



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0031237

(51)⁷ C08G 69/16

(13) B

(21) 1-2014-00067

(22) 05/06/2012

(86) PCT/EP2012/060618 05/06/2012

(87) WO 2012/168252 13/12/2012

(30) 11004672.9 08/06/2011 EP

(45) 25/02/2022 407

(43) 25/06/2014 315A

(73) UHDE INVENTA-FISCHER GMBH (DE)

Holzhauser Str. 157-159, 13509 Berlin, Germany

(72) SIEBECKE, Ekkehard (DE); BÄR, Mirko (DE); RAUE, Eberhard (DE).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Thảo Thọ Quyển (INVENCO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT LIÊN TỤC POLYAMIT 6 VÀ COPOLYAMIT, VÀ THIẾT BỊ ĐỂ THỰC HIỆN CÁC PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất liên tục polyamit 6 và copolyamit được tạo ra từ các đơn vị lặp lại thu được từ ϵ -caprolactam với lượng ít nhất 70% khối lượng, bao gồm các bước sau:

a) cấp các sản phẩm tách,

b) tạo ra chất tiền polyme và đa ngưng tụ chất tiền polyme với việc tạo ra dòng vật liệu nóng chảy chính,

c) tạo hạt vật liệu nóng chảy polyme,

d) tách hạt polyamit và

e) sấy,

khác biệt ở chỗ, một lượng riêng phần được loại ra khỏi dòng vật liệu nóng chảy chính (b) và lượng riêng phần này được trộn trong dòng phụ trong bộ phận ép đùn với lượng chất phụ gia xác định và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại dòng vật liệu nóng chảy chính (b) ở phía sau trước bước tạo hạt (c) và dung dịch nước tách tạo ra trong bước tách (d), chứa ϵ -caprolactam, được cô đặc và đưa trở lại bước ban đầu (a). Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến thiết bị để thực hiện các phương pháp này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp làm biến đổi trực tiếp liên tục vật liệu nóng chảy polyme bằng chất phụ gia trong dòng phụ và khác biệt ở bởi mức linh hoạt rất cao trong sự thay đổi sản phẩm.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vì các lý do khác nhau, vật liệu nóng chảy polyme phải được làm biến đổi bằng các chất phụ gia. Một lý do đó là vật liệu nóng chảy polyme là trong suốt ít hay nhiều vì cấu trúc đồng nhất của các polyme tổng hợp không tạo ra khả năng bất kỳ cho ánh sáng khúc xạ hoặc phản chiếu. Do đó, vật liệu nóng chảy polyme được trộn với các chất màu, ví dụ như TiO_2 , ZnS hoặc muội than, đối với hầu hết các ứng dụng. Cụ thể, trong lĩnh vực sợi tổng hợp, tốt hơn nếu loại bỏ độ sáng bóng và không mong muốn khỏi vật liệu trước khi kéo, mà có ảnh hưởng bất lợi đặc biệt khi sử dụng sợi tổng hợp trong lĩnh vực quần áo. Sự khúc xạ của ánh sáng được thực hiện bằng cách bổ sung một lượng tương đối nhỏ chất màu màu trắng, thường là titan dioxit. Tuy nhiên, cũng cho các mục đích khác, ví dụ như để tạo ra sợi chống tạo xoắn hoặc để làm sáng quang học ví dụ các polyme màu hơi vàng, việc làm biến đổi vật liệu nóng chảy polyme bằng cách bổ sung các chất phụ gia là đã biết.

Các phương pháp làm biến đổi vật liệu nóng chảy bằng cách sử dụng vật liệu nóng chảy từ masterbatch là các giải pháp kỹ thuật đã biết. Nguyên lý này được mô tả ví dụ trong DE-OS 1604368. Vật liệu nóng chảy được tạo ra bởi masterbatch, có tỷ lệ chất phụ gia cao, được trộn vào vật liệu nóng chảy polyme để được làm biến đổi ở phía sau theo tỷ lệ xác định. Thực tế, phương pháp này tạo ra tính linh hoạt cao với sự thay đổi chất lượng nhưng có các nhược điểm sau: thứ nhất, masterbatch phải được sấy trước khi làm nóng chảy.

Thứ hai, trong quá trình làm nóng chảy lại cần đến nhiệt bổ sung và nạp

cơ học. Nhược điểm thứ ba của phương pháp này là chi phí xử lý bổ sung. Nhược điểm khác là nguy cơ nhiễm bẩn bên ngoài hạt. Trong trường hợp sản xuất masterbatch tại chỗ, có nhược điểm khác là hạt polyme phải được loại ra khỏi quy trình sản xuất. Nhược điểm của masterbatch ngoại lai là sự khác biệt giữa các polyme mà được sử dụng và tác động bất lợi đến tính chất sử dụng của sản phẩm cuối.

Một phương pháp làm biến đổi được mô tả trong tài liệu: Chemical Engineering Progress 78 (1982) 1, trang 62 - 64. Thay vì bổ sung chất phụ gia phía sau vào vật liệu nóng chảy polyme, ở đây tốt hơn nếu cả hạt polyme lẫn các chất phụ gia phản ứng ưu tiên được cấp vào vùng bộ phận ép đùn thứ nhất. Một mặt, nhược điểm của phương pháp này là nguy cơ nén chất phụ gia giữa các hạt và, mặt khác, các lực cắt cao mà cần thiết để đồng nhất hóa và phân tán và dẫn đến độ giảm lớn và không kiểm soát được với độ nhớt của polyme.

Phương pháp khác có liên quan được mô tả trong tài liệu "Chemiefasern and Textilindustrie 1" (Chemical Fibres and Textile Industry 1) (1986), trang 24 - 29. Ở đây, dòng riêng phần được phân nhánh từ dòng vật liệu nóng chảy chính đi ra khỏi thiết bị phản ứng cuối cùng đa ngưng tụ sản phẩm và chất phụ gia được kết hợp trong vật liệu nóng chảy ở phía sau. Vật liệu nóng chảy chứa chất phụ gia lại được đưa trở lại dòng vật liệu nóng chảy chính. Phương pháp này cũng có mức linh hoạt cao trong trường hợp thay đổi chất phụ gia nhưng có một số nhược điểm đáng kể. Trước hết, các thành phần dễ bay hơi chứa trong vật liệu nóng chảy polyme, ví dụ như glycol- và hơi nước hoặc oligome, thoát ra khỏi phễu cấp liệu, mặc dù có hút, trong quá trình bổ sung chất phụ gia. Điều này dẫn đến khả năng rò rỉ giảm của chất phụ gia và dẫn đến tạo ra cục. Các khối kết tụ chất phụ gia không thể được kết hợp một cách đồng nhất trong vật liệu nóng chảy được nữa và, trong quá trình kéo, làm tắc bộ lọc và cũng làm yếu các điểm trong sợi. Ngoài ra, việc bổ sung có định lượng chất phụ gia liên tục và đồng đều bị suy giảm bởi dòng đối lưu của vật liệu nóng chảy mà giữ các hạt chất phụ gia, thường được cung cấp trong sự rơi tự do, lơ lửng ở điểm bổ sung. Một nhược điểm khác nữa đó là lỗ bộ phận ép đùn để bổ sung chất phụ gia phải

được giữ nhỏ để giảm nguy cơ vật liệu nóng chảy đi ra ở điểm này. Vì vậy, lượng chất phụ gia cũng bị giới hạn.

Với sự gia tăng năng suất của các thiết bị đa ngưng tụ liên tục, chỉ các dây chuyền sản xuất có mức linh hoạt cao là có tính kinh tế. Thông thường, việc sản xuất song song các loại sản phẩm khác nhau, như sợi và hạt chẳng hạn, phải có thể thực hiện được đồng thời trên một dây chuyền sản xuất. Sự thay đổi với chất lượng sản phẩm khác nhau, ví dụ như không mờ, mờ hoặc nhuộm màu, phải được đảm bảo trong thời gian ngắn nhất và với tổn hao thấp nhất có thể. Các yêu cầu này được đáp ứng một cách không đầy đủ bởi phương pháp theo giải pháp kỹ thuật đã biết.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của là đề xuất phương pháp và thiết bị để làm biến đổi liên tục trực tiếp vật liệu nóng chảy polyme mà không có các nhược điểm nêu trên.

Mục đích này đạt được bởi phương pháp làm biến đổi vật liệu nóng chảy trong dòng phụ theo sáng chế có các dấu hiệu như nêu ở điểm 1 yêu cầu bảo hộ và thiết bị để thực hiện phương pháp theo sáng chế này có các dấu hiệu như nêu ở điểm 12 yêu cầu bảo hộ.

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất liên tục polyamit 6 hoặc các copolyamit mà được tạo ra từ các đơn vị lặp lại thu được từ ϵ -caprolactam với lượng ít nhất 70% khối lượng, bao gồm các bước sau:

- a) cấp các sản phẩm tách,
- b) tạo ra chất tiền polyme và đa ngưng tụ chất tiền polyme với tạo ra dòng vật liệu nóng chảy chính,
- c) tạo hạt vật liệu nóng chảy polyme,
- d) tách hạt polyamit và
- e) sấy,

một lượng riêng phần được lấy ra khỏi dòng vật liệu nóng chảy chính (b) và lượng riêng phần này được trộn vào dòng phụ trong bộ phận ép đùn với

lượng xác định chất phụ gia và dòng phụ đã làm biến đổi này được đưa trở lại dòng vật liệu nóng chảy chính (b) ở phía sau trước khi tạo hạt (c) và dung dịch nước tách được tạo ra trong bước tách (d), mà chứa các sản phẩm tách, ví dụ như ϵ -caprolactam, được cô đặc và đưa trở lại bước ban đầu (a).

Vì vậy, tính chất đặc biệt của phương pháp theo sáng chế là sự kết hợp giữa việc cấp chất phụ gia vào dòng phụ của chất tiền polyme mà được tạo ra bằng cách đa ngưng tụ và được lấy ra khỏi dòng vật liệu nóng chảy chính, với việc tách được thực hiện đồng thời với hạt polyamit được tạo ra sau khi kết hợp dòng vật liệu nóng chảy chính với dòng vật liệu nóng chảy riêng phần. Bằng cách kết hợp sự bổ sung chất phụ gia vào dòng riêng phần và do đó sự tách hạt sau đó, đạt được sự đồng nhất cực kỳ chính xác chất phụ gia cần được bổ sung trong hạt polyme; đồng thời, các sản phẩm tách chưa đa ngưng tụ, ví dụ như caprolactam hoặc các sản phẩm ngưng tụ mạch ngắn mà là không mong muốn trong sản phẩm, ví dụ như các dime và/hoặc oligome của caprolactam, tương tự cũng có thể được loại bỏ gần như hoàn toàn ra khỏi sản phẩm. Do đó, phương pháp theo sáng chế cho phép tạo ra các hạt polyamit có chất lượng rất cao, trong trường hợp mà các chất phụ gia có mặt rất đồng nhất trong sản phẩm và đồng thời không chứa các sản phẩm tách, ví dụ như caprolactam, mà sẽ làm ảnh hưởng đến tính chất lâu dài. Ưu điểm khác nữa của phương pháp theo sáng chế là mức linh hoạt cao.

Việc thay đổi chất phụ gia có thể được thực hiện một cách nhanh chóng và gần như không có hao tổn, không cần các hoạt động làm sạch tốn chi phí và không làm giảm chất lượng sản phẩm nằm ngoài thông số kỹ thuật. Các polyme chất mang phụ gia là không cần thiết vì vậy không có các tác động bất lợi lên tính chất sử dụng của sản phẩm cuối. Phương pháp theo sáng chế là quy trình kín: vì vậy, không cần đến các sự can thiệp phức tạp trong quá trình sản xuất, ví dụ như tạo ra masterbatch tại chỗ. Vật liệu nóng chảy polyme và/hoặc các thành phần dễ bay hơi không xuất hiện trong quá trình bổ sung chất phụ gia. Việc làm biến đổi vật liệu nóng chảy không có kết tụ và vì vậy thời gian sử dụng bộ lọc kéo dài là có thể thực hiện được và yêu cầu tốc độ quay vít tải thấp hơn đáng kể

so với giải pháp kỹ thuật đã biết. Không cần sấy chất phụ gia và tuy nhiên, đồng thời, chỉ có sự giảm tối thiểu và không đổi về độ nhớt của vật liệu nóng chảy polyme. Ngoài ra, có thể phát sinh sự định cỡ lỗ bộ phận ép đùn để bổ sung chất phụ gia lớn bằng mặt cắt ngang vít tải tổng thể. Việc hạn chế lượng chất phụ gia bổ sung hoặc lượng đưa vào vật liệu nóng chảy là không cần thiết. Việc bổ sung có định lượng liên tục và đồng đều chất phụ gia vào vùng bộ phận ép đùn thứ nhất mà không có các vấn đề dòng đối lưu có thể được thực hiện mà không cần khả năng làm nguội bổ sung vùng bộ phận ép đùn thứ nhất khi sử dụng chất phụ gia nhạy nhiệt. Việc sử dụng quy trình trợ giúp tương ứng cho giải pháp kỹ thuật đã biết là không cần thiết.

Một phương án ưu tiên về phương pháp theo sáng chế đề xuất rằng dòng vật liệu nóng chảy chính (b), sau khi phân nhánh khỏi dòng phụ, được chia ở phía sau ít nhất thành hai dòng riêng phần và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại ít nhất một dòng riêng phần theo tỷ lệ xác định, sau đó thực hiện lần lượt bước tạo hạt (c), bước tách (d) và bước sấy (e) trong các dòng riêng phần.

Một phương án ưu tiên khác của phương pháp theo sáng chế đề xuất rằng dòng vật liệu nóng chảy chính (b) được chia thành ba dòng riêng phần và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại vào hai dòng riêng phần theo tỷ lệ xác định.

Tuy nhiên, việc tách dòng vật liệu nóng chảy chính thành nhiều hơn ba dòng riêng phần cũng có thể thực hiện được tương tự như vậy. Theo phương án ưu tiên nêu trên của phương pháp theo sáng chế, có thể làm biến đổi hai hoặc ba hoặc nhiều dòng riêng phần, ví dụ với các lượng chất phụ gia khác nhau. Do đó, có thể đề xuất rằng, trong dòng riêng phần thứ nhất, hoàn toàn không có chất phụ gia được cấp vào để, sau khi hoàn tất tạo hạt, tách và sấy, thu được polyamit không chứa chất phụ gia trong ống dẫn dòng riêng phần này.

Tương tự, ưu tiên cấp cả hai hoặc tất cả các dòng riêng phần với các lượng chất phụ gia khác nhau để ba polyamit có tính cộng khác nhau có thể được tạo ra đồng thời trong một hệ thống thiết bị.

Cuối cùng, tốt hơn nếu việc tách nước hạt polyme đã tạo ra được thực hiện trong mỗi dòng riêng phần, các sản phẩm tách chưa phản ứng hoặc các sản

phẩm ngưng tụ mạch ngắn được tách ra khỏi hạt polyamit. Do đó đặc biệt ưu tiên nếu các dòng nước tách thu được từ việc tách nước này được dẫn hướng cùng nhau, được ngưng tụ và bởi vậy các sản phẩm tách đã thu hồi, ví dụ như ϵ -caprolactam hoặc dime và/hoặc oligome của chúng, lại được cấp lại đến bước đa ngưng tụ b). Phương án này làm cho có thể, theo cách hiệu quả về mặt kinh tế và sinh thái, chuyển hóa với tỷ lệ càng cao càng tốt các sản phẩm tách thành các sản phẩm chất lượng cao tương ứng trong khi tiết kiệm nguồn vật liệu. Do thực tế là nước tách từ các dòng riêng phần khác nhau có thể được dẫn hướng cùng nhau và ngưng tụ chung, nên có được các ưu điểm về tính kinh tế vì việc tạo ra đồng thời nhiều dòng sản phẩm của các hạt polyamit là có thể thực hiện được mà chỉ cần một bộ phận ngưng tụ nước tách. Các sản phẩm tách đã thu hồi như vậy có thể lại được cấp đến bước đa ngưng tụ chung.

Theo một phương án ưu tiên, đề xuất rằng chất phụ gia được bổ sung có định lượng vào bộ phận ép đùn trực kép có các vùng xử lý khác nhau. Bộ phận ép đùn này được mô tả ví dụ trong DE 4039857 A1. Đối với các phương án ưu tiên về bộ phận ép đùn tương ứng có các vùng xử lý khác nhau, tham khảo đơn yêu cầu cấp patent nêu trên, cụ thể là Fig.1 và Fig.2 của đơn yêu cầu cấp patent này và cả phần mô tả liên quan. Tốt hơn nếu cũng tham khảo nội dung của DE 4039857 A1 về bộ phận ép đùn trực kép được sử dụng.

Đặc biệt ưu tiên nếu chất màu tan được hoặc không tan, vô cơ hoặc hữu cơ, tốt hơn nếu là titan dioxit, được sử dụng làm chất phụ gia.

Cũng ưu tiên nếu chất phụ gia được bổ sung có định lượng vào bộ phận ép đùn trong khí bảo vệ, tốt hơn nếu là N_2 .

Theo một phương án ưu tiên, bộ phận ép đùn được vận hành trong khí bảo vệ, tốt hơn nếu là N_2 .

Do đó, các lượng ưu tiên về chất phụ gia cần được bổ sung vào dòng vật liệu nóng chảy chính b) để được làm biến đổi nằm trong khoảng từ 0,01 đến 16% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,6% khối lượng. Do đó, lượng chất phụ gia này là tính theo tổng khối lượng của dòng vật liệu nóng chảy chính.

Một phương án ưu tiên khác về phương pháp theo sáng chế đề xuất rằng dung dịch nước tách được tạo ra trong bước tách (d) chứa ϵ -caprolactam và các oligome/dime với lượng lên đến 15% khối lượng và, sau khi cô đặc, nồng độ dung dịch nước tách nằm trong khoảng từ 70 đến 95% khối lượng.

Tương tự, có lợi nếu lactam gốc được bổ sung trong quá trình hoặc sau khi cô đặc dung dịch nước tách.

Theo phương án đặc biệt ưu tiên, dung dịch nước tách có trong các dòng riêng phản tương ứng được cô đặc cùng nhau.

Theo sáng chế, thiết bị để thực hiện phương pháp nêu trên được đề xuất, thiết bị này bao gồm ít nhất một bộ phận định lượng, ít nhất một bộ phận ngưng tụ, ít nhất một bộ phận tạo hạt, ít nhất một bộ phận tách và ít nhất một bộ phận sấy mà được bố trí lần lượt ở phía sau, một bộ phận ép đùn được bố trí ở ống dẫn vòng giữa ít nhất một bộ phận ngưng tụ và ít nhất một bộ phận tạo hạt, và ít nhất một bộ phận tách được nối với ít nhất một bộ phận làm bay hơi.

Một phương án ưu tiên về thiết bị theo sáng chế đề xuất rằng bộ phận ép đùn trực kép có vùng định lượng, vùng cửa nạp vật liệu nóng chảy, vùng làm ướt, vùng loại khí và vùng phân tán.

Cụ thể, đường kính vít tải được giảm khoảng từ 0,2 đến 4 mm trong vùng định lượng của bộ phận ép đùn trực kép.

Bộ phận ép đùn đặc biệt ưu tiên có thể được sử dụng đối với phương pháp theo sáng chế là bộ phận ép đùn trực kép cùng quay.

Tham khảo DE 4039857 A1 đối với các phương án này.

Ưu tiên hơn nếu bộ phận để tạo ra chất tiền polyme được bố trí phía trước bộ phận ngưng tụ.

Với bộ phận định lượng của thiết bị theo sáng chế, các sản phẩm tách mà được cấp đến bộ phận ngưng tụ có thể được định lượng một cách chính xác. Đồng thời, ví dụ, cả việc bổ sung các chất xúc tác v.v. cũng có thể thực hiện được qua bộ phận định lượng này.

Sau đó với ít nhất một bộ phận ngưng tụ, polyamit có thể được tạo ra từ các sản phẩm tách mà được sử dụng. Do đó, bộ phận ngưng tụ cũng có thể có

dạng hai phần và ví dụ gồm bộ phận để tạo ra chất tiền polyme và cả bộ phận đa ngưng tụ.

Hạt cũng có thể được tạo ra từ vật liệu polyamit nóng chảy bằng bộ phận tạo hạt. Do đó, bộ phận tạo hạt hoặc bộ phận tạo viên có thể được cấu tạo theo cách bất kỳ. Do đó, có thể sử dụng, ví dụ, bộ phận tạo hạt dạng dải, bộ phận tạo hạt dạng mặt súc sắc hoặc bộ phận tạo hạt dưới nước.

Tương tự, tất cả các bộ phận đã biết từ kỹ thuật đã biết có thể được sử dụng làm bộ phận tách hoặc làm bộ phận sấy khô.

Do đó, bộ phận ép đùn được bố trí ở ống dẫn vòng giữa bộ phận ngưng tụ và bộ phận tạo hạt dùng để bổ sung chất phụ gia. Do đó, chất phụ gia có thể được lưu trữ ví dụ trong bộ phận lưu trữ và được cấp cụ thể qua bộ phận ép đùn mà được bố trí ở ống dẫn vòng.

Một phương án ưu tiên đề xuất rằng dòng vật liệu nóng chảy chính dẫn ra khỏi bộ phận ngưng tụ sau đó được chia thành hai hoặc nhiều dòng riêng phần. Trước khi phân nhánh từ dòng vật liệu nóng chảy chính thành các dòng riêng phần này, ống dẫn vòng mà dẫn dòng phụ vào bộ phận ép đùn được xả ra khỏi dòng vật liệu nóng chảy chính đi ra từ bộ phận ngưng tụ. Do đó, tốt hơn nếu ống dẫn vòng kết thúc ở ít nhất một trong số dòng riêng phần được tạo ra như vậy, tốt hơn trong nhiều dòng riêng phần. Vì vậy, các dòng vật liệu polyamit nóng chảy có tính cộng khác nhau có thể được tạo ra bằng thiết bị này.

Đối với phương án ưu tiên hơn, thiết bị theo sáng chế bao gồm bộ phận làm bay hơi để thu hồi dung dịch nước tách. Trong trường hợp mà, như nêu trên, các dòng riêng phần được tạo ra từ các vật liệu polyamit nóng chảy có tính cộng khác nhau, mỗi dòng riêng phần có bộ phận tạo hạt, bộ phận tách và bộ phận sấy riêng biệt. Trong trường hợp này, tốt hơn nếu các dung dịch nước tách thu được từ các bộ phận tách tương ứng, cụ thể là nước tách chứa monome, được cấp đến bộ phận làm bay hơi mà được nối tiếp theo các bộ phận tách tương ứng để làm bay hơi nước tách thu được. Nước được loại bỏ ít nhất một phần trong bộ phận làm bay hơi này. Các sản phẩm tách cô đặc hoặc oligome thu được của các sản phẩm tách này, cụ thể là ϵ -caprolactam hoặc các dime và/hoặc oligome của nó,

có thể được cấp lại vào bộ phận định lượng và vì vậy lại được cấp lại đến bộ phận đa ngưng tụ.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Sáng chế được giải thích chi tiết hơn có dựa vào các hình vẽ kèm theo mà không giới hạn sáng chế ở các phương án được mô tả, trong đó:

Fig.1 là hình vẽ sơ lược thể hiện thiết bị để thực hiện phương pháp theo sáng chế, bao gồm ba dòng riêng phần;

Fig.2 là hình vẽ bộ phận đa ngưng tụ được thể hiện trên Fig.1; và

Fig.3 là hình vẽ thể hiện vít tải, đưa ra để làm ví dụ, có thể được sử dụng trong bộ phận ép đùn trong thiết bị theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Fig.1 thể hiện thiết bị để tạo ra các dòng hạt polyeste khác nhau theo sáng chế. Dòng ϵ -caprolactam 90 được cấp đến bộ phận định lượng 100b. Bộ phận định lượng có thể cấp, đến sản phẩm tách đã sử dụng, tức là đến dòng ϵ -caprolactam 90, ví dụ chất phụ gia, cụ thể là chất xúc tác v.v., mà có thể được lưu trữ trong bộ phận 100a. Đồng thời, lượng ϵ -caprolactam có thể được định lượng một cách rõ ràng. Sau đó, hỗn hợp sản phẩm tách đã tạo ra được cấp đến bộ phận ngưng tụ mà có cấu tạo hai phần ở dạng thiết bị phản ứng polyme hóa trước hoặc ngưng tụ trước 109 và cũng cả ở dạng thiết bị phản ứng ngưng tụ sau 110 trong ví dụ thể theo Fig.1. Một phần của dòng vật liệu nóng chảy chính đi ra từ bộ phận đa ngưng tụ được cấp trong ống dẫn vòng 160 đến bộ phận ép đùn thích hợp 150. Nhờ bộ phận ép đùn này, chất phụ gia có thể được lưu trữ trong bộ phận 151 chẳng hạn có thể được cấp đến dòng phụ trong ống dẫn vòng 160. Sau khi phân nhánh dòng phụ này, dòng chính được chia thành ba ống 115a, 115b và 115c và cấp lần lượt đến các bộ phận tạo hạt 120a, 120b và 120c. Trong các đường ống khác nhau 115a, 115b hoặc 115c này, một phần của dòng phụ mà phân nhánh thành ống dẫn vòng 160 và được làm biến đổi bằng bộ phận ép đùn 150 được cấp. Do đó, dòng phụ 160 được chia bởi cơ cấu chuyển 161 thành các

dòng riêng phần 160b và 160c mà dẫn lần lượt vào các ống phụ 115b hoặc 115c. Theo ví dụ trên Fig.1, chỉ sự biến đổi các dòng phụ 115b và 115c được thực hiện bằng thiết bị này, trong khi ống phụ 115a vẫn không thay đổi, tức là không có tính cộng. Tuy nhiên cũng có thể cấp một lượng riêng phần của dòng phụ được dẫn trong ống dẫn vòng 160 vào dòng phụ 115a. Nhờ cơ cấu chuyển 161, ví dụ mức tính cộng của các dòng phụ 115b và 115c có thể được điều chỉnh. Sau khi hoàn tất việc tạo hạt, sự tách hạt đã được tạo ra được thực hiện bởi một bộ phận tách 130a, 130b và 130c mà được bố trí lần lượt ở các ống phụ 115a, 115b và 115c và được nối sau đó với các bộ phận tạo viên tương ứng 120a, 120b và 120c. Nước tách, mà thu được trong quá trình tách nước và chứa caprolactam chẳng hạn dưới dạng sản phẩm tách hoặc dime của chúng và/hoặc oligome mạch ngắn tan trong nước, được cấp đến bộ phận làm bay hơi 170 qua các ống dẫn nước tách 131a, 131b và 131c và được thu gom ở đó. Việc làm bay hơi thông thường nước tách thu được từ các ống phụ riêng biệt 115a, 115b và 115c diễn ra. Theo sự kiểm soát phương pháp, mức bay hơi nước tách này có thể được điều chỉnh một cách cụ thể. Do đó phần tách cô đặc thu được mà giàu caprolactam hoặc oligome mạch ngắn và vẫn phản ứng có thể được cấp đến bộ phận định lượng 100b qua ống gom 171 và được cấp đến dòng lactam gốc 90. Trong các ống phụ tương ứng 115a, 115b và 115c, hạt đã tách được đưa đến bước sấy bằng cách sử dụng các bộ phận sấy tương ứng 140a, 140b và 140c. Hạt tương ứng 141a, 141b và 141c có tính cộng khác nhau thu được sau quá trình sấy. Theo phương án được thể hiện trên Fig.1, hạt polyamit 141a không chứa chất phụ gia, hạt polyamit 141b có tính cộng một phần (do đó có mức tính cộng chất phụ gia nhỏ hơn, so với hạt polyamit 141c) và hạt polyamit 141c có tính cộng "hoàn toàn".

Fig.2 thể hiện một phần của thiết bị theo sáng chế hoặc của phương pháp theo sáng chế. Quá trình thực hiện cho đến bước tạo viên được minh họa, tức là các bước tách và sấy trên Fig.1 không được minh họa trên Fig.2. Fig.2 là hình vẽ để làm rõ nguyên lý bổ sung chất phụ gia trong dòng phụ bằng bộ phận ép đùn đặc biệt.

Trên Fig.2, số chỉ dẫn 1 biểu thị dòng vật liệu nóng chảy chính, số chỉ dẫn 2 biểu thị dòng vật liệu nóng chảy riêng phần tùy ý được làm biến đổi, số chỉ dẫn 3 biểu thị dòng vật liệu nóng chảy phụ cần được làm biến đổi, số chỉ dẫn 4 biểu thị bơm cấp liệu, số chỉ dẫn 5 biểu thị bộ phận bổ sung chất phụ gia, số chỉ dẫn 6 biểu thị bộ phận ép đùn trực tiếp, số chỉ dẫn 7 biểu thị vùng định lượng, số chỉ dẫn 8 biểu thị vùng cửa nạp vật liệu nóng chảy, số chỉ dẫn 9 biểu thị vùng làm ướt, số chỉ dẫn 10 biểu thị vùng loại khí và số chỉ dẫn 11 biểu thị vùng phân tán, số chỉ dẫn 12 biểu thị bộ phận loại khí, số chỉ dẫn 13 biểu thị bơm tuần hoàn, số chỉ dẫn 14 biểu thị dòng phụ đã được làm biến đổi, số chỉ dẫn 15 biểu thị bộ phận trộn tĩnh, số chỉ dẫn 16 biểu thị vị trí kéo, số chỉ dẫn 17 biểu thị dòng vật liệu nóng chảy riêng phần chưa được làm biến đổi và số chỉ dẫn 18 biểu thị bộ phận tạo hạt.

Dòng vật liệu nóng chảy polyme chính được chia thành các dòng vật liệu nóng chảy riêng phần khác nhau, lần lượt theo số loại sản phẩm khác nhau mong muốn: theo phương án thể hiện trên Fig.2 để tạo ra vật liệu nóng chảy mờ hoặc không mờ tùy ý để kéo trực tiếp 16 và để tạo ra hạt thô không được làm biến đổi 17. Sau đó, dòng vật liệu nóng chảy phụ 3 được phân nhánh từ dòng vật liệu nóng chảy riêng phần 2 tùy ý để được làm biến đổi và được cấp bởi bơm cấp định lượng 4 vào bộ phận ép đùn trực tiếp 6 mà được bố trí các cơ cấu vít tải được thiết kế đặc biệt và có các vùng xử lý 7 đến 11. Trong vùng bộ phận ép đùn thứ nhất (vùng định lượng 7), chất phụ gia định lượng bởi bộ phận bổ sung 5 dưới dạng chất rắn được kéo vào và vận chuyển vào vùng thứ hai, vùng cửa nạp vật liệu nóng chảy 8, trong đó dòng vật liệu nóng chảy riêng phần được dẫn về phía chất phụ gia và, trong vùng bộ phận ép đùn thứ ba (vùng làm ướt 9), việc làm ướt được thực hiện, sau đó được vận chuyển vào vùng bộ phận ép đùn thứ tư (vùng loại khí 10) có bộ phận loại khí 12 và được loại khí và, trong vùng bộ phận ép đùn thứ năm (vùng phân tán 11), sau đó sự phân tán được thực hiện theo kiến thức đã biết với chuyên gia trong lĩnh vực này. Phần cô đặc vật liệu nóng chảy chứa chất phụ gia thu được như vậy được bổ sung có định lượng lại vào dòng vật liệu nóng chảy riêng phần 2 để được làm biến đổi thông qua bơm

tuần hoàn 13 và được chuyển hóa lại một cách đồng nhất trong bộ phận trộn tĩnh 15.

Bằng phương pháp và cả thiết bị theo sáng chế, vật liệu nóng chảy polyme có thể được làm biến đổi dễ dàng bằng chất phụ gia với lượng từ 0,015 đến 16% khối lượng, tốt hơn nếu từ 0,03 đến 0,6% khối lượng, đặc biệt ưu tiên là 0,3% khối lượng.

Fig.3 thể hiện, dưới dạng một phương án để làm ví dụ, bộ phận ép đùn trực kép cùng quay của công ty Berstorff Type ZE 40A có các vùng có thể gia nhiệt và có thể làm nguội: vùng định lượng 21, vùng cửa nạp vật liệu nóng chảy 22, vùng loại khí 23, vùng phân tán 24 - 28, đầu vít tải 29, định lượng chất phụ gia 30, cấp vật liệu nóng chảy polyme 31 và loại khí 32.

Thiết bị để thực hiện phương pháp theo sáng chế bao gồm ít nhất một bơm cấp liệu 3, bộ phận ép đùn trực kép được thiết kế đặc biệt 6 có bộ phận bổ sung chất phụ gia 5 và bộ phận loại khí 12 và các vùng xử lý 7 đến 11, bơm tuần hoàn 13 và bộ phận trộn tĩnh 15, tốt hơn nếu bộ phận bổ sung chất phụ gia 5 là ống thẳng đứng, tốt hơn nếu bộ phận ép đùn trực kép được thiết kế đặc biệt 6 là bộ phận ép đùn trực kép cùng quay mà có bộ phận vít tải được thiết kế đặc biệt trong vùng bộ phận ép đùn thứ nhất (vùng định lượng 7), đường kính của nó được giảm khoảng từ 0,2 đến 4 mm, tốt hơn nếu từ 0,5 đến 2 mm, đặc biệt tốt hơn nếu từ 0,5 đến 1 mm, có các cơ cấu cấp liệu theo cách đã biết trong vùng bộ phận ép đùn thứ hai (vùng cửa nạp vật liệu nóng chảy 8), có các bộ phận đảo trộn và các vách ngăn trong vùng bộ phận ép đùn thứ ba (vùng làm ướt 9), được lắp các bộ phận cấp liệu theo cách đã biết trong vùng bộ phận ép đùn thứ tư (vùng loại khí 10), theo cách đã biết khác được trang bị các bộ phận cấp liệu và bộ phận đảo trộn trong vùng bộ phận ép đùn thứ năm (vùng phân tán 11) và vùng định lượng 7 có thể được làm nguội khi sử dụng chất phụ gia nhạy nhiệt.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất liên tục polyamit 6 được tạo ra từ các đơn vị lặp lại thu được từ ϵ -caprolactam với lượng ít nhất 70% khối lượng, bao gồm các bước sau:

- a) cấp các sản phẩm tách,
- b) tạo ra chất tiền polyme và đa ngưng tụ chất tiền polyme với việc tạo ra dòng vật liệu nóng chảy chính,
- c) tạo hạt vật liệu nóng chảy polyme,
- d) tách hạt polyamit và
- e) sấy,

khác biệt ở chỗ,

một lượng riêng phần được loại ra khỏi dòng vật liệu nóng chảy chính (b) và lượng riêng phần này được trộn trong dòng phụ trong bộ phận ép đùn với lượng chất phụ gia xác định và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại dòng vật liệu nóng chảy chính (b) ở phía sau trước bước tạo hạt (c) và dung dịch nước tách tạo ra trong bước tách (d), chứa ϵ -caprolactam, được cô đặc và đưa trở lại bước ban đầu (a),

và khác biệt ở chỗ, dòng vật liệu nóng chảy chính (b), sau khi phân nhánh khỏi dòng phụ, được chia ở phía sau thành ít nhất hai dòng riêng phần và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại ít nhất một dòng riêng phần theo tỷ lệ xác định, và sau đó thực hiện lần lượt bước tạo hạt (c), bước tách (d) và bước sấy (e) trong các dòng riêng phần.

2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, dòng vật liệu nóng chảy chính (b) được chia thành ba dòng riêng phần và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại hai dòng riêng phần theo tỷ lệ xác định.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, chất phụ gia được bổ sung có định lượng vào bộ phận ép đùn trực tiếp có các vùng xử lý khác nhau.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 2, khác biệt ở chỗ, chất màu tan được hoặc không tan, vô cơ hoặc hữu cơ, được sử dụng làm chất

phụ gia.

5. Phương pháp theo điểm 4, khác biệt ở chỗ, titan dioxit được sử dụng làm chất phụ gia.

6. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, chất phụ gia được bổ sung có định lượng vào bộ phận ép đùn trong khí bảo vệ.

7. Phương pháp theo điểm 6, khác biệt ở chỗ, chất phụ gia được bổ sung có định lượng vào bộ phận đùn ép trong N_2 .

8. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, bộ phận ép đùn được vận hành trong khí bảo vệ.

9. Phương pháp theo điểm 8, khác biệt ở chỗ, bộ phận ép đùn được vận hành trong N_2 .

10. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, dòng vật liệu nóng chảy chính b) để được làm biến đổi được làm biến đổi bằng chất phụ gia với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 16% khối lượng.

11. Phương pháp theo điểm 10, khác biệt ở chỗ, dòng vật liệu nóng chảy chính b) để được làm biến đổi được làm biến đổi bằng chất phụ gia với lượng nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,6% khối lượng.

12. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, dung dịch nước tách tạo ra trong bước tách (d) chứa ϵ -caprolactam và các oligome với lượng lên đến 15% khối lượng và, sau khi cô đặc, nồng độ dung dịch nước tách nằm trong khoảng từ 70 đến 95% khối lượng.

13. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, dung dịch nước tách tạo ra trong bước tách (d) chứa ϵ -caprolactam và các dime với lượng lên đến 15% khối lượng và, sau khi cô đặc, nồng độ dung dịch nước tách nằm trong khoảng từ 70 đến 95% khối lượng.

14. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, lactam gốc được bổ sung trong quá trình cô đặc dung dịch nước tách.

15. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, dung dịch nước tách có mặt trong các dòng riêng phần tương ứng được cô đặc cùng nhau.

16. Phương pháp sản xuất liên tục copolyamit được tạo ra từ các đơn vị lặp lại thu được từ ϵ -caprolactam với lượng ít nhất 70% khối lượng, bao gồm các bước sau:

- a) cấp các sản phẩm tách,
- b) tạo ra chất tiền polyme và đa ngưng tụ chất tiền polyme với việc tạo ra dòng vật liệu nóng chảy chính,
- c) tạo hạt vật liệu nóng chảy polyme,
- d) tách hạt polyamit và
- e) sấy,

khác biệt ở chỗ,

một lượng riêng phần được loại ra khỏi dòng vật liệu nóng chảy chính (b) và lượng riêng phần này được trộn trong dòng phụ trong bộ phận ép đùn với lượng chất phụ gia xác định và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại dòng vật liệu nóng chảy chính (b) ở phía sau trước bước tạo hạt (c) và dung dịch nước tách tạo ra trong bước tách (d), chứa ϵ -caprolactam, được cô đặc và đưa trở lại bước ban đầu (a),

và khác biệt ở chỗ, dòng vật liệu nóng chảy chính (b), sau khi phân nhánh khỏi dòng phụ, được chia ở phía sau thành ít nhất hai dòng riêng phần và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại ít nhất một dòng riêng phần theo tỷ lệ xác định, và sau đó thực hiện lần lượt bước tạo hạt (c), bước tách (d) và bước sấy (e) trong các dòng riêng phần.

17. Phương pháp theo điểm 16, khác biệt ở chỗ, dòng vật liệu nóng chảy chính (b) được chia thành ba dòng riêng phần và dòng phụ đã làm biến đổi được đưa trở lại hai dòng riêng phần theo tỷ lệ xác định.

18. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, khác biệt ở chỗ, chất phụ gia được bổ sung có định lượng vào bộ phận ép đùn trực tiếp có các vùng xử lý khác nhau.
19. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 16 đến 17, khác biệt ở chỗ, chất màu tan được hoặc không tan, vô cơ hoặc hữu cơ, được sử dụng làm chất phụ gia.
20. Phương pháp theo điểm 19, khác biệt ở chỗ, titan dioxit được sử dụng làm chất phụ gia.
21. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, khác biệt ở chỗ, chất phụ gia được bổ sung có định lượng vào bộ phận ép đùn trong khí bảo vệ.
22. Phương pháp theo điểm 21, khác biệt ở chỗ, chất phụ gia được bổ sung có định lượng vào bộ phận đùn ép trong N_2 .
23. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, khác biệt ở chỗ, bộ phận ép đùn được vận hành trong khí bảo vệ.
24. Phương pháp theo điểm 23, khác biệt ở chỗ, bộ phận ép đùn được vận hành trong N_2 .
25. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, khác biệt ở chỗ, dòng vật liệu nóng chảy chính b) để được làm biến đổi được làm biến đổi bằng chất phụ gia với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 16% khối lượng.
26. Phương pháp theo điểm 25, khác biệt ở chỗ, dòng vật liệu nóng chảy chính b) để được làm biến đổi được làm biến đổi bằng chất phụ gia với lượng nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,6% khối lượng.
27. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, khác biệt ở chỗ, dung dịch nước tách tạo ra trong bước tách (d) chứa ϵ -caprolactam và các oligome với lượng lên đến 15% khối lượng và, sau khi cô đặc, nồng độ dung dịch nước tách nằm trong khoảng từ 70 đến 95% khối lượng.

28. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, khác biệt ở chỗ, dung dịch nước tách tạo ra trong bước tách (d) chứa ϵ -caprolactam và các dime với lượng lên đến 15% khối lượng và, sau khi cô đặc, nồng độ dung dịch nước tách nằm trong khoảng từ 70 đến 95% khối lượng.

29. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, khác biệt ở chỗ, lactam gốc được bổ sung trong quá trình cô đặc dung dịch nước tách.

30. Phương pháp theo điểm 16 hoặc 17, khác biệt ở chỗ, dung dịch nước tách có mặt trong các dòng riêng phần tương ứng được cô đặc cùng nhau.

31. Thiết bị để thực hiện phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 15, bao gồm ít nhất một bộ phận định lượng (100a, 100b), ít nhất một bộ phận ngưng tụ (110), ít nhất một bộ phận tạo hạt (120a, 120b, 120c), ít nhất một bộ phận tách (130a, 130b, 130c) và ít nhất một bộ phận sấy (140a, 140b, 140c) mà được bố trí lần lượt ở phía sau, một bộ phận ép đùn (150) được bố trí ở ống dẫn vòng (160) giữa ít nhất một bộ phận ngưng tụ (110) và ít nhất một bộ phận tạo hạt (120a, 120b, 120c), và trong đó ít nhất một bộ phận tách (130a, 130b, 130c) được nối với ít nhất một bộ phận làm bay hơi (170).

32. Thiết bị theo điểm 31, khác biệt ở chỗ, bộ phận ép đùn là bộ phận ép đùn trực kép có vùng định lượng, vùng cửa nạp vật liệu nóng chảy, vùng làm ướt, vùng loại khí và vùng phân tán.

33. Thiết bị theo điểm 32, khác biệt ở chỗ, đường kính vít tải được giảm khoảng từ 0,2 đến 4 mm ở vùng định lượng của bộ phận ép đùn trực kép.

34. Thiết bị theo điểm 32 hoặc 33, khác biệt ở chỗ, bộ phận ép đùn trực kép là bộ phận ép đùn trực kép cùng quay.

35. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 31 đến 33, khác biệt ở chỗ, bộ phận (109) để tạo ra chất tiền polyme được bố trí phía trước bộ phận ngưng tụ (110).

36. Thiết bị để thực hiện phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 16 đến 30, bao gồm ít nhất một bộ phận định lượng (100a, 100b), ít nhất một bộ phận ngưng tụ (110), ít nhất một bộ phận tạo hạt (120a, 120b, 120c), ít nhất một bộ phận tách (130a, 130b, 130c) và ít nhất một bộ phận sấy (140a, 140b, 140c) mà được bố trí lần lượt ở phía sau, một bộ phận ép đùn (150) được bố trí ở ống dẫn vòng (160) giữa ít nhất một bộ phận ngưng tụ (110) và ít nhất một bộ phận tạo hạt (120a, 120b, 120c), và trong đó ít nhất một bộ phận tách (130a, 130b, 130c) được nối với ít nhất một bộ phận làm bay hơi (170).

37. Thiết bị theo điểm 36, khác biệt ở chỗ, bộ phận ép đùn là bộ phận ép đùn trực kép có vùng định lượng, vùng cửa nạp vật liệu nóng chảy, vùng làm ướt, vùng loại khí và vùng phân tán.

38. Thiết bị theo điểm 37, khác biệt ở chỗ, đường kính vít tải được giảm khoảng từ 0,2 đến 4 mm ở vùng định lượng của bộ phận ép đùn trực kép.

39. Thiết bị theo điểm 36 hoặc 37, khác biệt ở chỗ, bộ phận ép đùn trực kép là bộ phận ép đùn trực kép cùng quay.

40. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 36 đến 38, khác biệt ở chỗ, bộ phận (109) để tạo ra chất tiền polyme được bố trí phía trước bộ phận ngưng tụ (110).

FIG.1

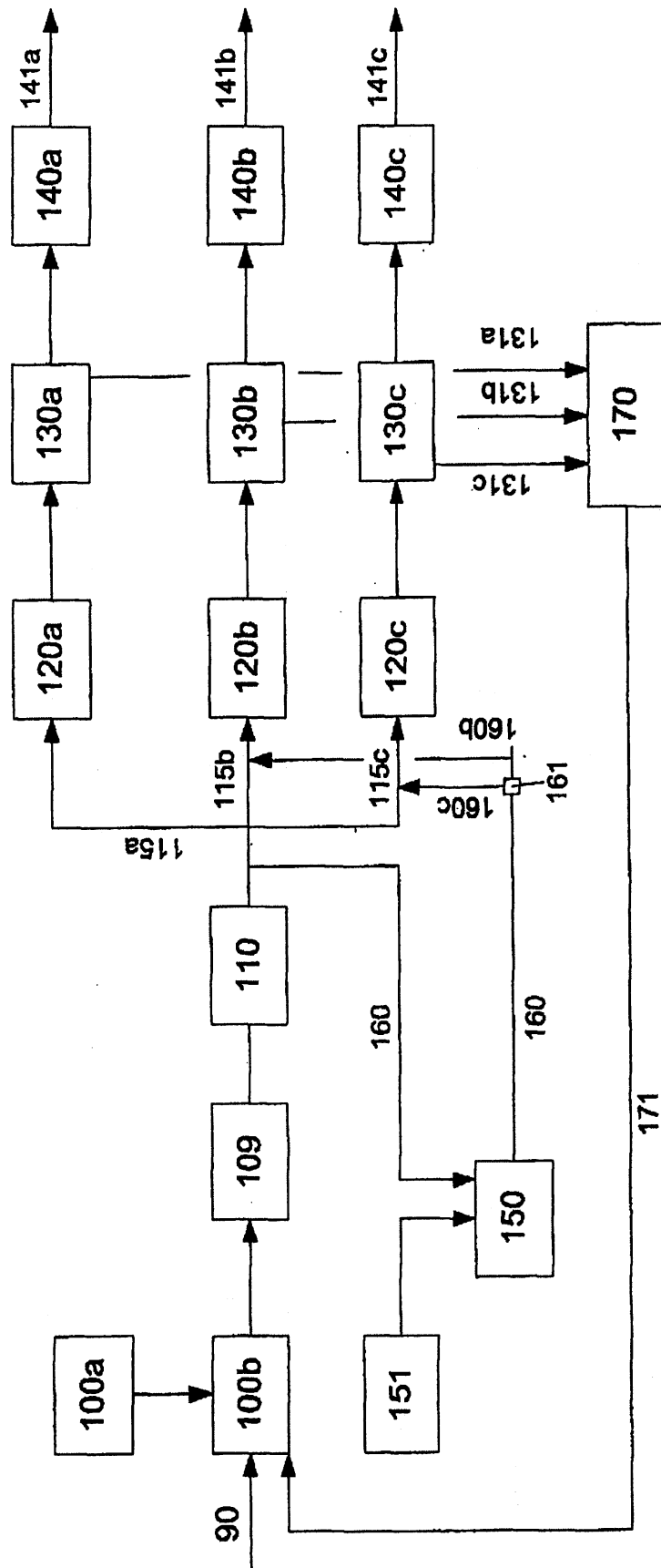


FIG.2

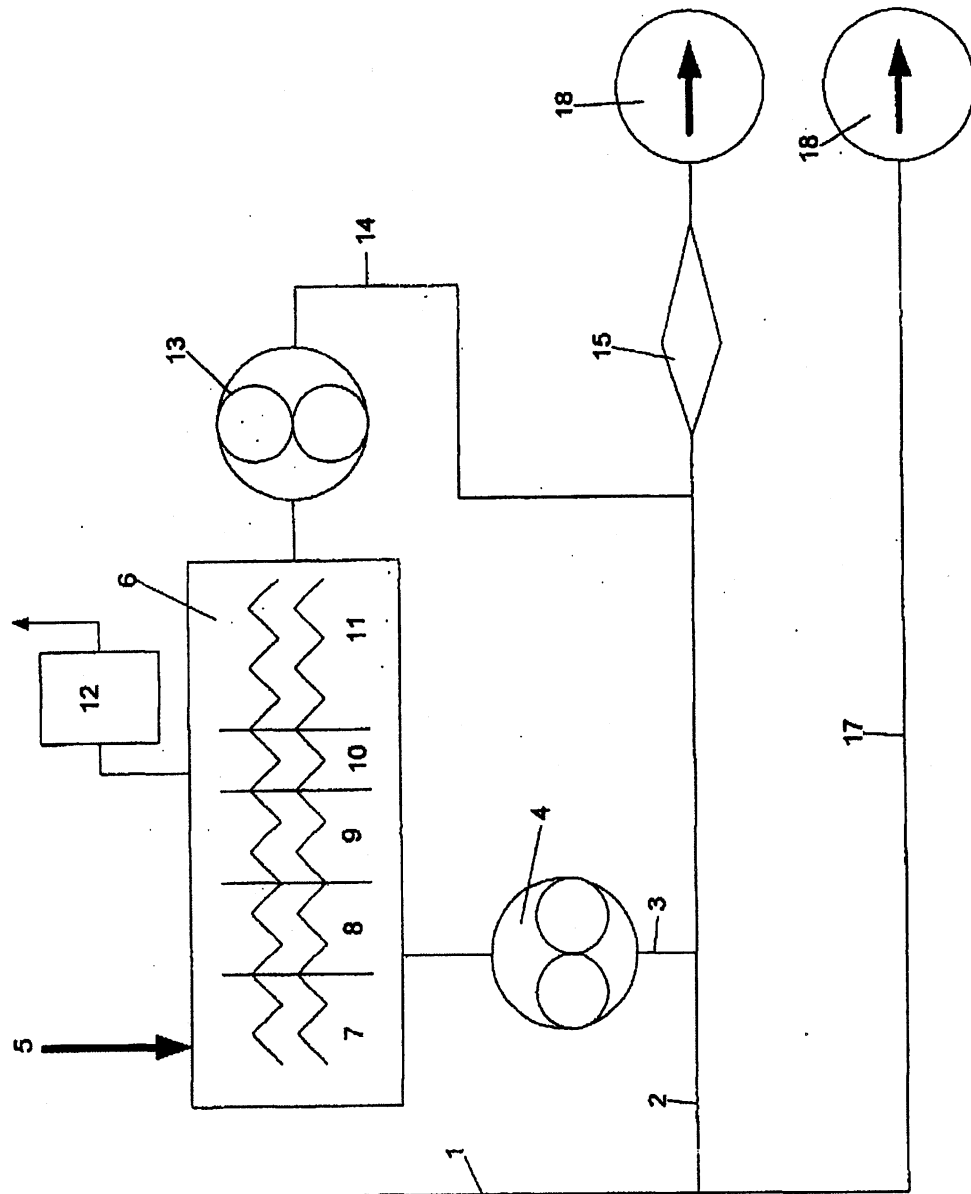


FIG.3

