

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：97120608

※ 申請日期：47.6.3

※IPC 分類：C07C 51/41. (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

二酸/二胺鹽溶液之製造方法

PROCESS FOR THE MANUFACTURE OF A SOLUTION OF
DIACID/DIAMINE SALTS

55/02. (2006.01)

55/14. (2006.01)

21/09. (2006.01)

21/12. (2006.01)

二、申請人：(共 1 人)

086969/28 (2006.01)

姓名或名稱：(中文/英文)

法商隆迪亞營運公司

RHODIA OPERATIONS

代表人：(中文/英文)

菲利浦 杜布魯克

DUBRUC, PHILIPPE

住居所或營業所地址：(中文/英文)

法國歐伯維李爾市黑寇格街40號

40 RUE DE LA HAIE COQ, 93306 AUBERVILLIERS CEDEX, FRANCE

國 籍：(中文/英文)

法國 FRANCE

三、發明人：(共 1 人)

姓 名：(中文/英文)

尚-法藍柯斯 席瑞

THIERRY, JEAN-FRANCOIS

國 籍：(中文/英文)

法國 FRANCE

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項 第一款或 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 法國；2007年06月04日；0703933

2.

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明涉及一種用於製造二胺和二酸的鹽溶液之方法，該二胺和二酸的鹽係用以製造聚醯胺。

尤其地，本發明涉及一種製造己二酸己二胺鹽濃縮溶液之方法，該己二酸己二胺鹽-也稱為尼龍鹽-係用作製造聚醯胺-更準確地為PA66-的起始物質。

【先前技術】

為了獲得包括高分子量的二酸和二胺單體之聚醯胺，通常使用由二胺分子和二酸分子反應形成的鹽的水溶液。將該溶液加熱以開始蒸發水，且因而起始藉由縮聚作用之聚合，以此獲得包括醯胺官能之巨分子鏈。

鹽溶液通常包含化學計量的二酸和二胺。尼龍鹽的重量濃度通常在50%至65%之間。運輸之前，該溶液通常存儲於合適地點，進而加入聚合裝置。

為避免沉澱問題，尼龍鹽最大容許濃度在大氣壓下按重量計算為70%。超出該濃度，必須在110至160°C之間的溫度、高於大氣壓之壓力下加熱該溶液，以防任何沉澱。這些溫度和壓力範圍不易與存儲和運輸相容。

已經有人提出製造尼龍鹽溶液之若干方法。這些方法通常係在消除中和反應時產生之熱的同時將己二酸添加至己二胺和水中。

因此，美國專利4 233 234敘述一種製造己二酸己二胺鹽之方法，其包括混合反應器和在混合區循環溶液，接著在

冷凝器中消除二酸和二胺之間反應產生之熱。

美國專利4 442 260敘述一種方法，其係產製含有31%至40%的水、73.5%至77.5%的己二酸和22.5%至26.5%的己二胺的水溶液，接著蒸發大量水以獲得89%至96重量%的非化學計量之鹽濃度，並添加己二胺以獲得為1的化學計量之二酸/二胺比率。

這些不同的製造方法要求：首先，熱能之輸入尤其是為了溶解己二酸，其次，消除胺和酸之間反應產生之熱；還要求蒸發掉水。

【發明內容】

本發明之一個目標是提出一種製備尼龍鹽或者二酸和二胺的鹽的濃縮溶液之方法，其係使用與外界最低能量交換，即使熱量之輸入及消除減至最少。

為達到該效果，本發明提出一種製造二胺和二酸的鹽的水溶液之方法，該水溶液係藉由混合二酸和二胺獲得且鹽濃度在50重量%及80重量%之間，該方法之特徵為其由以下步驟組成：

- 藉由在含至少5體積%之莫耳比在1.5至5之間的二胺和二酸水溶液、或是待加入該反應器的水總量的至少10%之水的第一反應器送入包括二酸之液體流、包括二胺之液體流及選擇性使用之溫度為 T_1 的水流，而於該反應器中產製二酸/二胺莫耳比在1.5和5之間且水中溶解物質的濃度在40重量%至75重量%(宜為45重量%-65重量%)之間的二胺和二酸水溶液；該包括二酸之進

料流和包括二胺進料流的流速係加以控制，使得反應器中溶液溫度在該反應器工作壓力下固定地低於沸點，且使得該二酸/二胺莫耳比固定地大於1.1；酸進料之量係對應於產製所需量的鹽水溶液所需酸之總量的至少90重量%；水之進料量為產製所需量的鹽水溶液所需之水總量的至少75重量%；

- 將第一反應器中獲得之水溶液移至配備有冷凝器的第二反應器中；
- 在第二反應器中送入包括二胺之液體流以便獲得在0.9至1.1之間(宜為1.0至1.05之間)的二酸/二胺莫耳比，至少藉由釋放二胺和二酸之間反應產生之熱，將該溶液之溫度調至最高為溶液在工作壓力下時之沸點的溫度，並且，視情況送入一定量額外的水及/或二酸，以便獲得具有所需濃度且具有所需二酸/二胺比率之鹽溶液。

【實施方式】

術語"溶解物質"應當理解其意指以自由形式或者鹽形式或諸如此類者存在於介質中之所有二酸和二胺組分。

術語"沸點"應當理解其意指在處於程序處理壓力或操作壓力之反應器中的溶液之沸點。

作為適用於本發明之二胺，可提及作為較佳和最通常使用單體之己二胺(HMD)，還有庚二胺、四亞甲基二胺、八亞甲基二胺、壬二胺、癸二胺、2-甲基環戊烷二胺、十一碳二胺、十二碳二胺、苯二甲撐二胺和異佛爾酮二胺。可

以使用若干二胺單體的混合物。

在本發明過程中，二胺以純形式或者最好為濃縮水溶液之形式進料。對於HMD，大概最好使用包括至少50重量%二胺之溶液，更適宜地至少85重量%，90重量%尤更有利。然而，包括二胺之液體流可以包含其他化合物，而不脫離本發明之範圍。

作為適用於本發明之二酸，可提及例如辛二酸、癸二酸、十二烷二酸、間苯二甲酸、對苯二甲酸、壬二酸、庚二酸和萘二甲酸。可以使用若干二酸單體之混合物。己二酸是較佳和最常使用之單體。使用粉末形式。然而，亦可於水溶液或者懸浮液形式進料至反應器。

而包括二胺之液體流和包括二酸之液體流可以包含其他化合物及/或溶劑，然不脫離本發明之範圍。

另外，進料至第一反應器之產物流最好可較佳為另一液流。然而，二胺可同水和部分二酸一起添加。同樣地，二酸最好為粉末狀。然而，其可於水溶液或者分散體之形式或者溶解形式進料，例如二胺/二酸鹽的水溶液，而不脫離本發明範圍。

較佳係於使不同的反應器(更具體地為如下敘述之第二和第三反應器)保持於無氧氛圍下，比如由氮氣、稀有氣體、蒸汽或者其混合物構成的氛圍下，來實施本發明之方法。

在較佳實施例中，藉由連續供給氮氣流或者藉由在不同反應器中保持氮氣壓力和藉由加熱溶液生成蒸汽之方式，

獲得無氧氛圍。

就後者情況來說，較佳係消除氮氣或者允許其藉由安裝在反應器上之冷凝器逸離。因此，氮氣攜帶之水被冷凝並再循環至反應器。

此實施例還可消除以例如溶解形式存在於溶液中之氧氣，並因此預防單體(尤其是二胺)氧化。氧氣可能經由尤其是二酸單體引入，更常見的為當二酸單體粉末進料之時。

在另一實施例中，利用藉由在第二反應器中煮沸溶液產製的蒸汽，藉由汽餾來消除溶解之氧，此時溶液溫度等於此沸點。

本發明之方法可以根據分批模式或者連續模式實施。此兩實施例詳細敘述於下文。

本發明之方法可以在任何反應器類型中實施。尤其地，反應器包括機械攪拌和配備使它們保持在一定溫度之裝置，尤其停止運轉之時期或者當製造程序改變之時期。

在分批模式實施例中，本發明之方法最好在包括若干串聯裝置之反應器的裝置中實施，每個反應器各對應於執行本方法之一個步驟。然而，在不脫離本發明範圍之下，本方法之不同步驟可以在同一個反應器中連續實施。同樣地，本裝置可以包括並聯裝置之若干反應器，以執行本方法之一個步驟。

根據本發明方法獲得之濃縮鹽溶液可以直接且連續進料至聚合裝置，或者在輸送和使用之前可以存儲。

亦藉由根據本方法分批模式實施例獲得之尼龍鹽的濃縮溶液之製造示例闡述本發明。

在下文敘述中，術語己二酸(AA)和己二胺(HMD)用於表示二酸和二胺。然而，該方法亦適合前述之其他二酸及二胺。

參考圖1，此圖敘述根據分批模式操作之本發明的方法之第一個實施例。該裝置包括攪拌的第一反應器1，其中添加通常為粉末形式之己二酸2和己二胺之液體流3。水4也導入該反應器。

己二胺較佳為包括90重量%的HMD的濃縮水溶液。

將不同產物添加至反應器1，反應器包含少量的己二酸和己二胺溶解於水的溶液，此溶液富含己二酸並被稱為起始溶液。該水溶液是在先前操作中製備之溶液的一小部分，較佳具有實質上為在反應器1中製備之溶液的最終組成的組成，即二酸/二胺莫耳比約等於2.4且溶解物質重量計之濃度大約為57%。

步驟開始時，存在於該反應器中之溶液的量等於該步驟結束時反應器1所產製之溶液總量的至少約5%，更適宜地在5%至40%之間，較佳在10%至35%之間的。

有利地，根據本發明之一個特徵，在反應器和環境或者外界之間沒有熱交換進行，即以準絕熱方式操作該反應器。

由於在HMD和己二酸之間的中和反應，反應器1中之溫度稍微增高。然而，在整個程序中以及在該步驟結束時，

反應器中溶液之溫度始終處於低溫，低於 100°C 為有利，更適宜地為低於 75°C ，更普遍地為低於該溶液在工作壓力下之沸點。低溫水準有助於限制HMD因為存在於介質中之氧而氧化。氧氣尤其可能因為己二酸粉末而引入。

將用以獲得包含己二酸、具有二酸/二胺總莫耳比2.4的二酸和二胺鹽且溶解物質按重量計算為57%的濃度的水溶液所需之量的水、己二酸和HMD進料至反應器中。當該反應器中液體體積有利地為反應器1工作容積之至少80%時，該溶液藉由泵7進料至至稱為中和反應器之第二反應器5中。該反應器5配有冷凝器8和有利地配有為循環溶液用的外部迴路及/或攪拌裝置(未呈現)。

己二胺9進料至至第二反應器5以獲得大約1.01的AA/HMD莫耳比。對於第一反應器1，較佳係未與外界進行明顯之熱交換。因此，來自胺被酸中和之反應的熱導致反應器5中溫度增加，該溫度最多達到混合物於工作壓力下之沸點。蒸發掉的水在冷凝器8冷凝以獲得水之完全回流。沸騰所特有之溫度是有利的，因為其使得可藉由蒸汽蒸餾消除存在於介質中之氧氣(尤其是溶解形式)。在該冷凝器中進行之熱交換極低，並且僅代表藉由中和反應釋放熱之很小部分。

亦可添加水以將己胺己二酸鹽的濃度調整至按重量計算大於50%、最好為在60%至75%之間的濃度。水與己二胺液體流混合為有利。

在所說明之實施例中(本發明較佳實施例)，將第二反應

器5中獲得之溶液進料至至配有攪拌裝置或者循環反應介質之外部迴路(未呈現)且有利地配有冷凝器11之第三反應器10。

第三反應器10，也稱為調整反應器，在原理上與第二反應器類似並且包括HMD和水之添加6，以將AA/HMD比率調整至0.995至1.005之間的值，以及如有必要，將鹽濃度調整至理想值。

如此獲得之溶液可被直接用於聚合裝置或者可儲存於儲槽12或者適於運輸之容器中。

根據較佳實施例，藉由如將氮氣進料至空反應器中和在反應器填充和排出期間保持氮氛圍，該裝置之反應器保持在無氧氛圍下。用於每個反應器之氮氣進料未呈現於附圖上。

較佳係反應器配有隔熱裝置，以限制與外面環境之熱交換，並因此限制熱損失。

此實施例中，填充期間藉由自反應器逸離之氮氣攜帶而消除溶解氧。該氮氣消除法最好藉由冷凝器實施，以便因而冷凝氮氣攜帶之蒸汽。

參考圖2，敘述本發明方法之第二個實施例。該第二個實施例涉及一種根據連續模式操作之方法。如在第一個實施例中，該方法包括，在反應器13中實施己二酸溶解之第一個步驟。藉由蝸桿系統14，己二酸同時與水15和濃縮尼龍鹽溶液液體流16一起進料，以在反應器13中獲得包含二酸/二胺莫耳比在1.5至5之間的(最好為約2.4)且按重量計算

的溶解物質濃度在40%至75%之間(比如等於57%)的溶液。在另一個實施例中，藉由獨立於濃縮鹽溶液之液體流之液體流，將二胺進料至反應器13，進入反應器13之整體二胺進料可藉由單獨二胺進料或藉由濃縮鹽溶液之液體流或者藉由添加此兩種液體流得到。

為了在反應器13中獲得溶液均質化，說明包括泵18之外部循環迴路17。將在迴路循環之溶液的一部分進料至亦配有包括泵28和兩個靜態混合器21和22之外部中和迴路20之反應器19。每個混合器之上游各為用於將二酸/二胺莫耳比調整至在0.99及1.01之間之值之HMD進料23和單體進料24。

藉由用以測量溶液pH之裝置25以及在測量pH之下游的額外二胺及/或二酸之添加，而有利地控制及調整此莫耳比。如第一實施例中，中和反應所釋放的熱使溶液溫度上升，直到最高達到溶液在操作壓力的沸點。

為了冷凝所蒸發掉的水，於反應器19上提供冷凝器26。

在所說明之實施例中，在反應器19中產製之溶液中一部分經由管線16送至第一反應器13，其他部分27導向未呈現之儲存槽。

可以不使濃縮鹽溶液循環至第一反應器。在此情況下，二胺以純形式或者以水溶液形式藉不同進料29引入第一反應器。進入第一反應器之兩種二胺進料16及29可以同時存在。

下面實例更清楚地說明本發明方法及其特徵和優點。

實例1 - 根據分批方法生產62重量%之尼龍鹽水溶液

階段1 - 溶解己二酸

藉由將粉狀己二酸(35.0 kg)和己二胺(12.9 kg於45°C之90重量%水溶液)添加至隔熱的反應器1中，反應器1包含藉由將水(34.4 kg；在40°C溫度下)添加至14 kg具有AA/HMD=2.4的己二酸和己二胺水溶液、在63°C溫度下以及溶解物質按重量計算之濃度為56.6%的起始物而製得的水溶液，以製備己二酸和己二胺水溶液。

該起始溶液是抗前生產過程反應器1中獲得之溶液的一小部分。同時添加己二酸和HMD，注意確保在混合物中始終有過量之酸(AA/HMD莫耳比大於1.1)。藉由機械攪拌確保溶液之均質性。在第一階段結束時，溶解物質(56.6重量%)由75.1重量%的己二酸和24.9重量%的己二胺組成。溶液最終溫度是63°C。

階段2 - 中和

82.3 kg(即約85.5%)在階段1獲得之溶液移至圖1之隔熱的和配有冷凝器8的反應器5中。獲得之溶液一部分保留作為之後操作中在反應器1中之起始溶液。

17.5 kg包含90重量%的HMD的己二胺水溶液在45°C溫度下添加至反應器5以獲得尼龍鹽水溶液，其二酸/二胺比率接近化學計量(AA/HMD莫耳比=1.017)。

由中和反應釋放之能量或者熱導致介質溫度增加至沸點，即實例敘述之108°C。產生之蒸汽在冷凝器8中冷凝並在反應器5中形成完全回流。藉由蒸汽冷凝消除之能量相當於多餘之中和能量。因而，該方法使系統可保持在108°C溫度下(在大氣壓下沸騰之開始)，而不需要使用消除中

和反應產生之熱的裝置。

階段3 - 後處理

在溶液移至第三反應器之後，接著藉由添加0.9 kg在40°C溫度之水及0.43 kg在45°C溫度下之90重量%的HMD水溶液，調整溶液濃度和pH。此階段結束時，該溶液為己二酸/HMD莫耳比等於1.003且pH等於7.21的包含62.0重量%的尼龍鹽之水溶液。20°C下，測量用水稀釋之溶液樣本之pH，以獲得溶解物質濃度等於100 g/l。

獲得之溶液進而儲存在圖1說明之槽12中。

實例2 - 根據分批方法生產68%的尼龍鹽

階段1 - 溶解己二酸

藉由將38.0 kg粉狀己二酸和14.0 kg包含90重量%的HMD在45°C溫度下的己二胺水溶液添加至隔熱的反應器1中，反應器1包含藉由將27.7 kg在40°C溫度下之水添加至14 kg在68°C溫度下具有AA/HMD=2.4且溶解物質63.5重量%濃度的己二酸和己二胺水溶液之起始物中而製得的水溶液，製備己二酸和己二胺水溶液。

該起始溶液是之前生產過程反應器1中獲得之溶液的一小部分。同時添加己二酸和HMD，注意確保在混合物中始終有過量酸(AA/HMD莫耳比大於1.1)。藉由機械攪拌確保溶液之均質性。在第一階段結束時，溶解物質(63.5重量%)由75.1重量%的己二酸和24.9重量%的己二胺組成。溶液最終溫度為68°C。

階段2 - 中和

將 79.7 kg(即約 85%)在階段 1 獲得之溶液移至圖 1 之隔熱且配有冷凝器 8 的反應器 5 中。將獲得之溶液的一部分保留作為之後操作在反應器 1 中之起始溶液。

將 19.0 kg 包含按重量計算 90% 的 HMD 的 45°C 溫度己二胺水溶液添加至反應器 5，以獲得尼龍鹽水溶液，其二酸/二胺比率接近化學計量(AA/HMD 莫耳比=1.017)。

藉由中和反應釋放之能量或者熱導致介質溫度增加至沸點，即實例敘述之 110°C。產生之蒸汽在冷凝器 8 中冷凝並在反應器 5 中形成完全回流。藉由蒸汽冷凝消除之能量相當於多餘之中和能量。因而，該方法使系統可保持在 110°C 溫度下(在大氣壓下沸騰開始)。

階段 3 - 後處理

在將溶液移至配有冷凝器 11 之第三反應器 10 中之後，接著藉由添加 1.0 kg 在 40°C 溫度之水和 0.47 kg 在 45°C 溫度之 90 重量%的 HMD 水溶液，而調整溶液濃度和 pH。此階段結束時，該溶液為包含 AA/HMD 莫耳比等於 1.003 之含有 68.0 重量%尼龍鹽的水溶液。

【圖式簡單說明】

下文參考附圖 1 和 2 詳細描述發明方法之兩個實施例，其中：

圖 1 表示實施分批模式實施例之方法之裝置之概要示意圖，且

圖 2 表示實施連續模式實施例之方法之裝置之概要示意圖。

【主要元件符號說明】

- 1 第一反應器
- 2 己二酸液體流
- 3 己二胺液體流
- 4 水
- 5 第二反應器
- 6 HMD
- 7 泵
- 8 冷凝器
- 9 己二胺
- 10 第三反應器
- 11 冷凝器
- 12 儲槽
- 13 第一反應器
- 14 蝸桿系統
- 15 水
- 16 管線
- 17 外部循環迴路
- 18 泵
- 19 第二反應器
- 20 迴路
- 21 靜態混合器
- 22 靜態混合器
- 23 HMD進料

24	單體進料
25	測量裝置
26	冷凝器
27	部分溶液
28	泵
29	二胺

五、中文發明摘要：

本發明涉及一種用於製造二胺和二酸的鹽溶液之方法，該二胺和二酸的鹽係用以製造聚醯胺。

尤其地，本發明涉及一種製造己二酸己二胺鹽之濃縮溶液的方法，該己二酸己二胺鹽-亦稱為尼龍鹽-係用作製造聚醯胺-更特定而言為PA66-的起始物質。製造藉由混合二酸和二胺製得而鹽之重量濃度在50%和80%之間之二胺和二酸之鹽水溶液的方法係由兩個階段組成：第一階段，產製二酸/二胺莫耳比大於1.1之二酸和二胺水溶液；第二階段，藉由添加二胺之方式將二酸/二胺莫耳比調整至0.9至1.1之間，最好為在0.99至1.01之間，以及視情況添加水以固定鹽之重量濃度。

六、英文發明摘要：

The present invention relates to a process for the manufacture of a solution of a salt of a diamine and of a diacid for the manufacture of polyamide.

The invention relates more particularly to a process for the manufacture of a concentrated solution of hexamethylene diammonium adipate salt, also called nylon salt, used as starting material for the manufacture of polyamide, more specifically of PA66. The process for the manufacture of an aqueous solution of diamine and diacid salts obtained by mixing a diacid and a diamine, at a salt concentration by weight of between 50% and 80%, consists, in a first stage, in producing an aqueous solution of diacid and diamine having a diacid/diamine molar ratio of greater than 1.1 and, in a second stage, in adjusting the diacid/diamine molar ratio, by adding diamine, to a value of between 0.9 and 1.1, preferably between 0.99 and 1.01, and in fixing the salt concentration by weight by, optionally, adding water.

十、申請專利範圍：

1. 一種製造二胺和二酸的鹽的水溶液之方法，該水溶液係藉由混合二酸和二胺製得且鹽濃度在50重量%至80%重量之間，該方法之特徵為其由以下步驟組成：

- 藉由在含有至少5體積%之莫耳比在1.5至5之間的二胺和二酸水溶液、或是待加入該反應器的水總量的至少10%之水的第一反應器內送入包括二酸之液體流、包括二胺之液體流及選擇性使用之溫度為 T_1 的水流，而於該反應器中產製二酸/二胺莫耳比在1.5和5之間且水中溶解物質的濃度在40重量%至75重量%之間的二胺和二酸水溶液；該包括二酸之進料流和包括二胺之進料流的流速係加以控制，使得反應器中溶液溫度在該反應器工作壓力下固定地低於沸點，且使得該二酸/二胺莫耳比固定地大於1.1；酸進料之量係對應於產製所需量的鹽水溶液所需酸之總量的至少90重量%；水之進料量為產製所需量的鹽水溶液所需之水總量的至少75重量%；
- 將第一反應器中獲得之水溶液移至配備有冷凝器的第二反應器中；
- 在第二反應器中送入包括二胺之液體流以便獲得在0.9至1.1之間的二酸/二胺莫耳比，至少藉由釋放二胺和二酸之間反應產生之熱，將該溶液之溫度調至最高為溶液在工作壓力下時之沸點的溫度，並且，視情況送入一定量額外的水及/或二酸，以便獲得具

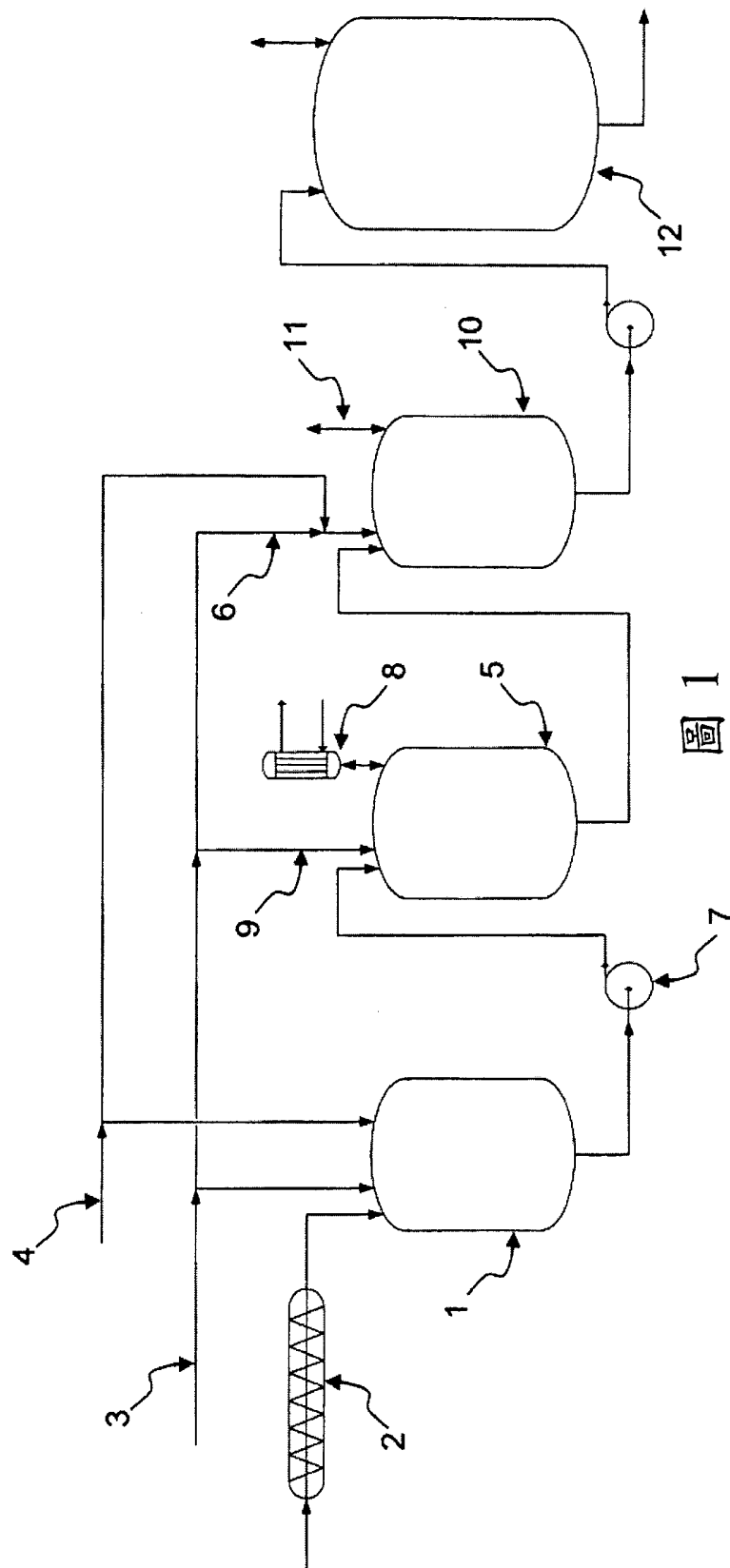
有所需濃度且具有所需二酸/二胺比率之鹽溶液。

2. 如請求項1之方法，其特徵為在第一反應器中溶解物質的濃度係在45重量%至65重量%之間。
3. 如請求項1或2之方法，其特徵為在第二反應器中二酸/二胺莫耳比在1.00至1.05之間。
4. 如請求項1或2之方法，其特徵為將第二反應器中獲得之溶液移至較佳保持無氧而配備有冷凝器之第三反應器中，於其中添加包括二胺之液體流及/或包括二酸之液體流，及視情況之水流，以將二酸/二胺比率調整為0.99至1.01之間且調整鹽之重量濃度。
5. 如請求項4之方法，其特徵為至少第二及第三反應器係保持在無氧氛圍下。
6. 如請求項4之方法，其特徵為至少第二及第三反應器係保持在由氮氣、稀有氣體、蒸汽或者其混合物組成之無氧氛圍下。
7. 如請求項1或2之方法，其特徵為以分批模式操作。
8. 如請求項7之方法，其特徵為形成起始水溶液之水溶液為在第一個階段結束時反應器中產製之溶液理想量的至少5體積%。
9. 如請求項8之方法，其特徵為形成起始水溶液之水溶液為在第一階段結束時於反應器中產製之溶液理想量的5重量%至40重量%之間，最好在10重量%至35重量%之間。
10. 如請求項1或2之方法，其特徵為在第二反應器中之溫度

最高係等於該溶液在工作壓力下之沸點，該冷凝器係生成冷凝水回流。

11. 如請求項4之方法，其特徵為在第三反應器中之溫度最高係等於該溶液在工作壓力下之沸點，該冷凝器係生成冷凝水回流。
12. 如請求項1或2之方法，其特徵為進料至第一反應器包含二胺之液體流為二胺水溶液。
13. 如請求項12之方法，其特徵為前述水溶液中之二胺濃度至少為50重量%，較佳至少為85重量%。
14. 如請求項1或2之方法，其特徵為該方法係以連續模式操作。
15. 如請求項14之方法，其特徵為進料至第一反應器包含二胺之液體流至少部分係由本方法產製之濃縮鹽溶液所組成。
16. 如請求項14之方法，其特徵為第二反應器包括含有至少一個靜態混合器之外部循環迴路。
17. 如請求項16之方法，其特徵為進入第二反應器之包含二胺的液體流進料係位在靜態混合器之上游。
18. 如請求項17之方法，其特徵為源自第一反應器之鹽溶液液體流的進料係位在二胺進料之上游。
19. 如請求項16之方法，其特徵為在靜態混合器之下游存有用以測量溶液pH之裝置，在測量pH之下游依此測量值，藉由送入二胺及/或二酸液體流，來調整化學計量。
20. 如請求項1或2之方法，其特徵為該二胺為己二胺且該二酸為己二酸。

十一、圖式：



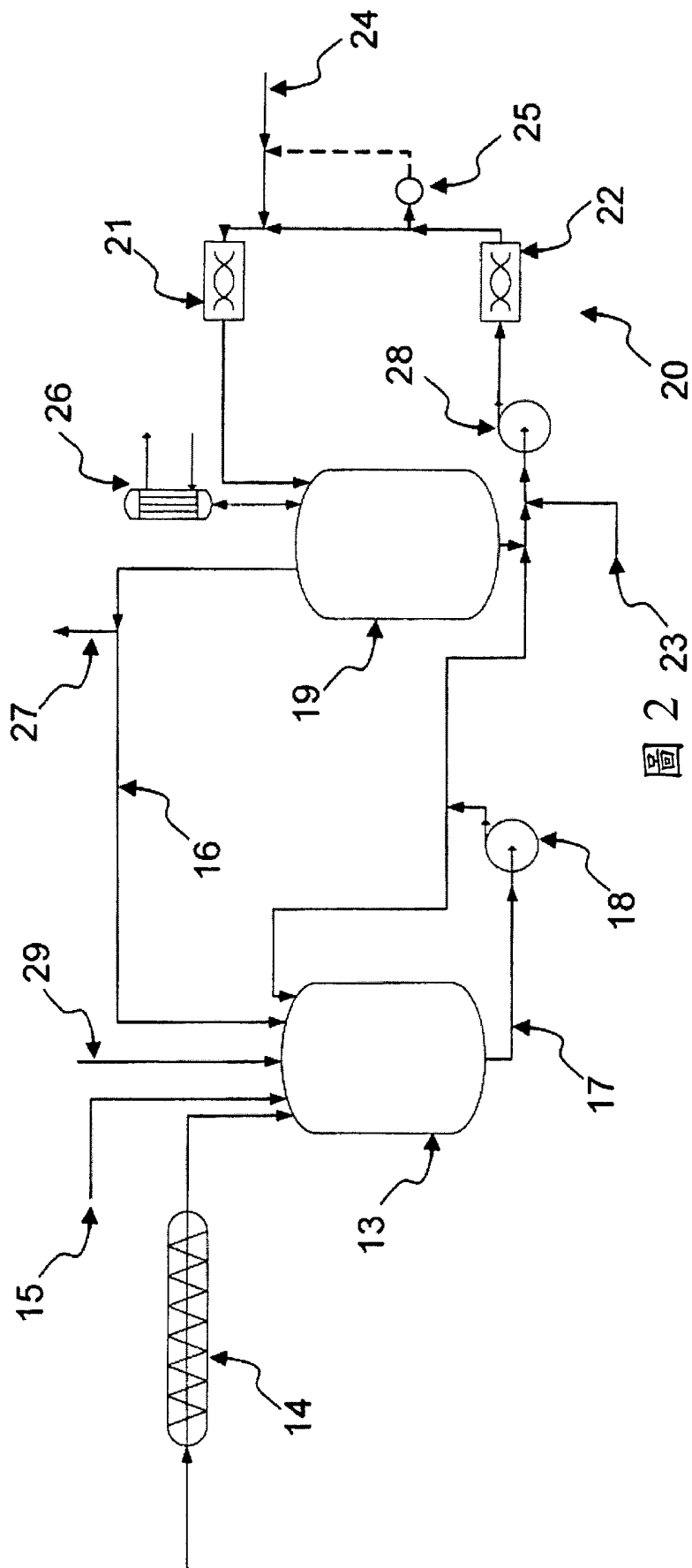


圖 2 23

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

- | | |
|----|--------|
| 1 | 第一反應器 |
| 2 | 己二酸液體流 |
| 3 | 己二胺液體流 |
| 4 | 水 |
| 5 | 第二反應器 |
| 6 | HMD |
| 7 | 泵 |
| 8 | 冷凝器 |
| 9 | 己二胺 |
| 10 | 第三反應器 |
| 11 | 冷凝器 |
| 12 | 儲槽 |

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)