



(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)



1-0043590

(51)^{2020.01} C08G 69/28

(13) B

(21) 1-2021-04893

(22) 20/02/2020

(86) PCT/IB2020/051411 20/02/2020

(87) WO2020/170179 27/08/2020

(30) 62/808,320 21/02/2019 US

(45) 25/02/2025 443

(43) 25/11/2021 404A

(73) INVISTA TEXTILES (U.K.) LIMITED (GB)

One St. Peter's Square, Manchester, M2 3DE, United Kingdom

(72) KAUSHIVA, Bryan D. (US).

(74) Công ty Luật TNHH quốc tế BMVN (BMVN INTERNATIONAL LLC)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT CÁC POLYAMIT

(21) 1-2021-04893

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất các polyamit có lợi ích là kiểm soát quy trình đơn giản hơn, sự nhiệt phân thấp hơn và độ linh hoạt của chế phẩm cao hơn. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến các quy trình chuyển đổi các muối của các điamin và các axit đicacboxylic thành các polyamit ở trạng thái rắn mà không có pha nóng chảy, bằng cách hóa lỏng điaxit rắn trong khí hóa lỏng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất các polyamit có lợi ích là sự kiểm soát quy trình đơn giản hơn, sự nhiệt phân thấp hơn và độ linh hoạt của chế phẩm cao hơn. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến các quy trình chuyển đổi các muối của các diamin và các axit dicarboxylic thành các polyamit ở trạng thái rắn mà không có pha nóng chảy.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Có một số nhược điểm trong các quy trình điều chế các polyamit thông thường từ các dung dịch muối nylon chứa nước. Các quy trình điều chế muối, bảo quản dung dịch muối và quá trình bay hơi thường được thiết kế trong các giới hạn của độ hòa tan muối để duy trì tính đồng nhất của pha, còn dẫn đến các thông số kỹ thuật áp suất cao và nhiệt độ cao. Độ ổn định pha của các dung dịch muối là mối quan tâm chính xuyên suốt và có thể trở thành thách thức đối với một số sự kết hợp các nguyên liệu ban đầu. Đây còn là vấn đề cần quan tâm khi chất lượng của chất đồng trùng hợp (copolyme) ngẫu nhiên được xác định một phần bằng cách duy trì dung dịch đồng nhất trong quá trình xử lý. Sự thoái biến thường được kiểm soát bằng cách giới hạn các nhiệt độ xử lý và nhiệt độ bảo quản của các dung dịch, và điều này đặt ra giới hạn bổ sung cho các điều kiện của quy trình. Tốc độ bay hơi và các thay đổi áp suất còn phức tạp hơn trong các sơ đồ quy trình như vậy và một lần nữa phải được thiết kế xoay quanh sự ổn định của dung dịch ở đầu trước hoặc của chất nóng chảy khi quy trình này kết thúc. Việc đạt được mức độ polyme hóa cao trong quá trình xử lý ở trạng thái nóng chảy có thể dẫn đến nhiệt phân polyme, và điều này đặc biệt đúng đối với các chế phẩm có các nhiệt độ nóng chảy cao. Cuối cùng, dung dịch và quy trình nóng chảy cũng có thể bị cản trở do sự sủi bọt và cuốn theo bọt, cũng như sự hao hụt vật liệu thoát ra theo hơi nước.

Quy trình xử lý các muối kết tủa mang đến một giải pháp thay thế. Các muối này có thể được thu gom từ các dung dịch chứa nước hoặc không chứa nước ở các nhiệt độ thấp hơn nhiều so với các nhiệt độ cần thiết để duy trì độ hòa tan. Các chế phẩm muối phức hệ thể hiện độ hòa tan hạn chế và có các đặc điểm là xử lý nóng chảy khó khăn nên việc kết tủa tương đối đơn giản. Các quy trình polyme hóa ở trạng thái rắn chỉ nên được thiết kế để duy trì độ lỏng của các chất rắn hơn là đường bao pha phức tạp hơn đã được xem xét ở trên. Các quy trình polyme hóa pha rắn này có thể hoạt động ở các nhiệt độ thấp hơn trong khoảng từ 70°C đến 230°C so với các quy trình pha nóng chảy tương tự, nhờ đó làm giảm đáng kể sự nhiệt phân. Các công nhân đã tìm cách khai thác các lợi ích có thể đạt được này của quy trình polyme hóa này.

Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 4,131,712 bộc lộ quy trình tạo polyamit phân tử lượng cao, trong đó thành phần giàu điaxit và thành phần giàu điamin được điều chế riêng biệt theo tỷ lệ không hợp thức (nonstoichiometric).

Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 4,925,914 bộc lộ quy trình polyme hóa dựa vào các muối nylon kết tủa của nhiều chế phẩm khác nhau. Dung dịch phân tán hoặc huyền phù của muối được nghiền mịn được tạo ra trong môi trường hydrocacbon béo lỏng. Chất xúc tác hypophosphit được trộn đồng nhất tại một số điểm trước khi gia nhiệt với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,01 % đến 5 %. Sau đó, hỗn hợp này được giữ trong dòng hồi lưu ở nhiệt độ cao hơn 100°C nhưng thấp hơn khoảng từ 15 °C đến 20 °C so với mức thấp nhất của nhiệt độ nóng chảy của muối này hoặc của polyamit cuối cùng.

Đơn xin cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 04-093323 bộc lộ quy trình nhiều bước để điều chế polyhexametylenadipamit phân tử lượng cao có hàm lượng bishexametylentriamin thoái biến liên kết chéo ở các mức thấp.

Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 5,128,442 bộc lộ quy trình ba bước để sản xuất các polyamit.

Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 5,403,910 và 5,665,854 bộc lộ quy trình polyamit hóa hai bước được thực hiện ở các áp suất khí quyển và các nhiệt độ thấp.

Công bố bằng sáng chế Châu Âu số 2,614,105 B1 mô tả quy trình hoàn thiện sau ngưng tụ của các polyamit bằng cách sử dụng khí mang và axit, anhydrit, lacton, amoniac, amin hoặc nhiều hỗn hợp khác nhau trong điều kiện áp suất nằm trong khoảng từ 0,01 bar đến 10 bar.

Việc sản xuất các polyamit này từ các muối có thể có các lợi thế, nhưng đòi hỏi phải có muối làm nguyên liệu ban đầu. Ngoài ra, cũng có thể là lợi thế nếu có một quy trình chỉ được nạp các monome nền.

Đơn xin cấp bằng sáng chế Hoa Kỳ đã công bố số 2013/0172521 A1 bộc lộ quy trình khô gián đoạn để sản xuất các bột muối nylon và sau đó polyme hóa chúng.

Công bố bằng sáng chế Châu Âu số 2,951,147 B1 đề cập đến quy trình điều chế muối từ điamin và axit dicarboxylic, muối này được gọi là muối điamin/axit dicarboxylic.

Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 4,131,712 đề cập đến quy trình điều chế các polyamit phân tử lượng cao, được thực hiện ở pha lỏng, và không có các dung môi hữu cơ hoặc lượng nước lớn.

Do đó, có thể thấy rằng vẫn còn các thách thức. Mong muốn có một quy trình và thiết kế phù hợp với hoạt động liên tục mà không cần khuấy trộn cơ học phức tạp. Thiết kế này cần tránh các hiện tượng nóng chảy eutectic để giữ cho tầng hoạt động ở dạng bột hoặc dạng hạt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất ít nhất một trong số polyamit và muối polyamit bao gồm bước hoá lỏng điaxit rắn được nghiền mịn trong khí hoá lỏng và bước cho điaxit rắn được nghiền mịn này phản ứng với điamin trong vùng phản ứng.

Khí hoá lỏng này có thể bao gồm các giọt nhỏ điamin hoặc khí điamin.

Điaxit rắn được nghiền mịn này có thể bao gồm điaxit béo.

Điaxit béo này có thể bao gồm axit adipic.

Điamin này có thể bao gồm điamin béo chẳng hạn như hexametylendiamin.

Quy trình này có thể bao gồm bước kiểm soát chế độ hóa lỏng trong vùng phản ứng này bằng cách điều chỉnh độ chênh lệch áp suất trên khắp vùng phản ứng này.

Việc điều chỉnh áp suất này có thể bao gồm bước tác dụng chân không ở đầu ra của vùng phản ứng này và bước kiểm soát lưu lượng ở đầu vào của vùng phản ứng này để đạt được mức hóa lỏng mong muốn.

Việc điều chỉnh áp suất này có thể bao gồm bước cấp chất lỏng có áp suất vào vùng phản ứng này để đạt được mức hóa lỏng mong muốn.

Việc điều chỉnh áp suất này có thể được thực hiện khi không có sự hút chân không ra khỏi vùng phản ứng này.

Quy trình này có thể bao gồm bước nạp hơi điamin vào vùng phản ứng này.

Tốc độ nạp hơi điamin này có thể được kiểm soát để duy trì sự cân bằng điaxit:điamin mong muốn trong vùng phản ứng này.

Quy trình này có thể bao gồm việc đưa khí trơ vào vùng phản ứng này. Các ví dụ về các khí trơ thích hợp có thể bao gồm nitơ và hơi nước.

Tốc độ đưa hơi vào có thể được kiểm soát để cải thiện ít nhất một biện pháp đo lường chất lượng sản phẩm. Ví dụ về chất lượng sản phẩm bao gồm độ trắng.

Quy trình này có thể còn bao gồm:

a) bước thực hiện quá trình polyamit hóa ở chế độ mẻ hoặc liên tục trong nhiều tầng phản ứng liên tiếp;

b) bước phun khí trơ (tức hơi nước hoặc nitơ hoặc các khí hoặc hơi trơ khác) để hóa lỏng hoàn toàn khí trơ được cấp vào; và

c) bước phun các điamin được nóng chảy hoặc được hóa hơi vào lớp không khí ở giữa của ít nhất một tầng phản ứng liên tiếp trước đó để kiểm soát sự cân bằng điaxit:điamin.

Phản ứng polyamit hóa được đề cập có thể tạo ra polyamit thích hợp bất kỳ, kể cả các polyamit thơm một phần. Một polyamit thích hợp là nylon-6,6.

Theo quy trình được đề cập, quá trình polyamit hóa có thể bao gồm bước thực hiện ít nhất một phần polyamit hóa này trong máy đun vít kép, bước theo dõi sự cân bằng điaxit:điamin của đầu ra từ máy đun vít kép này và bước kiểm soát tốc độ cấp điamin hoàn thiện vào máy đun vít kép này dựa trên sự cân bằng điaxit:điamin được theo dõi của đầu ra từ máy đun vít kép này.

Quy trình polyamit hóa này còn có thể bao gồm bước thực hiện quá trình polyme hóa trong máy đun vít kép này, bước đo ít nhất một trong số hàm lượng ẩm và độ nhớt tương đối của đầu ra máy đun vít kép này và bước kiểm soát mức chân không trong máy đun vít kép này để kiểm soát ít nhất một trong số hàm lượng ẩm và độ nhớt tương đối của đầu ra máy đun vít kép này.

Tùy ý, đầu ra của máy đun vít kép này có thể được cấp vào thiết bị polyme hóa liên tục để hoàn thành quá trình polyme hóa mong muốn. Phương án này có thể bao gồm bước dự đoán độ nhớt tương đối hàm lượng ẩm mong muốn mà lượng cấp được polyme hóa ít nhất một phần sẽ tạo ra ở đầu ra của thiết bị polyme hóa liên tục, và bước điều chỉnh hàm lượng ẩm hoặc độ nhớt tương đối của đầu ra máy đun vít kép này để đạt được độ nhớt tương đối hoặc hàm lượng ẩm mong muốn ở đầu ra của thiết bị polyme hóa liên tục này.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

HÌNH 1 là sơ đồ nguyên lý thể hiện phương án trong Ví dụ 1 và theo sáng chế.

HÌNH 2 là sơ đồ nguyên lý thể hiện phương án trong các Ví dụ 2 đến 4 và theo sáng chế.

HÌNH 3 là sơ đồ nguyên lý thể hiện phương án như trong các Ví dụ 5 và 6 và theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trừ khi được định nghĩa khác, tất cả các thuật ngữ khoa học và kỹ thuật được sử dụng trong bản mô tả sáng chế này có cùng ý nghĩa như thường được hiểu bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật thuộc sáng chế này. Mặc dù bất kỳ quy trình và vật liệu nào tương tự hoặc tương đương với các quy trình và các vật liệu được mô tả trong bản mô tả sáng chế này cũng có thể được sử dụng trong thực tiễn hoặc thử nghiệm theo sáng chế, các quy trình và các vật liệu thích hợp sẽ được mô tả dưới đây.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ hiểu rõ khi đọc sáng chế này rằng, mỗi phương án trong số các phương án riêng biệt được mô tả và minh họa trong bản mô tả sáng chế này sẽ có các thành phần và các dấu hiệu riêng biệt mà có thể dễ dàng tách ra hoặc kết hợp với các dấu hiệu của bất kỳ phương án nào trong số nhiều phương án khác mà không nằm ngoài phạm vi hoặc nguyên lý của sáng chế. Quy trình được đề cập bất kỳ đều có thể được thực hiện theo thứ tự các sự kiện được đề cập hoặc theo bất kỳ trình tự nào khác có thể thực hiện được về mặt logic.

Các ví dụ sau được đưa ra để cung cấp cho người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sự bộc lộ và mô tả đầy đủ cách thức thực hiện các quy trình và việc sử dụng các chế phẩm và các hợp chất được bộc lộ và yêu cầu bảo hộ trong bản mô tả sáng chế này. Các nỗ lực đã được thực hiện để đảm bảo độ chính xác về các số liệu (ví dụ, các hàm lượng, các nhiệt độ, v.v.), nhưng vẫn cần tính đến một số sai số và độ lệch. Trừ khi được quy định khác, tỷ lệ phần trăm được tính theo khối lượng, các phần tính được theo khối lượng, nhiệt độ được tính bằng °C và áp suất được tính bằng atm (atmosphere). Ví dụ, tất cả các tỷ lệ phần trăm chế phẩm được cung cấp dưới dạng các phần trăm theo khối lượng, trừ khi được quy định khác. Khi đề cập đến các dung dịch của các thành phần, các tỷ lệ phần trăm đề cập đến các phần trăm theo khối lượng của chế phẩm bao gồm dung môi này (ví dụ, nước), trừ khi được quy định khác. Tất cả các phân tử lượng của các polyme là các phân tử lượng trung bình theo khối lượng, trừ khi được quy định khác. Nhiệt độ và áp suất tiêu chuẩn được xác định là 20°C và 1 atm tuyệt đối.

Các muối nylon được chuyển đổi thành các polyme nylon trong các lò phản ứng theo nhiều bước hoặc các quy trình liên tục nhiều cấp. Các quy trình này được hoạt động ở các áp suất về cơ bản là đủ khác biệt so với áp suất khí quyển để tác động đến quá trình hóa lỏng của tầng các chất rắn.

Quy trình được đề cập đến có thể hoạt động qua ít nhất hai giai đoạn: giai đoạn tiền polyme hóa và giai đoạn polyme hóa. Theo các phương án khác, các giai đoạn hỗn hợp nóng chảy có thể được kết hợp sau giai đoạn polyme hóa hoặc sau các giai đoạn polyme hóa để thực hiện polyme hóa thêm, hoặc đồng polyme hóa hoàn toàn các hỗn hợp các chất phản ứng cấp vào. Theo các phương án thay thế, các bước của quy trình được tách biệt về mặt vật lý và các tiền chất polyamit rắn được thu gom sau giai đoạn ban đầu để xử lý riêng sau.

Khi sản phẩm cần được thu gom dưới dạng chất rắn sau giai đoạn hình thành tiền chất, thì giai đoạn này - thường được tiến hành ở nhiệt độ nhỏ hơn khoảng 200°C, ví dụ, nhỏ hơn khoảng từ 180°C đến 190°C nhưng được xác định theo mức độ amit hóa - tầng phản ứng hóa lỏng phải chứa đủ điamin để đạt được mức độ cân bằng mong muốn trong sản phẩm cuối cùng. Ví dụ, các giai đoạn hình thành tiền chất có thể được hoạt động ở các nhiệt độ $\leq 200^\circ\text{C}$, ví dụ ≥ 20 đến $\leq 120^\circ\text{C}$, ví dụ ≥ 40 đến $\leq 100^\circ\text{C}$. Giới hạn nhiệt độ này được xác định theo yêu cầu để tránh điểm nóng chảy eutectic như được xác định đối với chế phẩm được sản xuất. Điamin hoặc các điamin có thể được phun dưới dạng chất lỏng vào tầng sôi nóng hoặc có thể được mang trong hơi hoặc khí cấp vào. Sự hình thành tiền chất được hoàn thành hiệu quả khi điamin trong khí hoặc hơi cấp vào có thể được kết thúc mà không khiến sản phẩm sai lệch so với các thông số kỹ thuật cân bằng có thể chấp nhận được.

Khi không thu gom riêng các tiền chất rắn, nhiệt độ của mỗi giai đoạn kế tiếp sẽ tăng lên theo hướng được xác định bằng cách tạo chế phẩm tránh điểm nóng chảy eutectic. Các nhiệt độ có thể tăng lên $> 100^\circ\text{C}$ khi phần mol điamin trong các chất rắn này vượt

quá khoảng từ 0,23 đến 0,24 đối với nylon 6,6. Việc thúc đẩy quá trình polyme hóa trong các giai đoạn sau này đòi hỏi các nhiệt độ cao hơn sẽ dẫn đến tăng các hao hụt hơi điamin. Do đó, điamin được cấp vào ở các giai đoạn bổ sung thấp hơn để cuối cùng đạt được mức cân bằng mong muốn. Tầng phản ứng hóa lỏng này có thể có chứa điamin trong lượng cấp khí hoặc hơi nhưng về cơ bản là có thể trở. Ví dụ, giai đoạn polyme hóa có thể được hoạt động ở nhiệt độ cao hơn 195°C, ví dụ cao hơn 200°C, ví dụ cao hơn 210°C. Tầng phản ứng hóa lỏng này có thể hoàn toàn trở (tức là, được cân bằng theo hệ số tỷ lệ giữa điaxit và điamin), sao cho khối lượng phản ứng không làm hao hụt monome, do đó làm giảm nguy cơ sản phẩm cuối cùng không được chấp nhận trong lần sử dụng cuối do sự mất cân bằng của các chất phản ứng monome.

Có thể sử dụng các chất xúc tác polyme hóa. Các chất xúc tác này có thể được kết hợp thông qua dung dịch muối trước khi kết tinh muối hoặc bằng cách bổ sung các chất rắn, hoặc bằng cách nén các chất rắn, hoặc nghiền các chất rắn với nhau.

Các chất phụ gia polyme có thể được kết hợp vào ở bất kỳ giai đoạn thuận tiện nào. Nếu chất phụ gia polyme mong muốn có xu hướng phản ứng với sản phẩm không mong muốn ở nhiệt độ cao, thì chất phụ gia đó có thể được thêm vào sau trong quy trình này, ví dụ, lúc sắp hoàn thành quá trình polyme hóa là hợp lý về mặt thương mại.

Quy trình này thường được kiểm soát để cho không bao giờ hỗn hợp các chất rắn phản ứng trở nên nóng chảy hoàn toàn.

Đối với một số chế phẩm đồng trùng hợp, thuận lợi nếu cấp các muối nylon khô của các chế phẩm khác nhau hoặc cấp nhiều monome theo các tỷ lệ thích hợp. Đối với một số ứng dụng, có thể chấp nhận khi các hỗn hợp này được chuyển đổi hoàn toàn mà không cần trải qua quá trình đồng nhất nóng chảy hoàn toàn. Đối với các ứng dụng khác, các hỗn hợp có thể được chuyển đổi ít nhất qua giai đoạn tiền polyme hóa trước khi cấp vào quy trình trộn nóng chảy chẳng hạn như máy đùn. Các sản phẩm dạng viên của hoạt động trộn nóng chảy có thể được chuyển đổi thêm qua quá trình polyme hóa pha rắn hoặc chúng có thể được sử dụng trực tiếp trong các hoạt động đúc hoặc chế tạo.

Polyamit được mô tả trong bản mô tả sáng chế này có thể là polyamit bất kỳ thích hợp. Các polyamit và các copolyamit có nguồn gốc từ các điamit và các axit dicarboxylic và/hoặc từ các axit aminocarboxylic hoặc các lactam tương ứng, chẳng hạn như polyamit 4, polyamit 6, polyamit 66, polyamit 610, polyamit 69, polyamit 612, polyamit 46, polyamit 1212, polyamit 11, polyamit 12, các poly-amit nửa thơm có nguồn gốc từ các điamin và các axit dicarboxylic, chẳng hạn như và không bị giới hạn ở m-xylylendi-amin (MXD) và axit adipic (đã được biết đến trong ngành công nghiệp ở dạng polyamit MXD6); các nửa polyamit khác được điều chế từ các điamin và các axit dicarboxylic, chẳng hạn như và không bị giới hạn ở, hexametylendi-amin và axit iso- và/hoặc terephthalic.

Ví dụ, các chất phản ứng monome này có thể được chọn từ nhóm bao gồm tetrametylendiamin, hexametylendiamin, 2-metylpentametylendiamin (D), điaminododecan, điaminododecan, 2,4,4-trimetylhexametylendiamin, 2,2,4-trimetylhexametylen-điamin, axit adipic, axit azelaic, axit sebacic, axit dodecandioic, axit iso- và/hoặc axit terephthalic, ϵ -caprolactam, undecanlactam, lauro lactam và các hỗn hợp của chúng. Các monome này cũng có thể bao gồm các chất có thể góp phần vào thuộc tính làm chậm cháy của toàn bộ hệ thống, chẳng hạn như monome có chứa photpho, ví dụ bis(2-cacboxyetyl)phenylphosphineoxit.

Các monome này có thể bao gồm hexametylendiamin và axit adipic. Ví dụ, polyamit này có thể là polyamit PA 46, PA 66; PA 69; PA 610, PA 612, PA 1012, PA 1212, PA 6, PA 11, PA 12, PA 66/6T, PA 6I/6T, PA DT/6T, PA 66/6I/6T, hoặc hỗn hợp của các chất này, ví dụ PA6/PA66. Polyamit này có thể là nylon 66 và chế phẩm này có thể tùy ý về cơ bản không có tất cả các polyamit khác (ví dụ, nylon 66 có thể là polyamit duy nhất được sử dụng để tạo thành chế phẩm này).

Các polyamit có thể được sản xuất bởi quá trình trùng hợp các axit đicacboxylic và các dẫn xuất điaxit và điamin. Trong một số trường hợp, các polyamit có thể được sản xuất bởi quá trình trùng hợp các axit aminocacboxylic, các aminonitril hoặc các lactam. Thành phần axit đicacboxylic thích hợp là ít nhất axit đicacboxylic có công thức phân tử $\text{HO}_2\text{C}-\text{R}^1-\text{CO}_2\text{H}$; trong đó R^1 đại diện cho gốc béo hóa trị hai, gốc béo mạch vòng hoặc gốc thơm hoặc liên kết đồng hóa trị. R^1 thích hợp bao gồm từ 2 đến 20 nguyên tử cacbon, ví dụ từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon, ví dụ từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon. R^1 có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, ví dụ gốc alkylen mạch thẳng bao gồm từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon, hoặc từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon, ví dụ 2, 4, 6 hoặc 8 nguyên tử cacbon, gốc phenylen không được thế hoặc gốc xyclohexylen không được thế. Tùy ý, R^1 có thể có chứa một hoặc nhiều nhóm ete. Ví dụ, R^1 là gốc alkylen, ví dụ gốc alkylen mạch thẳng, bao gồm từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon, hoặc từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon, ví dụ 2, 4, 6 hoặc 8 nguyên tử cacbon.

Các ví dụ cụ thể về các axit đicacboxylic thích hợp bao gồm axit hexan-1,6-đioic (axit adipic), axit octan-1,8-đioic (axit suberic), axit decan-1,10-đioic (axit sebacic), axit dodecan-1,12-đioic, axit 1,2-xyclohexandicacboxylic, axit 1,3-xyclohexandicacboxylic, axit 1,4-xyclohexandicacboxylic, axit 1,2-xyclohexandiactetic, axit 1,3-xyclohexandiactetic, axit benzen-1,2-đicacboxylic (axit phthalic), axit benzen-1,3-đicacboxylic (axit isophthalic), axit benzen-1,4-đicacboxylic (axit terephthalic), axit 4,4'-oxybis(axit benzoic) và axit 2,6-naphtalen đicacboxylic. Axit đicacboxylic thích hợp là axit hexan-1,6-đioic (axit adipic).

Thành phần điamin thích hợp ít nhất là một điamin có công thức $\text{H}_2\text{N}-\text{R}^2-\text{NH}_2$, trong đó R^2 đại diện cho gốc béo hóa trị hai, gốc béo mạch vòng hoặc gốc thơm. R^2 thích hợp bao gồm từ 2 đến 20 nguyên tử cacbon, ví dụ từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon, ví dụ từ 4 đến

10 nguyên tử cacbon. R^2 có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, ví dụ gốc alkylen mạch thẳng bao gồm từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon, ví dụ từ 4 đến 10 nguyên tử cacbon, ví dụ 4, 6 hoặc 8 nguyên tử cacbon, gốc phenylen không được thể hoặc gốc xyclohexylen không được thể. Tùy ý, R^2 có thể có chứa một hoặc nhiều nhóm ete. Ví dụ, R^2 là gốc alkylen, ví dụ như gốc alkylen mạch thẳng, bao gồm từ 4 đến 12 nguyên tử cacbon, hoặc từ 4 đến 10 nguyên tử cacbon, ví dụ 2, 4, 6 hoặc 8 nguyên tử cacbon.

Các ví dụ cụ thể về các điamin thích hợp bao gồm tetrametylen điamin, pentametylen điamin, hexametylen điamin, octametylen điamin, decametylen điamin, dodecametylen điamin, 2-metylpentametylen điamin, 3-metylpentametylen điamin, 2-metylhexametylen điamin, 3-metylhexametylen điamin, 2,5-đimetylhexametylen điamin, 2,2,4-trimetylhexametylen điamin, 2,4,4-trimetylhexametylen điamin, 2,7-đimetyloctametylen điamin, 2,2,7,7-tetrametyloctametylen điamin, 1,2-xyclohexandiamin, 1,3-xyclohexandiamin, 1,4-xyclohexandiamin, 4,4'-điaminodixyclohexylmetan, benzen-1,2-điamin, benzen-1,3-điamin và benzen-1,4-điamin. Điamin thích hợp là hexametylen điamin.

Điaxit thơm thích hợp là ít nhất một điaxit có công thức $HO-C(O)-R^3-C(O)-OH$, trong đó gốc R^3 là aryl được thể hoặc không được thể, chẳng hạn như phenyl. Theo một khía cạnh, điaxit thơm là axit terephthalic.

Nhựa polyamit này có thể còn bao gồm chất xúc tác. Theo một khía cạnh, chất xúc tác này có thể có trong nhựa polyamit với hàm lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 1000 ppm tính theo khối lượng. Theo khía cạnh khác, chất xúc tác này có thể có hàm lượng nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 300 ppm tính theo khối lượng. Chất xúc tác này có thể bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các hợp chất phospho và oxyphospho, chẳng hạn như axit phosphoric, axit photphorơ, axit hypophotphorơ, axit hypophosphoric, các axit arylphosphonic, các axit arylphosphinic, các muối của chúng và các hỗn hợp của các chất này. Theo một khía cạnh, chất xúc tác này có thể là natri hypophosphit (sodium hypophosphite - SHP), mangan hypophosphit, natri phenylphosphinat, natri phenylphosphonat, kali phenylphosphinat, kali phenylphosphonat, hexametylendiamoni bis-phenylphosphinat, kali tolylphosphinat, hoặc các hỗn hợp của các chất này. Theo một khía cạnh, chất xúc tác này có thể là natri hypophosphit (SHP).

Theo một khía cạnh của quy trình theo sáng chế, mong muốn duy trì nhiệt độ của vùng hình thành tiền chất này dưới $120^{\circ}C$, ví dụ dưới $100^{\circ}C$, để tránh phản ứng amit hóa, duy trì độ lỏng và tránh điểm nóng chảy eutectic. Phân tích thử nghiệm DSC [Differential Scanning Calorimetry - Phân tích nhiệt quét vi sai] có thể được thực hiện trên mẫu thử thu được từ vùng hình thành muối này để xác định bất kỳ sự khởi đầu nào của quá trình hình thành oligome và/hoặc polyme. Khi các tiền chất rắn được thu gom dưới dạng sản phẩm riêng biệt, thì đây là quy trình hữu ích để tối ưu hóa biên dạng nhiệt độ của quá trình hình thành tiền chất này.

Tính hữu dụng trong công nghiệp của sáng chế có thể được hiện thực hóa, trong đó, muối được nghiền mịn này, được điều chế theo sáng chế, có thể là vật liệu cấp thích hợp cho thiết bị phản ứng nóng chảy, ví dụ như nồi hấp hoặc máy đun, ví dụ máy đun vít kép. Muối được nghiền mịn này cũng có ưu điểm là có thể trộn đồng nhất với các chất phụ gia, đặc biệt các chất phụ gia khô, bao gồm cả các phụ gia dạng hạt màu (masterbatch) cũng được nghiền mịn.

Quy trình điều chế muối theo sáng chế có thể được hoàn thành thích hợp trong thiết bị tầng sôi. Điaxit khô được nghiền mịn có thể được hóa lỏng đầy đủ bằng dòng khí hóa lỏng có chứa diamon sao cho có sự cân bằng giữa năng lượng cơ học đầu vào và sự nhiễu loạn hoá lỏng để trộn ngược hiệu quả trong tầng này. Cần lưu ý rằng khi năng lượng cơ học đầu vào thấp đối với quá trình hóa lỏng, các điểm nóng cục bộ và các vùng nhiệt độ cao có thể phát triển khiến các hạt dính vào nhau và kết tụ thành khối. Khi năng lượng cơ học tăng dần, quá trình hóa lỏng có thể đạt được độ ổn định với dòng chảy rối để pha trộn hiệu quả, động lượng và truyền nhiệt đồng đều. Ở chế độ hóa lỏng này, có thể tránh được các điểm nóng dẫn đến sự kết tụ hạt. Ở mức năng lượng cơ học đầu vào cao nhất trong quá trình hóa lỏng, động lượng khí cao có thể mang các hạt bay trong không khí, do đó làm giảm hiệu quả của quá trình hóa lỏng.

Trong quy trình điều chế muối theo sáng chế, nguồn cung cấp các chất rắn điaxit khô trong công nghiệp hoặc trong thương mại đều có thể thích hợp trong các điều kiện hóa lỏng, ví dụ các chất rắn axit adipic khô. Các sản phẩm axit adipic công nghiệp có thể có sẵn trong các khoảng sau:

kích thước hạt trung bình [D_{50}] nằm trong khoảng từ 100 μm đến 450 μm ;

% hạt mịn (dưới 75 μm) nằm trong khoảng từ < 5 đến 25 (% thể tích) và trong một số trường hợp có thể lên đến 45 % thể tích;

mật độ thể tích nằm trong khoảng từ 721 kg/m^3 đến 881 kg/m^3 ;

% hạt mịn thay đổi theo kích thước hạt trung bình (tính bằng μm) như sau:

Kích thước hạt trung bình (μm)	Hạt mịn (% thể tích)
350 - 450	< 5 %
250 - 350	5 - 10 %
200 - 300	10 - 15 %
150 - 200	15 - 25 %

Cần hiểu rằng, các điều kiện hóa lỏng theo sáng chế có thể được điều chỉnh để chứa các hạt rắn điaxit khô có kích thước hạt trung bình nằm trong khoảng từ 10 μm đến 5000 μm , ví dụ nằm trong khoảng từ 10 μm đến 1000 μm hoặc nằm trong khoảng từ 20 μm đến

800 μm , hoặc thậm chí nằm trong khoảng từ 25 μm đến 700 μm . Không bị giới hạn miễn là có thể thực hiện các điều kiện hóa lỏng một cách hiệu quả nhất. Thảo luận về kích thước hạt cũng có thể áp dụng cho hỗn hợp các bột điaxit tùy thuộc vào loại polyamit sẽ được tạo ra cùng với muối thu được này.

Các quy trình sản xuất thông thường để sản xuất các polyamit dựa vào việc tiếp tục vượt quá quy trình sản xuất muối (thường được gọi là bước tấn công muối) và tiến hành amit hóa bằng phản ứng đa trùng ngưng (polycondensation). Sau khi các tinh thể muối dạng rắn bắt đầu phản ứng thêm, thường được quan sát thấy sự hao hụt điamin từ các hạt. Do đó, điều đặc biệt quan trọng là phải kiểm soát các điều kiện của quy trình theo sáng chế để tạo thành muối và không tiếp tục tạo thành polyamit nếu các tiền chất được thu gom dưới dạng sản phẩm rắn riêng biệt.

Quy trình theo sáng chế có sự cải thiện rõ rệt ở bước cần nhiều năng lượng nhất trong quy trình polyamit thông thường, trong đó, một lượng lớn các chất rắn axit adipic [AA] được hòa tan cùng với hexametylendiamin [HMD] trong nước, sau đó làm bay hơi nước này trong khi polyme hóa AA và HMD để tạo ra nylon 6,6 bằng cách thực hiện các chu trình áp suất - nhiệt độ.

Từ góc độ kiểm soát, quy trình xin yêu cầu bảo hộ là ngược lại với lẽ thường. Các ví dụ về quy trình kiểm soát sự cân bằng AA đến HMD bao gồm: (a) bước lấy dòng hạt đã hóa lỏng, bước hòa tan trong nước và bước đo pH; (b) Phổ học Raman; (c) FTIR hoặc cận IR; và (d) theo dõi HMD này trong khí thoát ra. Đối với bước (d), sự thất thoát thực của HMD gần như bằng không như mong muốn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

VÍ DỤ 1

Hệ thống lò phản ứng tầng sôi 100 được thể hiện dưới dạng sơ đồ trong HÌNH 1. Lò phản ứng tầng sôi 105 này có đường kính 300 mm (0,3 m) được nối vào phía trên hỗn hợp nấu thủy tinh 110 đóng vai trò làm khoang thông gió vào. Lò phản ứng tầng sôi này có chiều cao làm việc khoảng 300 mm (0,3 m) từ thủy tinh frít đến lỗ thoát khí. Khí cung cấp là nitơ bị giới hạn áp suất bằng bộ điều chỉnh. Khối lò phản ứng 105 này có thể hoạt động trong điều kiện chân không bằng ống nối lưu lượng 10 với hệ thống chân không dạng tòa nhà (không được thể hiện) có van điều chỉnh áp suất được thiết lập ở mức cài đặt thấp hơn. Ngoài ra, khối lò phản ứng 105 này có thể hoạt động trong điều kiện áp suất bằng cách thay đổi cài đặt trên van điều chỉnh áp suất cung cấp nitơ. Lưu lượng đến lò phản ứng tầng sôi 105 này được thiết lập bằng van kim 115. Lưu lượng khí đi vào được gia nhiệt đến điểm đóng rắn bằng cách sử dụng bộ gia nhiệt khí thẳng hàng 120. Khối lò phản ứng 105 này được thiết kế sao cho khí được gia nhiệt thoát khỏi bộ gia nhiệt khí 120 này có thể được cấp qua bình chất lỏng được gia nhiệt 125 để kết hợp hàm lượng hơi trong dòng cấp khí 3, hoặc theo cách khác có thể được chuyển hướng để đi vòng qua bình chất lỏng được gia nhiệt 125 này và hoạt động mà không có thành phần hơi trong dòng cấp khí 5. Khối lò phản ứng 105 này cũng có

ống nối dòng thoát khí 15 làm thoát khí qua khối phân tách khí/chất rắn 130 và khối bể chất ngưng 135. Khối bình hứng 140 được kết nối với khối phân tách khí/chất rắn 130 này để thu gom các chất rắn được phân tách bất kỳ.

Nạp khoảng 3 kg muối nylon 6,6 khô vào qua lỗ thoát phía trên của khối tầng sôi 105 này. Sau đó, bịt kín lỗ thoát này bằng van khóa. Muối được khử oxy bằng việc làm sạch dòng cấp khí nitơ không được gia nhiệt 7. Sau đó, dòng cấp khí 9 được cho chảy qua bộ gia nhiệt khí thẳng hàng 120, được gia nhiệt đến khoảng 180°C và dòng cấp khí nóng 25 được cấp qua máy sục khí trong bình chất lỏng được gia nhiệt 125 này để sục khí qua thể tích hexametylendiamin khan nóng chảy [HMD], cũng được duy trì ở 180°C. Dòng cấp khí nóng 3 thoát ra khỏi bình chất lỏng được gia nhiệt 125 này kết hợp với hơi hexametylendiamin [HMD]. Van điều chỉnh áp suất cung cấp này được đặt là 1 bar, hệ thống chân không dạng tòa nhà được bật, và lưu lượng được điều chỉnh qua khối tầng sôi 105 này thông qua van kim 115 này. Dòng cấp khí nóng chứa đầy hơi HMD được kiểm soát với tốc độ khoảng 1700 lít mỗi phút [litter per minute - lpm]. Điều này dẫn đến sự sục khí đều đặn trong khối tầng sôi 105 này. Khối tầng sôi 105 này được giữ trong điều kiện này trong khoảng 4 giờ.

Sau thời gian đó, nhiệt độ dòng cấp khí nóng 3 này được tăng lên đến 220°C. Lưu lượng được duy trì ở 1700 lpm. Khối tầng sôi 105 này được duy trì trong điều kiện này trong 2 giờ nữa.

Sau thời gian đó và trong khi duy trì nhiệt độ cấp khí nóng ở 220°C, dòng khí thoát khỏi bộ gia nhiệt khí 120 này được chuyển hướng để đi vòng qua bình chất lỏng được gia nhiệt 125 này có chứa hexametylendiamin khan [HMD] nóng chảy. Trong điều kiện này, dòng khí được gia nhiệt 5 này được cấp vào đơn vị tầng sôi 105 này. Đơn vị tầng sôi 105 này được hoạt động bằng lượng cấp này trong hai giờ nữa.

Sau thời gian đó, tắt bộ gia nhiệt khí 120 này và sử dụng lượng cấp nitơ hóa lỏng để làm nguội các chất rắn hóa lỏng xuống nhiệt độ môi trường.

Quan sát thấy các chất rắn tạo thành này được thu hồi lại từ khối tầng sôi 105 này có sự hao hụt nhỏ hơn 30 mili đương lượng (meq) amin trên mỗi kg chất rắn và thể hiện độ nhớt tương đối của polyme (relative viscosity - RV) là 9.

VÍ DỤ 2

Hệ thống polyamit hóa liên tục 200 được thể hiện dưới dạng sơ đồ trong HÌNH 2. Hệ thống 200 này bao gồm khối lò phản ứng xếp tầng 205 tạo thành từ 16 phần tầng sôi (được đánh số từ trên xuống dưới) và mỗi phần được trang bị các ống đập chảy tràn. Mỗi ống đập chảy tràn dẫn đủ sâu vào tầng dưới tiếp theo để tránh sự chuyển dòng hơi có thể phát hiện được.

Việc bố trí cấp khí tiếp liệu được mô tả trong Ví dụ 1 và HÌNH 1, tức cho phép khí khí nitơ đi vào được gia nhiệt. Ngoài ra, lượng cấp khí này có thể được cho đi vòng qua bình chất lỏng được gia nhiệt và được cấp vào khối 205 này.

Thiết bị nạp theo thể tích (được gọi là thiết bị nạp ngược) được lắp kín khí vào cấp phí trên và được xả ngược khí nitơ để ngăn sự xâm nhập của oxy vào lò phản ứng này.

Phần trên 211 này, với các cấp được đánh số từ 1 đến 10, có đường kính trong là 200 mm (0,2 m). Phần dưới 231 này, với các cấp được đánh số từ 11 đến 16, có đường kính trong là 300 mm (0,3 m). Điều này làm tăng tốc dòng hơi bay lên vì các đường kính của phần này trở nên nhỏ hơn này khi hơi hướng lên trên, điều này có thể cải thiện sự truyền nhiệt và chuyển khối thông qua quá trình hóa lỏng tốt hơn ở các phần trên của khối 205 này.

Có thể đạt được sự điều chỉnh nhiệt độ bên trong từng cấp thông qua sự tuần hoàn môi trường nóng qua các ống chạy ngang trên các tầng sôi của các cấp tương ứng này. Chúng có thể có bộ điều khiển nhiệt độ độc lập để có thể duy trì biên dạng nhiệt độ dọc trục đối với khối 205 này. Các bộ gia nhiệt vỏ cũng có thể được sử dụng trong phần hoặc cấp bất kỳ để giúp bảo tồn và điều chỉnh nhiệt. Điều này làm tăng nhiệt được cung cấp bởi dòng hơi bay lên này.

Khoảng 1,8 kg/giờ muối nylon 6,6 khô được cấp vào cấp trên cùng này bằng cách sử dụng thiết bị nạp chất rắn 255. Nitơ khô với lượng nằm trong khoảng từ 35 m³ đến 40 m³ mỗi giờ được cấp vào cấp thấp nhất tại lỗ nạp khí 257. Các vận tốc khí hơi bay lên được xác định là nằm trong khoảng từ 0,2 m/s đến 0,3 m/s ở phần trên 211 này và khoảng từ 0,1 m/s đến 0,2 m/s ở phần dưới 231 này. Thời gian lưu giữ các chất rắn phân tầng và được hóa lỏng từng cấp [hold-up time - HUT tính theo giờ] và biên dạng nhiệt độ dọc trục [tính bằng °C] được thể hiện trong bảng phụ HÌNH 2.

Khoảng 1,55 kg/giờ polyme nylon 6,6 thu được từ hoạt động này tại lỗ thoát sản phẩm đáy 259. Sản phẩm polyme nylon 6,6 có độ nhớt tương đối là 15.

VÍ DỤ 3

Sử dụng cách sắp xếp khối và các điều kiện xử lý được mô tả trong Ví dụ 2 và HÌNH 2, hexametylen diamin [HMD] dạng lỏng bổ sung được cấp trực tiếp vào lớp không khí ở giữa phía trên cấp 13 thông qua lỗ nạp 261 kết hợp với khí nitơ khô được gia nhiệt được cấp vào cấp dưới cùng. Cũng có thể cấp thêm HMD lỏng ở các cấp khác nhau dọc theo chiều dài trục và như được thể hiện trong HÌNH 2 thông qua các lỗ nạp bất kỳ 265. Điều này giúp việc kiểm soát cân bằng tốt hơn và kiểm soát độ nhớt tương đối cao hơn trong sản phẩm thu hồi từ hệ thống xếp tầng 205 này.

VÍ DỤ 4

Sử dụng cách bố trí khối 200 được mô tả trong Ví dụ 2 và HÌNH 2, lượng cấp chất rắn này được thay đổi từ muối khô thành axit adipic. Hexametylen diamin adipat được sản xuất bằng cách cấp axit adipic ở tốc độ khoảng 1 kg/giờ thông qua thiết bị nạp chất rắn ở phía trên và hexametylen diamin dạng lỏng [HMD] được cấp trực tiếp vào lớp không khí ở giữa phía trên các cấp 7, 9, 11 và 13 thông qua đầu vào được thể hiện kết hợp với khí nitơ khô

được gia nhiệt được cấp vào cấp ở dưới cùng 16. Người ta thấy rằng có thể cải thiện việc kiểm soát cân bằng hạt mịn bằng cách phun điamin có kiểm soát vào lượng cấp nitơ khô khi nó kết nối với hệ thống thông gió vào bên dưới cấp 16. Các nhiệt độ được điều chỉnh qua thiết bị được mô tả để giữ cho các tầng chất rắn này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90 °C đến 100°C hoặc dưới mức này. Việc này giúp hệ thống này ở trạng thái chảy tự do và tránh sự tạo thành oligome. Điều này về cơ bản sẽ tạo ra muối nylon khô với tốc độ khoảng 1,8 kg/giờ.

VÍ DỤ 5

Hệ thống polyamit hóa liên tục 300 được thể hiện dưới dạng sơ đồ trong HÌNH 3. Hệ thống 300 này bao gồm khối lò phản ứng xếp tầng 305 được tạo thành từ 15 phần tầng sôi (được đánh số từ trên xuống dưới) và mỗi phần được trang bị các ống đập chảy tràn. Cấp thứ 16 bổ sung được thêm vào bên dưới cấp hóa lỏng cuối cùng, và cột tĩnh này được sử dụng để phân pha rắn sản phẩm theo dòng chảy cả khối đến điểm cuối được kiểm soát. Mỗi ống đập chảy tràn dẫn đủ sâu vào tầng dưới tiếp theo để tránh sự chuyển dòng hơi có thể phát hiện được. Sự sắp xếp khối từng phần này, các đường kính trong và các cấu hình đầu vào/đầu ra tổng thể đối với hệ thống 300 rất giống với các phần được mô tả trong Ví dụ 2 và HÌNH 2.

Trong ví dụ này, axit adipic không pha được cấp vào cấp trên cùng bằng hệ thống nạp chất rắn 355. Các cấp phía trên này hỗ trợ gia nhiệt lượng cấp chất rắn đi vào khi các chất rắn này được hóa lỏng và đổ xuống hệ thống. Các cấp phía trên này cũng có chức năng quan trọng là hấp thụ điamin còn lại bất kỳ có trong dòng hơi bốc lên này.

Phần phía trên 311 này, với các cấp được đánh số từ 1 đến 10, có đường kính trong là 200 mm (0,20 m). Phần giữa 321 này, với các cấp được đánh số từ 13 đến 15, có đường kính trong là 300 mm (0,3 m). Điều này làm tăng tốc dòng hơi bay lên do các đường kính phần trở nên nhỏ hơn khi hơi bay lên trên, điều này có thể cải thiện sự truyền nhiệt và chuyển khối thông qua quá trình hóa lỏng tốt hơn ở các phần trên của khối 305 này. Phần thấp nhất 331 này không được hóa lỏng và được thể hiện ở đây là cấp 16. Cấp 16 cũng có đường kính trong là 300 mm (0,30 m) nhưng được cấp với tỷ lệ nạp khí thấp hơn nhiều. Có hệ thống thông gió vào đặt vào giữa cấp 15 và 16 để cho phép phân phối thêm khí hóa lỏng này.

Có thể đạt được sự điều chỉnh nhiệt độ bên trong từng cấp thông qua sự tuần hoàn môi trường nóng qua các ống chạy ngang trên các tầng sôi của các cấp tương ứng này. Chúng có thể có các bộ điều khiển nhiệt độ độc lập để có thể duy trì biên dạng nhiệt độ dọc trục cho khối 305. Các bộ gia nhiệt vỏ cũng có thể được sử dụng trong phần hoặc cấp bất kỳ để giúp bảo tồn và điều chỉnh nhiệt. Điều này làm tăng nhiệt được cung cấp bởi dòng hơi bay lên này.

Các cấp phân tầng phía trên trong Phần 311 này chủ yếu được sử dụng để đưa lượng cấp đi vào đạt đến nhiệt độ.

Các lượng cấp axit có chứa phần đáng kể các điaxit béo có xu hướng biểu hiện tính chất nóng chảy eutectic có thể khiến cho tầng bị sụt. Do đó, các lượng cấp HMD giữa các cấp này được kiểm soát để giữ chế phẩm trên các cấp tương ứng ở nhiệt độ đủ xa khỏi vùng nóng chảy nhằm tránh vấn đề về khả năng hoạt động phát sinh từ sự sụt tầng.

Khi chế phẩm eutectic này được đi qua, nhiệm vụ của các cấp giữa của cột này là đưa điaxit và điamin đến gần mức cân bằng cuối cùng, và bổ sung thêm nhiệt hấp thụ và ion hóa.

Cột được lắp dụng cụ quang học để cung cấp thông tin phản hồi về thành phần của chất rắn. Người ta thấy rằng cả hai thiết bị ABB Talus FTNIR hoặc Tornado Raman đều có độ hiệu chuẩn tốt đủ để hỗ trợ hoạt động. Người ta thấy rằng sau khi hoạt động được thiết lập ổn định, có thể chỉ cần một điểm phản hồi ở cấp 15 để duy trì độ ổn định của chất lượng polyme. Nhiều điểm dọc theo chiều dài trục của đơn vị 305 này có thể cải thiện khả năng kiểm soát khởi động. Điều đặc biệt có lợi là khi giám sát chế phẩm ở cấp 8 này để tránh xảy ra hiện tượng nóng chảy eutectic này.

Các cấp từ 11 đến 16 trong các Phần từ 321 đến 331 cung cấp thời gian ổn định để đạt được khối lượng phân tử mong muốn.

Khoảng từ 1 kg/giờ đến 3 kg/giờ chất rắn axit adipic khô được đưa vào cấp trên cùng này bằng cách sử dụng thiết bị nạp chất rắn 355. Khoảng từ 36 m³/giờ đến 38 m³/giờ nitơ khô được đưa vào cấp dưới cùng này tại lỗ nạp khí 357. Các vận tốc khí hơi bay lên được xác định là nằm trong khoảng từ 0,2 m/s đến 0,3 m/s ở phần trên 311 này, và khoảng từ 0,1 m/s đến 0,2 m/s ở phần 321.

Khoảng từ 2 m³/giờ đến 4 m³/giờ nitơ khô được đưa vào tầng tĩnh của cấp 16 này tại lỗ nạp khí 359. Điều này đủ để thúc đẩy quá trình polyme hóa pha rắn ở cấp thấp nhất. Thời gian lưu giữ các chất rắn được hóa lỏng từng cấp và phân tầng [HUT tính theo giờ] và biên dạng nhiệt độ dọc trục [tính bằng °C] được thể hiện trong bảng phụ HÌNH 3.

Thu được khoảng từ 1,5 kg/giờ đến 2,5 kg/giờ polyme nylon 6,6 từ hoạt động này tại lỗ thoát của sản phẩm đáy 361. Sản phẩm polyme nylon 6,6 này có độ nhớt tương đối là 30,5.

VÍ DỤ 6

Việc bố trí thiết bị và các điều kiện xử lý được mô tả trong Ví dụ 3 được biến đổi bằng cách loại bỏ cấp 16 và cấp trực tiếp sản phẩm của Cấp 15 vào máy đùn vít kép có lỗ thông hơi. Máy đùn này được tạo kết cấu có một ngăn chưa được nạp đầy để bổ sung thêm chất phụ gia. Máy này cũng được trang bị lỗ thông hơi không khí và phần lỗ thông hơi chân không. Lượng cấp hoàn thiện chứa HMD được tạo kết cấu để phun HMD đã gia nhiệt vào ngăn chưa được nạp đầy này.

Kết nối đầu ra của máy đùn này được trang bị các máy dò FT-NIR để giám sát nylon nóng chảy này. Tín hiệu này được sử dụng với các mô hình quang phổ khác nhau về độ

âm, độ cân bằng cuối và độ nhót tương đối. Đầu ra của mô hình độ nhót tương đối và mô hình độ âm này được sử dụng để điều chỉnh áp suất chân không ở phần thông hơi cuối cùng của máy đùn này. Độ cân bằng cuối được sử dụng trong vòng hồi tiếp trực tiếp nhằm kiểm soát tốc độ lưu lượng của lượng cấp hoàn thiện chứa HMD đến cấp phun chưa được nạp đầy trong máy đùn này. Lượng cấp hoàn thiện này được kiểm soát với tốc độ nằm trong khoảng từ 1 g/phút đến 3 g/phút.

Đầu ra của máy đùn này được bơm qua đường ống với thời gian lưu giữ là mười lăm phút. Điều này cho phép xảy ra sự kết hợp cấu trúc diamine và RV. Sau đó, mẻ nóng chảy này được ép đùn qua khuôn thành mỗi nôi và tạo thành dạng viên. Thu được khoảng từ 1,5 kg/giờ đến 2,5 kg/giờ polyme nylon 6,6 từ hoạt động này với độ nhót tương đối là 34,6.

Mặc dù các ví dụ nêu trên là để minh họa các nguyên lý của sáng chế trong một hoặc nhiều ứng dụng cụ thể, nhưng người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ thấy rõ ràng, có thể thực hiện nhiều sửa đổi về hình thức, cách sử dụng và các chi tiết thực hiện mà không cần thực hiện khả năng sáng tạo, và không nằm ngoài các nguyên lý và các khái niệm của sáng chế. Theo đó, việc bộc lộ không nhằm mục đích giới hạn sáng chế, ngoại trừ các yêu cầu bảo hộ được nêu dưới đây.

Mặc dù sáng chế đã được mô tả và minh họa bằng ví dụ đủ chi tiết để người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể thực hiện và sử dụng, nhưng các phương pháp thay thế, các sửa đổi và các cải tiến khác nhau sẽ trở nên rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này mà không nằm ngoài nguyên lý và phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ.

Tất cả bằng sáng chế và các công bố được đề cập trong bản mô tả sáng chế này đều được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn ở mức độ như thể mỗi công bố riêng lẻ được chỉ định một cách cụ thể và riêng lẻ để được kết hợp toàn bộ vào tài liệu này bằng cách viện dẫn.

Các thuật ngữ và các cách diễn đạt được sử dụng được dùng làm các thuật ngữ mô tả chứ không nhằm mục đích giới hạn, và không có ý định sử dụng các thuật ngữ và cách diễn đạt đó để loại trừ bất kỳ điểm tương đương nào của các dấu hiệu được thể hiện và được mô tả hoặc các phần của chúng, nhưng thấy rằng có thể thực hiện được nhiều sửa đổi khác nhau trong phạm vi của sáng chế được yêu cầu bảo hộ. Do đó, cần hiểu rằng mặc dù sáng chế đã được trình bày cụ thể bằng các phương án và các dấu hiệu tùy chọn được ưu tiên, việc sửa đổi và biến đổi các khái niệm được bộc lộ trong bản mô tả sáng chế này có thể được sử dụng bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, và các sửa đổi và các thay đổi đó được cho là thuộc phạm vi của sáng chế, như được xác định theo các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất ít nhất một polyamit hoặc muối polyamit, bao gồm bước cấp điaxit rắn được nghiền mịn với kích thước hạt trung bình $[D_{50}]$ nằm trong khoảng từ 10 μm đến 5000 μm và khí hóa lỏng đến vùng phản ứng để hóa lỏng điaxit rắn được nghiền mịn này trong khí hóa lỏng này, bước kiểm soát chế độ hóa lỏng trong vùng phản ứng này bằng cách điều chỉnh chênh lệch áp suất trên toàn bộ vùng phản ứng này và bước cho điaxit rắn được nghiền mịn này phản ứng với điamin trong vùng phản ứng này, trong đó điaxit rắn được nghiền mịn này bao gồm điaxit béo.
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó khí hóa lỏng này bao gồm các giọt nhỏ điamin hoặc hơi điamin.
3. Quy trình theo điểm 1, trong đó điaxit béo này bao gồm axit adipic.
4. Quy trình theo điểm 1, trong đó điamin này bao gồm điamin béo.
5. Quy trình theo điểm 4, trong đó điamin béo này bao gồm hexametylendiamin.
6. Quy trình theo điểm 1, trong đó việc điều chỉnh chênh lệch áp suất này bao gồm bước áp dụng chân không vào đầu ra của vùng phản ứng này và bước kiểm soát lưu lượng ở đầu vào vùng phản ứng này để đạt được mức độ hóa lỏng mong muốn.
7. Quy trình theo điểm 1, trong đó việc điều chỉnh chênh lệch áp suất này bao gồm bước cấp chất lỏng được tăng áp vào vùng phản ứng này để đạt được mức độ hóa lỏng mong muốn.
8. Quy trình theo điểm 1, trong đó việc điều chỉnh chênh lệch áp suất này được thực hiện khi không có sự hút chân không từ vùng phản ứng này.
9. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước nạp chất lỏng hoặc hơi điamin vào vùng phản ứng này.
10. Quy trình theo điểm 9, trong đó tốc độ nạp điamin này được kiểm soát để duy trì sự mức cân bằng điaxit:điamin mong muốn trong vùng phản ứng này.
11. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước nạp chất lỏng hoặc hơi điamin theo cách thức được phân bố tại các điểm khác nhau trên toàn bộ vùng phản ứng này.
12. Quy trình theo điểm 11, trong đó sự phân bố tốc độ nạp điamin này được kiểm soát để duy trì mức cân bằng điaxit:điamin mong muốn trên toàn bộ vùng phản ứng này và đạt được sự cân bằng điaxit:điamin mong muốn trong sản phẩm cuối.
13. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước đưa nước hoặc hơi nước vào vùng phản ứng này.
14. Quy trình theo điểm 13, trong đó nước hoặc hơi nước này được đưa vào theo cách phân bố tại nhiều điểm khác nhau trên toàn bộ vùng phản ứng này.

15. Quy trình theo điểm 13, trong đó tốc độ đưa hơi nước vào này được kiểm soát để cải thiện ít nhất một biện pháp đo lường chất lượng sản phẩm.

16. Quy trình theo điểm 12, trong đó biện pháp đo lường chất lượng sản phẩm này bao gồm độ trắng.

17. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó quy trình này còn bao gồm:

a) bước thực hiện quá trình polyamit hóa này ở chế độ mẻ hoặc chế độ liên tục trong nhiều tầng phản ứng liên tiếp;

b) bước phun khí trơ để hóa lỏng hoàn toàn khí trơ cấp vào ít nhất một tầng phản ứng liên tiếp sau đó để hóa lỏng phản ứng polyamit hóa;

c) bước phun các diamin nóng chảy hoặc được hóa hơi vào lớp không khí ở giữa của ít nhất một tầng phản ứng liên tiếp trước đó để kiểm soát mức cân bằng điaxit:diamin;

d) bước thực hiện quá trình polyamit hóa trong lò phản ứng hoặc cấp pha rắn ở tầng tĩnh; và

e) bước thực hiện quá trình polyamit hóa trong ít nhất một máy đùn vít kép.

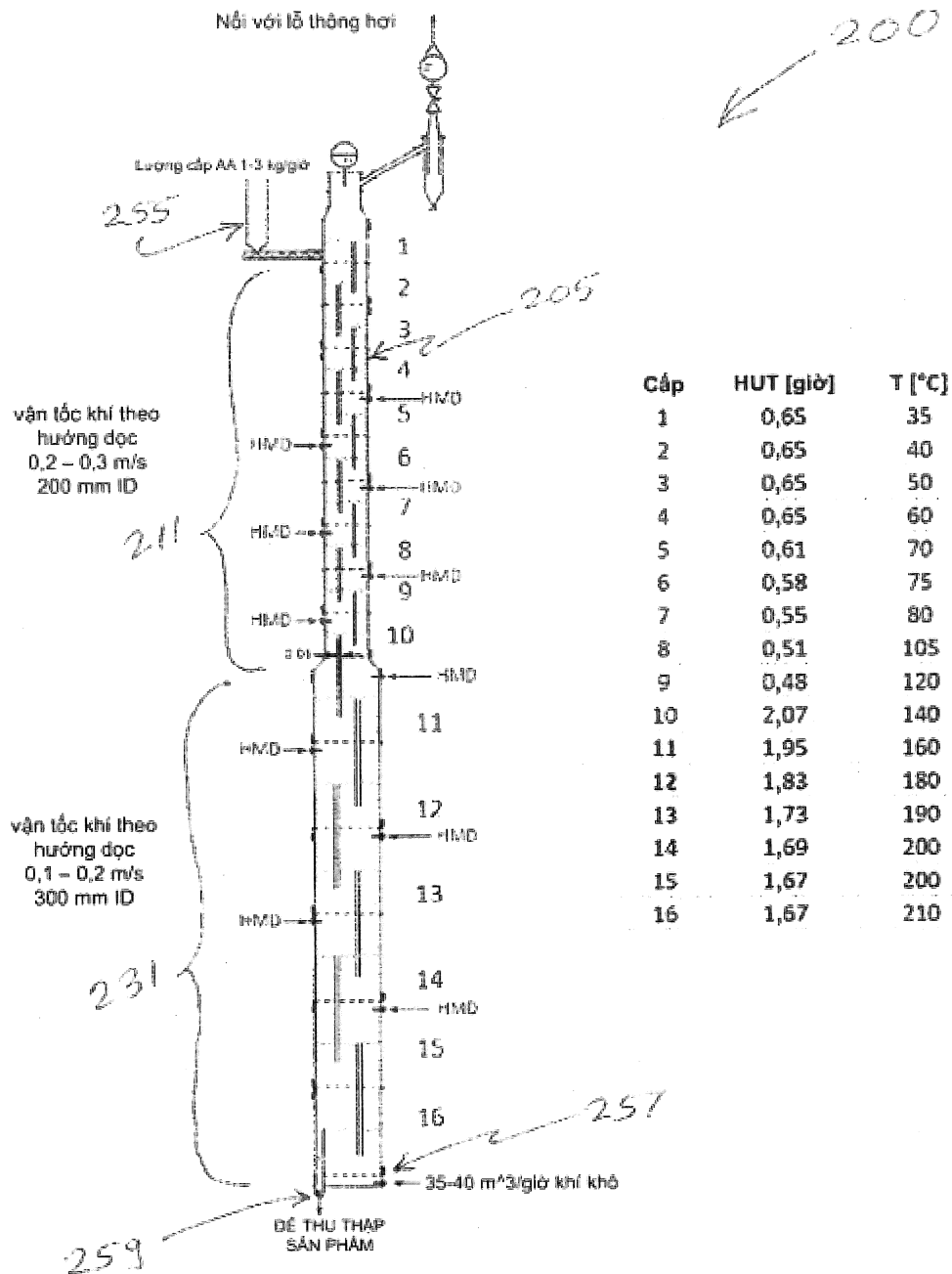
18. Quy trình theo điểm 17, trong đó phản ứng polyamit hóa này tạo ra nylon-6,6.

19. Quy trình theo điểm 17, trong đó quá trình polyamit hóa này được thực hiện trong máy đùn vít kép, bước giám sát mức cân bằng điaxit:diamin ở đầu ra từ máy đùn vít kép này và bước kiểm soát tốc độ cấp diamin hoàn thiện vào máy đùn vít kép này dựa trên mức cân bằng điaxit:diamin được giám sát ở đầu ra từ máy đùn vít kép này.

20. Quy trình theo điểm 18, trong đó quy trình này còn bao gồm bước đo ít nhất một trong số độ ẩm và độ nhớt tương đối của đầu ra máy đùn vít kép này, và bước kiểm soát mức chân không bên trong máy đùn vít kép này để kiểm soát ít nhất một trong số độ ẩm và độ nhớt tương đối của đầu ra máy đùn vít kép này.

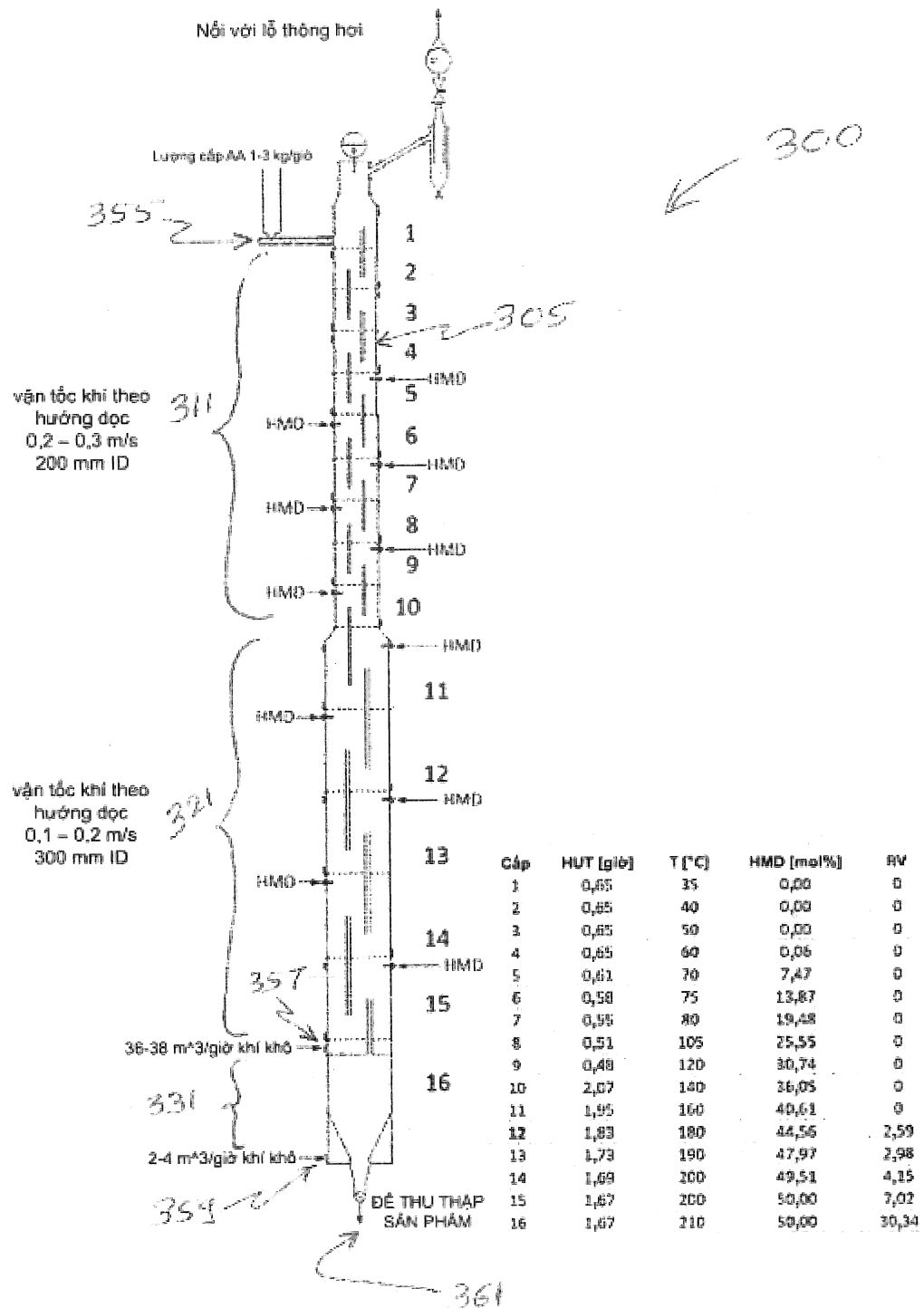
21. Quy trình theo điểm 19, trong đó quy trình này còn bao gồm bước dự đoán độ nhớt tương đối hoặc độ ẩm mong muốn mà lượng cấp được polyme hóa ít nhất một phần sẽ tạo ra ở đầu ra của thiết bị polyme hóa liên tục, và bước điều chỉnh độ ẩm hoặc độ nhớt tương đối ở đầu ra của máy đùn vít kép này để đạt được độ nhớt tương đối hoặc độ ẩm mong muốn ở đầu ra của thiết bị polyme hóa liên tục này.

2/3



HÌNH 2

3/3



HÌNH 3