

公 告 本

申請日期	91 年 8 月 26 日
案 號	91119258
類 別	B01D 3/10

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

568793

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 名稱	中 文	自水性己內醯胺產物回收己內醯胺的方法
	英 文	Process for recovering caprolactam from aqueous caprolactam product
二、發明人 創作	姓 名	(1) 安諾德·傑頓 Jetten, Arnold Godfried Maria (2) 尼可拉斯·海珊 Haasen, Nicolaas Franciscus (3) 吉瑞德斯·漢克斯 Hangx, Gerardus Wilhelmus Adrianus (1) 荷蘭 (2) 荷蘭 (3) 荷蘭
	國 籍	(1) 荷蘭慕費德瑞克特西森街一號 Rector Thijssenstraat 1, 6237 NG Moorveld, the Netherlands
	住、居所	(2) 荷蘭林布克特林傑哈格二十號 Lintjeshaag 20, 6141 MB Limbricht, the Netherlands (3) 荷蘭威爾特胡斯哈佛海根三A號 Hushoverheggen 3A, 6003 RD Weert, the Netherlands
	住、居所 (事務所)	
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) D S M股份有限公司 DSM N.V.
	國 籍	(1) 荷蘭
	住、居所 (事務所)	(1) 荷蘭堤席稜六四一一·黑特歐佛倫一號 Het Overloon 1, 6411 TE Heerlen, the Netherlands
	代 表 人 姓 名	(1) 彼德·布立浦 Breepoel, Peter

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
歐洲	2001 年 8 月 27 日	01 203214.0	☒ 無主張優先權
歐洲	2001 年 8 月 27 日	01 203215.7	☒ 無主張優先權
歐洲	2001 年 8 月 27 日	01 203217.3	☒ 無主張優先權

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)

本發明係關於一種自水性己內醯胺產物回收己內醯胺的方法。

己內醯胺之製備常包括製備水性己內醯胺產物及純化此水性己內醯胺產物。純化係包括在減壓下蒸餾分離出低沸點及／或高沸點有機化合物。已知此蒸餾可在鹼之存在下進行。通常使用氫氧化鈉作為鹼，見例如 US-A-4,457,807、US-A-5,496,941、US-A-3,893,324 及 US-A-3,792,045。當氫氧化物進入其中進行蒸餾之蒸餾塔中，會發生己內醯胺之寡聚合及／或聚合反應，此係不利的，因為會造成蒸餾裝置之污染。DD-A-202870 描述使用鹼金屬之胺基己酸鹽，而非鹼金屬氫氧化物，會減少聚合反應的發生，並因此減少蒸餾裝置的污染。在 DD-A-202870 之方法中，係在另外的反應容器中藉由對應之鹼金屬的氫氧化物與粗己內醯胺在 80°C 反應 10 小時而製備包含 37.4 重量 % 鹼金屬之胺基己酸鹽的溶液。反應完全後，包含鹼金屬之胺基己酸鹽的溶液加至欲被純化之水性己內醯胺產物中，之後進行蒸餾。

在 DD-A-202870 之方法中，係用一額外之製程步驟製備鹼金屬之胺基己酸鹽。此係特別不利的，當該方法連續地進行時。

本發明之目標提供一方法，其不需要製備鹼金屬之胺基己酸鹽之額外步驟。

為達成此目標，本發明係提供用於自水性己內醯胺產物回收己內醯胺之連續方法，該水性己內醯胺產物包含（

五、發明說明 (2)

i) 己內醯胺、(ii) 雜質、及(iii) 水，該方法包括：

- 將鹼金屬氫氧化物加至水性己內醯胺產物中，該鹼金屬氫氧化物所加入的量不超過 100 毫莫耳／公斤己內醯胺；

- 至少部分所加入鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽，以製得富含己酸鹽之己內醯胺產物；以及

- 在減壓下蒸餾該富含己酸鹽之己內醯胺產物。

本發明所提供之簡單方法，其中鹼金屬之胺基己酸鹽係在原處形成。

本發明中，至少部分所加入鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽，之後才蒸餾富含己酸鹽之己內醯胺產物。在蒸餾富含己酸鹽之己內醯胺產物前，較佳至少 50 莫耳%，更佳至少 75 莫耳%，特別是至少 85 莫耳%，更特別是至少 90 莫耳%所加入鹼金屬氫氧化物，最佳是實質上所有所加入鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽。在包括將富含己酸鹽之己內醯胺產物供至蒸餾區中，及在該蒸餾區中蒸餾富含己酸鹽之己內醯胺產物的方法中，應了解此係指在將富含己酸鹽之己內醯胺產物供至蒸餾區之前，至少部分，較佳至少 50 莫耳%，更佳至少 75 莫耳%，特別是至少 85 莫耳%，更特別是至少 90 莫耳%所加入鹼金屬氫氧化物，最佳是實質上所有所加入鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽。增加反應之轉換率之優點為在減壓下進行蒸餾的期間，寡聚合／聚合反應的程度減少。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (3)

所加入鹼金屬氫氧化物形成鹼金屬胺基己酸鹽的反應可經由適當停留時間而進行之，該停留時間係視水性己內醯胺產物之溫度及濃度而定。適當停留時間可由熟悉此項技藝人士決定之。通常，停留時間至少 30 分鐘，較佳至少 60 分鐘。此處所用停留時間係指至水性己內醯胺加入鹼金屬氫氧化物與開始蒸餾之間的期間。在包括將富含己酸鹽之己內醯胺產物供至蒸餾區中，及在該蒸餾區中蒸餾富含己酸鹽之己內醯胺產物的方法中，應了解停留時間係指將鹼金屬氫氧化物加至水性己內醯胺產物與將富含己酸鹽之己內醯胺產物供至蒸餾區中之間的期間。

有利地，該方法包括在加入之後及在減壓蒸餾之前於一或更多步驟中純化水性己內醯胺產物。較佳地，該一或更多步驟包括以蒸發進行水之分離。

有利地，水性己內醯胺產物加至可存在該方法中之緩衝槽中，及

至緩衝槽中之水性己內醯胺產物中加入鹼金屬氫氧化物，或者在將水性己內醯胺產物供至緩衝槽之前加入。

水性己內醯胺產物包含 (i) 己內醯胺、(ii) 雜質、及 (iii) 水。典型地，水性己內醯胺產物包含 15 至 99.9 重量 % 己內醯胺，特別是至少 50 重量 % 己內醯胺，更特別是至少 75 重量 % 己內醯胺。較佳地，水性己內醯胺產物包含至少 3 重量 % 水，更佳至少 5 重量 % 水。典型地，在己內醯胺產物中水及己內醯胺之總量較佳至少 95 重量 %，特別是至少 97 重量 %，更特別是至少 98 重量 %。上述

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (4)

重量%係相對於水性己內醯胺產物之重量。雜質可為任何有機雜質，即低沸點有機雜質（其沸點比己內醯胺低）及／或高沸點有機雜質（其沸點比己內醯胺高）。

富含己酸鹽之己內醯胺產物包含己內醯胺。典型地，富含己酸鹽之己內醯胺產物包含 95 至 99.9 重量%己內醯胺，特別是至少 97 重量%己內醯胺，更特別是至少 98 重量%己內醯胺（相對於富含己酸鹽之己內醯胺產物的重量）。

富含己酸鹽之己內醯胺產物可包含水。較佳地，富含己酸鹽之己內醯胺產物包含少於 5 重量%水，更佳少於 3 重量%，特別是少於 2 重量%，更特別是少於 1 重量%（相對於富含己酸鹽之己內醯胺產物的重量）。較低水含量之優點為蒸餾時之減壓較易造成及維持住。

相較於水性己內醯胺產物，富含己酸鹽之己內醯胺產物具有較高濃度之鹼金屬之胺基己酸鹽（以莫耳鹼金屬之胺基己酸鹽／公斤己內醯胺表示之）。較佳地，進入蒸餾區之富含己酸鹽之己內醯胺產物中選自鹼金屬氫氧化物及鹼金屬之胺基己酸鹽的鹼中至少 50 莫耳%（更佳至少 75 莫耳%，特別是至少 85 莫耳%，更特別是至少 90 莫耳%，最佳為實質上所有鹼）為鹼金屬之胺基己酸鹽。增加鹼金屬之胺基己酸鹽之相對量的優點為寡聚合／聚合反應減少。

此處所述所有富含己酸鹽之己內醯胺產物的濃度係指富含己酸鹽之己內醯胺產物於蒸餾前之濃度。在包括將富

五、發明說明 (5)

含己酸鹽之己內醯胺產物供至蒸餾區及在該蒸餾區蒸餾富含己酸鹽之己內醯胺產物的方法中，需了解所述所有富含己酸鹽之己內醯胺產物的濃度係指富含己酸鹽之己內醯胺產物於蒸餾前之濃度。

在一具體例中，該方法為用於自水性己內醯胺產物回收己內醯胺之連續方法，該水性己內醯胺產物包含 (i) 己內醯胺、(ii) 雜質、及 (iii) 水，該方法包括：

連續將鹼金屬氫氧化物加至己內醯胺產物流中，

至少部分鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽以製得富含己酸鹽之己內醯胺產物流，

連續將富含己酸鹽之己內醯胺產物供至蒸餾區，

在該蒸餾區中，於減壓下蒸餾該富含己酸鹽之己內醯胺產物。

在此具體例中，鹼金屬氫氧化物可在任何適當之點加至水性己內醯胺產物流中。適當的點包括係指所選取之點需使得在將富含己酸鹽之己內醯胺產物供至蒸餾區前，所加入鹼金屬氫氧化物在水性己內醯胺流中有足夠停留時間以進行反應。停留時間通常視流份條件而定，如組成及溫度。

根據本發明，每公斤己內醯胺所加入鹼金屬氫氧化物不超過 100 毫莫耳。可低於 50 毫莫耳鹼金屬氫氧化物／公斤己內醯胺，例如低於 20 毫莫耳／公斤己內醯胺。在一具體例中，該方法係每公斤己內醯胺係加入 0.05 與 10 毫莫耳之間鹼金屬己內醯胺，較佳為每公斤己內醯胺加入

五、發明說明 (7)

t = HCl 的體積濃度 (=0.01)

a = 樣品重量 (g)

較佳地，富含己酸鹽之己內醯胺產物的鹼性低於 4.5 毫當量／公斤富含己酸鹽之己內醯胺產物，更佳低於 4.0 毫當量／公斤富含己酸鹽之己內醯胺產物，特別是低於 3.0 毫當量／公斤富含己酸鹽之己內醯胺產物，更特別是低於 2.0 毫當量／公斤富含己酸鹽之己內醯胺產物。此進一步降低 PAN 數。

較佳地，富含己酸鹽之己內醯胺產物的鹼性高於 0.05 毫當量／公斤富含己酸鹽之己內醯胺產物，更佳高於 0.10 毫當量／公斤富含己酸鹽之己內醯胺產物，特別是高於 0.15 毫當量／公斤富含己酸鹽之己內醯胺產物。鹼性增加至高於這些數值可改良穩定度，即改良品質上發生不想要變動之敏感度。

此處所述所有富含己酸鹽之己內醯胺產物的鹼性及濃度係指富含己酸鹽之己內醯胺產物於蒸餾前之數值。在包括將富含己酸鹽之己內醯胺產物供至蒸餾區及在該蒸餾區蒸餾富含己酸鹽之己內醯胺產物的方法中，需了解所述所有富含己酸鹽之己內醯胺產物的鹼性係指富含己酸鹽之己內醯胺產物於蒸餾前之濃度。

在本發明一可能的具體例中，其中加入鹼金屬氫氧化物之水性己內醯胺產物具有酸性在 0 及 5 毫當量間／公斤己內醯胺，或為中性的，或具有鹼性在 0 及 5 毫當量間／

五、發明說明 (9)

有機溶劑萃取，自中性 Beckmann 重排混合物回收包含有機溶劑及己內醯胺之有機產物，(b) 用水萃取或者在水存在下藉由蒸發有機溶劑，自該有機產物回收水性己內醯胺產物。有機產物回收後，水性己內醯胺產物較佳在氫化觸媒存在下進行氫化。在藉由在水存在下蒸發有機產物以回收水性己內醯胺產物之一情況下，有機產物在該蒸發前較佳用水或用鹼水溶液清洗。在藉由用水萃取有機產物以回收水性己內醯胺產物之一情況下，水性己內醯胺產物較佳在氫化前以離子交換劑處理之。較佳地，將該鹼金屬氫氧化物加至水性己內醯胺產物係在氫化步驟之後。

蒸餾可在任何適當蒸餾區（例如蒸餾塔）中進行。蒸餾係在減壓下進行。較佳地蒸餾在低於 50 kPa 壓力下進行，更佳低於 20 kPa，特別佳低於 10 kPa。較佳地，溫度在 100 及 200°C 間，更佳在 110 及 180°C 間。這些溫度係指其中進行蒸餾之蒸餾塔的底部溫度。典型地，蒸餾包括自富含己酸鹽之己內醯胺產物分離低沸點有機雜質（沸點比己內醯胺低）及／或自富含己酸鹽之己內醯胺產物分離高沸點有機雜質（沸點比己內醯胺高）。較佳地，蒸餾包括，第一步驟，自富含己酸鹽之己內醯胺產物分離為頂產物之低沸點雜質，及留下包含高沸點雜質之富含己酸鹽之己內醯胺產物為底產物；以及，第二步驟，自底產物將高沸點雜質分離出，及回收為頂產物之經純化己內醯胺。

較佳地，己內醯胺為 ϵ -己內醯胺。

本發明現以下列實施例說明之，然而，這些實施例並

五、發明說明 (1)

毫莫耳 NaOH。就在該流份進入第一蒸餾塔前分析（例如用滴定）該流份，顯示該流份仍然包含相當量之 NaOH。在第二蒸餾步驟之蒸餾殘餘物中，發現到 8.7 重量%固體（聚合產物）。

在第二實驗（實施例 I），相同量之 NaOH 加至被供至串聯蒸發器之水性己內醯胺流份中（包含 15 重量%）。在該流份進入第一蒸餾塔時，至少所加入 90 重量%之 NaOH 反應生成胺基己酸鈉。在減壓下之第二蒸餾步驟之殘餘物中，沒有發現低聚物或聚合物。製得符合規定之經純化己內醯胺。

此實施例（第二實驗）顯示在不需要於另外設備製備鹼金屬之胺基己酸鹽的情況下，係可做到避免聚合反應的發生。

實施例 II-IX

重複實施例 I，其中氫氧化鈉加至包含約 85 重量%己內醯胺、約 15 重量%水、及雜質的水性己內醯胺產物流份（該流份係供至串聯的蒸發器），該流份性質：PAN = 2.6， $E_{290} = 0.32$ ，VB = 0.44 毫當量／公斤，鹼性 = 0.02 毫當量／公斤。所加入之 NaOH 的量見表 1。蒸發後製得之己內醯胺之性質示於表 1。

五、發明說明 (12)

表 1

實施例	所加入 NaOH	第一蒸餾步驟(175°C) 鹼性供料	PAN	E ₂₉₀	VB	鹼性
編號	毫莫耳 NaOH 公斤己內醯胺	毫當量 OH/公斤			毫當量 OH/公斤	毫當量 OH/公斤
II	4.80	4.83	3.71	0.14	0.16	0.012
III	2.90	2.92	3.60	0.13	0.14	0.015
IV	1.25	1.29	3.54	0.13	0.11	0.017
V	0.90	0.95	2.88	0.11	0.12	0.013
VI	0.75	0.78	2.89	0.12	0.18	0.012
VII	0.60	0.65	2.59	0.12	0.12	0.011
VIII	0.50	0.55	1.15	0.06	0.11	0.024
IX	0.30	0.32	1.26	0.07	0.17	0.023

所得性質之測量方式如下：

PAN：ISO DIS 8660-Palstics-己內醯胺光譜測定法測量之高錳酸鹽指數，ISO 8660 第一版修正版；1988，

E₂₉₀：ISO 7059 -工業使用之己內醯胺 - 在波長 290 nm 下測量之吸收，

揮發性鹼（VB）：ISO 8661 -工業使用之己內醯胺 - 測量揮發性鹼含量 - 蒸餾後滴定方法。

鹼性：用 0.01 M 鹽酸水溶液滴定至 pH 5.73。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

五、發明說明 (13)

這些實施例顯示若是所加入 NaOH 的量降低，則在不損傷己內醯胺其他性質下，PAN 數會降低。此外，隨著降低所加入 NaOH 的量，消光 (extinction) 降低。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

四、中文發明摘要（發明之名稱：

自水性己內醯胺產物回收己內醯胺的方法

本發明係關於一種自水性己內醯胺產物回收己內醯胺的連續方法，該水性己內醯胺產物包含（i）己內醯胺、（ii）雜質、及（iii）水，該方法包括：將鹼金屬氫氧化物加至水性己內醯胺產物中，該鹼金屬氫氧化物所加入的量不超過 100 毫莫耳／公斤己內醯胺；

至少部分所加入鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽，以製得富含己酸鹽之己內醯胺產物；以及在減壓下蒸餾該富含己酸鹽之己內醯胺產物。

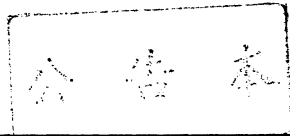
（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

英文發明摘要（發明之名稱：

PROCESS FOR RECOVERING CAPROLACTAM FROM AQUEOUS CAPROLACTAM PRODUCT

The invention relates to a continuous process for recovering caprolactam from aqueous caprolactam product, said aqueous caprolactam product comprising (i) caprolactam, (ii) impurities, and (iii) water, said process comprising: adding alkali hydroxide to the aqueous caprolactam product, in an amount of not more than 100 mmol alkali hydroxide per kg of caprolactam; reacting at least part of the added alkali hydroxide to form alkali amino caproate, to obtain a caproate-enriched caprolactam product; and distilling the caproate-enriched caprolactam product at reduced pressure.





六、申請專利範圍 1

1. 一種自水性己內醯胺產物回收己內醯胺的連續方法，該水性己內醯胺產物包含 (i) 己內醯胺、(ii) 雜質、及 (iii) 水，該方法包括：

- 將鹼金屬氫氧化物加至水性己內醯胺產物中，該鹼金屬氫氧化物所加入的量不超過 100 毫莫耳鹼金屬氫氧化物／公斤己內醯胺；

- 至少部分所加入鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽，以製得富含己酸鹽之己內醯胺產物；以及

- 在減壓下蒸餾該富含己酸鹽之己內醯胺產物。

2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該方法包括在該蒸餾前使至少 50 莫耳 % 所加入鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽。

3. 如申請專利範圍第 2 項之方法，其中該方法包括在該蒸餾前使至少 75 莫耳 % 所加入鹼金屬氫氧化物反應形成鹼金屬之胺基己酸鹽。

4. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中所加入鹼金屬氫氧化物之停留時間係足夠長以使得在該蒸餾前可進行該反應。

5. 如申請專利範圍第 4 項之方法，其中該停留時間至少為 30 分鐘。

6. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中加入該鹼金屬氫氧化物之水性己內醯胺產物係包含至少 15 重量 % 己內醯胺及至少 3 重量 % 水。

7. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

六、申請專利範圍 2

中該富含己酸鹽之己內醯胺產物係包含至少 95 重量 % 己內醯胺。

8. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中該富含己酸鹽之己內醯胺產物係包含低於 2 重量 % 水。

9. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中該方法包括在該加入後及該蒸餾前於一或更多步驟中純化水性己內醯胺產物。

10. 如申請專利範圍第 9 項之方法，其中該一或更多步驟包含藉由蒸發自水性己內醯胺產物分離水。

11. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中該蒸餾係在 100 及 200°C 間之溫度進行。

12. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中該蒸餾係在低於 10 kPa 之壓力下進行。

13. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中該蒸餾包括自富含己酸鹽之己內醯胺產物分離出低沸點雜質及／或自富含己酸鹽之己內醯胺產物分離出高沸點雜質。

14. 如申請專利範圍第 13 項之方法，其中該蒸餾包含，在第一步驟中，自富含己酸鹽之己內醯胺分離出作為頂產物之低沸點雜質並留下包含高沸點雜質之己內醯胺產物為底產物，以及，在第二步驟中，自底產物分離出高沸點雜質及回收作為頂產物的己內醯胺。

15. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中該方法包括：

六、申請專利範圍 3

將鹼金屬氫氧化物加至水性己內醯胺產物流份中；

將富含己酸鹽產物流份供至蒸餾區，其中在蒸餾區中蒸餾係在減壓下進行；

其中鹼金屬氫氧化物加至該流份之加入點的選取係使得所加入鹼金屬氫氧化物在該流份中之停留時間係足夠地久，以使得在供至蒸餾區前至少部分所加入鹼金屬氫氧化物進行該反應。

16. 如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之方法，其中該鹼金屬氫氧化物係連續地加至水性己內醯胺產物中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

民國 92 年 8 月 20 日呈

92.8.20

修正

年 月 日

補充

五、發明說明(6)

0.05 與 5.0 毫莫耳之間鹼金屬己內醯胺，更佳 0.10 與 4.5 毫莫耳之間鹼金屬己內醯胺，特別是 0.15 與 3.0 毫莫耳之間鹼金屬己內醯胺，更特別是 0.20 與 2.0 毫莫耳之間鹼金屬己內醯胺，最佳是低於 1.0 毫莫耳鹼金屬己內醯胺。降低所加入鹼金屬氫氧化物之量至低於較佳之上限值的優點為 PAN 數降低。增加所加入鹼金屬氫氧化物之量至高於較佳之下限值的優點為不想要之品質變動（源自蒸餾期間己內醯胺之氧化）降低。

在一較佳具體例中，富含己酸鹽之己內醯胺產物為具有鹼性低於 5 毫當量之鹼性己內醯胺產物。其優點為所產生經純化己內醯胺具有高品質，特別是低 PAN 數（其測量係根據 ISO DIS 8660-Palstics-己內醯胺光譜測定法測量之高錳酸鹽指數，第一版校正版（ISO 8660；1988））。此外，所製得者之消光（extinction）數值低（其測量係根據 ISO 7059 -用於工業使用之己內醯胺 - 在波長 290 nm 下測量之吸收）。

此處鹼性係指用 pH = 5.7 之水稀釋鹼性己內醯胺產物以製得包含 15 重量%己內醯胺之溶液在溫度 25°C 下用 0.01 N HCl 溶液滴定至 pH 5.7 所測量之鹼性，其中

$$\text{鹼性} = \frac{v * t}{a * 0.15} * 1000$$

其中

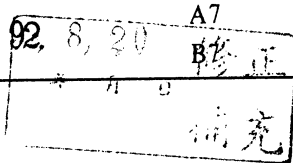
v = 所加入 HCl 溶液

（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)

公斤己內醯胺。在一具體例中，具有較佳鹼性之富含己酸鹽的己內醯胺產物可藉由加入非常少量鹼金屬氫氧化物而製得。此處所述酸性係指鹼性己內醯胺產物以 pH=5.7 之水稀釋製得包含 15 重量%己內醯胺溶液，在溫度 25 °C 下用 0.01 N NaOH 溶液滴定至 pH 5.7 所測量之酸性，其中

$$\text{酸性} = \frac{v * t}{a * 0.15} * 1000$$

其中

v = 所加入 NaOH 溶液

t = HCl 的體積濃度 (=0.01)

a = 樣品重量 (g)

較佳地，加入鹼金屬氫氧化物之水性己內醯胺產物為中性的或具有 0 及 5 毫當量間 / 公斤己內醯胺之鹼性。較佳地，當己內醯胺較不酸 / 更鹼時，所加入鹼金屬氫氧化物的量可降低。

較佳地，鹼金屬氫氧化物係選自氫氧化鈉及氫氧化鉀。較佳地，鹼金屬氫氧化物為氫氧化鈉。

水性己內醯胺產物可以不同方式製得。環己酮 oxime 之 Beckmann 重排可在硫酸或發烟硫酸存在下進行，產生 Beckmann 重排混合物。可至 Beckmann 重排混合物中加入一鹼（較佳為氨），產生中性 Beckmann 重排混合物。在本發明之一具體例中，己內醯胺產物之製備包括 (a) 用

(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)

非用於限制本發明。

比較實驗及實施例 I

在一用於製備純 ϵ -己內醯胺之連續方法中，於發烟硫酸存在下藉由環己酮 oxime 之 Beckmann 重排而連續製得己內醯胺產物流份，用氨中和 Beckmann 重排混合物，藉由萃取技術自經中和之 Beckmann 重排混合物中分離出己內醯胺。該流份進行一系列純化步驟，包括用離子交換劑純化、氫化及第一次脫水。所得水性己內醯胺產物流份包含約 85 重量 % 己內醯胺、約 15 重量 % 水及雜質。此流份在一串聯蒸發器中脫水，在蒸發器中溫度在 80 及 125°C 間變化。在蒸發器中總停留時間（包括在蒸發器間管線的停留時間）為 3 小時。所製得己內醯胺產物包含約 0.5 重量 % 水。離開該串聯蒸發器之己內醯胺產物流份在減壓下於二步驟中進行蒸餾。在第一步驟中，低沸點雜質及水在蒸餾塔中於（底部）溫度 175°C 及壓力 5.2 kPa 下被分離，停留時間為數分鐘。在第二步驟中，高沸點雜質在蒸餾塔中於（底部）溫度 133°C 及壓力 1.2 kPa 下被分離，停留時間為 1 小時。

現在已經顯示熟悉此項技藝人士如何得知在何處將氫氧化鈉加至水性己內醯胺產物流份中，以使得將該流份供至在減壓下之第一蒸餾塔之前有足夠胺基己酸鈉形成。

在第一實驗中，15 重量 % 之 NaOH 溶液（比較實驗）連續地加至離開蒸發器之流份中。每公斤己內醯胺加入 5

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線