統中剩餘的硫的量等於所引入硫源中的硫的莫耳量減去揮發出系統的硫化氫的莫耳量。因此，有必要根據揮發出系統的硫化氫的量來量化在脫水反應之後含於在系統中剩餘的硫源中的有效硫的量。具體而言，進行脫水反應直至水與 1 莫耳的有效硫的莫耳比為 1 至 5、具體而言為 1.5 至 4、更具體而言為 1.75 至 3.5 為止。當硫源中的水含量因脫水反應而過度減小時，可在聚合製程之前添加水以調整水含量。

【0079】 因此，藉由鹼金屬的硫化物與鹼金屬的氫氧化物的反應及如上文所描述的脫水來製備的硫源可包含水與醯胺類化合物

的混合溶劑以及鹼金屬的硫化物，且可以按含於硫源中的硫的 1 莫耳計 1.75 至 3.5 的莫耳比包含水。此外，硫源可進一步包含藉由硫與水的反應來製備的鹼金屬的氫氧化物。

【0080】 根據本揭露內容的一個實施例，第二步驟為使硫源與二鹵代芳族化合物聚合以製備聚芳硫醚。

【0081】 可用於聚芳硫醚的製備的二鹵代芳族化合物為其中芳環的兩個氫原子經鹵素原子取代的化合物。所述二鹵代芳族化合物的具體實例包含鄰二鹵代苯、間二鹵代苯、對二鹵代苯、二鹵代甲苯、二鹵代萘、二鹵代聯苯、二鹵代苯甲酸、二鹵代二苯醚、二鹵代二苯磺、二鹵代二苯亞磺以及二鹵代二苯酮，且可使用其中的任一者或兩者或大於兩者的混合物。在二鹵代芳族化合物中，鹵素原子可為氟、氯、溴或碘。其中，可較佳地使用對二氯苯（p-DCB）以便提高反應性且抑制聚芳硫醚的製備中的副反應。

【0082】 可以按硫源的 1 當量計約 0.8 當量至 1.2 當量的量添加二鹵代芳族化合物。當在以上範圍內添加二鹵代芳族化合物時，可在不降低所製備的聚芳硫醚的熔化黏度及增大存在於聚芳硫醚中的氯的含量的情況下獲得具有極佳物理性質的聚芳硫醚。考慮到控制硫源及二鹵代芳族化合物的添加量的極佳效應，可以約 0.9 當量至 1.1 當量的量添加二鹵代芳族化合物。

【0083】 另外，可在第二步驟之前進一步包含將含有硫源的反應器的溫度降低至約 150°C 至 200°C 的溫度的步驟以防止二鹵代芳族化合物汽化。

【0084】 另外，可在醯胺類化合物的溶劑中進行硫源與二鹵代芳族化合物的聚合反應，所述溶劑為極性非質子性有機溶劑且在高

溫下穩定為鹼。

【0085】 醯胺類化合物的具體實例如上文所描述，且考慮到反應效率，諸如 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）或 N-環己基-2-吡咯啉酮的吡咯啉酮化合物為較佳的。

【0086】 由於在第一步驟中含於硫源中的醯胺類化合物充當共溶劑，故可在第二步驟中以存在於聚合系統中的水（H₂O）與醯胺類化合物的約 0.85 或大於 0.85 的莫耳比（水/醯胺類化合物的比）添加醯胺類化合物。

【0087】 在聚合反應期間，可以不降低待最終製備的聚芳硫醚的物理性質及良率的量進一步添加用於控制聚合反應或分子量的諸如分子量調節劑、交聯劑以及類似者的其他添加劑。

【0088】 可在約 200°C 至 300°C 下進行硫源與二鹵代芳族化合物的聚合反應。或者，可在多個步驟中進行聚合反應，在上文所提到的溫度範圍內改變溫度。具體而言，在約 200°C 或大於 200°C 且小於 250°C 下的第一聚合反應之後，可在高於第一聚合反應的溫度的溫度下（具體而言在約 250°C 至 300°C 下）進行第二聚合反應。

【0089】 同時，根據本揭露內容的一個實施例的製造製程的第三步驟為使用由醯胺類化合物及水所組成之族群中選出的至少一者來洗滌聚合反應產物以移除在聚合之後生成的雜質的步驟，所述雜質例如寡聚物或諸如氯化鈉（NaCl）的鹼金屬的鹵化物。

【0090】 醯胺類化合物的具體實例如上文所描述，且考慮到洗滌效率，醯胺類化合物可較佳地為 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）。

【0091】 可根據所屬技術領域中熟知的方法來進行使用醯胺類化合物或水的此洗滌製程，且條件不受特定限制。

【0092】 此外，藉由洗滌製程來獲得的混合溶液可在經注入至稍後將描述的蒸餾塔之前進一步經歷過濾步驟以便移除寡聚物、諸如氯化鈉 (NaCl) 的鹼金屬的鹵化物、分散的聚芳硫醚顆粒 (精細粉末) 或類似者。可根據所屬技術領域中熟知的方法來進行此過濾製程，且條件不受特定限制。

【0093】 同時，根據本揭露內容的一個實施例的製造製程的第四步驟至第六步驟是關於自在洗滌製程中獲得的水與醯胺類化合物的混合溶液分離及回收醯胺類化合物的製程及類似者。

【0094】 在本揭露內容的另一實施例中，與自水與醯胺類化合物的混合溶液分離及回收醯胺類化合物的製程相關的特徵如上文所描述，且將省略對其的詳細描述。

【0095】 可將以下實例稱為聚芳硫醚的具體製備方法及用於回收醯胺類化合物的具體方法。然而，聚芳硫醚的製備方法或用於回收醯胺類化合物的方法不限於此描述。製備方法及回收方法可進一步包含通常在本發明的所屬技術領域中進行的步驟，且可藉由通常可改變的步驟來改變製備方法的步驟。

【0096】 在下文中，將參看以下較佳實例來更詳細地描述本發明。然而，此等實例僅出於示出性目的，且不意欲藉由此等實例限制本發明。

[實例]

<聚芳硫醚的製備>

製備實例 1

【0097】 藉由以 1 : 1.05 的比混合 70% 硫氫化鈉 (NaSH) 與氫氧化鈉 (NaOH) 來製備硫化鈉以製備 PPS 聚合物。此時，將 0.33 當

量的醋酸鈉 (CH_3COONa) 粉末、1.65 當量的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 以及 4.72 當量的去離子水 (DI 水 (deionized water; DI water)) 添加至反應器。本文中，當量是指莫耳當量 (當量/莫耳)。此時，首先添加固態反應劑，隨後添加 NMP、DI 水。接著，在約 150 轉/分鐘下攪拌反應器且加熱至約 215°C 以脫水。此後，將比硫化鈉多 1.04 倍當量的對二氯苯 (p-DCB) 及 1.65 當量的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 添加至反應器。此後，將反應混合物加熱至約 230°C 且反應約 2 小時作為前方反應，且進一步加熱至約 255°C 並反應約 2 小時作為後方反應，隨後添加蒸餾水且攪拌 2 小時或大於 2 小時以獲得 PPS 聚合物作為反應產物。

【0098】 在聚合製程完成之後，在約 90°C 下用 DI 水及 NMP 洗滌反應產物一次，以便移除殘餘的未反應物質或副產物，且接著過濾。此等洗滌及過濾製程重複兩次或大於兩次，且回收最終產物 (其為直鏈聚苯硫醚 (PPS)) 及作為洗滌之後的廢液的含有 NMP 的水介質。

【0099】 本文中，洗滌之後的廢液含有鹽水 (NaCl 水溶液)，所述鹽水為含有 NMP 的水介質，其中 NMP 的組成為約 20 重量%至 70 重量%且含有 NaCl 的鹽水的組成為約 30 重量%至 80 重量%。此外，廢液含有在按 NMP 及鹽水的溶劑的總重量計約 10 重量%內的包含諸如 p-DCB、 NaSH 、 Na_2S 、PPS 精細粉末以及 2-吡咯啉酮的精細顆粒的其他雜質。

<N-甲基-2-吡咯啉酮的分離及回收>

實例 1

【0100】 藉由諸如過濾的預處理製程自在製備實例 1 的 PPS 聚合

之後的洗滌製程中獲得的廢液移除諸如 NaCl 及 PPS 的精細粉末。接著，如圖 1 中所繪示，將含有 20 重量%的 NMP 及 80 重量%的水的混合溶液引入至具有分隔壁的分隔壁蒸餾塔中以進行 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程。

【0101】 首先，將廢液（其為含有水及 NMP 的混合溶液）及萃取溶劑引入至設置於分隔壁蒸餾塔的前部中的萃取區中的每一進料口中，且在萃取區中進行萃取製程。本文中，以 700 公斤/小時的流動速率將混合溶液引入至位於分隔壁蒸餾塔的分隔壁（圖 1 中的 107）的前部中的萃取區的頂部中（圖 1 中的流 101），且以 1300 公斤/小時的速率將三氯甲烷（ CHCl_3 ，萃取溶劑）引入至萃取區的底部中（圖 1 中的流 102）。混合溶液及萃取溶劑的溫度為 25°C。此外，以按混合溶液的總重量的 100 重量份計約 185 重量份的量添加萃取溶劑。將混合溶液及萃取溶劑引入至分隔壁蒸餾塔的前部中以進行液/液萃取。

【0102】 萃取區中的萃取製程由 5 個塔板組成且在大氣壓下在約 20°C 至 30°C 下操作。具體而言，萃取區中的塔頂部的溫度為 24.57°C，且塔底部的溫度為 31.74°C。在萃取製程進行時，將低沸點與中間沸點（亦即，水與萃取溶劑）的混合物分離至萃取區的上部流中且移動至塔的頂部，且將高沸點與中間沸點（亦即，NMP 與萃取溶劑）的混合物分離至萃取區的下部流中且移動至塔的底部，隨後引入至分隔壁蒸餾塔の後部中的蒸餾區中。此時，經由位於塔底部區中的萃取區側上的外流口將在萃取區中藉由液/液萃取來分離的水排放至外部（圖 1 中的流 106）。

【0103】 在分隔壁蒸餾塔的蒸餾區中，在大氣壓下進行蒸餾製程。

藉由將自前部的萃取區中的液/液分離而分離的醯胺類化合物與萃取溶劑的混合物引入至具有 15 個理論塔板的分隔壁蒸餾塔的後部的蒸餾區中來進行蒸餾製程。將分隔壁蒸餾塔中的塔頂部區的操作溫度調整成 54.36°C，且將塔底部區的操作溫度調整成 202.12°C。分隔壁蒸餾塔的塔頂部區的回流比為 0.4，且底部速率為 140 公斤/小時（圖 1 中的流 105）。

【0104】 在蒸餾製程進行時，將萃取溶劑主要分離至蒸餾區的上部流中，且排放至蒸餾塔的塔頂部區的第二外流口（圖 1 中的流 103），隨後再循環至萃取步驟。此外，蒸餾區的中間流由主要含有水的餾出物構成（圖 1 中的流 104），且排放至定位於分隔壁蒸餾塔的第 8 個塔板處的蒸餾區的外流口，此可作為原料再循環。將 NMP 分離至蒸餾區的底部流中，排放至位於蒸餾塔的塔底部區中的蒸餾區側上的外流口（圖 1 中的流 105），且接著儲存。本文中，證實塔頂部流（圖 1 中的流 103）中的 NMP 的含量在按含於塔頂部流中的總組分計 0.1 重量%內，且排放至塔的底部的塔底部流（圖 1 中的流 105）中的 NMP 的含量為按含於塔底部流中的總組分計 99.26 重量%（純 NMP，99%或大於 99%）。

【0105】 在進行根據實例 1 的 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程時，將圖 1 的每一流的組成（單位：重量%）、溫度以及總流動速率繪示於下表 1 中。

[表 1]

	根據實例 1 的圖 1 中的每一流的特性					
	流 101	流 102	流 103	流 104	流 105	流 106
NMP (%)	20	無	小於 0.1	6.12	99.26	小於 0.1
水 (%)	80	無	0.34	小於 0.1	小於 0.1	99.14
低沸點萃取	無	100	99.66	93.88	小於 0.1	0.78

溶劑 (%)						
總流動速率 (公斤/小時)	700	1300	1289	10	140	560
溫度 (°C)	25	25	75.3	117.13	99.26	18.15

比較例 1

【0106】藉由諸如過濾的預處理製程自在製備實例 1 的 PPS 聚合之後的洗滌製程中獲得的廢液移除諸如 NaCl 及 PPS 的精細粉末。接著，如圖 2 中所繪示，將含有 19.12 重量%的 NMP 及 80.88 重量%的水的混合溶液引入至習知蒸餾塔中以進行 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程。

【0107】首先，在無單獨萃取溶劑的情況下以 633 公斤/小時的流動速率將含有水及 NMP 的混合溶液 (圖 2 中的流 201) 引入至定位於具有 15 個理論塔板的習知蒸餾塔的第 8 個塔板處的混合溶液進料口中，隨後進行分離製程。此時，在 100.02°C 的塔頂部溫度及 173.88°C 的塔底部溫度下進行蒸餾製程。

【0108】證實塔頂部流 (圖 2 中的流 202) 中的 NMP 的含量為按含於塔頂部流中的總組分計 1 重量%，且塔底部流 (圖 2 中的流 203) 中的 NMP 的含量為按含於塔底部流中的總組分計 98 重量%。

【0109】在根據比較例 1 的藉由在無單獨萃取製程的情況下僅進行蒸餾製程的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程中，將圖 2 的每一流的組成 (單位：重量%)、溫度以及總流動速率繪示於下表 2 中。

[表 2]

	根據比較例 1 的圖 2 中的每一流的特性		
	流 201	流 202	流 203
NMP (%)	19.12	小於 1	98

水 (%)	80.88	99	小於 2
低沸點萃取溶劑 (%)	無	無	無
總流動速率(公斤/小時)	633	510	123
溫度 (°C)	25	100	174

比較例 2

【0110】 藉由諸如過濾的預處理製程自在製備實例 1 的 PPS 聚合之後的洗滌製程中獲得的廢液移除諸如 NaCl 及 PPS 的精細粉末。此後，如圖 3 中所繪示，藉由添加萃取溶劑使含有 20 重量%的 NMP 及 80 重量%的水的混合溶液經歷萃取製程，隨後經歷使用單獨蒸餾裝置的 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程。

【0111】 首先，將含有水及 NMP 的混合溶液（圖 3 中的流 301）以及三氯甲烷（萃取溶劑，圖 3 中的流 302）共同引入至萃取塔中，且在大氣壓下在約 25°C 下進行萃取製程。本文中，以按混合溶液的總重量的 100 重量份計約 185 重量份的量添加萃取溶劑。在經由此萃取製程完成液/液分離之後，以 1439 公斤/小時的流動速率將排放至萃取塔的上部部分的含有 NMP、水以及萃取溶劑的萃取物（圖 3 中的流 304）引入至定位於具有 15 個理論塔板的習知蒸餾塔的第 8 個塔板處的萃取進料口中，隨後進行蒸餾製程。本文中，在大氣壓下在約 203°C 下進行蒸餾製程。

【0112】 同時，將含有大於 99 重量%的水的流出物（圖 3 中的流 303）排放至萃取製程的塔的下部部分。在蒸餾塔中分離引入至蒸餾塔中的 NMP、萃取溶劑以及水。具體而言，將至少 99%的萃取溶劑排放至蒸餾塔的上部流（圖 3 中的流 305）且再循環至萃取步驟，且以 99%的濃度將純 NMP 排放至蒸餾塔的下部流（圖 3 中的流 306）。

【0113】 在根據比較例 2 的在進行藉由添加萃取溶劑的萃取製程

之後的使用單獨蒸餾裝置的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程中，將圖 3 的每一流的組成 (單位：重量%)、溫度以及總流動速率繪示於下表 3 中。

[表 3]

	根據比較例 2 的圖 3 中的每一流的特性					
	流 301	流 302	流 303	流 304	流 305	流 306
NMP (%)	20	無	小於 1	9.7	小於 0.1	99.8
水 (%)	80	無	99	0.3	0.3	小於 0.1
低沸點萃取溶劑 (%)	無	100	小於 1	90	99.7	0.5
總流動速率 (公斤/小時)	700	1300	561	1439	1299	140
溫度 (°C)	25	25	23.53	23.47	54.91	203.63

比較例 3

【0114】 除在不具有萃取區 (其中在前部中進行液/液萃取製程，如在習知方法中) 的情況下僅在分隔壁的前部及後部兩者中進行蒸餾製程之外，在與實例 1 相同的條件下且以與實例 1 中相同的方式使用如圖 4 中所繪示的具有分隔壁的分隔壁蒸餾塔來進行 N-甲基-2-吡咯啉酮的分離及回收製程。

【0115】 具體而言，將廢液 (其為含有水及 NMP 的混合溶液) 及萃取溶劑引入至設置於分隔壁蒸餾塔的前部中的每一進料口中 (圖 4 中的流 401 及流 402)，且在無單獨液/液萃取的情況下在與實例 1 中相同的條件下進行蒸餾製程。將水及萃取溶劑排放至塔頂部區的上部流 (圖 4 中的流 403)，將主要含有萃取溶劑的餾出物排放至中間流 (圖 4 中的流 404)，且將 NMP 及一些水排放至塔底部區的底部流 (圖 4 中的流 405)。本文中，證實塔頂部流 (圖 4 中的流 403) 中的 NMP 的含量在按含於塔頂部流中的總組分計 1 重量%內，此類似於實例 1。然而，排放至塔的底部的塔底部流

(圖 4 中的流 405) 中的 NMP 的含量僅為按含於塔底部流中的總組分計 82.1 重量%。

【0116】 在進行根據比較例 3 的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程時，將圖 4 的每一流的組成 (單位：重量%)、溫度以及總流動速率繪示於下表 4 中。

[表 4]

	根據比較例 3 的圖 4 中的每一流的特性				
	流 401	流 402	流 403	流 404	流 405
NMP (%)	20	無	小於 0.1	1.1	82.10
水 (%)	80	無	77.28	1.4	17.89
低沸點萃取溶劑 (%)	無	100	22.71	97.5	小於 0.1
總流動速率 (公斤/小時)	700	1550	1570	540	140
溫度 (°C)	25	25	75.3	110.41	144.90

<實驗實例 1>

【0117】 在根據實例 1 及比較例 1 至比較例 2 的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程中，藉由以下方法評估能量消耗及最終產物的純度，且結果繪示於下表 5 中。

1) 總能量消耗 ($\times 10^6$ 千焦/小時)

【0118】 針對等效原料輸入及最終所回收產物的純度來隨時間推移量測在實例及比較例的回收製程中所使用的總能量消耗。

2) 最終所回收產物的純度 (%)

【0119】 針對等效原料輸入來量測最終所回收產物中的 NMP 及水的純度 (%)。

[表 5]

	比較例 1	比較例 2	實例 1
總能量消耗 ($\times 10^6$ 千焦/小時)	1.03	3.78	0.9
所回收產物 NMP (%)	99	98	99

物的純度	水 (%)	99	99	99
------	-------	----	----	----

【0120】 如表 5 中所繪示，證實相較於在比較例 1 至比較例 2 的使用蒸餾裝置的回收製程中所使用的總能量消耗，在根據本揭露內容的實例 1 的回收製程中所使用的總能量消耗顯著減小。

【0121】 具體而言，當使用根據本揭露內容的實例 1 的分隔壁蒸餾塔來分離 NMP 與水時，相較於根據比較例 1 的以習知方式使用蒸餾塔的回收製程，總能量消耗減小了約 0.13×10^6 千焦/小時，此為約 12.6%。此外，相較於根據比較例 2 的在其中分別操作萃取製程及蒸餾製程的回收製程，根據實例 1 的回收製程使總能量消耗減小了約 2.88×10^6 千焦/小時，此為約 76.2%。

實例 2

【0122】 除在如下表 6 中所繪示的條件下在 45°C、3.5 個標準大氣壓下將含有 140 公斤/小時的 NMP 及 560 公斤/小時的水的廢液注入於送至分隔壁蒸餾塔的進料流中且在 55°C、3.5 個標準大氣壓下將 4800 公斤/小時的氯苯 (C_6H_5Cl) 注入於萃取溶劑流中之外，在與實例 1 相同的條件下且以與實例 1 中相同的方式進行 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程。本文中，分隔壁蒸餾塔具有五個塔板的萃取區及 15 個塔板的蒸餾區，且回流比為 0.2 且底部物速率為 135 公斤/小時。

【0123】 由於進行根據實例 2 的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程，故經由位於塔底部區中的萃取區側上的外流口回收 552.6 公斤/小時的水 (純度：99.8 莫耳%) (圖 1 中的流 106)。本文中，水的回收率 (%) 為 98.7%，所述回收率藉由用「所回收的水的量 (公斤)」除以「注入於進料流中的水的量 (公斤)」來獲

得。此外，塔頂部流（圖 1 中的流 103）中的 NMP 的含量在按含於塔頂部流中的總組分計 0.1 重量%內，且經由排放至塔的下部部分的塔底部流（圖 1 中的流 105）回收 134.4 公斤/小時的 NMP（純度：99.6 莫耳%）。本文中，NMP 的回收率（%）為 96%，且藉由用「所回收的水的量（公斤）」除以「注入於進料流中的水的量（公斤）」來獲得水的回收率（%）。

【0124】 在根據實例 2 的 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程中所使用的能量消耗為 1338.3 千瓦。

實例 3

【0125】 除將含有 280 公斤/小時的 NMP 及 420 公斤/小時的水的廢液注入於進料流中且如下表 6 中所繪示而改變塔頂部及塔底部的溫度之外，以與實例 2 中相同的方式進行 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程。本文中，底部物速率為 277 公斤/小時。

【0126】 由於進行根據實例 3 的 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程，故經由位於塔底部區中的萃取區側上的外流口回收 406.74 公斤/小時的水（純度：99.8 莫耳%）（圖 1 中的流 106）。本文中，水的回收率（%）為 96.8%。此外，塔頂部流（圖 1 中的流 103）中的 NMP 的含量在按含於塔頂部流中的總組分計 0.1 重量%內，且經由排放至塔的下部部分的塔底部流（圖 1 中的流 105）回收 275.8 公斤/小時的 NMP（純度：99.6 莫耳%）。本文中，NMP 的回收率（%）為 98.5%。

【0127】 在根據實例 3 的 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程中所使用的能量消耗為 392.9 千瓦。

實例 4

【0128】 除將含有 560 公斤/小時的 NMP 及 140 公斤/小時的水的廢液注入於進料流中且如下表 6 中所繪示而改變塔頂部及塔底部的溫度之外，以與實例 2 中相同的方式進行 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程。本文中，底部物速率為 555 公斤/小時。

【0129】 由於進行根據實例 4 的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程，故經由位於塔底部區中的萃取區側上的外流口回收 105.6 公斤/小時的水 (純度：99.8 莫耳%) (圖 1 中的流 106)。本文中，水的回收率 (%) 為 96.8%。此外，塔頂部流 (圖 1 中的流 103) 中的 NMP 的含量在按含於塔頂部流中的總組分計 0.1 重量%內，且經由排放至塔的下部部分的塔底部流 (圖 1 中的流 105) 回收 554.9 公斤/小時的 NMP (純度：99.9 莫耳%)。本文中，NMP 的回收率 (%) 為 98.5%。

【0130】 在根據實例 4 的 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程中所使用的能量消耗為 712.1 千瓦。

比較例 4

【0131】 除在如下表 6 中所繪示的條件下在 45°C、3.5 個標準大氣壓下將含有 140 公斤/小時的 NMP 及 560 公斤/小時的水的廢液注入於送至分隔壁蒸餾塔的進料流中且在 55°C、3.5 個標準大氣壓下將 4800 公斤/小時的氯苯 (C₆H₅Cl) 注入於萃取溶劑流中之外，藉由在無使用分隔壁蒸餾塔的液/液萃取製程的情況下僅進行蒸餾製程以與比較例 3 中相同的方式進行 N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP) 的分離及回收製程。本文中，分隔壁蒸餾塔僅具有 20 個塔板的蒸餾

區（亦即，5 個塔板的預分餾塔及 15 個塔板的蒸餾區）而無單獨的萃取區，且回流比為 0.2 且底部物速率為 135 公斤/小時。

【0132】 由於進行根據比較例 4 的 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程，故回收 552.6 公斤/小時的水（純度：98.6 莫耳%）（圖 4 中的流 403）。本文中，水的回收率（%）為 98.7%。此外，經由排放至塔的下部部分的塔底部流（圖 4 中的流 405）回收 131 公斤/小時的 NMP（純度：94.2 莫耳%）。本文中，NMP 的回收率（%）為 94.2%。

【0133】 在根據比較例 4 的 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程中所使用的能量消耗為 1802.5 千瓦。

<實驗實例 2>

【0134】 以下匯總根據實例 2 至實例 4 以及比較例 4 的 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程的主要條件。以與上文所描述的實驗實例 1 中相同的方式量測及評估所回收的水及 NMP 的純度及回收率以及在 N-甲基-2-吡咯啉酮（NMP）的分離及回收製程中所使用的能量消耗，且結果繪示於下表 6 中。

[表 6]

	實例 2	實例 3	實例 4	比較例 4
混合溶液（包含水及 NMP）的流動速率（公斤/小時）	700	700	700	700
混合溶液的組成（水：NMP）	80：20	60：40	40：60	80：20
塔板數（萃取區/蒸餾區）	5 / 15	5 / 15	5 / 15	0/20（5/15）
蒸餾區的頂部溫度（℃）	80.8	69.0	53.7	74.4
蒸餾區的底部溫度（℃）	202.8	202.8	203.4	195.0
蒸餾區的回流比	0.2	0.2	0.2	0.2
NMP 的純度（莫耳%）	99.6	99.6	99.6	94.2
NMP 的回收率（%）	96	98.5	98.5	93.6
水的純度（莫耳%）	99.8	99.8	99.8	98.6
水的回收率（%）	98.7	96.8	96.8	98.7
能量消耗（千瓦）	1338.3	1392.9	712.1	1802.5

【0135】 如上表 6 中所繪示，由於根據本揭露內容的實例 2 至實例 4 經由萃取區將所分離的水排放至下部流，故相較於比較例 4，水未返混且所回收的醃胺類化合物、水、萃取溶劑以及類似者的純度較高，使得分離效率極佳。特定而言，在實例 2 至實例 4 的情況下，不僅所回收的水及 NMP 的純度及回收率高於比較例 4（其以相同回流比進行蒸餾製程）的所回收的水及 NMP 的純度及回收率，且能量消耗亦顯著減小。

【符號說明】

【0136】

101:分隔壁蒸餾塔的混合溶液進料流

101i:分隔壁蒸餾塔的用於引入混合溶液的第一進料口

102:分隔壁蒸餾塔的萃取溶劑進料流

102i:分隔壁蒸餾塔的用於引入萃取溶劑的第二進料口

103:分隔壁蒸餾塔的塔頂部流

103i:分隔壁蒸餾塔的用於使塔頂部流再環流的額外進料口

103o:分隔壁蒸餾塔的用於排放塔頂部蒸汽外流流的第二外流口

104:分隔壁蒸餾塔的側流

104o:分隔壁蒸餾塔的用於排放側流的第三外流口

105:分隔壁蒸餾塔的塔底部流

105o:分隔壁蒸餾塔的用於排放塔底部流的第四外流口

105i:分隔壁蒸餾塔的用於使塔底部流再環流的額外進料口

106:分隔壁蒸餾塔的液/液分離外流流

- 106o:分隔壁蒸餾塔的用於排放液/液分離流的第一外流口
- 107:分隔壁蒸餾塔的分隔壁
- 108、204、307、408:蒸餾塔的冷凝器
- 109、205、308、409:蒸餾塔的再沸器
- 201:蒸餾塔的混合溶液進料流
- 202:蒸餾塔的塔頂部流
- 203:蒸餾塔的塔底部流
- 301:萃取塔的混合溶液進料流
- 302:萃取塔的萃取溶劑進料流
- 303:萃取塔的塔底部流
- 304:蒸餾塔的萃取物進料流
- 305:蒸餾塔的塔頂部流
- 306:蒸餾塔的塔底部流
- 401:分隔壁蒸餾塔的混合溶液進料流
- 402:分隔壁蒸餾塔的萃取溶劑進料流
- 403:分隔壁蒸餾塔的塔頂部流
- 404:分隔壁蒸餾塔的側流
- 405:分隔壁蒸餾塔的塔底部流
- 407:分隔壁蒸餾塔的分隔壁

【發明申請專利範圍】

【請求項1】 一種用於回收醯胺類化合物的方法，包括以下步驟：

將含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑引入至蒸餾塔的萃取區中，其中所述蒸餾塔具有分隔壁，且所述蒸餾塔分隔成其中未定位所述分隔壁的塔頂部區及塔底部區以及在其中定位所述分隔壁的中間區，其中所述中間區分隔成由所述分隔壁分隔的所述萃取區及蒸餾區（第一步驟），

將所述醯胺類化合物及所述萃取溶劑分離及排放至所述蒸餾塔中的所述萃取區的上部流中，隨後將所述水分離至所述萃取區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的萃取區側上的第一外流口（第二步驟），以及

將所述萃取區的所述上部流及所述下部流中的至少一者引入至所述蒸餾塔的所述蒸餾區中，隨後將所述萃取溶劑分離至所述蒸餾區的上部流中且排放至所述蒸餾塔的所述塔頂部區的第二外流口，將所述水分離至所述蒸餾區的中間流中且排放至所述蒸餾區的第三外流口，且將所述醯胺類化合物分離至所述蒸餾區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的蒸餾區側上的第四外流口（第三步驟），

其中所述醯胺類化合物為選自由醯胺化合物、吡咯啉酮化合物、己內醯胺化合物、咪唑啉酮化合物、脲化合物及磷酸醯胺化合物所組成的族群中的至少一者，且

所述萃取溶劑為選自由具有 1 個至 20 個碳原子的芳族或脂族烴化合物，以及其中烴的至少一個氫經鹵素元素取代的化合物所組成的族群中的至少一者。

【請求項2】 如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中所述萃取區的所述上部流與所述蒸餾區的所述上部流共存於所述蒸餾塔的所述塔頂部區中，且所述萃取區的所述下部流與所述蒸餾區的所述下部流共存於所述蒸餾塔的所述塔底部區中。

【請求項3】 如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中自位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的所述萃取區側上的所述第一外流口排放的總組分中的水的含量為 90 重量%至 99.9 重量%，自所述蒸餾塔的所述塔頂部區中的所述第二外流口排放的總組分中的所述醯胺類化合物的含量為 0.1 重量%至 10 重量%，且自位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的所述蒸餾區側上的所述第四外流口排放的總組分中的所述醯胺類化合物的含量為 90 重量%至 99.9 重量。

【請求項4】 如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中所述醯胺類化合物為由下述者所組成的族群中選出的至少一者：N,N-二甲基甲醯胺、N,N-二甲基乙醯胺、N-甲基-2-吡咯啉酮 (NMP)、N-環己基-2-吡咯啉酮、N-甲基- ϵ -己內醯胺、1,3-二烷基-2-咪唑啉酮以及四甲基脲。

【請求項5】 如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中所述萃取溶劑的沸點為 200°C 或小於 200°C。

【請求項6】 如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中所述萃取溶劑為由下述者所組成的族群中選出的至少一者：苯、氯苯以及三氯甲烷。

【請求項7】 如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中所述混合溶液為在聚芳硫醚的合成製程及洗滌製程中生成的

廢液。

【請求項8】如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中在所述第一步驟中，以按含有所述水及所述醯胺類化合物的所述混合溶液的總重量的 100 重量份計，添加 100 重量份至 300 重量份的量的所述萃取溶劑。

【請求項9】如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中在所述第二步驟中，在 20°C 至 35°C 下進行萃取製程。

【請求項10】如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中在所述第二步驟中，進行萃取製程以使得萃取塔板數為 3 至 10。

【請求項11】如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中將所述蒸餾塔中的所述塔頂部區的溫度調整為 50°C 至 90°C。

【請求項12】如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中將所述蒸餾塔中的所述塔底部區的溫度調整為 180°C 至 220°C。

【請求項13】如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中進行蒸餾製程以使得所述蒸餾塔的理論塔板數為 9 至 25。

【請求項14】如請求項 1 所述的用於回收醯胺類化合物的方法，其中將所述蒸餾塔中的所述塔頂部區的回流比調整為 0.1 至 1.0。

【請求項15】一種用於回收醯胺類化合物的裝置，包括具有分隔壁的蒸餾塔，

其中所述蒸餾塔分隔成其中未定位所述分隔壁的塔頂部區及塔底部區以及在其中定位所述分隔壁的中間區，且所述中間區分隔成由所述分隔壁分隔的萃取區及蒸餾區，

其中所述萃取區包括用於引入含有水及醯胺類化合物的混合溶液以及萃取溶劑的至少一個進料口，以及用於排放含有所述水的液/液分離溶液的至少一個第一外流口，且

蒸餾區側上的外流口由三個流組成且包括用於排放含有所述萃取溶劑的上部流的分離溶液的至少一個第二外流口、用於排放含有所述水的中間流的分離溶液的至少一個第三外流口，以及用於排放含有所述醯胺類化合物的下部流的分離溶液的至少一個第四外流口，

其中所述醯胺類化合物為選自由醯胺化合物、吡咯啉酮化合物、己內醯胺化合物、咪唑啉酮化合物、脲化合物及磷酸醯胺化合物所組成的族群中的至少一者，且

所述萃取溶劑為選自由具有 1 個至 20 個碳原子的芳族或脂族烴化合物，以及其中烴的至少一個氫經鹵素元素取代的化合物所組成的族群中的至少一者。

【請求項16】如請求項 15 所述的用於回收醯胺類化合物的裝置，其中將含有所述水及所述醯胺類化合物的所述混合溶液以及所述萃取溶劑引入至所述萃取區中的所述進料口中，且如下分離及排放所引入的所述混合溶液及所述萃取溶劑：將所述醯胺類化合物及所述萃取溶劑分離及排放至所述萃取區的上部流中，且將所述水分離至所述萃取區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的萃取區側上的所述第一外流口。

【請求項17】如請求項 15 所述的用於回收醯胺類化合物的裝置，其中將所述萃取區的上部流及下部流中的至少一者引入至所述蒸餾塔的所述蒸餾區中，將所述萃取溶劑分離至所述蒸餾區的所述

上部流中且排放至所述蒸餾塔的所述塔頂部區的所述第二外流口，將所述水分離至所述蒸餾區的所述中間流中且排放至所述蒸餾區的所述第三外流口，且將所述醃胺類化合物分離至所述蒸餾區的所述下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的所述蒸餾區側上的所述第四外流口。

【請求項18】如請求項 15 所述的用於回收醃胺類化合物的裝置，其中所述蒸餾塔的所述分隔壁定位於基於所述塔頂部區計算出的理論塔板數的 20%至 50%處。

【請求項19】如請求項 15 所述的用於回收醃胺類化合物的裝置，其中所述萃取區的所述進料口定位於基於所述蒸餾塔的所述塔頂部區計算出的理論塔板數的 2%至 98%處。

【請求項20】如請求項 15 所述的用於回收醃胺類化合物的裝置，其中所述蒸餾塔中的所述萃取區的所述進料口具有兩個或大於兩個口：將含有所述水及所述醃胺類化合物的所述混合溶液引入至其中的第一進料口；以及將所述萃取溶劑引入至其中的第二進料口。

【請求項21】如請求項 20 所述的用於回收醃胺類化合物的裝置，其中將含有所述水及所述醃胺類化合物的所述混合溶液引入至其中的所述第一進料口定位於基於所述蒸餾塔的所述塔頂部區計算出的理論塔板數的 2%至 20%處，且將所述萃取溶劑引入至其中的所述第二進料口定位於基於所述蒸餾塔的所述塔頂部區計算出的所述理論塔板數的 90%至 98%處。

【請求項22】如請求項 15 所述的用於回收醃胺類化合物的裝置，其中在所述蒸餾塔中，萃取區側上的所述第一外流口固定於下部

塔的所述塔底部區中，所述蒸餾區側上的所述第二外流口及所述第四外流口分別固定於上部塔的所述塔頂部區中及所述下部塔的所述塔底部區中，且所述第三外流口定位於基於所述蒸餾塔的所述塔頂部區計算出的理論塔板數的 40%至 65%處。

【請求項23】一種聚芳硫醚的製備方法，包括以下步驟：

藉由使鹼金屬的硫化物及鹼金屬的氫氧化物在水與醯胺類化合物的混合溶劑中脫水來製備包括鹼金屬的硫化物及所述水與所述醯胺類化合物的所述混合溶劑的硫源；

藉由將二鹵代芳族化合物及所述醯胺類化合物添加至含有所述硫源的反應器且進行聚合反應來製備聚芳硫醚；

用由下述者所組成的族群中選出的至少一者洗滌含有所述聚芳硫醚的所述聚合反應的產物：所述醯胺類化合物及所述水；

將在洗滌步驟中獲得的含有所述水及所述醯胺類化合物的混合溶液以及所述萃取溶劑引入至蒸餾塔的萃取區中，其中所述蒸餾塔具有分隔壁，且所述蒸餾塔分隔成其中未定位所述分隔壁的塔頂部區及塔底部區以及在其中定位所述分隔壁的中間區，其中所述中間區分隔成由所述分隔壁分隔的所述萃取區及蒸餾區，

將所述醯胺類化合物及所述萃取溶劑分離及排放至所述蒸餾塔中的所述萃取區的上部流中，隨後將所述水分離至所述萃取區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的萃取區側上的第一外流口，以及

將所述萃取區的所述上部流及所述下部流中的至少一者引入至所述蒸餾塔的所述蒸餾區中，隨後將所述萃取溶劑分離至所述蒸餾區的上部流中且排放至所述蒸餾塔的所述塔頂部區的第二外

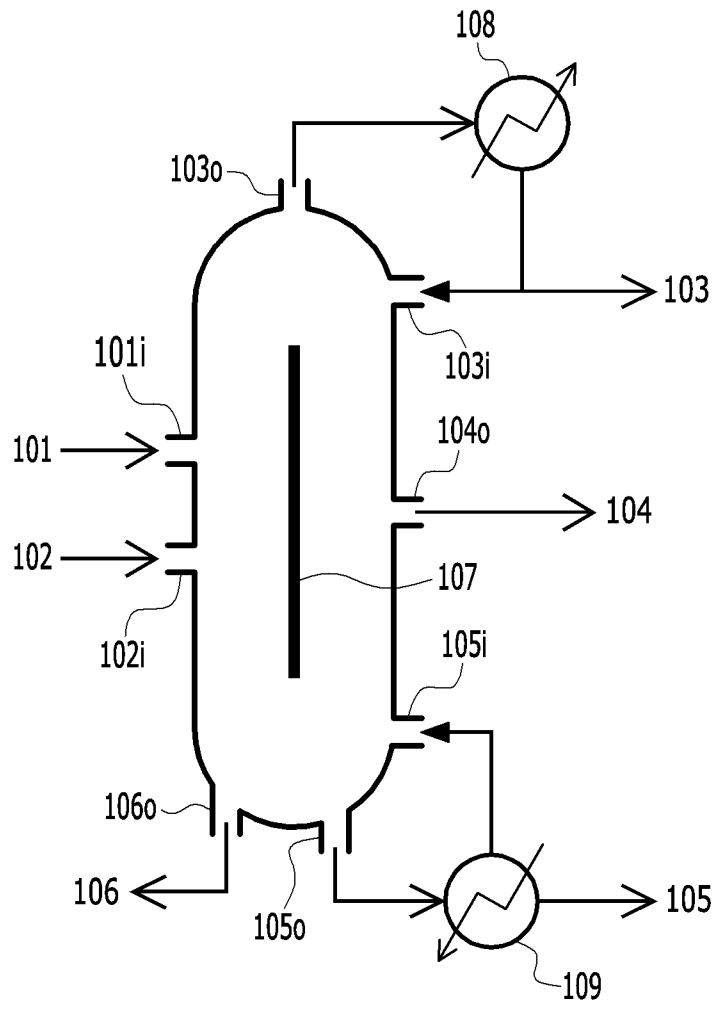
112-02-22

流口，將所述水分離至所述蒸餾區的中間流中且排放至所述蒸餾區的第三外流口，且將所述醯胺類化合物分離至所述蒸餾區的下部流中且排放至位於所述蒸餾塔的所述塔底部區中的蒸餾區側上的第四外流口，

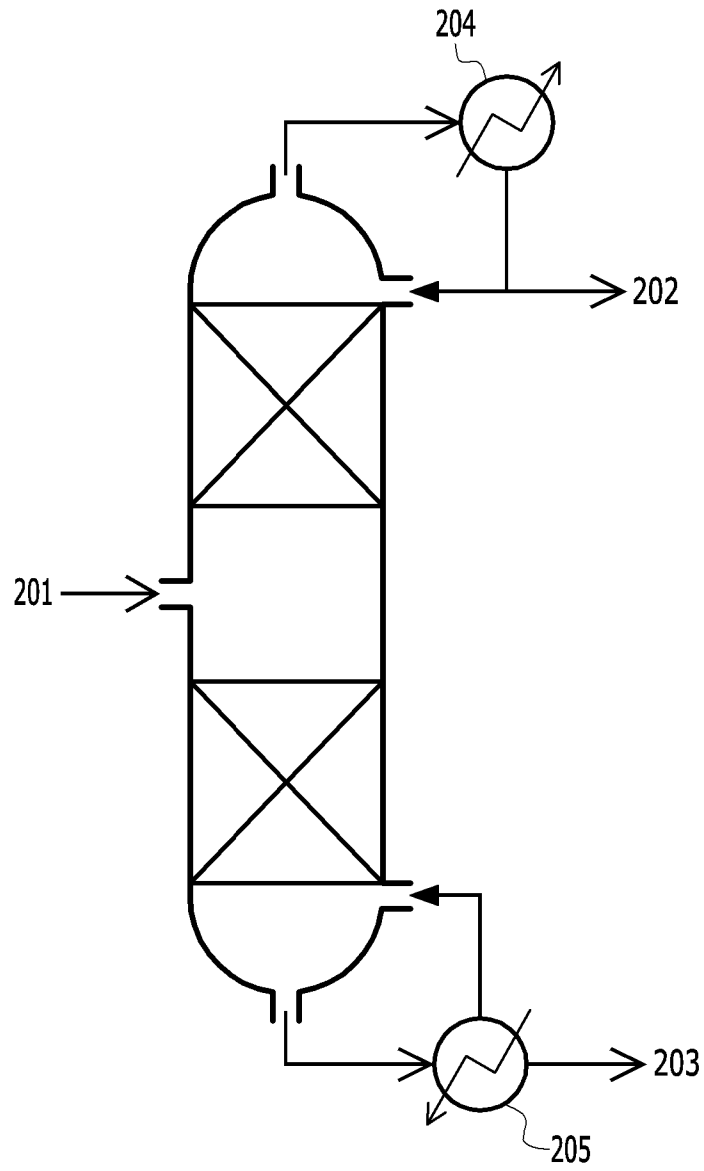
其中所述醯胺類化合物為選自由醯胺化合物、吡咯啉酮化合物、己內醯胺化合物、咪唑啉酮化合物、脲化合物及磷酸醯胺化合物所組成的族群中的至少一者，且

所述萃取溶劑為選自由具有 1 個至 20 個碳原子的芳族或脂族烴化合物，以及其中烴的至少一個氫經鹵素元素取代的化合物所組成的族群中的至少一者。

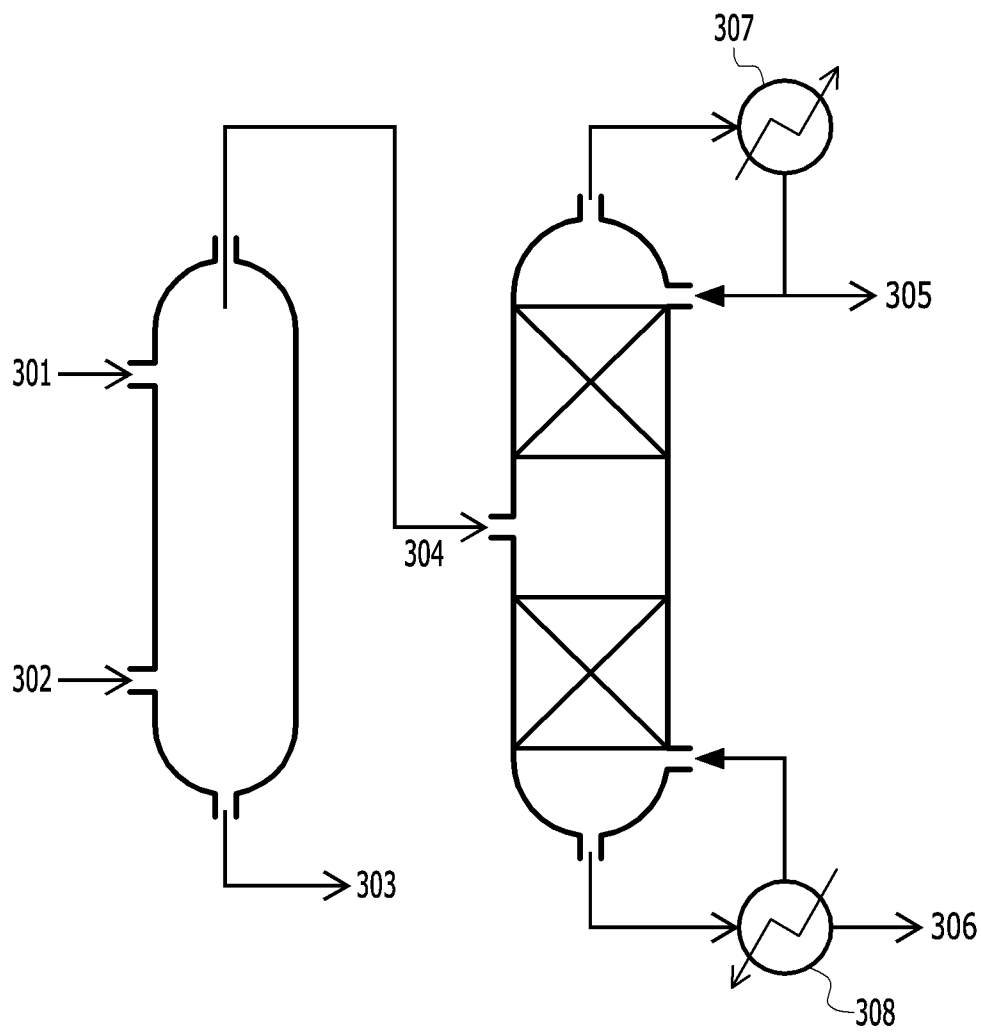
【發明圖式】



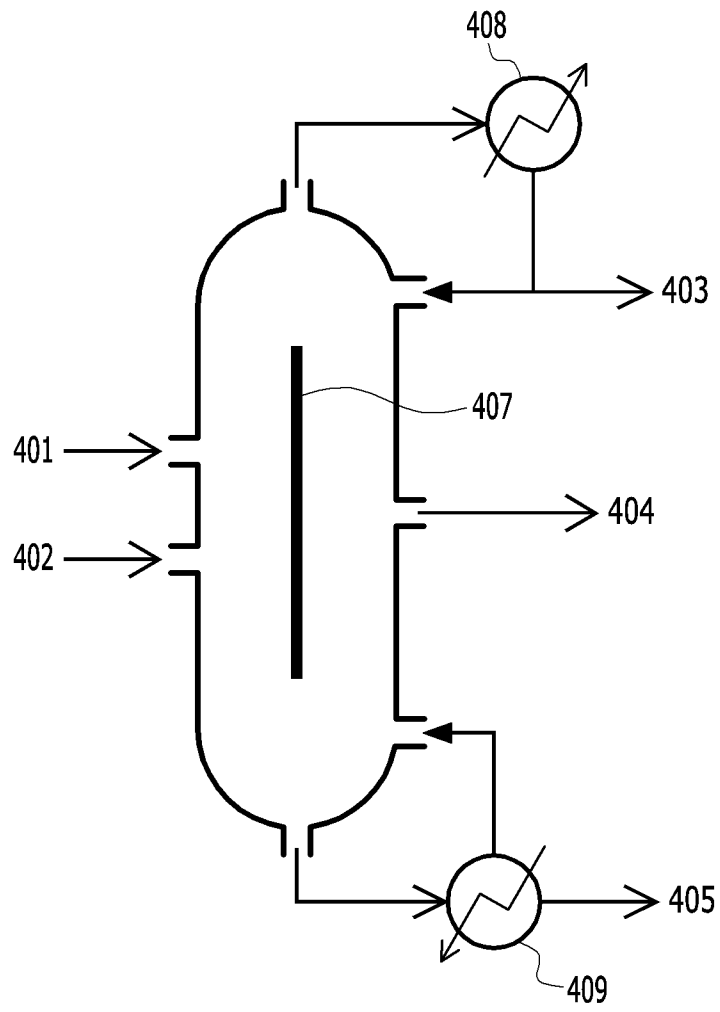
【圖1】



【圖2】



【圖3】



【圖4】