

公告本

I229102

申請日期	89.5.16
案 號	89109350
類 別	C08G 67/00

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	聚醯胺之製造
	英 文	"PRODUCTION OF POLYAMIDES"
二、發明 創作人	姓 名	1.瑞夫 莫爾史拉特 3.迪特 克拉柏 2.佛克 希特倫特 4.馬丁 李曼
	國 籍	1.2.3.4.均德國
	住、居所	1.德國史威茲根市史特納力街5號 2.德國曼翰市艾姆布朗尼卡頓街23號 3.德國格朗斯泰特市蘭卡斯街38號 4.德國海德堡市李尼札街33號
三、申請人	姓 名 (名稱)	德商巴地斯顏料化工廠
	國 籍	德國
	住、居所 (事務所)	德國來恩河勞域沙芬市
	代 表 人 姓 名	1.安德瑞斯·拜伯拜奇 2.維拉·史塔克

(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 ☐無主張優先權德國 1999年05月25日 19923894.4 ☒有 ☐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)

本發明係關於一種以己撐二胺、胺基己腈及與水及二羧酸製造之聚醯胺之方法。

已廣泛地說明在催化劑存在下的己二腈之氫化作用。例如，德國專利申請案第 196 31 521 號說明在一氧化碳存在下的戊烯腈之催化性氫化作用。在該分離之後，可將生成之 6-胺基己腈與己撐二胺之混合物進一步轉換製造耐隆 6 及耐隆 66。例如，德國專利申請案第 43 19 134 號揭示使胺基己腈在不均勻的催化劑存在下反應形成己內醯胺之方法，依次將其當成製造耐隆 6 之單體。己撐二胺及也與己二酸是耐隆 66 之單體性組成塊。

另一種可能性是胺基己腈之直接水解聚合作用，在該情況中，胺基己腈可在催化劑的存在下與水反應，比較德國專利申請案第 197 09 390 號。

自胺基己腈及己撐二胺之現有製造耐隆 6 及耐隆 66 之方法的缺點是事實上在氫化作用之後，兩種組份必須在各自的聚合作用中單獨使用。此外，單體必須是高純度，其通常需要使能量及成本增加之分離作用。

本發明的目的係提供利用在熟知的聚合作用中的己二腈氫化產物製造聚醯胺之方法，不包含在氫化作用之後的分離作用。

吾等已發現根據本發明製造聚醯胺之方法會達到該目的，其包含將含有己撐二胺與胺基己腈及以己二腈之氫化作用獲得之混合物與水及二羧酸反應。所使用的氫化混合物以直接來自氫化階段較佳，並未受到任何進一步的純化

五、發明說明(2)

作用。該方法提供以胺腈、己二酸及己撐二胺為主之聚醯胺。

將6-胺基己腈與己撐二胺之氫化混合物在二官能酸(如己二酸或對苯二酸)存在下以許多以特定溫度及壓力為特徵之步驟或階段中反應，使其轉換成聚醯胺。

可使用許多氫化混合物。根據本發明，在氫化混合物中的6-胺基己腈對己撐二胺之莫耳比以在從1:99至99:1的範圍內較佳，以從5:95至95:5較佳，以從10:90至90:10特別佳。習慣上以根據已知的方法，如舉例在德國專利申請案第836,938號，德國專利申請案848,654號或美國專利申請案第5,151,543號中說明的方法以氫化己二腈獲得胺基己腈-己撐二胺混合物。也有可能使用各種胺腈及二胺之混合物。

如果必要，可在根據本發明的每一個反應階段可將反應混合物已加入本技藝的熟練者已知的鏈增長、支化及調節物質，例如，單-、二-及三官能化合物、UV及熱安定劑、顏料、加工輔助劑、火燄阻滯劑、染料或衝擊改良劑，如舉例在德國專利申請案第197 09 390號中的說明。

在第一個反應階段之前、期間或之後將鏈增長、支化及調節物質加入反應混合物中較佳，反之，加工輔助劑及染料以在包括催化劑固定床之階段之後加入混合物中較佳。

根據本發明，在本發明的各種具體實施例中，可將氫化混合物與水及至少一種二官能酸一起轉換成聚醯胺。根據本發明，本文以下說明的步驟順序發生或分批式，即在單

五、發明說明(3)

一反應中的連續方式，或連續式，即連續的反應器。也有可能連續進行部份步驟及其餘分批進行。

較佳的方法包含以下步驟：

- (1) 將己撐二胺及胺基己腈之氫化混合物與水及二羧酸反應，以形成反應混合物，並接著在從90至300°C的範圍內之溫度及使反應混合物構成單一液相之壓力下轉換，
- (2) 將步驟(1)的轉換混合物在從230至400°C的範圍內溫度及使氣相自液相分離以獲得液相及氣相之壓力下進一步轉換，及
- (3) 在從250至310°C的範圍內之溫度及在低於步驟(2)之壓力下使產物混合物後濃縮。

現在以更詳細說明步驟：

- (1) 將氫化混合物與二官能酸(以己二酸較佳)與水以例如靜態混合器的輔助或在也可以當成進料容器之攪拌槽中完全混合。將酸含量決定成己撐二胺濃度之函數關係，並以所使用的己撐二胺莫耳量為基礎從50至150莫耳%較佳，以從90至110莫耳%特別佳。根據本發明，以在氫化混合物中存在的胺基己腈為基礎，使用以胺基己腈對水之莫耳比在從1:1至1:6的範圍內之水量，以從1:1至1:4特別佳，以從1:1至1:3最佳，提出使用過量的水較佳。反氫化混合物之轉換作用發生在從90至300°C的範圍內之溫度下，以從150至230°C較佳。在該反應步驟

五、發明說明 (4)

中的壓力以選擇使反應混合物構成單一的液態相較佳。所使用的反應器可以是例如流動管。在該反應階段中的滯留時間是至多10小時，以從0.1至3小時較佳，以從0.1至1小時特別佳。

- (2) 將步驟(1)的轉換混合物在從230至400°C的範圍內之溫度(以從250至280°C較佳)及獲得液相與氣相及可將氣相與液相分離的該種壓力下進一步轉換。在該反應階段中的滯留時間係根據混合物的水含量、反應溫度與反應壓力及在反應結束時預期產物之聚合程度等而定。其是至多10小時，以從0.1至5小時較佳，以從0.1至3小時特別佳。

利用攪拌或未攪拌分離槽或槽、電瓶及使用蒸發器裝置(例如，以循環蒸發器或細薄膜蒸發器(如薄膜擠壓)方式，或以確定會增加相介面之環形盤反應器之方式)可完成除氣相。在特定的環境中，可能有必要使反應混合物再循環或使用線圈反應器，以增加相介面。而且，以水蒸氣或惰性氣體加入液相中可促進除氣相。

假設聚合程度足夠時，接著以齒輪泵、在水浴中冷卻及在本技藝的熟練者已知後續處理步驟中加工(例如，擠壓、萃取、著色、回火)等方式可將獲得的聚合物熔融物自第二個階段取出。

在第二個處理步驟可能的具體實施例中，以壓力對應於水在預選擇的溫度下之平衡蒸氣壓力，所以自

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (5)

反應混合物之水分離作用有可能是在例如 100 分鐘的有限時間內。但是，高度的聚合及高產物黏度接著需要一個能夠使反應混合物在低壓下有效濃縮的進一步的第三個步驟。

- (3) 在類似於第二個步驟之第三個步驟中，利用攪拌或未攪拌分離槽或槽電瓶及使用蒸發器裝置(例如，以循環蒸發器或細薄膜蒸發器(如薄膜擠壓)方式，或以確定會增加相介面之環形盤反應器之方式)可完成除去濃縮作用生成的水。在特定的環境中，可能有必要使反應混合物再循環或使用線圈反應器，以增加相介面。而且，以惰性氣體加入液相及氣相中可促進除氣相。將反應溫度設定在從 250 至 310°C 的範圍內較佳，以從 270 至 290°C 特別佳，並使反應壓力低於 2 巴較佳。

可以以下的步驟進行以上說明的方法：

- (a) 將己撐二胺與胺基己腈之混合物與水混合，並接著在從 90 至 400°C 的範圍內之溫度及在從 0.1 至 15×10^6 巴斯卡的範圍內之壓力下轉換，
- (b) 將步驟(a)之轉換混合物在從 200 至 350°C 的範圍內之溫度及在低於步驟(a)之壓力下進一步轉換，並調整，以獲得液相與氣相(自液相分離出氣相)，
- (c) 將生成之轉換混合物與二羧酸反應，以形成反應混合物，並接著以類似於以上說明的步驟(1)、

五、發明說明(6)

(2)及(3)轉換反應混合物。

在本發明的該其它較佳的具體實施例中，將胺基己腈-己撐二胺與水反應，但是不在一個或二個方法預處理階段中加入二官能酸，並接著將生成之產物混合物與預期的酸(以己二酸較佳)反應及在上述的方法步驟(1)-(3)中聚合：

1. 預處理階段(a)

在第一個預處理階段中，將氫化混合物以水在從90至400°C之溫度下(以從180至310°C較佳，特別是從220至270°C)及在從0.1至 15×10^6 巴斯卡之壓力下(從1至 10×10^6 巴斯卡較佳，尤其是從4至 9×10^6 巴斯卡)加熱。

根據本發明，以所使用的胺基己腈為基礎，以用胺基己腈對水之莫耳比在從1:1至1:6的範圍內之水量，以從1:1至1:4特別佳，以從1:1至1:3最佳，提出使用過量的水較佳。

以使反應混合物構成單一液相的這種方式彼此調整壓力及溫度。該單一相方法較佳的具體實施例是一種流動管，如果必要，以以下說明的催化劑物質填充。

在該階段可替換的具體實施例中，壓力及溫度也可以彼此相對調整，以獲得液相及氣相。在該具體實施例中，液相對應於轉換混合物，同時除去氣相。通常利用蒸餾裝置連續除去基本上由氫及水蒸氣組成的氣相。可將任何比未轉換之己撐二胺與胺基己腈優先在該蒸餾過程一起除去的蒸餾物有機構成物可完全或部份再循環至第一個預處理階段中及/或後續的階段中。

五、發明說明(7)

利用大於與反應混合物主體溫度有關的水蒸氣及己撐二胺之壓力，但小於氨的平衡蒸氣壓力進行兩相程序較佳。

兩相程序特別佳的具體實施例係利用一種豎式流動管，其中流體是向上的方向，並且如果必要，其會具有一個在產物出口更上面的開口，供除去氣相。可將這種管狀反應器完全或部份以催化劑物質填充，尤其是催化劑片。在特別佳的具體實施例中，兩相程序使用的豎式反應器以催化劑材料填充至最大至相邊界。

根據本發明，在將胺脲-己撐二胺-水混合物引入第一階段之前，先利用熱交換器加熱該混合物。據瞭解也可將胺脲-己撐二胺氫化混合物與水彼此單獨加熱，並利用混合元件在第一階段混合。

通常經該設定反應混合物之滯留時間，所以其是在從10分鐘至10小時的範圍內，以在從30分鐘至6小時較佳。關於滯留時間，沒有任何限制。

2. 預處理階段(b)

在以第一個預處理階段中的反應混合物構成單一液相時，則使用第二個預處理階段較佳。根據本發明，接著將在第一個預處理階段獲得的轉換混合物在預處理階段2中以從200至350°C之溫度(以從210至300°C的範圍內之溫度較佳，尤其是在從230至270°C的範圍內)及在低於步驟1之壓力進一步轉換。在第二階段中的壓力是比第1階段之壓力低至少 0.5×10^6 巴斯卡較佳，並且壓力通常是在從 0.1 至 45×10^6 巴斯卡的範圍內，以在從 0.5 至 15×10^6 巴斯

五、發明說明(8)

卡的範圍內較佳，尤其是在從2至 6×10^6 巴斯卡的範圍內。

在階段2中以選擇會獲得氣相及液相與能夠使氣相與液相分離之溫度及壓力。

利用攪拌或未攪拌分離槽或槽電瓶及使用蒸發器裝置(例如，以循環蒸發器或細薄膜蒸發器(如薄膜擠壓)方式，或以確定會增加相介面之環形盤反應器之方式)可完成除氣相。在特定的環境中，可能有必要使反應混合物再循環或使用線圈反應器，以增加相介面。而且，以水蒸氣或惰性氣體加入液相中可促進除氣相。

在預選擇的溫度下調整壓力較佳，所以壓力低於氯之平衡蒸氣壓力，但大於在預定溫度下的混合物中其它組份之蒸氣壓力。該方式有可能尤其有利於除去氯及因此進一步加速酸醃胺基之水解作用。

在階段2中，轉換混合物較佳的滯留時間應該是在從10分鐘至5小時的範圍內，以在從30分鐘至3小時的範圍內較佳。滯留時間不受任何限制。

介於第一及第二預處理階段之間的產物線可以包括填充元件，如臘希格圈或蘇惹(Sulzer)混合元件，以容許控制轉換混合物膨脹至氣相中。其尤其適用於第一階段之單一相程序。

在後續的處理階段(參考以上)之前，先將根據本發明用於進一步轉換作用之二官能酸(如己二酸或對苯二酸)與來自預處理階段之轉換混合物混合。其可利用例如靜態或動

五、發明說明 (9)

態混合器進行，其使來自預處理階段之產物流與水己二酸或對苯二酸溶液混合。如果必要，也可以將酸直接計量至應該配備混合或攪拌元件之第二預處理階段中。

可在金屬氧化物固定床催化劑存在下的一或數個階段中進行轉換作用。

在第一預處理階段及第一階段之反應器中使用固定床催化劑較佳。但是，如果必要，也可以在其它的處理階段中使用。以催化劑填充之反應器用於單一液相操作較佳。

就本發明的目的而言，提出以選自 β -沸石、薄片-矽酸鹽、氧化鋁或二氧化鈦催化劑之布嚨酸催化劑。也有可能使用這些催化劑之混合物。二氧化鈦催化劑以包含從70至100重量%之銳鈦礦及0-30重量%之金紅石較佳，其中至多40重量%之二氧化鈦可以氧化鎢取代。如果使用非常純的胺脒時，則在二氧化鈦中銳鈦礦部份應該儘可能多。提出利用純的銳鈦礦催化劑佳。如果所使用的胺脒包括雜質，例如，從1至3重量%之雜質時，則提出以使用包括銳鈦礦與金紅石的混合物之二氧化鈦催化劑較佳。銳鈦礦部份以從70至80重量%及金紅石部份以從20至30重量%較佳。在該情況中提出含有約70重量%之銳鈦礦及約30重量%之金紅石之二氧化鈦催化劑特別佳。催化劑以具有從0.1至5毫升/公克之孔體積較佳，以從0.2至0.5毫升/公克特別佳。平均孔直徑是從0.005至0.1毫米較佳，以從0.01至0.06毫米特別佳。如果使用高黏度產物，則平均孔直徑應該是大的。切割硬度是大於20N較佳，以

五、發明說明 (10)

>25N 特別佳。BET 表面積是大於 40 平方公尺/公克較佳，以大於約 100 平方公尺/公克特別佳。如果選擇的 BET 表面積較小，則所選擇的整體體積應該相對較大，以便於可確定適當的催化劑性能。特別佳的催化劑具有以下的特性：100% 之銳鈦礦；0.3 毫升/公克之孔體積；0.02 毫米之平均孔直徑；32N 之切割硬度；116 平方公尺/公克之 BET 表面積；或 84 重量% 之銳鈦礦；16 重量% 之金紅石；0.3 毫升/克之孔體積；0.03 毫米之平均孔直徑；26N 之切割硬度；46 平方公尺/公克之 BET 表面積。可自在商業上可取得的粉末(例如，取自 Degussa, Finnti 或 Kemira)製備催化劑。在使用氧化鎢時，則至多 40 重量% 之二氧化鈦被氧化鎢取代，以至多 30 重量% 較佳，以從 15 至 25 重量% 特別佳。可根據 Ertl, Knözinger, Weitkamp: "雜類催化作用手冊 (Handbook of heterogeneous catalysis)", VCH Weinheim, 1997 年，第 98 頁之說明製備催化劑。可使用任何預期有用形式之催化劑。

與二氧化鈦(例如，VKR611)一樣好的另一種較佳的催化劑包括約 9% 之黏土、0.8% 之氧化鋁及約 4% 之氧化磷。配製成 4 毫米擠壓物及煅燒之該組合物之催化劑是 100% 之防水劑及具 >53N 之切割硬度。

以使用具有成形物件、擠壓物或粒狀等形狀之催化劑較佳，尤其是片狀。以大至足以輕易將產物混合物分離及不會提供在轉換期間的產物流動能力之粒狀較佳。催化劑的粒狀形式會使其有可能在第一階段的出口點以機械方式除

五、發明說明 (11)

去催化劑。以在包括催化劑之處理階段的出口點提供機械濾器或篩可達到除去催化劑。

以下的實施例例證本發明：

實施例

分析

利用烏伯婁(Ubbelohde)黏度劑在25°C下以96%強之硫酸測量在萃取物情況中的1重量%強之溶液及測量在未萃取之聚合物情況中的1.1重量%之溶液中的相對黏度(RV)，其是一種分子量堆積及聚合程度之測量。在分析之前，先將未萃取之聚合物在減壓下乾燥20小時。

關於萃取作用，將100份重量之聚己內醯胺以400份重量之完全無鐵的水在回流下的100°C攪拌32小時，並在除取水之後，在100°C的減壓下以20小時溫和乾燥，即沒有後濃縮的風險。

處理方式

在攪拌的1公升加壓釜中進行處理樣品。在實施例6至10中，以限定的間隔將水經由反應器出口連續進料至反應混合物中。

將根據各個處理方法製造之反應混合物之組合物及產物之相對黏度製成表格。

HMD是己撐二胺，ACN是胺基己腈及ADA是己二酸。

實施例1

將反應物引入加壓釜中，並將加壓釜密封、除空氣及重覆以氮氣沖洗。接著將密封的反應器中的混合物曝露於

五、發明說明 (12)

215°C 的反應溫度經 2 小時。接著將反應溫度上升至 280°C，並以控制閥的方式將反應器開啓至使內壓調整至 18 巴的這種程度。在 1 小時的反應之後，將加壓釜中的壓力以 30 分鐘降至約 5 巴之室壓。然後將聚合物熔融物在 280°C 下經 60 分鐘後濃縮及接著擠入水浴中、壓片及乾燥。

實施例 2

將反應物引入加壓釜中，並將加壓釜密封、除空氣及重覆以氮氣沖洗。接著將密封的反應器中的混合物曝露於 270°C 的反應溫度經 2 小時。接著將反應溫度上升至 280°C，並以控制閥的方法將反應器開啓至使內壓調整至 18 巴的這種程度。在 1 小時的反應之後，將加壓釜中的壓力以 30 分鐘降至約 5 巴及接著以 1 小時降至約 1 巴。然後將聚合物熔融物在 280°C 下經 45 分鐘後濃縮及接著擠入水浴中、壓片及乾燥。

實施例 3

將反應物引入加壓釜中，並將加壓釜密封、除空氣及重覆以氮氣沖洗。接著將密封的反應器中的混合物曝露於 215°C 的反應溫度經 2 小時。接著將反應溫度上升至 280°C，並以控制閥的方式將反應器開啓至使內壓調整至 18 巴的這種程度。在 1 小時的反應之後，將加壓釜中的壓力以 30 分鐘降至約 5 巴及接著以 1 小時降至約 1 巴。然後將聚合物熔融物在 280°C 下經 20 分鐘後濃縮及接著擠入水浴中、壓片及乾燥。

五、發明說明 (13)

實施例 4

將反應物引入加壓釜中，並將加壓釜密封、除空氣及重覆以氮氣沖洗。接著將密封的反應器中的混合物曝露於 215°C 的反應溫度經 2 小時。接著將反應溫度上升至 280°C，並以控制閥的方式將反應器開啓至使內壓調整至 18 巴的這種程度。在 1 小時的反應之後，將加壓釜中的壓力以 30 分鐘降至約 5 巴及接著以 1 小時降至約 1 巴。然後將聚合物熔融物在 280°C 下經 50 分鐘後濃縮及接著擠入水浴中、壓片及乾燥。

實施例 5

將反應物引入加壓釜中，並將加壓釜密封、除空氣、重覆以氮氣沖洗及接著加熱。在已達到 280°C 的反應溫度時，則以控制閥的方式將反應器開啓至使內壓調整至 18 巴的這種程度。在 1 小時的反應之後，將加壓釜中的壓力以 30 分鐘降至約 5 巴及接著以 1 小時降至約 1 巴。然後將聚合物熔融物在 280°C 下經 15 分鐘後濃縮及接著擠入水浴中、壓片及乾燥。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (14)

表 1:

實施例	組合物	相對黏度
1	150公克之水 84公克之ADA 66公克之HMD 150公克之ACN	2.47
2	150公克之水 84公克之ADA 66公克之HMD 150公克之ACN	2.15
3	150公克之水 134公克之ADA 106公克之HMD 60公克之ACN	2.42
4	150公克之水 33公克之ADA 27公克之HMD 240公克之ACN	1.88
5	150公克之水 84公克之ADA 66公克之HMD 150公克之ACN	1.88

實施例 6

將反應物引入加壓釜中，並將加壓釜密封、除空氣及重覆以氮氣沖洗。接著將密封的反應器中的反應混合物曝露於270°C的反應溫度經1小時。將加壓釜開啓，使內反應器壓力以30分鐘調整至30巴。接著以水汽提。以活塞泵將水以60克/小時之速度計量至反應混合物中。在2小時之後終止水汽提，並將加壓釜中的壓力以1小時降至1巴。然後將聚合物熔融物在270°C下再經2小時轉換或後濃縮及接著擠壓、壓片及乾燥。

五、發明說明()

實施例7至9

將反應物引入加壓釜中，並將加壓釜密封、除空氣及重覆以氮氣沖洗。接著將密封的反應器中的反應混合物曝露於270°C的反應溫度經1小時。將加壓釜開啓，使內反應器壓力以30分鐘調整至30巴。接著以水汽提。以活塞泵將水以60克/小時之速度計量至反應混合物中。在2小時之後終止水汽提，並將加壓釜中的壓力以1小時降至1巴。然後將聚合物熔融物在270°C下再經1小時轉換或後濃縮及接著擠壓、壓片及乾燥。

實施例10

將反應物引入加壓釜中，並將加壓釜密封、除空氣及重覆以氮氣沖洗。接著將密封的反應器中的反應混合物加熱。一旦達到270°C之產物溫度時，則將加壓釜開啓，使內反應器壓力以30分鐘調整至30巴。接著以水汽提。以活塞泵將水以60克/小時之速度計量至反應混合物中。在2小時之後終止水汽提，並將加壓釜中的壓力以1小時降至1巴。然後將聚合物熔融物在270°C下再經1小時轉換或後濃縮及接著擠壓、壓片及乾燥。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (16)

表 2：

實施例	組合物	相對黏度
6	150公克之H ₂ O 33公克之ADA 27公克之HMD 240公克之ACN	2.61
7	150公克之H ₂ O 134公克之ADA 106公克之HMD 60公克之ACN	3.60
8	150公克之H ₂ O 117公克之ADA 93公克之HMD 90公克之ACN	2.98
9	150公克之H ₂ O 150公克之ADA 120公克之HMD 30公克之ACN	3.73
10	150公克之H ₂ O 134公克之ADA 106公克之HMD 60公克之ACN	3.52

(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：聚醯胺之製造)

在聚醯胺之製造方法中，將含有己撐二胺與胺基己腈及以己二腈之氫化作用獲得之混合物與水及二羧酸反應。

英文發明摘要 (發明之名稱："PRODUCTION OF POLYAMIDES")

In a process for producing polyamides, a mixture comprising hexamethylenediamine and aminocapronitrile and obtained from the hydrogenation of adiponitrile is reacted with water and a dicarboxylic acid.

公告 申請專利範圍

1. 一種製造聚醯胺之方法，其係

(i) 氫化己二腈而形成6-胺基己腈與己撐二胺之莫耳比為1:99至99:1之混合物；及

(ii) 使直接得自階段(i)之氫化混合物，在未進行進一步純化步驟之下，與水及二羧酸反應，其中二羧酸的數量係為50至150莫耳%，以混合物中的己撐二胺數量為基礎。

2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中所使用的二羧酸是己二酸或對苯二酸。

3. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中使用以胺基己腈為基礎從1:1至6:1之莫耳比的水。

4. 根據申請專利範圍第1至3項中任一項之方法，其包含步驟：

(1) 將己撐二胺及胺基己腈之氫化混合物與水及二羧酸反應，以形成反應混合物，並接著在從90至300°C的範圍內之溫度及使反應混合物構成單一液相之壓力下轉換，

(2) 將步驟(1)之轉換混合物在從230至400°C的範圍內之溫度及使氣相自液相分離以獲得液相及氣相之壓力下進一步轉換，及

(3) 在從250至310°C的範圍內之溫度及在低於步驟(2)之壓力下使產物混合物後濃縮。

5. 根據申請專利範圍第1至第3項中任一項之方法，其包含步驟：

六、申請專利範圍

(a) 將己撐二胺與胺基己腈之混合物與水混合，並接著在從90至400℃的範圍內之溫度及在從0.1至 15×10^6 巴斯卡的範圍內之壓力下轉換。

(b) 將步驟(a)之轉換混合物在從200至350℃的範圍內之溫度及在低於步驟(a)之壓力下進一步轉換，並調整，以獲得液相與氣相(自液相分離出氣相)，

(c) 將生成之轉換混合物與二羧酸反應，以形成反應混合物，並接著以類似於根據申請專利範圍第4項之步驟(1)、(2)及(3)轉換反應混合物。

6. 根據申請專利範圍第1至第3項中任一項之方法，其中在一或數個步驟中以金屬氧化物固定床催化劑的存在下進行轉換作用。
7. 根據申請專利範圍第6項之方法，其中在催化劑係選自 β -沸石、薄片-矽酸鹽、氧化鋁或二氧化鈦催化劑。