

公 告 本

380145

88. 9. 13 修正
補充

申請日期	85. 8. 09
案 號	85109681
類 別	1085 1452

Int. Cl⁶

A4
C4

380145

中文說明書修正頁(88年9月)

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	自多組份聚合廢物料中回收單體之方法
	英 文	" A PROCESS FOR RECOVERING MONOMER FROM MULTIPLE-COMPONENT POLYMERIC WASTE MATERIAL "
二、發明 創作人	姓 名	1.里歐德 約翰 珍塞斯基 2.蘭伯特 克賽提納 3.里察 尤金 麥爾
	國 籍	均美國
三、申請人	住、居所	1.美國維吉尼亞州米羅塞恩市維伯道2413號 2.美國維吉尼亞州查斯特市丹尼爾街4211號 3.美國維吉尼亞州里察蒙德市史東挪威路4739號
	姓 名 (名稱)	美商聯合標誌公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國紐澤西州摩里斯鎮哥倫比亞路101號
	代 表 人 姓 名	羅傑·H·克里斯

公 告 本

380145

88. 9. 13 修正
補充

申請日期	85. 8. 09
案 號	85109681
類 別	1085 1452

Int. Cl⁶

A4
C4

380145

中文說明書修正頁(88年9月)

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	自多組份聚合廢物料中回收單體之方法
	英 文	" A PROCESS FOR RECOVERING MONOMER FROM MULTIPLE-COMPONENT POLYMERIC WASTE MATERIAL "
二、發明 人	姓 名	1.里歐德 約翰 珍塞斯基 2.蘭伯特 克賽提納 3.里察 尤金 麥爾
	國 籍	均美國
三、申請人	住、居所	1.美國維吉尼亞州米羅塞恩市維伯道2413號 2.美國維吉尼亞州查斯特市丹尼爾街4211號 3.美國維吉尼亞州里察蒙德市史東挪威路4739號
	姓 名 (名稱)	美商聯合標誌公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國紐澤西州摩里斯鎮哥倫比亞路101號
	代 表 人 姓 名	羅傑·H·克里斯

(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
美 1995.8.10. 08/511,334

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 (3)

(b) 使步驟(a)所得混合物冷卻，並使該液態水溶液與該不溶部分分離；及

(c) 自該液態水溶液中回收形成該可水解聚合組份之單體。

該方法特別可用以自包含耐綸 6 與大量非耐綸組份之地毯材料中回收己內醯胺。根據此實施例，本發明提供一種自包含耐綸 6 與非耐綸 6 組份之地毯材料中回收己內醯胺之方法，其中該方法包括：

(a) 使水與該地毯材料之混合物受熱與受壓，以形成包含耐綸 6 解聚合產物之混合物作為主成分之液態水溶液，以及包含非耐綸 6 組份混合物作為主成分之不溶於水部分；

(b) 使步驟(a)所得混合物冷卻，並使該液態含水部分與該不溶於水部分分離；及

(c) 自該液態水溶液中回收己內醯胺。

圖之簡單說明

圖 1 與 2 為本發明實施例之示意圖。

圖式主要元件符號之敘述

- 1..... 擠製機或幫浦之入口
- 3..... 擠製機或幫浦之入口
- 5..... 反應器
- 7..... 注入反應器中之水
- 9..... 冷卻處
- 11..... 分離處

五、發明說明(1)

發明領域

本發明係關於一種自多組份可水解聚合廢物料回收單體之改良方法，尤其是自包含耐綸6之廢物料中回收己內醯胺。該方法尤其可用於自包含耐綸6作為表面纖維以及非耐綸6組份之廢棄地毯材料中回收己內醯胺。

發明背景

自耐綸6廢料之己內醯胺回收已進行了至少20年，其中該廢料本質上不含非耐綸6物質。一般而言，耐綸6通常在觸媒及/或蒸汽之存在下，藉由升溫下之加熱而行解聚合。所得之己內醯胺以氣相流之方式移出。此領域之延伸研究可見於德米契瓦(L.A. Dmitrieva)等所著之纖維化學，第17冊，第4號，1986年三月，第229-241頁。在纖維、木片、膜或模製物品之製造期間所得廢料之可水解聚合物之解聚合亦見於發予曼多奇(Mandoki)之美國專利號4,605,762中。該方法包括於200至300°C之溫度與至少15大氣壓之壓力下將該聚合廢料引入一水解器中，其中將高壓蒸汽引入該聚合廢料下之該水解器底部內。將該水解反應產物之水溶液自該水解器之上部抽出。

然而，就包括耐綸6以及其他組份之多組份混合物或組成物而言，己內醯胺之回收因其他組份之存在而變複雜。這些於傳統耐綸6解聚合條件下產生之其他組份及/或其分解產物會干擾適當純度己內醯胺之分離，因此需要昂貴的額外純化步驟。

作為包含耐綸6以及基本量之其他材料之產物實例，由

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (3)

- 12. 分離出口
- 13. 液流
- 14. 移出點
- 15. 循環流
- 17. 液流
- 19. 閃蒸器
- 20. 閃蒸器底部
- 21. 薄層蒸餾器
- 22. 粗製己內醯胺
- 22'. 出口液流
- 23. 殘餘物
- 30. 閃蒸塔
- 32. 液流
- 33. 殘餘物
- 34. 頂部
- 35. 部份濃縮器或濃縮槽
- 36. 水
- 38. 粗製己內醯胺

較佳實施例之詳細說明

如此處所用者，"多組份聚合廢物料"係指包含至少一種可水解聚合組份及至少一種其他組份之消費者、製造商、經銷商、零售商、裝配商等等意圖或已丟棄之材料或物品，該其他組份可為非可水解聚合物、無機或有機物質、或其他型式之物質。該其他組份可佔該多組份聚合廢物料重量之約 5 至約 95，較佳約 20 至約 80 個重量百分比。"多組份

五、發明說明(2)

耐綸6表面纖維所製之地毯產物亦包括一背面(支撐)材料，其可包括麻、聚丙烯、生膠(如苯乙烯-丁二烯橡膠(SBR))，以及數種無機材料，如碳酸鈣、石灰或水合鋁氧填料。典型上，該表面纖維組成分僅佔地毯重量之20-50%，其餘部分由背面材料組成。此外，該纖維可包含染料、土壤驅蟲劑、安定劑及其他於纖維及/或地毯製造期間內所加入之其他化合物。廢棄地毯亦可包括眾多其他雜質，於此統稱為"塵土"。

這些耐綸6組份會干擾己內醯胺之回收。例如，最困難的問題之一為，如碳酸鈣填料等鹼性組份與傳統用以促進耐綸6解聚合之如磷酸之酸性觸媒中和，因此須使用較大量之觸媒。另一問題為，就如廢棄地毯材料等含基本量非耐綸6組份之廢物料而言，該非耐綸6材料難以加工或處理。

若可發展出不貴的方法以自如地毯等含耐綸6之多組份組成物或材料中回收己內醯胺，尤其該方法中之非耐綸6組份副產物可被輕易分離與處理時，則特別有利。

發明概述

本發明提供一種自包含至少一種可水解聚合組份之多組份聚合廢物料中回收單體之改良方法。該方法包含：

(a) 使水與該多組份聚合廢物料之混合物受熱與受壓，以形成包含該可水解聚合組份之解聚合產物混合物作為主成分之液態水溶液，以及包含解聚合產物以外物質之混合物作為主成分之不溶於水部分；

五、發明說明 (3)

(b) 使步驟(a)所得混合物冷卻，並使該液態水溶液與該不溶部分分離；及

(c) 自該液態水溶液中回收形成該可水解聚合組份之單體。

該方法特別可用以自包含耐綸6與大量非耐綸組份之地毯材料中回收己內醯胺。根據此實施例，本發明提供一種自包含耐綸6與非耐綸6組份之地毯材料中回收己內醯胺之方法，其中該方法包括：

(a) 使水與該地毯材料之混合物受熱與受壓，以形成包含耐綸6解聚合產物之混合物作為主成分之液態水溶液，以及包含非耐綸6組份混合物作為主成分之不溶於水部分；

(b) 使步驟(a)所得混合物冷卻，並使該液態含水部分與該不溶於水部分分離；及

(c) 自該液態水溶液中回收己內醯胺。

圖之簡單說明

圖1與2為本發明實施例之示意圖。

圖式主要元件符號之敘述

- 1..... 擠製機或幫浦之入口
- 3..... 擠製機或幫浦之入口
- 5..... 反應器
- 7..... 注入反應器中之水
- 9..... 冷卻處
- 11..... 分離處

五、發明說明 (3)

- 12. 分離出口
- 13. 液流
- 14. 移出點
- 15. 循環流
- 17. 液流
- 19. 閃蒸器
- 20. 閃蒸器底部
- 21. 薄層蒸餾器
- 22. 粗製己內醯胺
- 22'. 出口液流
- 23. 殘餘物
- 30. 閃蒸塔
- 32. 液流
- 33. 殘餘物
- 34. 頂部
- 35. 部份濃縮器或濃縮槽
- 36. 水
- 38. 粗製己內醯胺

較佳實施例之詳細說明

如此處所用者，"多組份聚合廢物料"係指包含至少一種可水解聚合組份及至少一種其他組份之消費者、製造商、經銷商、零售商、裝配商等等意圖或已丟棄之材料或物品，該其他組份可為非可水解聚合物、無機或有機物質、或其他型式之物質。該其他組份可佔該多組份聚合廢物料重量之約 5 至約 95，較佳約 20 至約 80 個重量百分比。"多組份

五、發明說明(4)

聚合廢物料"並不包括單獨包含可水解聚合及/或寡聚物廢料，如於纖維、木片、膜或模製物品等其後用以併入或形成如地毯與包裝材料等最終用途組份產物之中間物之製造期間所產生之物質。此種廢料之實例有紗廢料、木片廢料或擠製殘渣。

本發明特別適合之可水解聚合物包括聚醯胺，尤其是耐綸6與耐綸6,6，以及聚酯，尤其是對酞酸聚乙酯。回收之單體為形成可水解聚合物者。在聚醯胺之例中，回收之單體可為二羧酸及亞烷基二胺，或內醯胺。耐綸6之回收單體為己內醯胺，而耐綸66之回收單體為己二酸與六亞甲基二胺。在聚酯之例中，回收之單體可為二羧酸與二元醇。對酞酸聚乙酯之回收單體為對酞酸及乙二醇。

一有用之實施例係自包含可水解聚合物作為表面纖維之廢棄地毯材料中之單體回收。尤其有用者為自包括耐綸6表面纖維與非耐綸6成分之廢棄地毯材料中之己內醯胺回收。

此處所用之"纖維"係指一延長體，其長度尺寸遠大於寬度與厚度之橫向尺寸。因此，"纖維"包括例如"單絲"、"多絲"紗線(連續或主要)，帶狀、細片狀及其他形式之切割或不連續纖維，以及具有規則或不規則截面之類似物者。"纖維"包括複數個任一種以上者或以上者之組合。

此處所用之"地毯材料"係指未受任何機械分離之地毯(於此稱為"完整地毯")，以及完整地毯以機械或其他方式分離產物之地毯成分混合物(於此稱為處理後地毯)。

五、發明說明(5)

地毯材料"係指已被消費者、製造商、經銷商、零售商、裝配商等丟棄、意圖丟棄或其他可能之地毯材料。

本發明之一重要優點在於例如來自地毯支撐物與黏著劑之非耐綸組份之不可溶劑產物組份，形成易於與含欲回收單體之液態水溶相分離之細分固態粒子。此優點對於完整地毯可能包括少於50%重量耐綸纖維之廢棄地毯材料而言尤其重要。

與地毯相關之另一優點為避免了耐綸6表面纖維與支撐材料和黏著劑機械分離之需要。可使用未經任何前處理之地毯作為儲料，其中前處理包括清潔廢棄地毯或移除任何加至該表面纖維上之處理劑，如防漬劑、土壤驅蟲劑或安定劑。然而，若有必要，該地毯可以機械方式縮小至適當尺寸之條或片，以利於處理。同時，若有必要，因程序之彈性，可以處理後地毯作為儲料，該地毯包含已藉由機械方式與一部分或大部分支撐材料及黏著劑分離之耐綸6表面纖維。

本發明之方法將更詳細地說明如下，特別以具有耐綸6表面纖維之廢棄地毯作為該多組份聚合廢料之實例。

一開始，將廢棄地毯材料與水進給至一反應器或一系列反應器。該廢棄地毯材料可於進給至反應器前先弄碎。該廢棄地毯材料可利用如聚合物擠製器或使用連續反應器之程序而加至該反應器，較佳透過適合維持反應器內壓力之幫浦將廢棄地毯材料進給至反應器中。如一實例，可透過一活塞幫浦使乾燥的碎裂廢棄地毯材料進給至反應器中。

(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)

如另一實例，該廢棄地毯材料可被加熱以至少部分熔化該材料，然後透過一變速幫浦進給至反應器中。

將水加至反應器中以形成水與該多組份聚合廢料之混合物，使該混合物受熱與受壓，以形成包含可水解聚合組份解聚合產物之混合物作為主成分之液態水溶液，以及包含解聚合產物以外物質之混合物作為主成分之不溶於水部分。該水係以液態水、過熱蒸汽、或液態水與蒸汽混合物之形式供應。在最後兩個例子中，可使用蒸汽過熱器以得致所欲之溫度與壓力。在任一情形下，大部分進入反應器之蒸汽冷凝成液態水。反應器壓力接近操作溫度下水之蒸汽壓。

在反應器中，使水與地毯材料之混合物受熱與受壓，以形成包含耐綸6解聚合產物之混合物作為主成分之液態水溶液，以及包含非耐綸6組份之混合物作為主成分之不溶於水部分。就一批式程序而言，可使用攪拌之高溫箱反應器。就一連續程序而言，可使用攪拌槽反應器，較佳三個串接之攪拌槽反應器。

相對於廢料所使用之水量應足以溶解基本部分之可水解聚合組分以及解聚合產物，並可將其自其他存在於廢料中之組份中萃取出。水量視所欲之可水解聚合物及解聚合產物回收、地毯之可水解聚合物含量、溫度、以及萃取模式而定。一般而言，所欲回收愈高，所需水量愈高，且反應溫度愈高。就所述使用廢棄耐綸6地毯材料之實施例而言，較佳水量為地毯中存在每一份耐綸6約0.5至約7，尤其

(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)

約2至約7，更佳約4至約6份水。

此階段之反應溫度應大於該可水解聚合組份之熔點。較佳者，該溫度應比該熔點高至少約 5°C ，更佳至少約 10°C 。在該可水解聚合組份為耐綸6之所述實施例中，此階段之反應溫度至少應為約 240°C 。在較低的溫度下，耐綸6與水之反應極慢。較高之溫度增加反應速率，並使留在不溶於水相中之耐綸6解聚合產物量減至最少，但亦需要較高的壓力，因為水的蒸汽壓增加了。約 240 至約 375°C 之溫度範圍適合此階段之用，而較佳之範圍為約 250 至約 350°C ，最佳為約 285 至約 305°C 。此階段期間之反應壓力視反應溫度而定，大約等於反應溫度下水之蒸汽壓，範圍在約 465 至約 2700 psi (約 3200 至約 $18,600$ kPa)。

此階段之程序完成了兩個主要任務：耐綸6之溶於水與耐綸6之部分解聚合。耐綸6溶解與耐綸6解聚合可同時發生。解聚合因胺與羧基末端團之濃度增加以及因己內醯胺之形成而明顯得知。產生之己內醯胺似乎幫助了其他耐綸6及其寡聚物之溶解。而且，據信末端基團之高濃度可幫助程序中之解聚合。而且，當解聚合度增加時，耐綸6水解物於水中之溶解度增加，而液態水溶液之黏度減少。因減少之黏度而使得該液態水溶液與該不溶於水部分傾向於達成更明顯的分離。

根據地毯儲料中理論上可得耐綸6解聚合產物之重量，於此階段期間所形成之至少約60，較佳至少約80，而最佳至少約90個重量百分比之耐綸6解聚合產物應溶解於此階

(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)

段所形成之水溶液中。以另一方式視之，萃取出至少約80，較佳至少約90，最佳至少約99個重量百分比之地毯儲料中理論上可得之耐綸6。該耐綸6解聚合產物形成該液態水溶液之主成分。"主成分"之意係指耐綸6解聚合產物之混合物為除了水外該液態水溶液之最大重量組成或組份。較佳者，所得液態水溶液中耐綸6解聚合產物之濃度至少應為約5，更佳至少約15，最佳至少約20個重量百分比。

得自此階段之不溶於水部分應包括至少約90，較佳約95，最佳約99個重量百分比之非耐綸6組份，其係以地毯儲料中非耐綸6成分之重量為基準。尤其，若廢棄地毯材料包含碳酸鈣、聚丙烯與SBR生膠，則該不溶於水部分應包含約99.8至約96.5重量%之鈣，以及約90至約99重量%之碳酸鈣以外之非耐綸6組份。該非耐綸6組份形成不溶於水部分之主成分。"主成分"之意係指非耐綸6組份之混合物為除了所吸收或夾帶之水外，該不溶於水部分之最大重量組成或組份。較佳者，所得不溶於水部分中之非耐綸6組份之量應在至少約90，更佳至少約95重量%，其係以排除所吸收或夾帶之水外不溶於水部分之重量為基準。典型上，於不溶於水部分中之非耐綸6組份之最大量可達約99重量%，其係以排除所吸收或夾帶之水外不溶於水部分之重量為基準。

重要的是此階段之反應混合物包括一可使解聚合產物溶於其中之液態水溶性相。然而，小量之耐綸6解聚合產物漏失於不溶於水之部分中，其係因為在水溶液中之溶解度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(9)

降低，在不溶於水相之溶解度、吸收度、吸附度或機械性夾帶度增加，或其他物理效應所致。一般而言，愈高分子量之產物部分傾向於留在不溶於水部分中。可藉於高溫下操作，使用較大量之水，並增加地毯材料與水間之接觸時間，而使漏失降至最低，其係熟習此技藝之人士可輕易測知者。

本發明方法之下一主要階段涉及前述階段所形成液態水溶性相與不溶於水相之分離。本發明嚴格要求該分離應於比反應器中所存者更低之溫度下發生。較佳提供冷卻以使該分離於基本上比此階段更低之溫度下發生。已發現藉由將溫度降至低於此階段者，可使不溶組份固化。降溫下之分離提供了細分固態粒子形式之不溶組份，其快速沈澱，易於與液態水溶相分離，並易於自反應器中移出。

尤其，本發明方法之此階段涉及第一階段所形成液態水溶相與不溶於水相之分離。如所述者，於比第一階段者更低之溫度下進行分離。較佳者，該第二階段於該第一階段與此初始分離間涉及一冷卻步驟。在此冷卻步驟中，反應物冷卻至約 150°C 以下，更佳約 100°C 以下，最佳在約 70 至約 95°C 之溫度範圍內，藉以降低壓力並使不溶於水部分固化。若反應係於批式反應器中進行，則可利用冷卻線圈所提供之非直接冷卻或藉由使反應器通過冷凝器排氣至大氣壓力中之蒸發性冷卻而達成冷卻。若反應係於連續式反應器中進行，可藉由於一瞬瀉槽中將反應器內含物瞬瀉至大氣壓力中或藉由使該混合物通過水冷式熱交換器而達

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (10)

成冷卻。此冷卻線圈或熱交換器可自由選用為沸騰器，以產生用於程序加熱或蒸發之蒸汽。

非預期地發現地毯中之不溶於水組份(包括如聚丙烯、碳酸鈣與苯乙烯-丁二烯橡膠)形成複數個可以已知機械方式(如離心或過濾)與溶於水之水解產物快速分離之細分固態粒子。若無降溫，在完整地毯儲料之例中，第一階段後之不溶物質傾向於形成橡膠團。相反地，就本發明而言，該主要由細分固體所形成之不溶部分可易於由該反應器中移出，並藉傳統方法與該液態含水部分快速分離。該固體可視情況而於一分離步驟中燃燒掉，以提供程序加熱與蒸發之能量。

本方法之下一主要階段涉及將形成該可水解聚合組份之所欲單體自該液態水溶性介質中回收。就所述實施例而言，所欲回收之單體為己內醯胺。

一般而言，該回收較佳包括一將基本量，如至少約75，較佳至少約95重量%，甚至包括超過99重量%之水自該液態含水部分中移除之步驟，以形成富含己內醯胺與其他解聚合產物流，接著使己內醯胺與其他解聚合產物分離。

水之移除可藉各種不同方式達成，如蒸餾程序。如一實例中者，可將該液態含水部分充入一水瞬瀉器(water flasher)，接著進入一蒸餾管柱。較佳使該瞬瀉器與該蒸餾管柱均於小於約110°C，較佳小於約100°C，更佳在低於約90°C之溫度下操作。蒸餾程序之上方產物(本質上包含水蒸氣)可回流至該反應器。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(11)

在水移除步驟後，對該富含己內醯胺與其他解聚合產物流施以一般於以領域中用以分離己內醯胺與其他耐綸解聚合產物之各種已知方法，如第二蒸餾程序。如一實例中者，可使用一內醯胺瞬瀉槽，接著一薄膜蒸發器，而回收粗己內醯胺。這些程序較佳於約100至約150°C之範圍內，更佳約120至約135°C之範圍內之溫度下進行。在較低之溫度下，可抑制己內醯胺與寡聚物再聚合形成更高分子量之化合物。

所得富含解聚合產物流可視情況而根據習用方法充入一瞬瀉槽中與過熱蒸汽接觸。如一實例中者，併於此以為參考之美國4,764,607專利中揭示一用以使含己內醯胺之液態混合物與過熱蒸汽混合之適合裝置。在某些情形下，此實施例可用以提供己內醯胺與寡聚物之更有效分離。該己內醯胺以過熱蒸汽氣化。因槽中溫度可能明顯高於一般發生己內醯胺再聚合之溫度，故使停留在瞬瀉器中之滯留時間短，即少於1秒，是很重要的。與蒸汽一起離開此瞬瀉器之己內醯胺可進入一部分冷凝器或一管柱，以冷凝該己內醯胺。來自該瞬瀉槽底部而主要含寡聚物之底部物可回流至該反應器。

於此程序之此點中所回收己內醯胺之純度約在96至99重量%之範圍。該粗己內醯胺中之1至4重量%雜質包括寡聚物。若使用處理後地毯作為儲料，則純度傾向於更高。若在此地毯上有大量塵土，則純度傾向於較低。

在己內醯胺回收之後，可於下游操作中利用熟習此技藝

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (12)

之人士已知之純化方法，如結晶、酸或鹼處理後之真空蒸餾、離子交換、高錳酸鹽處理與氫化，作進一步純化而得致聚合等級之己內醯胺。該包含己內醯胺、環狀寡聚物與直鏈寡聚物之殘餘物可有利地回流至初始反應器，且一部分回流可被移除至驅出雜質。

圖1與2為本發明方法之代表性實施例之示意圖。

具有耐綸6表面纖維、聚丙烯支撐材料與碳酸鈣填充SBR生膠之地毯被碎裂成細片，並於1處進給至反應器5。就一連續式反應器而言，以保持反應器5內壓力之方式經擠壓器或幫浦3進給該等地毯細片。於7處(且經回流15)將水充入反應器中，該混合物於此處於約250至約375°C間之溫度，約465至約2700 psi (約3200至約18,400 kPa)之反應壓力下反應約15分鐘至約1小時。就一批式程序而言，反應器5可為攪拌式高溫箱反應器。就一連續式程序而言，可使用攪拌槽反應器，較佳至少三個串接之攪拌槽反應器。然後於9處冷卻該解聚合耐綸6與不溶於水地毯組份，其係利用間接熱交換或瞬瀉冷卻為之，而最佳冷卻至約70至約95°C範圍內之溫度。該不溶於水、組份與該溶於水解聚合產物於11處分離，其係透過如離心或過濾之程序為之。於12處離開該系統之不溶於水組份具有細分固體之形式，可燃燒掉以提供能量予該系統。透過一蒸餾程序於14處將較佳至少75重量%之基本量之水自液流13(包括該溶於水解聚合產物)中移除，其中該溫度較佳維持在約50至約135°C之範圍內。水可透過液流15回流至反應器。然後自液流17之其

(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)

他解聚合產物中回收粗己內醯胺。

如圖1中所示，己內醯胺與液流17中其他解聚合產物之分離可以一蒸餾程序進行。使液流17進入瞬瀉器19，其中該粗己內醯胺22可視情況於下游操作中純化。該瞬瀉器19之底部物20主要將包含寡聚物，但液流20中任何其他的己內醯胺可以薄膜蒸發器21收集，並離開成為液流22'。較佳者，使瞬瀉器19與蒸發器21均維持在約120至約135°C之更佳範圍內，以避免己內醯胺之再聚合。包含環狀寡聚物與直鏈寡聚物以及少量己內醯胺之殘餘物23可有利地回流至該初始反應器。一部分回流可移出至驅出雜質(未示出)。

如圖2中所示，液流17被充入瞬瀉槽30，其於此處與過熱蒸汽32接觸。該解聚合產物之滯留時間維持在低於1秒，因槽30中之溫度可能超過200°C。瞬瀉槽30之上方產物進入部分冷凝器或管柱35中，於此處回收粗己內醯胺38，其可視情況於下游操作中純化。殘餘物33可回流至反應器5，且一部分此回流可被移至驅出雜質(未示出)。水36可丟棄。

以下實例舉例說明各種較佳實施例。其中用以說明本發明原理之特定技術、條件、材質、比例與報導數據僅係例示之，而不應架構以限制本發明之範圍。除非另有所陳，否則所有份數與百分比均以重量為之。

實例1

涉及一連續式程序之本發明實施例如下。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (14)

每小時2萬磅之含約50重量%耐綸6之由耐綸6所製廢棄地毯被碎裂成約3吋乘以5吋之細片，並充入擠壓器3中。該擠壓器使地毯溶化，並排入含三個串列容器之反應器中。該等容器為10000加侖攪動、包覆槽，並以一熱傳流體加熱。該熱傳流體使反應器內之溫度維持在約295°C，而壓力維持在約1150 psi，並提供額外的熱以完成於擠壓器與熱水所供應之熱上之反應。

每小時5萬6千磅的熱水透過一將水加熱至295°C之加熱器而加至該反應器。每小時4千1百磅來自膜蒸發器(下述)包含寡聚物之殘餘物於一混合槽中與回流水混合，並加至反應器5。

來自反應器之反應產物經一降壓閥被排入一容器中。該容器為具有攪拌器與冷凝器之5千加侖包覆瞬瀉槽；該冷凝器使瞬瀉期間所產生之蒸汽凝結，並使凝結液返回該容器。包含或蒸汽中之能量可用以預熱加至反應器之水，或可利用熟習此技藝之人士熟知之方法以其他方式回收。供應冷卻至該容器外套，以維持溫度於約90°C。

每小時8萬磅來自瞬瀉槽之泥狀物被抽送至離心處，於該處移走每小時約1萬磅之含聚丙烯與碳酸鈣等用於地毯製造中之支撐材料之固體。過濾該離心液體以移除殘餘固體，並將其抽送至一蒸發器，每小時去除5萬6千磅之水，並使水回流至反應器。一部分水，約每小時5千磅，被洗滌以移除累積之雜質。該被洗滌之水為純化之水所取代。該蒸發器於約95°C，450毫米汞柱下操作，以使己內鹽胺

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

五、發明說明 (15)

之聚合減至最少。每小時約將1萬4千磅之每小時含約100磅水、每小時1萬零1百磅己內醯胺、每小時2千2百磅寡聚物、以及每小時1千7百磅累積雜質之濃縮耐綸6值自該蒸發器中抽出，並抽送入己內醯胺瞬瀉器。

該己內醯胺瞬瀉器包含一瞬瀉槽、加熱器、回流幫浦與冷凝器。該瞬瀉器係於約6毫米汞柱之壓力與約125°C之溫度下操作，以使己內醯胺之聚合減至最少。每小時約8千磅之己內醯胺由上方蒸餾出並凝結。來自瞬瀉器之殘餘物被抽送至一掃抹式(wiped)膜蒸發器與冷凝器，以回收額外之己內醯胺值。該掃抹式膜蒸發器係於約5毫米汞柱絕對壓力與135°C下操作，以使己內醯胺之聚合減至最少。每小時另外冷凝了1千1百磅之己內醯胺，並與原得自己內醯胺瞬瀉器之己內醯胺合併；該粗己內醯胺可以習知方法純化以產生纖維級己內醯胺。每小時約4千9百磅之殘餘物由該掃抹式膜蒸發器21排出，其中大約每小時8百磅被洗滌，而其餘之每小時4千1百磅與來自初始蒸發器之冷凝液合併，並回流至反應器。

實例2

具有耐綸6表面纖維以及聚丙烯與碳酸鈣填充SBR生膠之地毯包含46%之耐綸6、7%之聚丙烯、以及48%之CaCO₃/SBR。980.0克之水被充入一2.0升攪拌高溫箱反應器中，並加熱至240°C。將一聚合物擠製器預熱至260°C，並將343.0克之廢棄地毯細片加至擠製進料斗，並進給至反應器。加熱該反應器至約310°C，並維持於該溫度下約1

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

象

五、發明說明 (16)

小時。其後利用冷卻水使反應器快速冷卻至約90°C。回收1291克之物質(97.6%)。利用過濾自水溶相中分離出顆粒固體。該水溶相包含11.3重量%之己內醯胺，其對應於約79.1%之耐綸6中己內醯胺回收率。利用旋轉真空蒸發器自解聚合產物中蒸餾出水。藉由使壓力維持於6 psi或更低而使溫度維持於小於約80°C。將該殘餘物轉移至配有加熱罩與冷凝器之圓底瓶。利用5毫米汞柱之真空自其他解聚合產物中蒸餾出己內醯胺。當蒸餾溫度達約135°C時停止蒸餾。約90%之己內醯胺被回收。該粗己內醯胺包含少於1000 ppm之雜質。

從前述說明中，熟習此技藝之人士可輕易確知本發明之基本特徵，而對本發明作各種改變及修飾以適用於不同用途與條件並不脫離其精神與範圍。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

四、中文發明摘要(發明之名稱： 自多組份聚合廢物料中回收單體之方法)

一種自包含可水解聚合物之多組份廢物料中回收單體之方法，其包括使該多組份廢物料與水接觸，並使所得混合物受熱與受壓以形成一個液態含水部分及一個不溶於水部分。該液態含水部分主要包括該可水解聚合物之解聚合產物，而該不溶於水部分主要包括解聚合產物以外之組份。使該混合物冷卻，並分離該液態含水部分與不溶於水部分。自該液態水溶液回收形成該可水解聚合物之單體。

英文發明摘要(發明之名稱： " A PROCESS FOR RECOVERING MONOMER)
FROM MULTIPLE-COMPONENT POLYMERIC
WASTE MATERIAL "

A process for recovering monomer from multi-component waste material that includes a hydrolyzable polymer, includes contacting the multi-component waste material with water and subjecting the resulting mixture to heat and pressure to form a liquid aqueous portion and a water insoluble portion. The liquid aqueous portion mainly includes depolymerization products of the hydrolyzable polymer, and the water insoluble portion mainly includes components other than the depolymerization products. This mixture is cooled and the liquid aqueous portion and the water insoluble portion are separated. Monomer that formed the hydrolyzable polymer is recovered from the liquid aqueous solution.

四、中文發明摘要(發明之名稱： 自多組份聚合廢物料中回收單體之方法)

一種自包含可水解聚合物之多組份廢物料中回收單體之方法，其包括使該多組份廢物料與水接觸，並使所得混合物受熱與受壓以形成一個液態含水部分及一個不溶於水部分。該液態含水部分主要包括該可水解聚合物之解聚合產物，而該不溶於水部分主要包括解聚合產物以外之組份。使該混合物冷卻，並分離該液態含水部分與不溶於水部分。自該液態水溶液回收形成該可水解聚合物之單體。

英文發明摘要(發明之名稱： " A PROCESS FOR RECOVERING MONOMER)
FROM MULTIPLE-COMPONENT POLYMERIC
WASTE MATERIAL "

A process for recovering monomer from multi-component waste material that includes a hydrolyzable polymer, includes contacting the multi-component waste material with water and subjecting the resulting mixture to heat and pressure to form a liquid aqueous portion and a water insoluble portion. The liquid aqueous portion mainly includes depolymerization products of the hydrolyzable polymer, and the water insoluble portion mainly includes components other than the depolymerization products. This mixture is cooled and the liquid aqueous portion and the water insoluble portion are separated. Monomer that formed the hydrolyzable polymer is recovered from the liquid aqueous solution.

六、申請專利範圍

1. 一種自包含至少一種可水解聚合組份之多組份聚合廢物料中回收單體之方法，其包括：
 - (a) 使水與該多組份聚合廢物料之混合物受熱及受壓，以形成包含該可水解聚合組份之解聚合產物混合物作為主成分之液態水溶液，以及包含該解聚合產物以外之物質混合物作為主成分之不溶於水部分；
 - (b) 冷卻得自步驟(a)之混合物，並使該液態水溶液與該不溶部分分離；以及
 - (c) 自該液態水溶液中回收形成該可水解聚合組份之單體。
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其包括於一溫度下冷卻該液態水溶液，其不溶於水部分會於此溫度下形成許多細分之固態粒子，接著使該液態水溶液與細分之固態粒子分離。
3. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中該液態水溶液係被冷卻至低於150℃。
4. 根據申請專利範圍第3項之方法，其中該液態水溶液係被冷卻至70至100℃範圍內之溫度。
5. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中步驟(c)包括將水自該液態水溶液中移除，接著使單體與該可水解聚合組份之其他解聚合產物分離。
6. 根據申請專利範圍第5項之方法，其中至少75%之水，其係以液態水溶液中水之總重為基準，於單體分離前被移除。

六、申請專利範圍

1. 一種自包含至少一種可水解聚合組份之多組份聚合廢物料中回收單體之方法，其包括：
 - (a) 使水與該多組份聚合廢物料之混合物受熱及受壓，以形成包含該可水解聚合組份之解聚合產物混合物作為主成分之液態水溶液，以及包含該解聚合產物以外之物質混合物作為主成分之不溶於水部分；
 - (b) 冷卻得自步驟(a)之混合物，並使該液態水溶液與該不溶部分分離；以及
 - (c) 自該液態水溶液中回收形成該可水解聚合組份之單體。
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其包括於一溫度下冷卻該液態水溶液，其不溶於水部分會於此溫度下形成許多細分之固態粒子，接著使該液態水溶液與細分之固態粒子分離。
3. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中該液態水溶液係被冷卻至低於150℃。
4. 根據申請專利範圍第3項之方法，其中該液態水溶液係被冷卻至70至100℃範圍內之溫度。
5. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中步驟(c)包括將水自該液態水溶液中移除，接著使單體與該可水解聚合組份之其他解聚合產物分離。
6. 根據申請專利範圍第5項之方法，其中至少75%之水，其係以液態水溶液中水之總重為基準，於單體分離前被移除。

六、申請專利範圍

7. 根據申請專利範圍第5項之方法，其中水係於單體分離前藉由蒸餾或蒸發而被移除。
8. 根據申請專利範圍第5項之方法，其中該單體係藉蒸餾而與其他解聚合產物分離。
9. 根據申請專利範圍第8項之方法，其中該蒸餾係於100至150°C範圍內之溫度下進行。
10. 根據申請專利範圍第9項之方法，其中該蒸餾係在低於135°C之溫度下進行。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

錄

380145

第 85109681 號專利申請案
中文圖式修正本 (88 年 9 月)

88. 9. 13 修正
年 月 日
補充

1/2

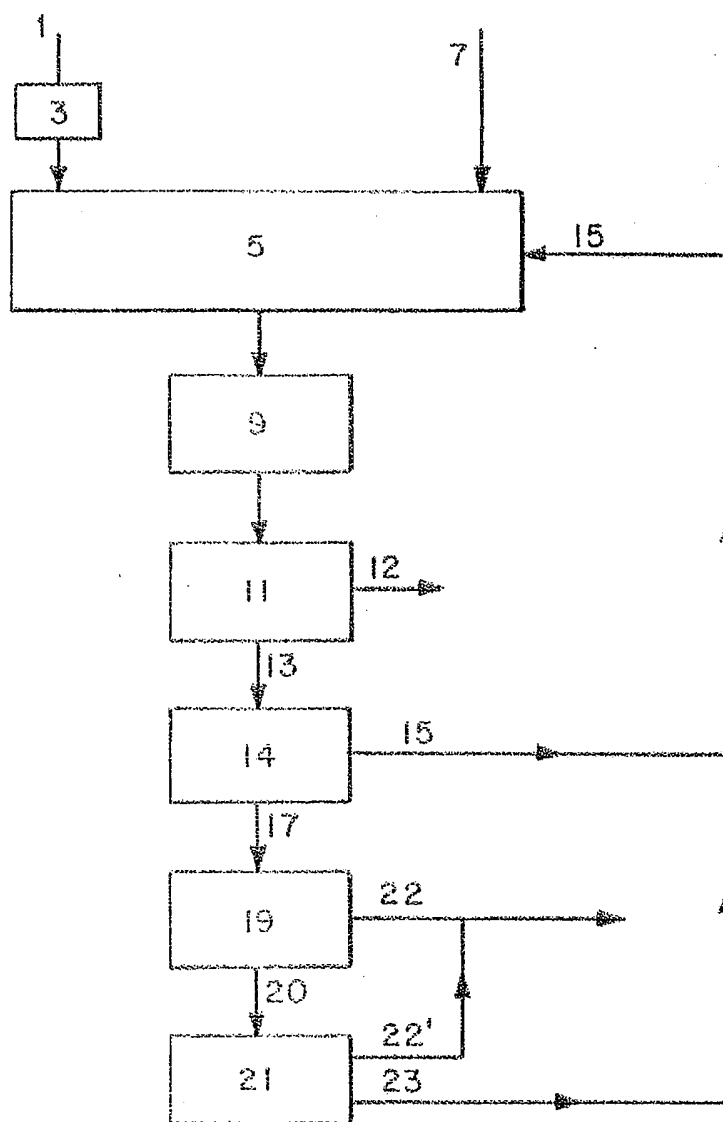


圖 1

380145

第 85109681 號專利申請案
中文圖式修正本 (88 年 9 月)

88. 9. 13 修正
年 月 日
補充

1/2

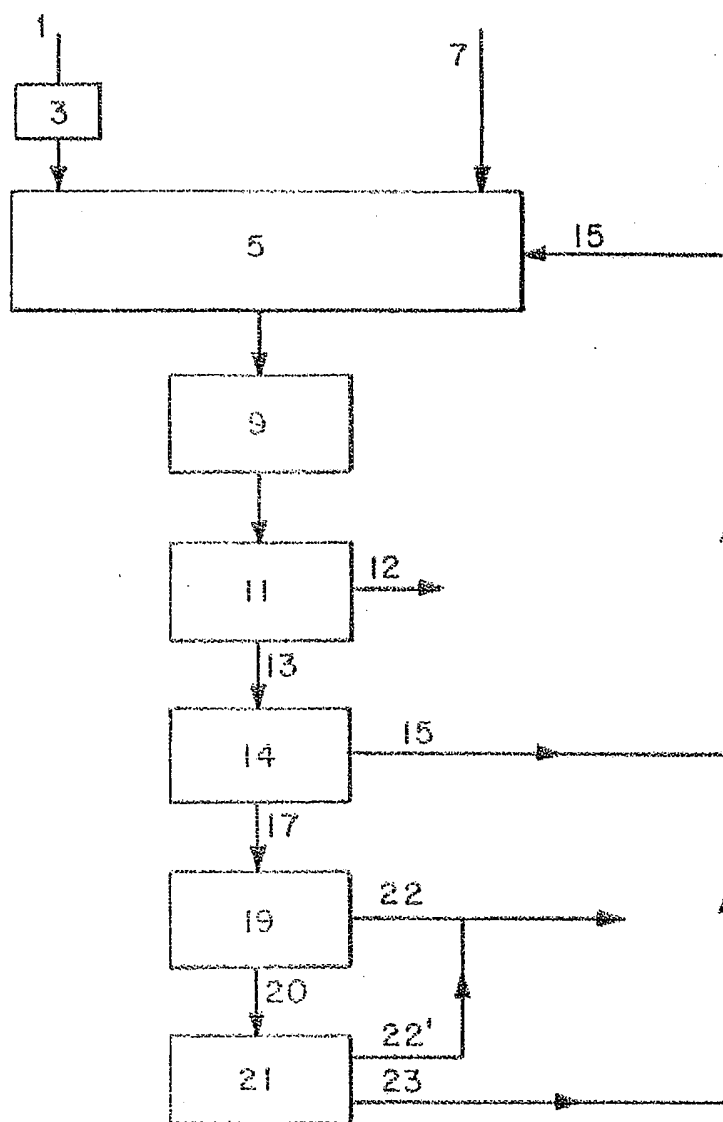


圖 1

380145

88.9.13 修正
年 月 日
補充

2/2

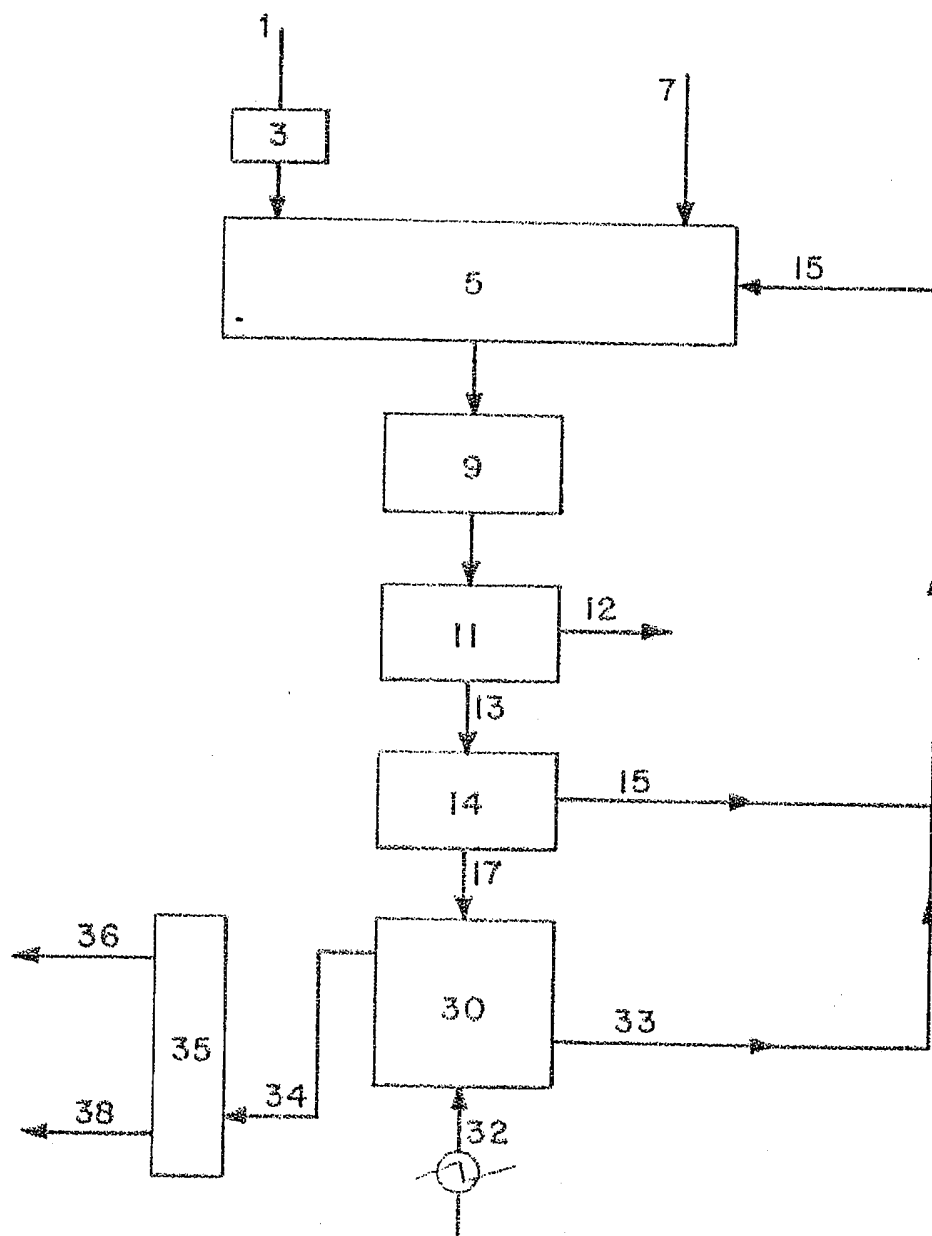


圖 2

380145

88.9.13 修正
年 月 日
補充

2/2

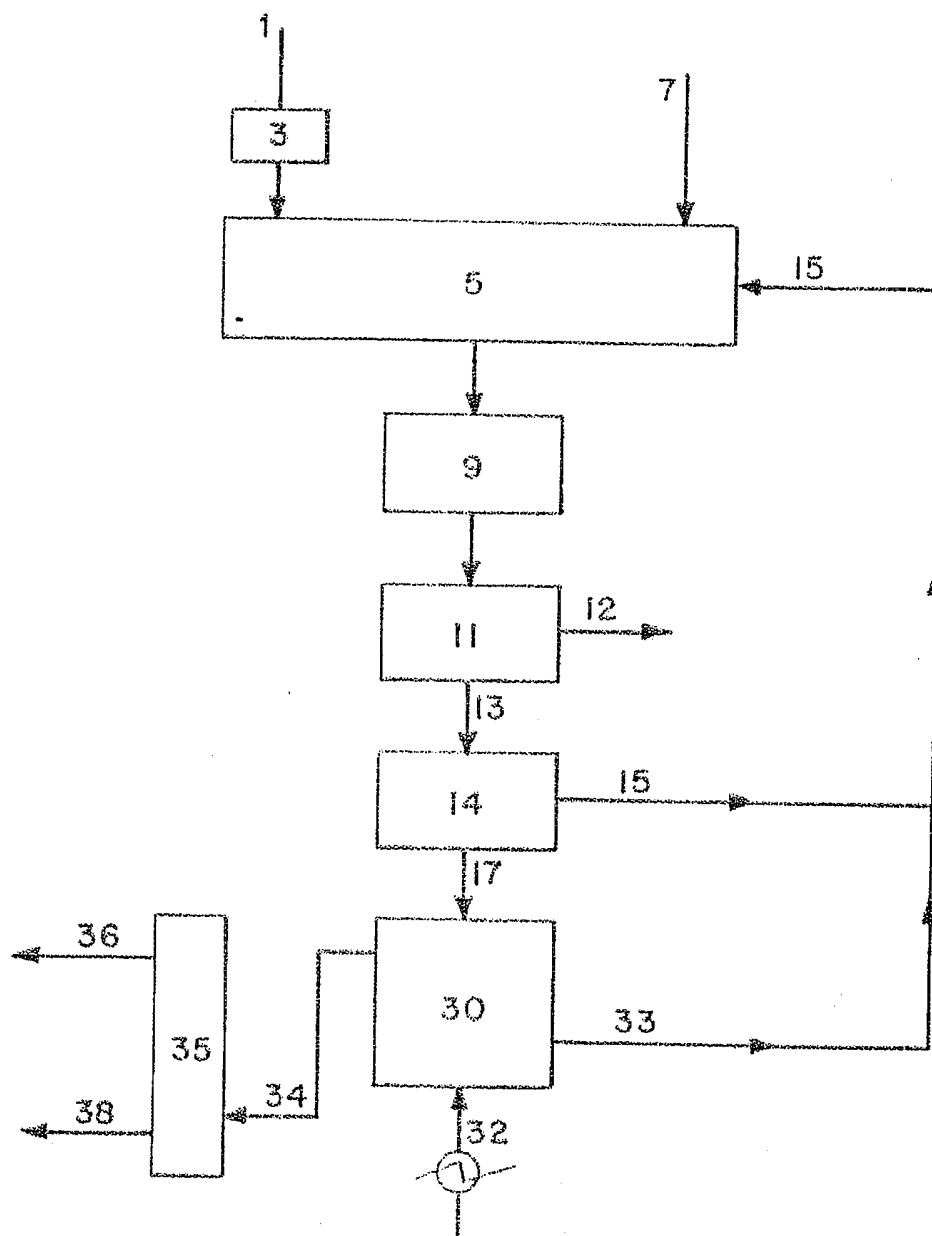


圖 2