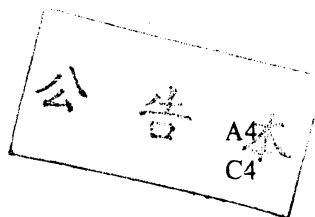


740144



526219

申請日期	90 年 3 月 14 日
案 號	90105977
類 別	C08J 3/00, C08G 64/40

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法及洗淨裝置
	英 文	
二、發明 人	姓 名	(1) 久西律行 Kunishi, Noriyuki (2) 高橋雅之 Takahashi, Masayuki (3) 吉田友幸 Yoshida, Tomoyuki
	國 籍	(1) 日本 (2) 日本 (3) 日本
	住、居所	(1) 日本國千葉縣市原市姉崎海岸—— 1-1, Anesakikaigan, Ichihara-shi, Chiba 299-0107 Japan
		(2) 日本國千葉縣市原市姉崎海岸—— 1-1, Anesakikaigan, Ichihara-shi, Chiba 299-0107 Japan
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 出光石油化學股份有限公司 Idemitsu Petrochemical Co., Ltd.
	國 籍	(1) 日本
	住、居所 (事務所)	(1) 日本國東京都墨田區橫網一丁目六—— 6-1, Yokoami 1-chome, Sumida-ku, Tokyo 130-0015 Japan
	代 表 人 姓 名	(1) 富永一途 Tominaga, Kazuto

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權日本 2000 年 4 月 10 日 2000-107417 ☒有主張優先權

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

五、發明說明(1)

技術領域

本發明係相關聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，詳言之，乃相關在利用界面聚合法（光氣法）之聚碳酸酯製造中，將含聚合後雜質之聚碳酸酯有機溶劑溶液，採用水性洗淨液，而可進行更有效率精製的洗淨方法及洗淨裝置。

技術背景

按，聚碳酸酯係具優越的耐衝擊性等機械特性、耐熱性、透明性等優點，所以廣泛的使用於各種電氣・電子零組件、機械零組件、汽車用零組件、光碟等之資訊記錄媒體用基板等用途上。通常聚碳酸酯係利用由聯苯酚 A 等芳香族二羥基化合物與光氣進行反應的界面聚合方法（溶劑法）而製得。

此外，二苯碳酸酯與聯苯酚 A 等芳香族二羥基化合物的熔融縮聚方法亦為眾所週知的方法。惟，在熔融縮聚方法中，除反應屬高溫且時間長之外，因觸媒殘餘物等雜質的影響，在色相、耐熱性、耐蒸氣性、耐候性等方面，可能產生不足的情形。所以，由品質觀點而言，實際上大多採用界面聚合法。

在利用界面聚合法的聚碳酸酯製造中，屬聚合反應結果，將殘餘屬反應副產物的雜質或其他雜質，特別係指鹵化鹼、柯性鹼、碳酸鹼等無機鹽或離子、未反應聯苯酚 A、分子量調節劑用的單苯酚化合物、觸媒的胺類等雜質。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

錄

五、發明說明(2)

該等雜質即便少量，亦將形成聚碳酸酯的著色、熱安定性、耐蒸氣性、耐龜裂性等特性惡化的原因。

該等雜質乃利用攪拌槽、多段萃取塔、孔流塔、線狀攪拌器裝置，並藉由水性洗淨液進行洗淨，而施行去除精製處理。在該等洗淨方法中，大致上可區分為批次式與連續式。惟，若聚碳酸酯之有機溶劑溶液黏度變高的話，則洗淨性便將惡化，雜質的去除效率將降低，而很難提昇精製度。

因此，便有建議將攪拌槽設成二段，在油中水型分散相條件下，相轉移成較容易相分離的水中油型分散相，然後再供給於靜置分離槽的方法（日本特公昭59-38967號公報），亦有建議將孔流塔以較高壓力損耗進行運轉後，再於大型靜置分離槽中進行分離的方法（日本特公昭57-37032號公報）等。惟，在此類洗淨方法中，將可能產生裝置大型化、操作繁雜、洗淨時間等生產性降低，且洗淨效率亦未必足夠的情形發生。

為解決該等問題的聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法則有如①日本特公平6-53793號公報中所開示，將粗製聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液，以水相比5~30容量%進行調配，並使用線狀攪拌器，以平均每小時0.1kW/m³以上之單位流量攪拌所需攪拌力，攪拌該混合液，而形成油中水型分散相，其次，再將該混合液進行離心分離的方法。另，在日本特公平6-39523號公報中，則開示有將聚碳酸酯有機溶液與水性洗淨液，進

五、發明說明(3)

行混合，而形成油中水型分散相，並將該分散相中的分散液滴粒徑設定為 $100\mu\text{m}$ 以下之後，再將該分散相進行離心分離的方法。

再者，在②日本特公平7-309940號公報中所開示的聚碳酸酯溶液之洗淨方法，其特徵在於將含雜質聚碳酸酯溶液利用水性洗淨液進行洗淨方法中，將聚碳酸酯溶液與水性洗淨液，經由混合器進行混合，而形成水中油型乳化狀態之混合溶液後，再藉由通過過濾層而將聚碳酸酯溶液相與水性洗淨液相予以分離。

該改良洗淨方法中，前者①係在聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合中，形成油中水型分散相，相對於此，在後者②中則為形成水中型分散相，就此點而言二者完全不同。二者之洗淨方法均可認為屬優越的洗淨方法。

惟，在後者②之形成水中油型分散相方法中，將水性洗淨液，相對聚碳酸酯溶液，需要 $0.7\sim 5$ 容量倍（在實施例中則為 $1.2\sim 1.5$ 容量倍）的大量水性洗淨液。所以，隨混合液的增加，便需要混合設備、分離設備的大型化、高性能化，同時亦將大幅洗淨廢水量。此廢水則為聚碳酸酯溶解用溶劑。通常最常使用者，為含二氯甲烷，在為回收此溶劑上，可判定將造成浪費龐大經費等問題。

此外，在前者①之形成油中水型分散相方法中，則將水性洗淨液，相對聚碳酸酯有機溶劑溶液，使用 $5\sim 30$ 容量%（在實施例中則為 $10\sim 25$ 容量%），相較於②之洗淨方法，較大特徵在於採用明顯少量的水性洗淨液，便可

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(4)

進行洗淨。

即，在聚碳酸酯有機溶劑溶液的洗淨方法中，利用洗淨混合液之分散（乳化）狀態，即便將任何液形成分散相，亦可進行本身洗淨。但是，在水中油型分散相之洗淨情況下，或水性洗淨液量較少之情況下，洗淨性將明顯的降低。因此，便如前述②般，形成必需提高水性洗淨液的相比率的理由。另，即便在①之油中水型分散相之情況下，無庸置疑水性洗淨液的相比率較高者，洗淨效率便較高。

但是，由聚碳酸酯有機溶劑溶液水性洗淨液之混合分散液所形成的乳化狀態，受形成混合分散液之二液物性狀態變化的影響頗大。換句話說，聚碳酸酯有機溶劑溶液之物性狀態的聚碳酸酯末端結構、分子量、黏度、樹脂濃度變化、雜質含量等因素，而水性洗淨液之物性狀態的pH、雜質含量等因素，而對混合分散液之分散相的形成具頗大影響。

因此，即便將對聚碳酸酯有機溶劑溶液的水性洗淨液供給比率，控制為一定，但在分散相狀態下則未必經常保持一定，將產生油中水型分散相、水中油型分散相間的相移轉問題。所以，在為維持較佳洗淨性的油中水型分散相上，便必需比較的依水性洗淨液混合比率較低的條件，換句話說，實際上必需採用犧牲部分洗淨效率的洗淨條件。

有鑑於斯，本發明遂提供一種在利用聚碳酸酯有機溶劑溶液之水性洗淨液進行洗淨中，可抑制水性洗淨液使用量，並可穩定提高洗淨效率程度之經濟性洗淨方法，特別

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

錄

五、發明說明(5)

係可小型、連續處理化的聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法及洗淨裝置。

發明開示

本發明針對聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法中的上述諸項問題，經深入鑽研結果，終於發現在聚碳酸酯有機溶劑溶液雨水性洗淨液混合物中的分散（乳化）狀態、相轉移對洗淨性具頗大的影響力，同時相移轉時可發現混合分散液的黏度變化。另，發現根據此黏度變化，利用控制水性洗淨液之混合比率，便可將洗淨依較高洗淨效率的條件，穩定的進行洗淨。本發明便基於該等發現而構成。

換句話說，本發明係如下：

1．在將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液，採用水性洗淨液進行洗淨的方法中，將聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液混合分散，並檢測所獲得混合分散液之黏度，由該混合分散液之黏度變化，確認混合分散液的相狀態，根據該相狀態與黏度間的關係，而控制聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合比的聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法。

2．如上述1所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，係以聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液的相狀態為主，而控制油中水型分散相。

3．如上述1所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，係自動控制該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(6)

合比。

4. 如上述1所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中該含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液的聚碳酸酯含量，係5～30質量%，該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液的水相分率，係10～40容量%。

5. 如上述1所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液黏度，係利用震動黏度計進行檢測。

6. 如上述1所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液，係利用線狀攪拌機形成。

7. 如上述6所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中平均線狀攪拌機的單位流量，係每小時0.1kW/m³以上。

8. 如上述1所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中由經控制該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合比的混合分散液中，分離出精製聚碳酸酯有機溶劑溶液。

9. 一種聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨裝置，係具備有將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液進行混合分散的機構；檢測所獲得混合分散液黏度的機構；由所檢測得混合分散液之黏度變化，確認該混合分散液的相狀態，並根據此相狀態而控制該二液混合比的控制機構；以及由該混合分散液分離出精製聚碳酸酯有機溶劑溶液的機構。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(7)

。

10 . 如上述9所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨裝置，其中該檢測混合分散液黏度的機構，係震動黏度計。

11 . 如上述9所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨裝置，其中該將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液進行混合分散的機構，係線狀攪拌機；而由該混合分散液分離出精製聚碳酸酯有機溶劑溶液的機構，係離心分離機。

圖式簡單說明

第1圖係本發明所提供聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法及裝置之一例的連續洗淨方法概念說明圖。

第2圖係本發明洗淨方法之流量控制型態說明圖。

圖示符號說明

- 1 : 離心分離機
- 2 : 聚碳酸酯溶液
- 3 : 廢水
- 4 : 水性洗淨液
- 5 : 線狀攪拌機
- 6 : 黏度計
- 7 : 控制器
- 8 : 水性洗淨液流量控制閥
- 9 : 離心分離機

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(8)

- 1 0 : 精製聚碳酸酯溶液
- 1 1 : 廢水
- 1 2 : 聚合程序
- 1 3 : 鹼洗淨程序
- 1 4 : 酸洗程序
- 1 5 : 純水洗淨程序
- 1 6 : 聚合物回收程序
- 1 7 : 產品
- 1 8 : 水相比
- 1 9 : 時間

發明實施較佳態樣

以下，針對本發明進行詳細說明。

屬本發明聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法對象的聚碳酸酯有機溶劑溶液（以下簡稱「聚碳酸酯溶液」），係製造聚碳酸酯之界面聚合法、溶液聚合法，特別係在聚碳酸酯可溶溶劑存在下，由含有利用界面聚合法所製得聚碳酸酯之反應混合物中，經去除水相後之溶液的含雜質粗精製聚碳酸酯溶液。

此處所謂的雜質係如前述，聚合反應結果之副產物的雜質，或其他雜質，特別係指鹵化鹼、柯性鹼、碳酸鹼等無機鹽或離子、未反應聯苯酚A、分子量調節劑用的單苯酚化合物、觸媒的胺類等。另，在本發明之洗淨方法中，係以經過使用其他機構之預先洗淨程序的溶液，或依本發

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

錄

五、發明說明(9)

明方法進行洗淨過的粗精製聚碳酸酯溶液為對象。

利用界面法的聚合反應，係普通所施行的方法，即在有機溶劑存在下，使二羥基化合物的鹼鹽水溶液與光氣進行反應的聚合方法。此處所謂的二羥基化合物，所可舉各種例子，但特別指如2，2-聯(4-羥苯基)丙烷〔聯苯酚A〕、聯(4-羥苯基)丁烷、1，1-聯(4-羥苯基)乙烷、2，2-聯(4-羥苯基-3，5-二甲基苯)丙烷等聯(羥苯基)鹼系、4，4'-二羥基二苯、聯(4-羥苯基)環烷烴、聯(4-羥苯基)硫化物、聯(4-羥苯基)碲、聯(4-羥苯基)亞碲、聯(4-羥苯基)醚、聯(4-羥苯基)酮、羥基氫醌、雷鎖酚、兒茶酚等。該等二元苯係可各自單獨使用，亦可混合二種以上使用。特別以2元苯係以聯(4-羥苯基)烷烴系為佳，尤其以聯苯酚A為主原料者為佳。

其次，使用於該反應有機溶劑，有如二氯甲烷、二氯乙烷、三氯乙烷、四氯乙烷、五氯乙烷、六氯乙烷、二氯乙烯等脂肪族氯化碳化氫、氯化苯、二氯化苯等芳香族氯化碳化氫、或乾等混合物等。另，尚有該等氯化碳化氫，與二噁烷、四氫呋喃、乙醯苯等有機溶劑的混合物等。此外，尚可在該等氯化碳化氫或該等混合物中，混合有甲苯、二甲苯、乙苯等芳香族碳化氫、己烷、庚烷、環己烷等脂肪族碳化氫等的有機溶劑。

其中，尤其以二氯甲烷(氯化甲撐)為佳。此處聚碳酸酯有機溶劑溶液中的聚碳酸酯含量，通常為5~30質

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(10)

量%，最好為6～25質量%，尤以7～20質量%為佳。若此聚碳酸酯含量低於5質量%的話，則聚碳酸酯溶劑溶液量將增多，隨此水性洗淨液亦必需多量，結果將因洗淨混合分散液的增加，而導致洗淨程序設備大型化，故較為不佳。另，在洗淨後之精製聚碳酸酯碎片化中，便需要餾除大量溶劑，造成不利經濟效益的情形產生。反之，若超過30質量%的話，則亦將隨分子量，造成聚碳酸酯溶劑溶液黏度急遽上升，而產生較難均勻洗淨的現象。所以，此聚碳酸酯的含量，隨聚碳酸酯的分子量、溶液黏度、洗淨性等，便適當的利用二氯甲烷進行稀釋。

其次，水性洗淨液係在去除未反應二氧化化合物、單苯酚類之情況時，最好採用苛性鹼水溶液等鹼性水溶液，而在去除觸媒、苛性鹼等之情況時，則最好採用稀鹽酸水溶液、稀磷酸水溶液等稀酸水溶液。另，在為求去除該等洗淨中所殘餘的氯化鈉等鹵化鹼上，則採用水，最好採用離子交換水、蒸餾水等高純度水。該含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨，一般上分別依序進行鹼洗淨、酸洗淨、純水洗淨，必要時可進行複數次。

在本發明中，首先將含雜質的聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液進行混合。此處所使用之水性洗淨液量，隨聚碳酸酯有機溶劑溶液中之聚碳酸酯含量、種類、分子量、水性洗淨液種類、水性洗淨液種類、洗淨裝置的形式、種類、功能、尺寸等，而非一定相同，可適當的決定。惟，在本發明之洗淨方法中，通常當將所採用聚碳酸酯有機

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

錄

五、發明說明(11)

溶劑溶液與水性洗淨液之合計容量設定為100容量%時，水性洗淨液的容量惟5~50容量%，最好為10~40容量%，更以15~30容量%範圍者為佳。

若此水性洗淨液的量低於5容量%的話，雖形成洗淨性佳的油中水型分散相，但水性洗淨液量偏少，洗淨效果將降低，而產生較難達本發明目的的情形。反之，若超過50容量%的話，則隨形成洗淨效率降低之水中油型分散相，所以洗淨效果將極端降低，而產生較難達本發明目的的情形。在本發明中，洗淨程序中之混合液的混合比並非固定，配合所需，可連續或階段的控制各液體之流量，特別係藉由改變水性洗淨液之流量，而變更混合液之混合比，即變化相比率。

在本發明之聚碳酸酯有機溶劑溶液的洗淨方法中，可採用各種混合洗淨設備進行洗淨。此處所謂洗淨機構，可採用組裝於聚碳酸酯製造裝置中的機構，僅要可將該混合液充分混合分散者便可，其餘並無特別限制，有如具攪拌翼的批次式混合裝置、或連續式混合裝置，最好採用連續式混合裝置。

所謂的連續式混合裝置係指具均質機或攪拌翼的攪拌槽、靜止型攪拌器（靜止混合器、孔板混合器）、強制攪拌式線狀攪拌器、或組合該等的混合裝置。所謂均質機係指使混合溶液強制通過狹窄間隙，而形成混合分散狀態的裝置。所謂攪拌翼，則有如槳翼、螺旋翼、渦輪翼等。

所謂靜止型攪拌器，係在為混合上未具可動部分，而

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

錄

五、發明說明(12)

是在管路中串聯或並聯配置數段具液體分割作用的元件，在短暫的滯留時間內，形成細微混合分散狀態的裝置。所謂強制攪拌式線狀攪拌器，係指在管線內組裝該均質機、攪拌翼、渦輪翼的混合裝置。

在本發明中，就由可採用小型裝置、於短暫滯留時間內進行高速攪拌混合的觀點觀之，最好採用線狀攪拌器。所謂線狀攪拌器係有如上述靜止型攪拌器、強制攪拌式線狀攪拌器。在本發明中，選擇使用可將水性洗淨液比率較少的混合液，形成小粒子分散液的線狀攪拌器。

所以攪拌混合便必需強力的進行。因此當採用上述靜止型線狀攪拌器時，便必需將壓差提升為如 0.5 ~ 3 Mpa 左右。為此便必需較多的靜止型攪拌器元件，且通過速度亦必需加速。因此，在提昇加壓流入動力等方面上，隨設備費用、運轉費用的高漲，將產生經濟效益不彰的現象。此靜止型攪拌器的具體例，有如ノリタケスタックミキサー〔ノリタケカンパニー（股）製〕、スルーザーミキサー〔住友重機工業（股）製〕、ハイミキサー〔東レ（股）製〕等靜止混合器或孔板混合器等。

另，在本發明的洗淨方法中，基於上述理由，最好採用具備渦輪翼等的強制攪拌式線狀攪拌器。此線狀攪拌器的具體例，有如 T. K. パイプラインホモミキサー、T. K. ホモミックスラインフロー〔特殊機化工業（股）製〕、コマツスルーザーデイスインテグレーター〔小松ゼノア（股）製〕等。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明（13）

在本發明的洗淨方法中，將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液，與水性洗淨液，供給於上述混合分散裝置中，藉由形成混合分散液而進行洗淨。此情況下的聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合比率，雖無特別限制，但通常混合分散液中水相（水性洗淨液）比為5～50容量%，最好為10～40容量%，尤以15～30容量%為佳。此處，在聚碳酸酯有機溶劑溶液的洗淨中，於此水相比率範圍下，混合分散液之分散狀態，如上述隨各種因素，而同時可獲取油中水型分散（相）型態與水中油型分散（相）型態二者。換句話說，擁有即便水相比率固定，隨洗淨原料液的性變化，相互間將容易進行相移轉的較大特徵。

在分散型態中，如眾所週知，在萃取聚碳酸酯有機溶劑溶液中之雜質上，油中水型分散相（W/O）優於水中油型分散相（O/W）。所以，最好在（W/O）分散相狀態下進行洗淨處理。當在此（W/O）分散相之情況時，理所當然水性洗淨液比率較高者，即水相比率較高者，洗淨效率較佳。惟，若水相比率提高的話，便將相轉移於（O/W）分散相，即產生轉變成洗淨效率較低的混合分散液型態的大問題。故，在維持（W/O）分散相的條件下，提高水性洗淨液比率，乃屬重要。

聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液，係經混合後再供給於混合分散裝置，而形成分散液而被洗淨。此情況下，在形成（W/O）分散相之同時，藉由將分散相中的分散液滴粒徑予以變小，而增加接觸界面面積，俾提昇洗淨

五、發明說明(14)

效率。所以，分散液滴粒徑最好在 $200\mu\text{m}$ 以下，尤以在 $100\mu\text{m}$ 以下者為佳，更以在 $50\mu\text{m}$ 以下者為更佳。

在為獲得此類分散液滴粒徑上，可選擇在上述靜止型混合器中，混合分散效率較高的混合器。但，採用上述強制攪拌式線狀攪拌器，在將該混合液進行混合分散時，平均單位流量之攪拌所需動力，最好為每小時 $0.2\text{ kW}/\text{m}^3$ 以上，尤其每小時 $0.5\text{ kW}/\text{m}^3$ 以上便可達成。在為確保此混合分散條件，就裝置大小、滯留時間、高速旋轉等觀點言之，最好採用強制攪拌式線狀攪拌器。

本發明之特徵在於將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液，採用水性洗淨液進行洗淨的方法中，檢測（測量）上述聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液的黏度，並根據此黏度變化，而控制混合分散液的相比率。換句話說，在本發明的探討中，發現此混合分散液於由（W/O）分散液相轉移成（O/W）分散相之際，將朝分散液黏度較高的方向變化。

藉由檢測此黏度變化，在將混合分散相利用洗淨效率較高之（W/O）主體分散狀態下進行洗淨之際，儘可能設定成提高水性洗淨液使用比率的洗淨條件。即，藉由在形成（W/O）分散相之混合分散液中的相比率條件下，連續檢測混合分散相黏度，同時將水性洗淨液的混合比率連續或階段的增加，而提高水相比率。結果，油相比率將提高，最後終將引起相轉移於（O/W）。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

錄

五、發明說明 (15)

隨此相轉移，黏度便將上昇。此處便檢測黏度上升，而藉由減少水性洗淨液的流量，便可抑制相移轉，或即便引起相移轉，亦可快速的恢復原本（W / O）分散相的條件。換句話說，利用含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液、水性洗淨液的物性狀態變化，即便相移轉所產生的相比率經時間而變化，利用混合分散相黏度的追蹤，便可檢測出相移轉。

其次，本發明特徵之混合分散液黏度的檢測（測量），係可採用各種機構，譬如黏度計。此處所謂的黏度計，有如震動式黏度計、旋轉式黏度計、孔板式黏度計等。即便該等黏度計中，尤以採用（超音波）震動式黏度計為佳。此乃儘可能在混合分散液狀態下測量的緣故所致。

此處，尚有其他方式，在採用孔板的黏度計中，於通過孔板的時點，因為將產生相移轉的情形，所以不為所喜好，另，在螺旋扭矩型黏度計中，於孔板測量之情況下，受流速影響而降低流速的話，混合分散液便將產生相分離，所以亦不為所喜好，此處震動式黏度計，係設置於連續洗淨管路的混合分散裝置下游處的主管路或旁支管路上。所謂的震動式黏度計，有如震動黏度計ビスコメイト：

F V M - 8 0 9 A、V M - 1 0 0 A、V M - 1 G〔山一電機（股）製〕、超音波震動黏度計 F U V - 1〔富士工業（股）製〕等。另，黏度測量範圍通常為 1 0 ~ 5 0 0 m P a · s 左右。

在本發明中，在洗淨效率佳的混合分散液狀態下，經

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(16)

進行洗淨的混合分散液後，接著便利用分離裝置，分離出精製聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液（廢液）。此分離機構並無特別的限制，可舉例如靜置分離、採用過濾材料層的分離、離心分離、聚結分離等。在此分離程序中，因為水性洗淨液中含大量雜質，所以最好採用可極力降低分離後之聚碳酸酯有機溶劑溶液中水分量的裝置。

再者，即便在此分離程序中，由分離設備、分離時間、分離處理量、連續處理等觀點言之，最好採用離心分離方法。此種使用離心分離的裝置，係最好採用依相對強力乳劑在300G以上，最好在700G以上的強離心力，將油中水分以接近飽和量附近進行分離的裝置。此種離心分裝置，具體而言有如K．C．C．離心抽出機〔川崎重工（股）製〕、日立Vリング〔（股）日立製作所〕、TA型離心分離機〔ウエストフアリアセバレーター（股）製〕等。

其次，就本發明之聚碳酸酯有機溶劑溶液的洗淨方法，針對其中一具體例之連續洗淨方法、洗淨裝置的情況，參閱圖示進行具體說明。另，在此例中，洗淨係連續進行鹼洗淨、酸洗淨、純水洗淨，且各洗淨液係在洗淨後，經離心分離後，再提供於下一個程序的洗淨程序的方式。

第1圖所示係本發明所提供聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法及裝置之一例的連續洗淨方法概念說明圖。在第1圖中，1係離心分離機，2係聚碳酸酯溶液，3係廢水，4係水性洗淨液，5係線狀攪拌機，6係黏度計，7係

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

錄

五、發明說明 (17)

控制器， 8 係水性洗淨液流量控制閥， 9 係離心分離機， 10 係精製聚碳酸酯溶液， 11 係廢水， 12 係聚合程序， 13 係鹼洗淨程序， 14 係酸洗程序， 15 係純水洗淨程序， 16 係聚合物回收程序， 17 係產品。

來自聚合程序之由含雜質聚碳酸酯樹脂之二氯甲烷溶液與水所組成之反應液，利用離心分離機 1，分離出含雜質聚碳酸酯樹脂的二氯甲烷溶液 2 與廢水 3。經分離過的聚碳酸酯溶液 2 中，利用水性洗淨液 4 依形成特定水相比率方式，供給水性洗淨液（苛性鈉水溶液），並與聚碳酸酯溶液混合，而進入線狀攪拌機 5 中。線狀攪拌機 5 係具備有渦輪翼，依平均單位流量之攪拌所需動力（譬如每小時 $1 \text{ kW} / \text{m}^3$ 左右）方式，進行強制攪拌混合分散，而形成分散液滴徑在 $100 \mu\text{m}$ 以下的分散液，並進行鹼洗淨。

此情況下的混合分散液係依形成（W / O）分散相方式，選擇水性洗淨液之相比率，並在符合此條件下進的水性洗淨液的供給。離開線狀攪拌器後的混合分散液黏度，利用（震動式）黏度計 6 經常進行檢測。所檢測得之黏度結果，便傳送往控制裝置 7 中，並與預先設定當作基準用的黏度〔表示（W / O）分散相〕進行比對。

此處，來自聚合程序的聚碳酸酯溶液，因為流量經常呈略固定狀態，所以譬如將水性洗淨液之流量，依第 2 圖所示圖形方式進行階段性的少量逐漸增加。此水性洗淨液的增加，便形成水相比率的增加，並隨界面面積的增加，

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (18)

而提昇洗淨性。惟，當到達某水相比率時，便將引起混合分散液的相移轉。此黏度變化係經常傳送往控制裝置。藉由此黏度變化，水性洗淨液流量，便將如第 2 圖所示般的降低。藉此黏度便可恢復原本狀態，而形成穩定的 (W / O) 分散相。另，在第 2 圖中，18 係指水相比率，19 係指時間。

藉由此種控制，水相比率的震盪幅度將變狹窄，且利用控制於較高位置，便可在較高效率條件下進行洗淨。另，此穩定位置（即水相比率），亦將隨聚碳酸酯溶液等物性狀態的變化而改變。但是，此變化點係可追循黏度的變化。所以，較諸於習知般的利用取樣的幕式監視體制，可在水相比率呈較高度（即洗淨效率較佳的洗淨條件）下進行運轉，同時亦可自動化。

以上，雖針對第一洗淨程序的鹼洗淨程序進行說明，但即便在酸洗淨程序、純水洗淨程序或再附加的洗淨程序中，亦可採相同的手法。另，在各洗淨程序中，聚碳酸酯溶液之物性狀態、水性洗淨液之物性狀態亦將不同，且隨混合裝置的攪拌動力、液滴粒徑等，相移轉條件等亦將產生變化。所以，即便相同水相比率，混合分散液黏度當然亦將有較大的不同。惟，在對應相移轉而變化黏度上，則並未改變，利用相同的控制方法便可將洗淨條件進行最佳化。

如此將各洗淨程序，而精製、分離的聚碳酸酯溶液，便在溶液攪拌下，採用依加熱濃縮結晶化的碎片化機構、

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明 (19)

使用低溶劑的碎片化機構、利用蒸氣的碎片化機構等聚合物回收機構，進行回收。接著便利用通常的擠出成形機（附通風口），進行顆粒化後便可獲得高品質產品。

本發明之聚碳酸酯有機溶劑溶液的洗淨裝置，如前所詳述般，其特徵乃在於具備有檢測含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液流量的機構；檢測水性洗淨液流量的機構；該二液之混合分散機構；檢測由該二液所形成混合分散液黏度的機構；由根據黏度與混合分散液之相狀態關係，控制該二液混合比的控制機構；以及該混合分散液的分離機構。特別係該混合分散機構係利用線狀攪拌器，而該分離機構則係屬離心分離的連續洗淨裝置。

其次，利用實施例針對本發明進行更具體的說明，為本發明並不僅侷限於該等實施例。

（ I ）洗淨時之混合分散液相狀態與黏度間的關係

將聯苯酚 A 與光氣利用界面聚合法而所獲得聚碳酸酯，在進行縮合反應後的乳膠施行離心分離，而獲得含雜質聚碳酸酯二氯甲烷溶液（ A ）。此溶液係①殘餘聯苯酚 A：32 ppm、②黏度平均分子量：23,000、③聚碳酸酯含率：12.5 質量%、④黏度：74 mPa·s（23℃）。

（ 1 ）鹼水洗淨程序

將此二氯甲烷溶液（ A ）與 pH 12.5 苛性鈉水溶液（ B1 ），依使二氯甲烷溶液相為 80 容量%，而水溶

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

錄

五、發明說明(20)

液相為20容量%的方式，各自以38升/h r、9.5升/h r供給於線狀攪拌器〔內容積：0.3公升、第一渦輪翼直徑：42.5mm、第二渦輪翼直徑：48mm〕，調整為平均單位流量之攪拌所需動力為每小時0.33kW/m³後，進行攪拌混合分散，而進行鹼洗淨。

其次，將來自線狀攪拌器出口的分散混合液，引導於離心抽取機〔內容積：4公升、旋轉部直徑：430mm、商品名「K.C.C遠心抽出機」（川崎重工（股）製）〕中，依旋轉數：3,000rpm進行離心抽取，而以38升/h r獲得第一次精製聚碳酸酯二氯甲烷溶液（A'）。

(2) 酸性水洗淨程序

將(1)所獲得之第一次精製聚碳酸酯二氯甲烷溶液（A'）與0.1N鹽酸水溶液（B2），依使二氯甲烷溶液相為80容量%，而水淨水相為20容量%的方式，各自以38升/h r、9.5升/h r供給於線狀攪拌器〔內容積：1.2公升、渦輪翼直徑：48mm〕，調整為平均單位流量之攪拌所需動力為每小時0.67kW/m³後，進行攪拌混合分散，而進行酸洗淨。

其次，將來自線狀攪拌器出口的分散混合液，引導於離心抽取機〔內容積：4公升、旋轉部直徑：430mm、商品名「K.C.C遠心抽出機」（川崎重工（股）製）〕中，依旋轉數：3,000rpm進行離心抽取，而

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(21)

以 3 8 升 / h r 獲得第二次精製聚碳酸酯二氯甲烷溶液 (A ") 。

(3) 純水洗淨程序

將 (2) 所獲得之第二次精製聚碳酸酯二氯甲烷溶液 (A ") 與純水 (離子交換水) [導電率 : $0.1 \mu S / cm$] (B 3) , 依使二氯甲烷溶液相為 8 0 容量 % , 而水淨水相為 2 0 容量 % 的方式 , 各自以 3 8 升 / h r 、 9 . 5 升 / h r 供給於線狀攪拌器 [內容積 : 0 . 3 公升 、 第一渦輪翼直徑 : 4 2 . 5 mm 、 第二渦輪翼直徑 : 4 8 mm] , 調整為平均單位流量之攪拌所需動力為每小時 1 . 1 kW / m³ 後 , 進行攪拌混合分散 , 而進行純水洗淨。

其次 , 將來自線狀攪拌器出口的分散混合液 , 引導於離心抽取機 [內容積 : 4 公升 、 旋轉部直徑 : 4 3 0 mm 、 商品名 「 K . C . C 遠心抽出機 」 (川崎重工 (股) 製)] 中 , 依旋轉數 : 3 , 0 0 0 r p m 進行離心抽取 , 而以 3 8 升 / h r 獲得第三次精製聚碳酸酯二氯甲烷溶液。藉由此類程序 , 便可製得精製聚碳酸酯溶劑溶液。

在上述各洗淨程序及各混合分散程序的線狀攪拌器下游處 , 設置屏蔽型震動黏度計 [F V M - 8 0 A : 山一電機 (股) 製] , 連續檢測出混合分散液黏度。此時的黏度計指示值 :

程序 (1) 1 6 0 m P a · s

程序 (2) 1 3 0 m P a · s

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (22)

程序 (3) 1 4 0 m P a • s

此時在各線狀攪拌器出口處，對聚碳酸酯溶液與水性洗淨液之混合分散液進行取樣，利用目視觀察分散相狀態後，得知全部為油中水型分散相 (W / O)，即形成水相分散相。在此洗淨方法中所獲得精製聚碳酸酯溶液之雜質殘餘量為鈉離子：0 . 0 2 p p m、氯離子：0 . 0 3 p p m、聯苯酚 A：3 . 7 p p m (以上均為二氯甲烷溶液中)，得知已進行充分的精製。

接著，將上述各自洗淨程序中的水性洗淨液流量分成各增加 2 0 % 的二階段 [水相比率 2 0 容量 % 之 4 0 %]，測量黏度變化。此時的黏度計指示值：

程序 (1) 6 5 0 m P a • s

程序 (2) 2 2 0 m P a • s

程序 (3) 1 9 0 m P a • s

可進行優越的黏度檢測。另，同時在各線狀攪拌器出口處進行取樣，觀察分散相狀態的結果後，得知水中油型分散相 (O / W)，即水相已相移轉成連續相。另，依此洗淨方法中所獲得精製聚碳酸酯溶液之雜質殘餘量為鈉離子：1 . 8 p p m、氯離子：2 . 1 p p m、聯苯酚 A：1 2 p p m (以上均為二氯甲烷溶液中)，屬精製較低者。

所以，隨黏度的上升，便可確認相移轉，利用控制洗淨水比率保持相移轉前的黏度程度，便可將混合液的相狀態，維持於 W / O 型的優越洗淨性條件。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(23)

(II) 連續洗淨

在上述洗淨例子中，根據第2圖所示圖形，將各洗淨程序之水性洗淨液，譬如以10%〔以水性洗淨液為基準〕的階段性增加，便可連續的進行洗淨操作。另，連續檢測混合分散液的黏度，在黏度增加的情況下，各洗淨程序中的水性洗淨液便自動的譬如減少20%，並依運轉數分鐘方式，順序組合繼續連續洗淨。換句話說，根據重新檢討後之各程序中混合分散液之相狀態與黏度間的相關係，而所決定的基準黏度，利用設定黏度的程度，便可防止相移轉於(O/W)，或將相移轉時間變成短時間，便可在優越洗淨性之以(W/O)分散相為主體，且水相比率較高程度的洗淨條件下，繼續進行洗淨。

產業上可利用性

藉由本發明，在含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液之水性洗淨液中的洗淨，洗淨液的使用量將比較少，並可確實控制於在洗淨效率較佳條件之油中水型分散液狀態下進行洗淨。同時，因為可將水性洗淨液的相比率，自動控制於較高程度，所以便可更加提昇洗淨效率，達省力化。故，可達降低洗淨成本，並提昇聚碳酸酯品質之功效。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要(發明之名稱：聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法及)
洗淨裝置

本發明係提供一種在將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液，採用水性洗淨液進行洗淨的方法中，將聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液混合分散，並檢測所獲得混合分散液之黏度，由該混合分散液之黏度變化，確認混合分散液的相狀態，根據該相狀態與黏度間的關係，而控制聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合比的聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法。在利用聚碳酸酯有機溶劑溶液之水性洗淨液的洗淨中，可抑制水性洗淨液使用量，且可穩定於較高洗淨效率的經濟洗淨方法。

英文發明摘要(發明之名稱：)

(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. 一種聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其特徵在於：在將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液，採用水性洗淨液進行洗淨的方法中，將聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液混合分散，並檢測所獲得混合分散液之黏度，由該混合分散液之黏度變化，確認混合分散液的相狀態，根據該相狀態與黏度間的關係，而控制聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合比。

2. 如申請專利範圍第1項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，係以聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液的相狀態為主，而控制油中水型分散相。

3. 如申請專利範圍第1項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，係自動控制該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合比。

4. 如申請專利範圍第1項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中該含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液的聚碳酸酯含量，係5～30質量%，該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液的水相分率，係10～40容量%。

5. 如申請專利範圍第1項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液黏度，係利用震動黏度計進行檢測。

6. 如申請專利範圍第1項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合分散液，係利用線狀攪拌機形成。

六、申請專利範圍

7 . 如申請專利範圍第 6 項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中平均線狀攪拌機的單位流量，係每小時 $0.1 \text{ kW} / \text{m}^3$ 以上。

8 . 如申請專利範圍第 1 項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨方法，其中由經控制該聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液之混合比的混合分散液中，分離出精製聚碳酸酯有機溶劑溶液。

9 . 一種聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨裝置，其特徵在於：具備有將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液進行混合分散的機構；檢測所獲得混合分散液黏度的機構；由所檢測得混合分散液之黏度變化，確認該混合分散液的相狀態，並根據此相狀態而控制該二液混合比的控制機構；以及由該混合分散液分離出精製聚碳酸酯有機溶劑溶液的機構。

10 . 如申請專利範圍第 9 項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨裝置，其中該檢測混合分散液黏度的機構，係震動黏度計。

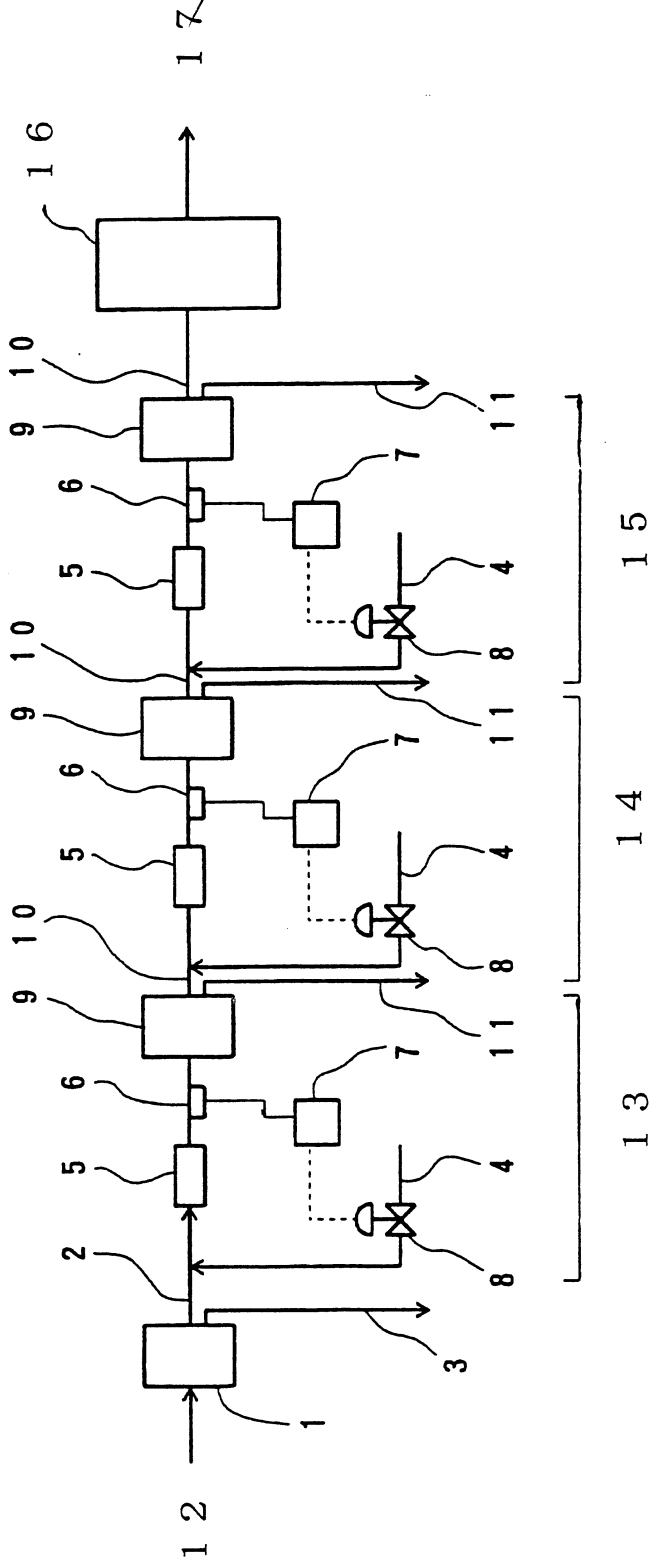
11 . 如申請專利範圍第 9 項所述聚碳酸酯有機溶劑溶液之洗淨裝置，其中該將含雜質聚碳酸酯有機溶劑溶液與水性洗淨液進行混合分散的機構，係線狀攪拌機；而由該混合分散液分離出精製聚碳酸酯有機溶劑溶液的機構，係離心分離機。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

9010597

第1圖



第 2 圖

