申請日期： 92.11.6	IPC分類 C08G69/16
申請案號： 92131017	

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書 200418902

一、發明名稱	中 文	製造具有低二體含量的聚醯胺6之方法
	英 文	PROCESS FOR PREPARING POLYAMIDE 6 HAVING A LOW DIMER CONTENT
二、發明人(共2人)	姓 名(中文)	1.巫瑞卻 2.柯納德
	姓 名(英文)	1.ULRICH, RALPH 2.TRIEBENECK, KONRAD
	國 籍(中英文)	1. 2.
	住居所(中 文)	1.德國雷根市彼得街20號 2.德國伯格思市克萊門街5號
	住居所(英 文)	1.Peter-Jansen-Str. 20, 40882 Ratingen, Germany 2.Clemensstr. 5, 51469 Bergisch Gladbach, Germany
三、申請人(共1人)	名稱或姓 名(中文)	1.德商拜耳廠股份有限公司
	名稱或姓 名(英文)	1.BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
	國 籍(中英文)	1.德國 DE
	住居所(營業所)(中 文)	1.德國利佛可生城拜耳工業區D 51368 (本地址與前向貴局申請者相同)
	住居所(營業所)(英 文)	1.D 51368 Leverkusen, Bayerwerk, Federal Republic of Germany
	代表人(中文)	1.白羅夫、羅勞斯
	代表人(英文)	1.DR. BRAUN, ROLF、DR. REUTER, KLAUS

一、本案已向

國家(地區)申請專利	申請日期	案號	主張專利法第二十四條第一項優先權
德國 DE	2002/11/07	10251798.3	有

二、□主張專利法第二十五條之一第一項優先權:

申請案號:

無

日期:

三、主

日期:

四、□有

寄存國家:

寄存機構:

無

寄存日期:

寄存號碼:

□有關微生物已寄存於國內(本局所指定之寄存機構):

寄存機構:

寄存日期:

無

寄存號碼:

□熟習該項技術者易於獲得,不須寄存。

五、發明說明（1）

相關申請案相互對照

本專利申請案根據 35 U.S.C. §119(a)-(d)主張 2002 年 11 月 7 日申請之德國專利申請案第 102 51 789.3 號之優先權。

發明範圍

本發明關於一種藉ε-己內醯胺(為了簡潔，本案中稱之為己內醯胺)之水解聚合反應製備聚醯胺 6(PA 6)之方法，其中己內醯胺環之開放係於第一步驟中藉暴露於高水含量而進行，並且於接續步驟中係在相對於標準方法之低溫下且伴隨有效率脫水而進行縮聚反應。此外，本發明關於一種用於進行根據本發明方法之裝置。

發明背景

除了衍生自ε-己內醯胺者外，聚醯胺 6 可含有低比例(尤其小於 20 重量%，較佳為 10 重量%，特別小於 5 重量%)之其他重複成分、末端基團或其他分子成分。然而，其經描述為聚醯胺 6。

製備聚醯胺 6 之方法係揭示於例如 Kohan, Nylon Plastics Handbook(尼龍塑料手冊), Carl Hanser Verlag, Munich, 1995 或於 Kunststoff Handbuch, 3. Technische Thermoplaste, 4. Polyamide, Carl Hanser Verlag, Munich, 1998 (第 42-57 頁及 65-71 頁)。根據此等公開案，己內醯胺係在第一步驟中藉暴露於水而分裂，以便至少部分地形成對應的胺基己酸，接著胺基己酸進一步在接續步

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

五、發明說明（2）

驟中聚合，伴隨著藉加聚反應及縮聚反應移除水。

就工業規模而言，PA 6 係於所謂的 VK 管(VK 為德文"vereinfacht kontinuierlich"["簡化連續的"])中製得，其中液態己內醯胺係伴隨約 1 至 4 重量%水，從上方投料於一垂直管式反應器或於一系列垂直管式反應器。過量水經蒸除。於溫度為 240 與 270℃間，以 15 至 30 小時之停留時間進行聚合反應。藉著在上游插入壓力階段可明顯加速製程數小時，其中速率決定性之己內醯胺分裂作用係在其他類似條件下於提高壓力下(即壓力超過正常大氣壓)進行。

於此製程架構下，可達到的黏度(為 PA 6 之平均莫耳質量之判斷基準)係藉己內醯胺熔體之水含量測得。通常可得到約 2.6 至 3.0 之相對黏度(於 25℃，以 1 重量%間-甲酚中之溶液測得)。

基於熱力學理由，轉化率在此製程中是有限的。因此，於 270℃平衡下，除了聚醯胺外，亦存在約 10 重量%殘餘含量之低分子量物質，係大體上為己內醯胺及己內醯胺之環狀寡聚物(尤其是二體至四體)。就此方面而論，己內醯胺之環狀二體(以下亦稱為二體)採取特殊位置，因為其可產生問題(例如由於進一步處理成品聚合物期間產生之沈澱物)。

隨著降低溫度，此殘餘含量明顯地下降。由於低分子量組份之比例對於進一步應用具有棘手的效果，故使殘餘含量減至最少是必要的。此係藉著在聚合反應後採水性萃取 PA 6 或者於聚合反應後藉 PA 6 之真空去內

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

五、發明說明（3）

醯胺化作用或者藉聚合反應之最佳製程控制或者真空去內醯胺化作用與最佳製程控制之組合或者水性萃取與最佳製程控制之組合而進行。

於低品質需求之情形下，於真空中之簡單萃取作用是足夠的。於此情形下，主要己內醯胺及僅少量寡聚物係於真空中在高溫下蒸發(如揭示於德國專利 DE-A 19 844 176、歐洲專利 EP-A 0 204 123、德國專利 DE-A 4 328 013、美國專利 US-A 6 169 161、歐洲專利 EP-A 1 095 960)。

就更嚴格的 PA 6 應用而言，例如擠壓應用，首先使熔體造粒，且接著於熱水中萃取(如揭示於歐洲專利 EP-A 1 030 872、歐洲專利 EP-A 0 792 672)。依此方式，除了己內醯胺外，亦可移走大量寡聚物。於此操作過程中，顆粒吸收大量水(至多 12 重量%)。

為了使處理 PA 6 成為可能，萃取步驟不需接在乾燥後(如揭示於歐洲專利 EP-A 0 732 351、歐洲專利 EP-A 0 407 876)。於此方法中，再度藉熱惰性氣體(氮氣)移除所吸收的水。就某些應用而言(例如薄膜應用)，藉著在乾燥期間提高溫度(所謂固相後縮合作用)按慣例地獲致高於上述之必要黏度。

固相後縮合作用係於真空中或於惰性氣體逆流中，於低於聚合物熔點 30 至 80℃範圍內之溫度下按慣例進行。舉例來說，自具相對黏度為 2.8(係於 25℃下，以間-甲酚中之 1 重量%溶液測得)之聚醯胺 6 開始，於 185℃下，可於 24 小時獲致約 4 之相對黏度。

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（4）

接著，亦必須處理所萃取的水，因為丟棄己內醯胺及寡聚物不是經濟上可接受的(如揭示於德國專利 DE-A 19 801 267、歐洲專利 EP-A 0 048 340、德國專利 DE-A 2 501 348)。為了此目的，使水性萃取液在適合的多階段蒸發工廠中濃縮，直到其可再度用於反應中為止。

因此，PA 6 聚合物熔體之純化作用是複雜及耗成本的方法。因此，最佳反應程序之目的必須獲致高己內醯胺轉化率以及形成儘可能少量環狀寡聚物。如所知，藉著在反應末期降低熔體可獲致高己內醯胺轉化率。在低溫下，平衡己內醯胺含量為約 7 重量%。此方案係廣泛地使用且已長時間證實令人滿意。

可採單一階段(例如於 VK 管中)逐批地(即不連續地進行複數個順序進料)或者另外地採二階段聚合 PA 6(如揭示於 Kunststoffhandbuch，第 3/4 冊，Polyamides(聚醯胺)，1998，Hanser Verlag，第 67 至 68 頁)。

以下三階段對於所有反應程序而言是共同的：

1.己內醯胺開環，

2.移除水，

3.進一步建立分子量(建立 PA 6 之平均莫耳質量)。

此三階段亦於批量反應法中及/或於連續操作設備之相互連接及設計中出現。於逐批進料程序(與逐批同義)中，己內醯胺環首先在減壓下分裂。為了此目的，使熔化的己內醯胺與少量水(小於 2 重量%)接觸以成為

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

五、發明說明（5）

約 240℃之起始溫度。放熱的初反應造成熔體中溫度明顯提高。使己內醯胺分裂，直到平衡轉化率達到為止。此時，預聚物仍含 8 重量%至 10 重量%單體(己內醯胺)。接著藉降壓(降至環境壓力或甚至至真空)排出水及單體。此使得平衡朝較高聚合度方向移動。最後，於中等溫度下(250℃)持續反應，直到獲致所欲分子量為止。此程序導致成品聚合物中之低己內醯胺含量。

PA 6 之二階段連續聚合反應(其中在第一階段中，己內醯胺係在減壓下進行開環反應)採用類似 PA 6 之單階段聚合反應形式。此步驟較佳係絕熱地進行且產生預聚物(雖然其具低平均分子量，但已展現高己內醯胺轉化率)。接著使預聚物熔體受熱且進入第二階段。此造成水與己內醯胺蒸發。按慣例藉附屬蒸餾塔及相關冷凝器保留己內醯胺，且再度直接地反饋至反應器。僅水在頂部處離開設備。於第二階段(減退階段)之頂部區中，藉蒸發水自熔體移除熱，且使內醯胺再度地反饋。接著進一步於反應器下方使熔體冷卻，俾獲致儘可能高的轉化率。

於 PA 6 之單階段連續聚合反應中，製程架構較二階段聚合反應更廣泛地整合。於反應器之頂部區中，同時進行開環反應及水移除。就設備而論，此架構較二階段變體更簡單，但其需要總共更多停留時間。

就己內醯胺含量及分子量而論，在設備出口處及在反應方法末期，按慣例依照聚合物熔體於反應平衡之方式操作聚合反應器。此亦伴隨著某些含量之環狀寡聚

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210×297公釐）

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

五、發明說明（6）

物。然而，於正常情形下，此含量非處於平衡，因為寡聚物之例子相較單體含量與分子量之例子，後者明顯更緩慢地建立。此係揭示於 Tai, Tagawa, Simulation of hydrolytic polymerization of caprolactam in various reactors (於許多反應器中之己內醯胺水解聚合反應模擬)，Industrial and Engineering Chemistry Product Research and Development，第 192 至 206 頁，1983。離開反應器之熔體的二體含量取決於通過反應器之條件(尤其取決於水含量及溫度)。於含有壓力階段(2 重量%水，250℃至 280℃，8 巴，絕熱)及減退階段(270℃至 250℃，1 巴)之習用二階段反應器中，可獲致約 7 重量%己內醯胺含量及約 0.7 重量%二體含量。雖然二體之數值仍低於平衡值(約 1 重量%)，但未遠離此數值。

發明概述

自先前技藝已知用於製備聚醯胺 6 之方法開始，本發明之目的係提供一種聚醯胺 6 之方法，其中聚醯胺 6 於聚合反應後具有儘可能低含量之ε-己內醯胺環狀二體。

再者，本發明之目的係提供一種可進行該方法之裝置。

本發明係提供一種製備聚醯胺 6 之方法，其包含：

(a)於第一反應階段中，於水存在下使ε-己內醯胺開環以形成第一中間混合物，開環作用之進行係於壓力超過正常大氣壓下，

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

五、發明說明（7）

於溫度 230℃至 250℃下，及

含有以ε-己內醯胺及水之重量總和為基準具正值不超過 10 重量%之水含量(例如水含量為 2 重量%至 10 重量%，或 4 重量%至 9 重量%，或 6 重量%至 9 重量%)；

(b)藉著使該第一中間混合物受熱而使步驟(a)之該第一中間混合物脫水，藉以製得具水含量小於 0.5 重量%之已脫水中間物，該水含量係以已脫水中間物之總重量為基準；及

(c)於第二反應階段中，聚合該已脫水中間物，聚合反應之進行係

於絕對壓力介於 1 毫巴及 1013 毫巴下，及

於溫度 230℃至 250℃下，

藉以形成聚醯胺 6。

本發明進一步亦提供一種製備聚醯胺 6 之裝置，其包含：

(a)具入口(30)、出口(33)及較佳熱交換面(36)之壓力反應器(23)；

(b)具入口(39)及出口(42)之脫水裝置(24)，該脫水裝置之入口(39)係與該壓力反應器之出口(33)以流體相通；及

(c)具有與該脫水裝置(24)之出口(42)以流體相通之入口(45)之主反應器(25)。

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（8）

本發明之特徵特別地於申請專利範圍中指明，其係添附且形成本說明之一部分。本發明之此等及其他目的、藉其用途所得之操作優點及特殊目的，自以下詳細說明及附圖(其中係說明及描述本發明較佳具體例)當可明白。

除了特別指明外，應瞭解說明書及申請專利範圍中所用之所有數字及代號(例如表示結構尺度、成分用量等)在每一場合中係以"約"一詞修飾。

發明詳述

本發明之一具體例係提供第二反應階段於選自由降鑄帶蒸發器、迴路型蒸發器、薄膜蒸發器、盤式反應器及捏和反應器組成之群之裝置中進行。

本發明之另一具體例係提供不連續地(逐批地)進行製程。

本發明之另一具體例係提供在具有分離管柱之裝置中進行水解作用，其中該分離管柱可防止或至少抑制ε-己內醯胺自該裝置逸出。

本發明之另一具體例係提供第一反應階段於含有適用於移除過量反應熱之熱交換面之反應器中進行。

根據本發明之方法具有許多優點。由於在聚合反應後製得的聚醯胺 6 中之ε-己內醯胺低環狀二體含量是低的，故與移除環狀二體(藉水性萃取或真空中蒸發)有關的費用明顯地降低。根據本發明之方法具優點為此降低

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

五、發明說明（9）

僅藉適當選擇反應條件(尤其藉適當選擇水含量及聚合反應期間溫度)而達成。再者，根據本發明之方法所具優點為其可提供廣泛範圍所欲分子量之聚醯胺 6。此外，己內醯胺之轉化率是高的。此外，水含量夠高，以致於沒有問題出現(由於質量傳輸或由於將不利地影響聚合反應之相平衡)。此外，於聚合反應期間之溫度係充分高，以使得沒有熔體固化作用出現。此外，由於反應器中極高壓力之緣故，於聚合期間之水含量夠低，以致於沒有問題發生。

本發明使得可能降低聚合物熔體之二體含量至低於 0.35 重量%(以聚合物熔體之總重量為基準)。於 PA 6 聚合反應期間，最佳概廓持續地需要儘可能低的溫度。令人驚訝地，浮現的問題為應於儘可能多水存在下進行反應之短暫第一階段。接著，進行最大可能程度之脫水作用，且接著進行聚合反應直到目標黏度達到為止。藉此程序可降低二體含量超過一半(相較於習知的聚合反應)。此時，聚合物熔體非處於平衡(關於分子量)。因此，於此一架構下，由於聚合物熔體於工廠輸出期間實質上不會改變其分子量之適合措施(添加調節劑或水)，故於較佳具體例中應留意。

可同時地於批次操作的工廠及在連續操作的二階段工廠中進行根據本發明之反應程序。於連續操作工廠中，第一階段係於壓力(壓力水平係取決於水含量)下操作，且接著藉供應熱量排出水。為了保留己內醯胺，可於下游插入分離管柱。接著較佳將脫水過的熔體帶回所

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

五、發明說明（10）

欲的反應溫度，且進一步反應以獲致所需的目標黏度。熔體之進一步冷卻(當穿過主反應器時)是不必要的，因為較佳係在最低可能溫度下沒有例外地進行處理。

廣泛類型之裝置(稱為後縮聚反應器)可用作主反應器，以代替習知的 VK 管。此等裝置主要包含所有在真空中操作且得以提供大表面供材料交換之反應容器(降鑄帶蒸發器、迴路型蒸發器、薄膜蒸發器、盤式反應器及捏和反應器)。因此，可視情況省去接續以水萃取及乾燥，或藉真空去己內醯胺化作用取代萃取作用。就此一程序而言，根據本發明之反應程序特別有利，因為低二體含量熔體明顯地促進二體移除。

圖 1 至 3 係經由實例以說明本發明。

圖 1 顯示根據先前技藝之 PA 6 的二階段連續聚合反應。

將己內醯胺 1 投料至預熱器 2。接著將水 3 投料於混合裝置 4 中之預熱的己內醯胺。將此混合物投料於壓力反應器 5。將製自壓力反應器 5 之中間產物混合物投料於蒸發器 6 且接著進入主反應器 7。於主反應器 7 頂部有一個可經此移除水 9 之分離管柱 8。成品聚醯胺 6(10)係於主反應器 7 底端萃取出。

於此例中，壓力反應器 5 係絕熱地操作。因此，其不具任一熱交換面。

圖 2 顯示用於根據先前技藝之 PA 6 的單一階段連續聚合反應之裝置。

將己內醯胺 11 投料於預熱器 12，且於其中加熱。

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

裝 訂 線

五、發明說明（11）

接著將水 13 投料於混合裝置 14 中之受熱的己內醯胺。將因而製得的混合物投料於主反應器 15。主反應係於其頂端連接於分離管柱 16(可經此處移除水 17)。成品聚合物 18 係於主反應器 15 底端萃取出。

圖 3 顯示根據本發明用於聚合反應之裝置。

於預熱器 20 中加熱己內醯胺 19。接著將水 21 投料於混合裝置 22 中之受熱的己內醯胺。將此混合物投料於壓力反應器 23，其中根據本發明方法之第一反應階段係在此處進行。接著將所製得的中間產物混合物投料於蒸發器 24(具一入口 39 及一出口 42)，其中中間產物混合物係在此處進行。接著將受熱的中間產物混合物投料於垂直定位的主反應器 25(具頂端 48 及底端 51、於底端 51 處之產物出口 54 及於頂端 48 處之頂端出口 57)，其中根據本發明方法之第二反應階段係在此處進行。主反應器 25 之頂端出口 57 係與分離管柱 26 之入口 60 以流體相通。分離管柱 26 提供一種可藉此移除水 27 之構件(例如經由管柱 26 之出口 63)。

經由產物出口 54，在主反應器 25 之底端 51 萃取成品聚醯胺 28。為了進行脫水，水可：(i)已於蒸發器 24 中移除(經由未顯示的出口)；或(ii)水可藉分離管柱 26 移除；或(i)及(ii)可合併進行。

於此情形下，自壓力反應器 23 中之反應混合物移走熱，俾能使溫度保持低。因此，壓力反應器 23 較佳具有熱交換面。於本發明之一具體例中，壓力反應器 23 係設計為管式熱交換器。

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

五、發明說明（12）

實施例

根據本發明反應程序之一實施例說明如下。其係以如下邊界條件為基準：

- 製程中之最大水含量　10重量%
- 蒸發器下游之最小水含量　0.5重量%
- 最小溫度　230℃
- 所需之相對黏度(間-甲酚)　2.5
- 聚合物中之最大萃取物含量　10重量%

應瞭解萃取物含量代表己內醯胺中之環狀寡聚物含量。可藉 HPLC 測定萃取物含量。亦可藉萃取聚合物、使萃取液蒸發及秤取乾燥萃取物而重量分析地測定萃取物含量。

實施例 1

所述之邊界條件導致以下根據本發明反應程序之參數：

- 遍及整個製程之溫度　230℃
- 初水含量　9重量%
- 用於開環之反應時間　1/2小時
- 最小總反應時間　8小時

將水含量於最初半小時保持為 9 重量%，且接著儘可能快速地降至最小水含量(藉選擇的壓力及溫度測

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210×297公釐）

裝　訂　線

五、發明說明（13）

得)。於達到所需水含量後，終止反應。

將 9.1 公斤ε-己內醯胺引入壓力鍋中，並且加熱至溫度 230℃。於加熱壓力鍋後，於 20 分鐘內添加 0.9 公斤水。於整個試驗期間，使反應器之溫度控制系統固定在 230℃下保持為熔體。於終止添加水後，進行反應半小時，於約 90 分鐘內進行減退，且接著於 230℃進行反應約 9 小時。聚合物熔體之分析結果顯示於表 1 中。

比較例 1

使用合併壓力階段之VK管作為連續操作之聚合反應器。壓力階段中之停留時間為2小時(於溫度為275℃下)。水負載為2重量%。於KA管之頂部區段建立溫度280℃，且在底部區段建立溫度250℃。停留時間為8小時。

聚合物熔體之分析結果顯示於表1中。

比較例 2

將10公斤ε-己內醯胺及0.5公斤水引入壓力鍋中，並且加熱至溫度270℃。反應時間為10小時。於整個試驗期間，使反應器之溫度控制系統在270℃下保持為熔體。

聚合物熔體之分析結果顯示於表1中。

試驗	總反應時間	所製得PA6之己內醯胺含量	所製得PA6之二體含量	相對黏度

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

裝 訂 線

五、發明說明（14）

1	10.7小時	6.8重量%	0.32重量%	3.31
比較例1	10.0小時	8.2重量%	0.65重量%	3.30
比較例2	10小時	8.6重量%	0.53重量%	2.56

實施例顯示根據本發明之方法可生成具充分高平均莫耳質量之聚醯胺6(以相對黏度為基準判斷)，且根據本發明之聚醯胺6含有低己內醯胺含量，尤其是低環狀二體含量。

雖然為了說明之目的，本發明已於以上詳述，然而應瞭解此細節僅用以說明之目的且本案得由熟悉本技藝之人士施以變化，然皆不脫本發明之精神及範圍，其僅受限於如附申請專利範圍。

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

裝 訂 線

五、發明說明（15）

圖式簡單說明

圖 1 為可用於進行本發明方法之二階段連續聚合裝置示意圖；

圖 2 為根據先前技藝之一階段連續聚合裝置示意圖；及

圖 3 為含有具熱交換面(33)之壓力反應器(23)之二階段連續聚合裝置示意圖。

於圖 1 至 3 中，相同符號代表相同操作及元件。

圖式之代號說明

1 己內醯胺

2 預熱器

3 水

4 混合裝置

5 壓力反應器

6 蒸發器

7 主反應器

8 分離管柱

9 水

10 成品聚醯胺 6

11 己內醯胺

12 預熱器

13 水

14 混合裝置

15 主反應器

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

五、發明說明（16）

16 分離管柱

17 水

18 成品聚合物

19 己內醯胺

20 預熱器

21 水

22 混合裝置

23 壓力反應器

24 蒸發器

25 主反應器

26 分離管柱

27 水

28 成品聚醯胺

39 蒸發器入口

42 蒸發器出口

48 頂端

51 底端

54 產物出口

57 頂端出口

60 分離管柱入口

63 分離管柱出口

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

A5
B5

四、中文發明摘要（發明之名稱：製造具有低二體含量的聚醯胺 6 之方法）

本發明關於一種藉ε-己內醯胺之水解聚合反應製備聚醯胺 6(PA 6)之方法。於第一反應階段中，於提高壓力及溫度之條件下，藉著於水存在下使ε-己內醯胺開環而形成第一中間混合物。接著使該第一中間混合物脫水以形成具水含量小於 0.5 重量%之已脫水中間物。接著使已脫水中間物聚合，俾製得具低二體含量(例如小於 0.3 重量%)之聚醯胺 6 產物。本發明亦關於一種可進行該方法之裝置。此裝置依序包含具熱交換面(36)之壓力反應器(23)、與該壓力反應器(23)以流體相通之脫水裝置(24)及與該脫水裝置(24)以流體相通之主反應器(25)。

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

A5
B5

四、英文發明摘要（發明之名稱：Process for preparing polyamide 6 having a low dimer content）

The present invention relates to a process for preparing polyamide 6 (PA 6) by hydrolytic polymerization of ε-caprolactam. In a first reaction step, a first intermediate mixture is formed by ring opening ε-caprolactam in the presence of water, under conditions of increased pressure and temperature. The first intermediate mixture is then dehydrated to form a dehydrated intermediate having a water content of less than 0.5 wt.%. The dehydrated intermediate is subsequently polymerized to produce a polyamide 6 product having a low dimer content (e.g. of less than 0.3 wt.%). The invention also relates to an apparatus in which the process may be performed. The apparatus includes, in sequence, a pressure reactor (23) having heat exchange surfaces (36), a dehydration device (24) that is in fluid communication with the pressure reactor (23), and a main reactor (25) that is in fluid communication with the dehydration device (24).

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210×297公釐）

裝 訂 線

A8
B8
C8
D8

六、申請專利範圍

1.一種製備聚醯胺 6 之方法，其包含：

(a)於第一反應階段中，於水存在下使ε-己內醯胺開環以形成第一中間混合物，開環作用之進行係

於壓力超過正常大氣壓下，

於溫度 230℃至 250℃下，及

含有以ε-己內醯胺及水之重量總和為基準具正值不超過 10 重量%之水含量；

(b)藉著使該第一中間混合物受熱而使步驟(a)之該第一中間混合物脫水，藉以製得具水含量小於 0.5 重量%之已脫水中間物，該水含量係以已脫水中間物之總重量為基準；及

(c)於第二反應階段中，聚合該已脫水中間物，聚合反應之進行係

於絕對壓力介於 1 毫巴及 1013 毫巴下，及

於溫度 230℃至 250℃下，

藉以形成聚醯胺 6。

2.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該第二反應階段係於選自由降鑄帶蒸發器、迴路型蒸發器、薄膜蒸發器、盤式反應器及捏和反應器組成之群之裝置中進行。

3.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該方法係不連續地進行。

4.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該脫水步驟(b)係於含有分離管柱之脫水裝置中進行，至少使ε-己

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

裝 訂 線

六、申請專利範圍

內醯胺自該脫水裝置逸出減至最少。

5.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該第一反應階段係於含有適用於移除過量反應熱之熱交換面之反應器中進行。

6.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中藉該方法製得之聚醯胺 6 具小於 0.35 重量%之二體含量。

7.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該步驟(a)之聚合反應係於絕熱條件下進行。

8.一種製備聚醯胺 6 之裝置，其包含：

(a)具入口、出口及熱交換面之壓力反應器；

(b)具入口及出口之脫水裝置，該脫水裝置之入口係與該壓力反應器之出口以流體相通；及

(c)具有與該脫水裝置之出口以流體相通之入口之主反應器。

9.如申請專利範圍第 8 項之裝置，其中該主反應器係以頂端及底端垂直定位，該主反應器於底端具產物出口且具頂端出口，該裝置進一步包含與該主反應器以流體相通之分離管柱。

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格（210 x 297 公釐）

裝 訂 線

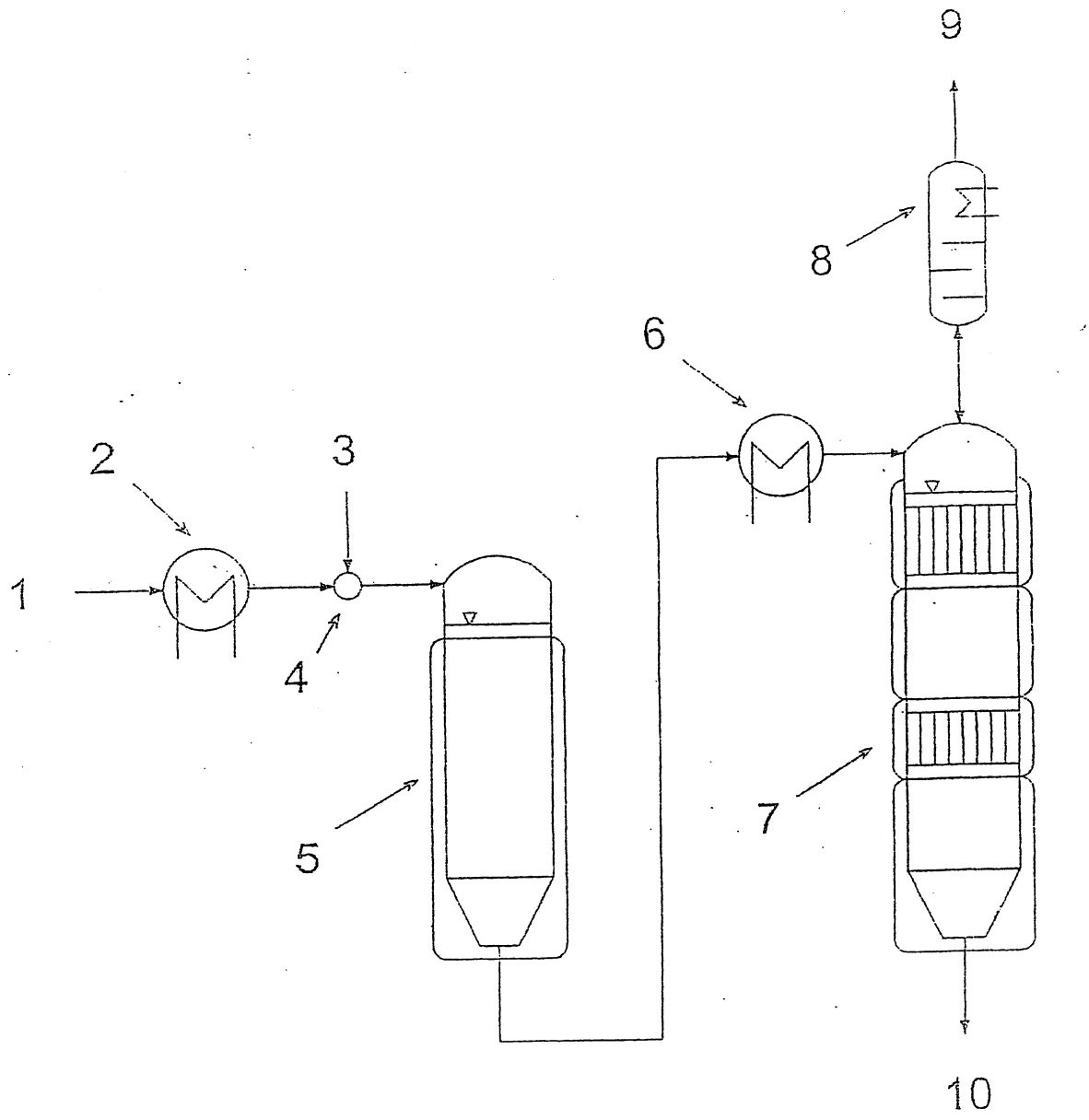

圖 1

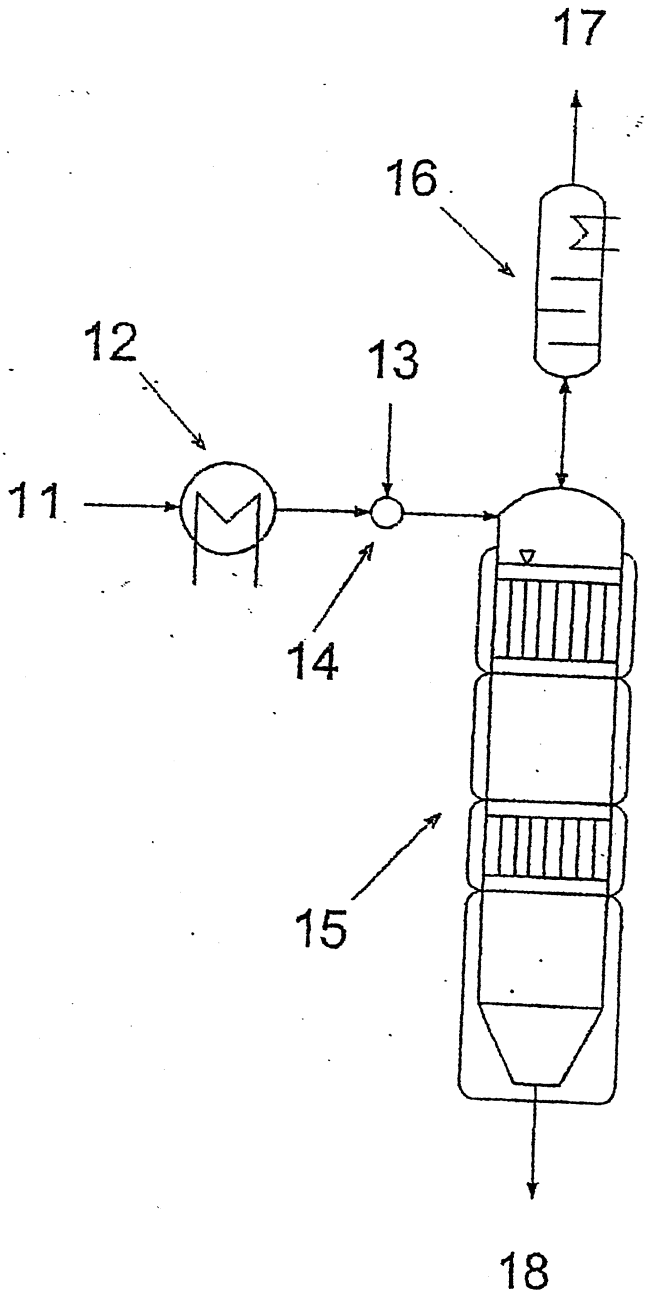

圖 2

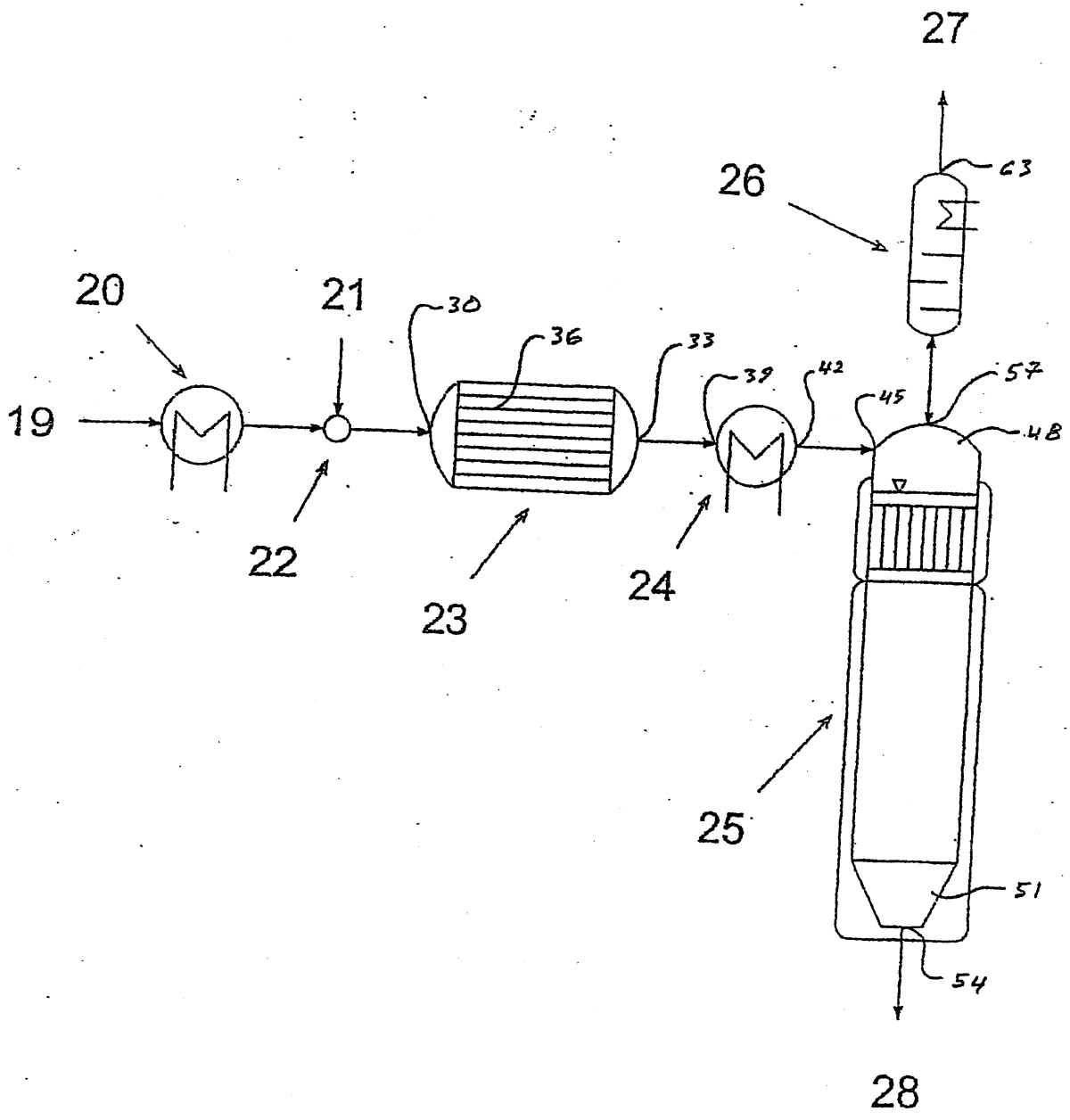

圖 3

(一)、本案指定代表圖爲：第 1 圖

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

1 己內醯胺

2 預熱器

3 水

4 混合裝置

5 壓力反應器

6 蒸發器

7 主反應器

8 分離管柱

9 水

10 成品聚醯胺 6

本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無