



(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)



1-0052524

(51)^{2020.01} C08G 69/14; B29B 7/84; B29B 7/86; (13) B
D01F 6/60; B29B 9/06; C08G 69/16;
B29B 7/48; B29B 7/88

(21) 1-2021-01651

(22) 05/10/2018

(86) PCT/EP2018/077211 05/10/2018

(87) WO2020/043320 05/03/2020

(30) 10 2018 120 988.6 28/08/2018 DE

(45) 27/10/2025 451

(43) 25/06/2021 399A

(73) TECHNIP ZIMMER GMBH (DE)

Friesstraße 20, 60388 Frankfurt, Germany

(72) DEISS, Stefan (DE); SCHWARZ, Raimund (DE); BAUMERT, Martin (DE);
KRIESCHE, Gerald (DE); KOCH, Maurice (DE).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) PHƯƠNG PHÁP VÀ THIẾT BỊ SẢN XUẤT POLYAMIT 6 CÓ HÀM LƯỢNG
CHIẾT THẤP

(21) 1-2021-01651

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp và thiết bị sản xuất polyamit này. Theo sáng chế, sản phẩm nóng chảy của polyamit 6 không chiết được làm sạch monome và oligome trong thiết bị khử khí trong chân không, trong đó hơi được rút ra từ thiết bị khử khí bằng thiết bị tạo chân không được làm sạch monome, oligome và tùy ý nước trước tiên trong bộ ngưng trực tiếp mà được vận hành với ϵ -caprolactam lỏng và sau đó trong thiết bị tách sơ bộ mà được làm mát bằng chất làm mát, trước khi nó đến thiết bị tạo chân không. Dạng cải biến đặc biệt ưu tiên của phương pháp bao gồm việc sử dụng sản phẩm nóng chảy của polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp thu được trong quy trình trực tiếp kéo thành sợi dệt và/hoặc tơ.

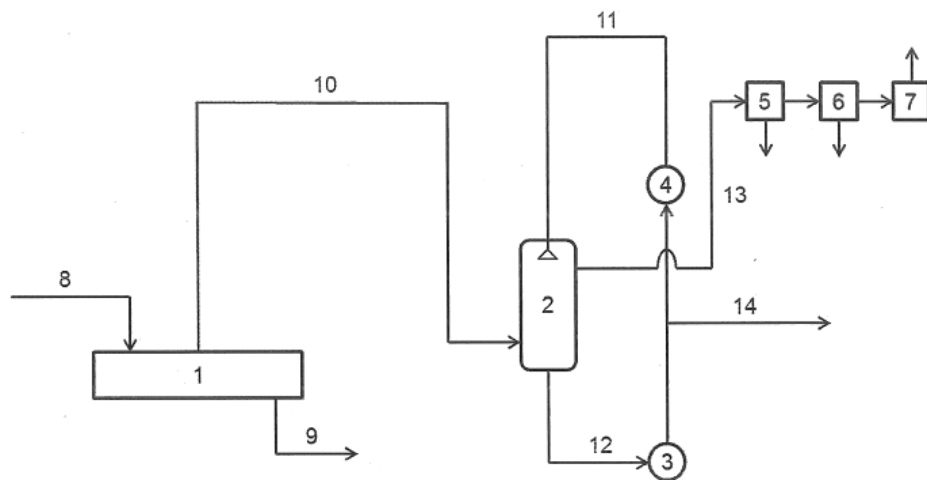


Fig. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp và thiết bị dùng cho phương pháp này. Ở đây, sản phẩm nóng chảy của polyamit 6 không chiết được làm sạch monome và oligome trong thiết bị khử khí trong chân không, trong đó hơi được rút ra từ thiết bị khử khí nhờ thiết bị tạo chân không được làm sạch monome, oligome và tùy ý nước trước tiên trong bộ ngưng trực tiếp được vận hành với ϵ -caprolactam lỏng và sau đó trong thiết bị tách sơ bộ mà được làm mát bằng chất làm mát, trước khi nó đến được thiết bị tạo chân không. Dạng cải biến đặc biệt tốt hơn của phương pháp này bao gồm việc sử dụng sản phẩm nóng chảy của polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp được điều chế trong quá trình kéo trực tiếp thành sợi dệt và/hoặc tơ.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Phương pháp được sử dụng nhiều nhất trong sản xuất polyamit 6 (PA 6) quy mô công nghiệp là phương pháp trùng hợp mở vòng ϵ -caprolactam trong sản phẩm nóng chảy với sự bổ sung nước. Ở đây, sau khi đủ thời gian phản ứng, trạng thái cân bằng đạt được trong đó sản phẩm nóng chảy PA 6 chứa khoảng 10% trọng lượng ϵ -caprolactam. Ngoài monome, các phân đáng kể của đime dạng vòng cũng như trime, tetrame, pentame và hexame cũng có thể được tìm thấy. Tùy thuộc vào điều kiện phản ứng, hàm lượng này có thể thay đổi trong khoảng 7-14% trọng lượng. Trước khi thực hiện bước xử lý tiếp theo, chúng phải được loại bỏ, do chúng làm giảm đột ngột tính chất của polyme đến mức, ví dụ, việc kéo thành sợi không thể thực hiện được.

Vì qua rất nhiều năm do lý do về mặt giá thành, phương pháp chiết chân không được nghiên cứu để có thể là cơ sở cho quy trình PA 6 trực tiếp. Trong phương pháp trực tiếp này, sản phẩm nóng chảy sẽ được cấp trực tiếp vào, ví dụ quy trình kéo sợi hoặc quy trình xử lý thêm khác như sản xuất phoi, mà không có bước hóa rắn và tạo hạt làm bước trung gian. Các phương pháp tương đương được biết đến từ việc sản xuất polyeste.

Nhưng với các phương pháp chiết bằng chân không mà cho đến nay đã được mô tả trong tình trạng kỹ thuật, không thể đạt được chất lượng yêu cầu bao gồm cả tính bất biến và bao gồm độ nhạy thấp của phương pháp này. Cụ thể, các tắc nghẽn trực tiếp trong đường khí thải thường xảy ra mà dẫn đến các hoạt động làm sạch cần nhiều lao động và do đó là sự gián đoạn của quá trình xử lý. Điều này dẫn đến thực tế là cho đến nay, trong quá trình sản xuất, gần như chỉ các quy trình chiết uớt được sử dụng. Vì vậy, trước tiên, sản phẩm nóng chảy PA 6 đã trùng hợp được xử lý thành hạt mà sau đó các hạt này được chiết bằng nước trong quá trình chiết vài giờ. Từ lượng lớn nước chiết thu được từ các quá trình này, ϵ -caprolactam phải được thu hồi theo cách tốn nhiều công sức bởi việc làm bay hơi. Do đó, cụ thể, các nhà sản xuất chính gần như chỉ tạo ra sản phẩm dệt cuối đặc biệt quan tâm đến các quá trình trực tiếp, khi chúng dẫn đến sản phẩm cuối hoàn hảo và dễ bán, có thể được tạo ra theo cách kinh tế hơn.

DE 28 21 686 A1 mô tả phương pháp mà nhờ nó, ví dụ, bằng thiết bị hóa hơi lớp mỏng hoặc trục vít, các lớp tương đối mỏng được tạo ra. Độ chân không bằng 0,4-6,5 mbar được đặt vào thiết bị hóa hơi và phân chiết khí đi ra được kết tủa trong sương lactam. Theo DE 28 21 686 A1, đạt được lượng monome bằng khoảng từ 0,2% đến 0,3%. Thời gian lưu trong thiết bị không được đề cập.

Tuy nhiên, trong quy mô sản xuất, thiết bị dạng tháp của thiết bị hóa hơi lớp mỏng được sử dụng là rất lớn và chúng có độ chân không cao

khoảng 1 mbar. Về mặt này, nguy cơ rò rỉ tăng mạnh. Ngoài ra, các thiết bị này đi kèm với chi phí đạt được và vận hành cao cũng như độ phức tạp cao. Các khoảng không gian chết dẫn đến sự tạo thành ngược nghiêm trọng của phân chiết từ PA 6 mà, cụ thể trong trường hợp kích thước thiết bị ở quy mô sản xuất, là vấn đề rất nghiêm trọng.

Sự xâm nhập không mong muốn của oxy cần phải được nghĩ đến mọi lúc dẫn đến sự giảm polyamit và thường làm cho sản phẩm mất giá trị. Trong trường hợp thứ nhất ở đây, sự mất màu xuất hiện mà đã xảy ra với lượng oxy rất thấp. Tuy nhiên, trong trường hợp nồng độ oxy cao hơn, điều này vẫn sẽ dẫn đến sự giảm mạnh hơn polyme bởi sự phân hủy chuỗi mà có liên quan đến tính giòn và làm giảm giá trị đặc tính cơ học. Để định vị và loại bỏ sự rò rỉ này, trong trường hợp xấu nhất, quá trình sản xuất hoàn chỉnh cần phải được dừng lại. Quá trình bắt đầu lại của thiết bị lớn sau đó tạo ra phần đáng kể vật liệu chuyển tiếp và/hoặc phế liệu, không đề cập đến sự dừng sản xuất trước đó trong thời gian sửa chữa.

Ngoài ra, chỉ do kích thước, chi phí vận hành và đầu tư, các yêu cầu về khoảng không gian và tính phức tạp, chỉ việc sử dụng trung tâm trong quy trình PA 6 trực tiếp là hợp lý. Với chiều dài tăng của đường băng chuyển và/hoặc thời gian lưu của sản phẩm nóng chảy PA 6, nó ngày một bị suy giảm nghiêm trọng và/hoặc trở nên ngày một mất giá trị hơn cho quá trình xử lý tiếp theo. Vì PA 6 đã được chiết ở trạng thái mất cân bằng và nó có xu hướng mạnh là dịch chuyển về phía sự phân bố cân bằng của nó, thời gian lưu của sản phẩm nóng chảy PA 6 đã được chiết phải được giữ ngắn nhất có thể. Thời gian lưu vài phút ở nhiệt độ xử lý thông thường có thể làm tăng lần nữa hàm lượng chiết khoảng 2%. Vì thế, không còn có thể sử dụng sản phẩm cho quy trình xử lý tiếp theo.

Cái cuối cùng cũng là một trong số các lý do, vì sao quy trình kéo PA 6 cho đến nay tốt hơn là được thực hiện theo phương thức vận hành ép đùn

hạt bằng nhiều máy ép đùn một trục vít và không có quy trình kéo trục tiếp nào được thiết lập cho đến nay. Việc sử dụng trung tâm dẫn đến thời gian lưu của sản phẩm nóng chảy dài. Do vậy, việc sử dụng một vài tháp hóa hơi hoặc thiết bị phản ứng, như ví dụ được đề xuất trong EP 0 137 884 A1, do lý do tài chính, không thể được thực hiện xét về độ phức tạp và chi phí. Ngoài điều này, trong EP 0 137 884 A1 cũng chỉ đạt được giá trị chiết thấp. Ở đây, mức chuẩn cần đạt được đối với chi phí cũng như đối với giá trị chiết thu được luôn luôn là quy trình sản xuất thông thường bao gồm chiết ướt.

Do đó, thông thường cách thức vận hành ép đùn cổ điển với một vài dây chuyền sản xuất sau khi trùng hợp PA 6 bằng máy ép đùn sản phẩm nóng chảy một trục vít có vẻ thích hợp để xử lý hạt được chiết ướt trong quy trình kéo PA 6 với thời gian lưu sản phẩm nóng chảy ngắn thành các sợi dệt như sợi định hướng một phần (partially oriented yarn-POY), sợi kéo hoàn toàn (fully drawn yarn-FDY), tơ khối liên tục (bulk continuous filament-BCF) hoặc sợi xơ ngắn (staple fibers-SF). Đến nay, cách thức vận hành này là cách thức thông thường và chiếm ưu thế.

Ngược lại, thiết bị hóa hơi trục vít được đề cập đến làm phương án thay thế, cụ thể là máy ép đùn hai trục vít được đề cập trong các ví dụ, có yêu cầu về thể tích thấp hơn, tuy nhiên chúng cũng không tạo ra sự tái sinh bề mặt đủ, lớp mỏng và do đó là bề mặt hóa hơi. Vì vậy, giá trị chiết yêu cầu chỉ có thể đạt được với thời gian lưu kéo dài trong máy ép đùn lớn hơn mà sau đó gây sức ép lên polyamit về mặt nhiệt học và cả cơ học, hoặc chúng thậm chí không thể đạt được. Ngoài ra, thông thường, trong trường hợp máy ép đùn hai trục vít lớn, độ thanh thải cao hơn mà sau đó có thể tạo ra lớp dày hơn. Do đó, thậm chí có thể là tính năng khử khí giảm (định luật Fick), thay vì tăng tính năng khiến cho máy ép đùn hai trục vít lớn hơn không phải là ưu điểm, mà đúng hơn là nhược điểm. Mặt khác, thời gian lưu kéo dài, cụ thể là trong trường hợp lớp cực mỏng không phải là bất lợi. Do

đó, sản lượng thu được là quá thấp để tạo ra quy trình sản xuất kinh tế định hướng trong thực tiễn.

Do đó, phương pháp được bộc lộ trong DE 28 21 686 A1 không có khả năng ứng dụng và/hoặc không thích hợp cụ thể là đối với quy trình kéo trực tiếp trong thiết bị sản xuất lớn với nhiều dòng tách của chúng, như thông thường trong lĩnh vực polyeste.

Hạn chế tương tự cũng có trong WO 01/74925 A1 mô tả quy trình chiết chân không trong đó thiết bị hóa hơi vòng và/hoặc ống hai giai đoạn được sử dụng. Trước giai đoạn thứ hai, tốt hơn là hơi nước, nhưng cả nito cũng được phun làm chất cuốn trực tiếp trước máy trộn sản phẩm nóng chảy tĩnh để tạo bọt trong việc kết tụ hóa hơi sau đó của giai đoạn chiết thứ hai. Tác dụng đã biết này làm gia tăng quá trình bay hơi của phần chiết.

Đối với phương pháp được mô tả trong WO 01/74925 A1 và với thiết bị tương ứng, điều này là đúng như được mô tả trong DE 28 21 686 A1, nhưng có sự khác biệt ở chỗ thiết bị này còn chiếm nhiều không gian hơn so với thiết bị được bộc lộ trong DE 28 21 686 A1. Ngoài ra, phương pháp như được bộc lộ trong WO 01/74925 A1 liên quan đến nhược điểm khác nữa là chất lượng sản phẩm và độ ổn định của quy trình phụ thuộc rất nhiều vào kích thước tuyệt đối và tính bất biến của kích thước bọt và/hoặc sự phân bố của chúng. Trong trường hợp phương pháp với các yếu tố cứng nhắc như vậy, thường là kích thước bọt phải chịu tính không đồng nhất cục bộ và theo thời gian mà không thể tránh được sẽ dẫn đến tính không đồng nhất tương ứng trong sản phẩm. Việc vận hành ổn định phương pháp như vậy là khó. Đây cũng là lý do, vì sao nito được sử dụng thay cho hơi nước, mà nhấn mạnh độ nhạy của phương pháp đối với tính không đồng nhất của quá trình, điều này cũng sẽ được đề cập đến trong bản mô tả.

Các vòi phun được sử dụng để tạo ra chân không được vận hành với ϵ -caprolactam dạng hơi. ϵ -caprolactam dạng hơi có nhiệt độ 300°C. Vì vậy,

ngoài ra, điều này liên quan đến nguy cơ cao là làm giảm đơn vị cơ bản của PA 6, ϵ -caprolactam. Cuối cùng, ϵ -caprolactam này vẫn được đưa trở về quá trình trùng hợp thông qua hệ thống cấp lại. Nhưng điều cuối cùng này lại là vấn đề, vì chỉ PA 6 bị giảm chất lượng ít có thể gây ra vấn đề trong quy trình kéo xuôi hoặc các quy trình tiếp theo. Ví dụ, việc nhuộm không đều trong vải dệt và/hoặc hiệu suất kéo giảm có thể xảy ra.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp và thiết bị mới khắc phục được các nhược điểm của các kỹ thuật trước đó như được mô tả ở trên. Cụ thể, phương pháp theo sáng chế dẫn đến giá trị chiết thấp, có thể ứng dụng mà cho phép sử dụng trong phương pháp trực tiếp, đồng thời vẫn duy trì chất lượng polyme hỗn hợp. Đồng thời, mục đích còn là để đảm bảo hiệu quả chi phí cao hơn so với quy trình chiết ướt.

Mô tả chi tiết sáng chế

Mục đích được giải quyết bằng phương pháp theo sáng chế và thiết bị theo sáng chế.

Theo sáng chế là phương pháp sản xuất polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp, bao gồm các bước:

- a) tạo ra sản phẩm nóng chảy từ polyamit 6 không chiết;
- b) nạp sản phẩm nóng chảy vào thiết bị khử khí được nối với thiết bị tạo chân không;
- c) chiết ϵ -caprolactam và oligome từ sản phẩm nóng chảy trong chân không;
- d) nạp sản phẩm nóng chảy polyamit 6 đã chiết từ thiết bị khử khí

vào quy trình xử lý tiếp theo của chúng,

trong đó

- thiết bị tạo chân không gồm thiết bị tách sơ bộ ngược dòng được làm mát bằng chất làm mát,
- giữa thiết bị khử khí và thiết bị tách sơ bộ, bộ ngưng trực tiếp được bố trí, và
- bộ ngưng trực tiếp được vận hành với ϵ -caprolactam lỏng mà được tuần hoàn, trong đó để duy trì lượng tuần hoàn không đổi liên tục, lượng ϵ -caprolactam tương ứng với lượng chiết ngưng tụ được lấy ra.

Bất ngờ là, được thấy rằng ngược với phân bố lộ trong tình trạng kỹ thuật cho đến nay, với phương pháp theo sáng chế, giá trị chiết đạt được tạo thuận lợi cho quy trình xử lý PA 6 trực tiếp.

Trong sáng chế, "polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp" là polyamit 6 có tỷ lệ thành phần thấp mà có thể được chiết bằng nước. Cụ thể, hàm lượng của chúng thấp đến mức polyamit 6 có thể thích hợp cho quy trình xử lý tiếp theo.

Phương pháp theo sáng chế gồm thiết bị khử khí tương đối nhỏ cuộn ra ngoài sản phẩm nóng chảy PA 6 không chiết đã nạp thành màng rất mỏng, đảm bảo sự trao đổi bề mặt và tính đồng nhất rất tốt. Ở đây, nguồn sản phẩm nóng chảy tốt hơn là trực tiếp trùng hợp hoặc hạt đã được làm nóng chảy trong máy ép đùn lần nữa và không hề được đưa qua quá trình chiết. Thông thường, khoảng nhiệt độ là từ 260°C đến 285°C. Trong thiết bị khử khí này, từ sản phẩm nóng chảy chưa xử lý, ϵ -caprolactam cũng như oligome được lấy ra trong chân không. Ở đây, áp suất tốt hơn là < 2 mbar tuyệt đối, cụ thể là tốt hơn là < 1 mbar tuyệt đối.

Giữa thiết bị khử khí và thiết bị tạo chân không, bộ ngưng trực tiếp, sau đó là thiết bị tách sơ bộ mà được làm mát bằng chất làm mát được bố trí.

Bộ ngưng trực tiếp đôi khi được biểu thị là bộ ngưng phun, máy rửa chất lỏng chân không hoặc bộ ngưng phun được vận hành với ϵ -caprolactam lỏng tuần hoàn. Theo cách này, ϵ -caprolactam và oligome từ hơi của thiết bị khử khí được ngưng tụ mà không bị nhiễm tạp. Lượng chất ngưng có thể được lấy ra liên tục từ dòng tuần hoàn và có thể được nạp trực tiếp vào quá trình trùng hợp. Vì vậy, phần chính của hơi được tách. Từ bộ ngưng trực tiếp, dòng khí thoát ra vào hướng của thiết bị tạo chân không mà vẫn chứa chỉ lượng dư thấp của ϵ -caprolactam và tùy ý nước mà ở đây, trong điều kiện vận hành, không được tách. Các thành phần dư này trong dòng khí sau đó được tách trong thiết bị tách sơ bộ được làm mát bằng chất làm mát để không có tạp chất đến được thiết bị tạo chân không.

Ngoài ra, thiết bị tách sơ bộ mà được làm mát bằng chất làm mát dẫn đến thực tế là dòng khí hút ra chịu sự co ngót thể tích đáng kể làm cho có thể sử dụng bơm chân không sau đó mà về cơ bản là nhỏ hơn và/hoặc chỉ cho phép quy trình có thể được sử dụng trong các thiết bị sản xuất lớn hiệu quả về mặt kinh tế theo cách thức hợp lý đối với năng lượng cũng như các yêu cầu về không gian. Do đó, ở đây, ngoài tác dụng bảo vệ bơm đơn thuần, còn có tác dụng bổ sung.

Theo dạng cải biến thiết kế có lợi của phương pháp, thiết bị tách sơ bộ có thiết kế hai giai đoạn gồm thiết bị thăng hoa và bộ lọc kim loại tính năng cao tái sinh xuôi dòng. Dạng cải biến làm mát đặc biệt mạnh này (ví dụ, từ 0°C xuống đến -30°C), một mặt, làm tăng tác dụng co thể tích và, mặt khác, dẫn đến việc tách hiệu quả cao. Các phần tử rắn vẫn bị cuốn vào dòng khí ở đây được tách trong bộ lọc kim loại tính năng cao tiếp theo.

Tốt hơn là, thiết bị tách sơ bộ có mặt hai lần và được vận hành luân phiên trong chế độ tách và làm sạch. Vì vậy, việc vận hành liên tục thiết bị được đảm bảo. Trong khi một thiết bị tách sơ bộ được sử dụng để tách, trong thiết bị tách sơ bộ thứ hai, việc làm sạch bộ phận làm mát và tùy ý

phục hồi bộ lọc kim loại tính năng cao có thể được thực hiện.

Trong dạng cải biến thiết kế có thể có của phương pháp, việc xử lý thêm gồm việc bổ sung tùy ý các chất phụ gia vào sản phẩm nóng chảy và quá trình tạo hạt. Trong dạng cải biến thiết kế ưu tiên hơn, việc xử lý thêm gồm bổ sung tùy ý các chất phụ gia vào sản phẩm nóng chảy và quy trình kéo trực tiếp thành sợi dệt và/hoặc tơ, ép đùn phoi hoặc sản xuất thân đúc. Trong cả hai dạng cải biến, việc bổ sung các chất phụ gia cũng có thể đã được thực hiện trong thiết bị khử khí. Do đó, trong dạng cải biến này, phương pháp được đặc trưng bởi ưu điểm là bên cạnh việc chiết hiệu quả trong chân không, ngoài các chất, ví dụ hạt màu, các chất phụ gia khác hoặc các khối kết tụ hoặc chất cải biến khác có thể được phân tán. Điều cuối cùng làm tăng hiệu quả kinh tế và độ linh động của quá trình sản xuất PA 6 thêm lần nữa, bởi vì sẽ phụ thuộc vào nhu cầu thương mại, ngược với cách thức vận hành với, ví dụ một lần bổ sung các chất phụ gia – cụ thể là bổ sung TiO_2 – trong bước trùng hợp đối với mỗi dòng tách được chiết chân không, TiO_2 khác hoặc các hàm lượng khác có thể được điều chỉnh.

Thông qua quy trình xử lý trực tiếp, PA 6 trực tiếp từ bước trùng hợp có thể được xử lý thành chỉ kéo. Ở đây, đối với chất lượng, các yêu cầu đối với chỉ kéo được tạo ra theo cách thông thường được thỏa mãn. Cụ thể, điều này là đáng chú ý do thực tế, vì phương pháp theo sáng chế trong dạng cải biến thiết kế ưu tiên hơn hoạt động hiệu quả về mặt kinh tế hơn so với phương pháp chiết ướt nhiều giai đoạn thông thường với việc kéo sau đó thông qua tách nóng chảy trong máy ép đùn kéo.

Trong dạng cải biến thiết kế ưu tiên của phương pháp, được dự định rằng một hoặc nhiều chất cuốn được trộn vào sản phẩm nóng chảy trong thiết bị khử khí. Vì vậy, quy trình chiết cải tiến có thể đạt được. Đặc biệt trong trường hợp kết hợp các chất cuốn khác nhau, kết quả chiết đối với các dime dạng vòng gây rắc rối đặc biệt có thể được tối ưu hóa lần nữa.

Các chất cuốn mà được sử dụng ở đây tốt hơn là nước, hơi nước, ϵ -caprolactam, nitơ, CO_2 hoặc khí hiếm. Đặc biệt tốt hơn nếu là hơi nước và ϵ -caprolactam. Đặc biệt tốt hơn là khi hơi nước và ϵ -caprolactam được sử dụng cùng nhau. Đặc biệt là trong trường hợp kết hợp này, được thể hiện bất ngờ là mong đợi rằng kết quả chiết với việc sử dụng ϵ -caprolactam bổ sung tổng bị xấu đi là không đúng, và rằng trong dạng kết hợp với hơi nước, lượng dư của các đime dạng vòng có thể được giảm thêm lần nữa.

Tốt hơn là, làm thiết bị khử khí, thiết bị kết tụ khử khí nhiều trục vít hoặc thiết bị hóa hơi màng mỏng được sử dụng. Đặc biệt tốt hơn là, khi thiết bị kết tụ khử khí nhiều trục vít gồm máy ép đùn nhiều trục vít, máy ép đùn có nhiều hơn hai trục vít, máy ép đùn vòng hoặc máy ép đùn nhiều vòng quay. Ví dụ về máy ép đùn này, không kể những cái khác, được bộc lộ trong DE 42 31 232 C1, DE 44 13 965 A1, DE 196 04 228 C1 hoặc DE 101 50 627 A1. Ngược lại với mỗi quan tâm được nêu trong WO 01/74925 A1 nêu trên đối với việc sử dụng máy ép đùn nhiều trục vít do kết quả chiết mà không đáp ứng đối với các yêu cầu cao về hàm lượng chiết và cụ thể là lượng đime trong trường hợp nguyên liệu thô polyamit kỹ thuật, với các máy ép đùn này trong phương pháp theo sáng chế, có thể đạt được kết quả chiết rất tốt mà còn cho phép sử dụng trong quy trình trực tiếp.

Máy ép đùn nhiều trục vít được đặc trưng bởi thực tế rằng chúng dẫn đến khả năng trộn rất tốt của sản phẩm nóng chảy và do đó là sự tái sinh bề mặt và rằng chúng có khả năng tạo ra các lớp cực mỏng. Về mặt này, chúng tốt hơn nhiều so với thiết bị hóa hơi màng mỏng, do chúng không thể đạt được việc trộn hiệu quả cũng như không dễ dàng giảm được đủ độ dày của lớp. Vấn đề cuối cùng bị hạn chế bởi độ nhớt của polyme và có thể được bù lại chỉ bằng nhiệt độ cao hơn. Do đó, việc giảm nhiệt ban đầu hạn chế khả năng làm giảm độ dày của lớp.

Trong dạng cải biến thiết kế có lợi của phương pháp, axit isoxyanic,

ure, biuret, axit xyanuric và/hoặc các chất tương đồng dạng oligome hoặc polyme của ure được trộn vào sản phẩm nóng chảy polyamit 6 sau bước a) và/hoặc c). Axit isoxyanic có thể được sử dụng trực tiếp dưới dạng chất phụ gia hoặc ở dạng hợp chất được nêu bổ sung từ đó nó có thể được giải phóng nhờ sự phơi nhiệt, các chức năng dưới dạng nút đầu đối với chuỗi phân tử và vì vậy, dẫn đến sự giảm mạnh tỷ lệ thành phần chiết. Với sự cải biến polyme, sự hình thành ngược phần chiết cũng được giảm mạnh. Trong phương pháp theo sáng chế, việc bổ sung có thể được thực hiện trực tiếp vào sản phẩm nóng chảy chưa xử lý hoặc sau khi chiết. Việc bổ sung ở cả hai vị trí cũng là có thể.

Đặc biệt đối với tính thích hợp cho quy trình trực tiếp, tác dụng của sự hình thành ngược phần chiết giảm là rất có lợi, do thời gian lưu quá dài trong, ví dụ, máy ép đùn kéo để sản xuất sợi sẽ là có thể. Vì vậy, giá trị chiết thấp của sản phẩm nóng chảy mà đạt được bằng phương pháp theo sáng chế có thể được duy trì lâu hơn giúp tạo thuận lợi cho quy trình kéo thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật.

Theo dạng cải biến thiết kế đặc biệt ưu tiên của phương pháp trong đó sản phẩm nóng chảy polyamit 6 đã chiết được kéo trong quy trình trực tiếp thành sợi dệt và/hoặc tơ, sợi và/hoặc tơ chứa các phần chiết được ở lượng $\leq 0,85\%$ trọng lượng, tốt hơn là $\leq 0,75\%$ trọng lượng, đặc biệt tốt hơn là $\leq 0,65\%$ trọng lượng.

Theo dạng cải biến thiết kế đặc biệt ưu tiên hơn nữa của phương pháp trong đó sản phẩm nóng chảy polyamit 6 đã chiết được kéo trong quy trình trực tiếp thành sợi dệt và/hoặc tơ, sợi và/hoặc tơ chứa các phần chiết được ở lượng $\leq 0,24\%$ trọng lượng monome, $\leq 0,20\%$ trọng lượng dime dạng vòng, $\leq 0,21\%$ trọng lượng trime, $\leq 0,12\%$ trọng lượng tetrame, $\leq 0,04\%$ trọng lượng pentame và $\leq 0,03\%$ trọng lượng hexame.

Vẫn theo dạng cải biến thiết kế đặc biệt ưu tiên hơn nữa của phương

pháp trong đó sản phẩm nóng chảy polyamit 6 đã chiết được kéo trong quy trình trực tiếp thành sợi dệt và/hoặc tơ, sợi và/hoặc tơ có độ lệch chuẩn tương đối của sức căng tại điểm đứt gãy là $< 4\%$ và/hoặc độ lệch chuẩn tương đối của độ bền xé là $< 3\%$ và/hoặc độ lệch chuẩn tương đối hàm lượng là $< 0,45\%$.

Ngoài ra, theo sáng chế là thiết bị sản xuất polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp, bao gồm:

- thiết bị khử khí có đường nạp cho sản phẩm nóng chảy của polyamit 6 không chiết, đoạn nối với thiết bị tạo chân không và đường xả cho sản phẩm nóng chảy polyamit 6 đã chiết đến quy trình xử lý tiếp theo,
- bộ ngưng trực tiếp được bố trí sau thiết bị khử khí nối với thiết bị tạo chân không và được thiết kế để vận hành với ϵ -caprolactam lỏng,
- dòng tuần hoàn đối với ϵ -caprolactam lỏng được nối với bộ ngưng trực tiếp với công cụ vận chuyển, tùy ý công cụ điều hòa và công cụ để lấy ra liên tục lượng ϵ -caprolactam để duy trì lượng tuần hoàn không đổi,
- thiết bị tạo chân không được bố trí sau bộ ngưng trực tiếp và được cung cấp thiết bị tách sơ bộ ngược dòng được làm mát bằng chất làm mát.

Tốt hơn là, thiết bị khử khí gồm công cụ để trộn chất cuốn vào sản phẩm nóng chảy. Phụ thuộc vào loại chất cuốn được sử dụng, chúng có thể là công cụ nạp khí, đo chất rắn hoặc nạp chất lỏng với các bơm hoặc máy ép đùn tương ứng. Phụ thuộc vào vị trí đo và thiết kế của thiết bị khử khí, các công cụ tùy ý còn bao gồm các thiết bị trộn yêu cầu mà phân bố chất cuốn trong sản phẩm nóng chảy.

Đặc biệt tốt hơn là, khi thiết bị tách sơ bộ có thiết kế hai giai đoạn gồm thiết bị thăng hoa và bộ lọc kim loại tính năng cao tái sinh xuôi dòng.

Ngoài ra, tốt hơn là, thiết bị tách sơ bộ có mặt hai lần và được tạo cấu hình để tách và làm sạch luân phiên. Thiết bị này, cụ thể, còn bao gồm công cụ để tự động chuyển đổi thiết bị tách sơ bộ giữa hai trạng thái vận hành.

Tốt hơn là, thiết bị khử khí gồm bộ kết tụ khử khí nhiều trục vít hoặc thiết bị hóa hơi màng mỏng. Đặc biệt tốt hơn là, khi bộ kết tụ khử khí nhiều trục vít gồm máy ép đùn nhiều trục vít, máy ép đùn có nhiều hơn hai trục vít, máy ép đùn dạng vòng hoặc máy ép đùn nhiều vòng quay.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là hình vẽ dạng sơ đồ của thiết bị theo sáng chế.

Fig. 2 là hình vẽ dạng sơ đồ của quy trình trực tiếp kéo thành sợi.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả dựa vào các hình vẽ ví dụ. Các hình vẽ này được đưa ra chỉ nhằm minh họa sáng chế, và chúng không được hiểu là làm giới hạn sáng chế.

Trên Fig. 1, hình vẽ dạng sơ đồ của một ví dụ về thiết bị theo sáng chế được thể hiện.

Trong ví dụ này, thiết bị khử khí (1) gồm máy ép đùn có thiết kế gồm máy ép đùn nhiều trục vít. Ở đây, đặc biệt tốt hơn là khi máy ép đùn dạng vòng của công ty Extricom với tên là RE hoặc máy ép đùn nhiều trục vít hoặc máy ép đùn nhiều vòng quay của công ty Gneuß với tên là MRS được sử dụng.

Sản phẩm nóng chảy polyamit 6 chưa xử lý (8) thu được từ bước trùng hợp được nạp liên tục vào thiết bị khử khí (1). Thông thường, khoảng nhiệt độ là từ 260°C đến 285°C. Sự nạp hơi nước vào máy ép đùn được sử

dụng làm chất cuốn không được thể hiện trên hình vẽ. Một cách liên tục, hơi (10) gồm hơi monome và oligome và nước được rút ra từ máy ép đùn. Độ chân không cần thiết được tạo ra bằng bơm chân không đứng (7). Sản phẩm nóng chảy polyamit 6 đã chiết (9) sau đó được dẫn từ thiết bị khử khí (1) đến quy trình xử lý tiếp theo mà không được thể hiện. Quy trình này có thể là quy trình tạo hạt, đo khối kết tụ và/hoặc kéo sợi trực tiếp.

Hơi (10) được rút ra từ thiết bị khử khí (1) trước tiên được dẫn vào phần bên dưới của bộ ngưng trực tiếp (2). Hơi này được cung cấp từ phía trên bởi bơm tuần hoàn (3) trong dòng đối lưu đối với hơi (10) với ϵ -caprolactam lỏng (11) mà tạo thành màng rơi tự do và/hoặc sương phun để ngưng tụ và được tuần hoàn. Ở các điều kiện này, nước không được tách. Từ phần dưới của bộ ngưng trực tiếp (2), ϵ -caprolactam lỏng cùng với các chất phân tử thấp được ngưng tụ (12) được bơm ra bằng bơm tuần hoàn (3). Ở đây, dòng tuần hoàn được gia nhiệt bằng hơi đã rút ra (10). Để duy trì nhiệt độ không đổi 80-90°C, tốt hơn là 85°C, trong dòng tuần hoàn này, thiết bị trao đổi nhiệt (4) được cung cấp.

Lượng dư ϵ -caprolactam mà thu được từ sự ngưng tụ được loại bỏ sau bơm tuần hoàn (3) ở dòng chảy tràn ϵ -caprolactam (14). Dòng chảy tràn này có thể được sử dụng trong bước thu hồi hoặc trực tiếp trong bước trùng hợp lại.

Ở phía trên của nó, bộ ngưng trực tiếp (2) được nối với bơm chân không đứng (7) thông qua thiết bị thăng hoa (5) và bộ lọc kim loại tính năng cao (6). Các thành phần (13) không ngưng tụ được ở điều kiện xử lý này, như ví dụ nước, và vẫn ra khỏi bộ ngưng trực tiếp (2) được tách trong thiết bị thăng hoa (5) và bộ lọc kim loại tính năng cao (6) được bố trí trước bơm chân không đứng (7).

Bước tách được thực hiện trong hai giai đoạn. Cả hai, độ ẩm và monome dư đều có thể được tách vật lý trong giai đoạn thứ nhất trong thiết bị

thăng hoa (5). Bụi dư và các phần tử mịn được tách trong giai đoạn thứ hai trong bộ lọc kim loại tính năng cao tái sinh (6) sao cho tại bơm chân không đứng (7) chỉ có khí tinh khiết, không có chất lỏng hoặc các phần tử rắn đi đến. Thiết bị tách sơ bộ này có thiết kế gồm thiết bị tách kép được bố trí song song (không thể hiện trên hình vẽ). Trong khi một thiết bị thăng hoa (5) được làm sạch, thiết bị thăng hoa thứ hai sẽ làm công việc tách. Sau đó, chúng được thay đổi lại. Cơ cấu chuyển đổi làm việc tự động. Do đó, quy trình này là quy trình liên tục. Sau đó, từ bơm chân không đứng (7) chỉ khí xả thoát ra ngoài.

Được chỉ ra rằng phương pháp mới dẫn đến giá trị chiết cho phép quy trình trực tiếp thực hiện mà không cần sử dụng kết cấu quá lớn và dễ bị tác động. Ngoài ra, nó còn có thể được sử dụng trong trường hợp kích thước thiết bị với sản lượng là, ví dụ 130 t/ngày. Điều này đạt được cụ thể bằng bơm chân không và hệ thống tách được sử dụng mà bất ngờ là dẫn đến quy trình trực tiếp này tại lần đầu tiên được sử dụng kết hợp với kỹ thuật ép đùn nhiều trục vít hiện đại với polyamit 6 không chiết ở giá trị chiết rất tốt và hiệu quả kinh tế cao. Ngoài ra, có thể sử dụng thiết bị chuẩn.

Trên Fig. 2, hình vẽ dạng sơ đồ của quy trình trực tiếp với bước kéo thành sợi được thể hiện.

Từ vật chứa cuối cùng của quy trình trùng hợp, ống VK (15), thông qua bơm sản phẩm nóng chảy, sản phẩm nóng chảy polyamit 6 sau khi xả trước tiên được vận chuyển thông qua đường sản phẩm nóng chảy chính đến nhánh đường sản phẩm nóng chảy thứ nhất và ở đó được phân bố vào một vài đường sản phẩm nóng chảy tiếp theo. Trong giai đoạn vận chuyển sản phẩm nóng chảy qua đường sản phẩm nóng chảy mà thông thường vẫn được phân nhánh cho đến khi cuối cùng chúng đến được vị trí kéo tương ứng (19-21), sản phẩm nóng chảy đi qua mỗi thiết bị khử khí (16-18), như được thể hiện trên Fig. 1. Ngoài ra, thông qua máy ép đùn khử khí nhiều trục vít, có

thể trộn lẫn và đồng nhất hóa các chất phụ gia cho mục đích kéo sợi mà vẫn được bổ sung ở máy ép đùn khử khí tương ứng (được thể hiện trên hình vẽ bằng các mũi tên bổ sung về phía thiết bị khử khí (16-18)). Ví dụ, trong ba nhánh thể hiện các mức độ làm mờ khác nhau mỗi trong số các sợi tạo ra có thể đạt được bằng cách trộn lẫn các lượng TiO_2 khác nhau trong các thiết bị khử khí (16-18). Ngoài ra, ở đây, ví dụ ure cũng có thể được trộn vào dưới dạng nút đầu để tạo thuận lợi cho thời gian lưu dài hơn trong các ống và các vị trí kéo tiếp theo mà không có sự hình thành ngược phản chiết.

Bước chiết chân không trung tâm ngay sau ống VK (15) lên đến nhánh thứ nhất không thể được sử dụng trong trường hợp thiết bị lớn với, ví dụ 100 đến 200 t/ngày, vì sản phẩm được chiết chân không trong quá trình vận chuyển sản phẩm nóng chảy đến sản phẩm kéo hoàn thiện, bắt đầu với phần chiết dư vừa phải khi thoát khỏi máy ép đùn khử khí trung tâm, một lần nữa rất nhanh tạo thành phần chiết để ngưỡng chấp nhận được tại sợi kéo rất nhanh được vượt quá.

Tuy nhiên, đối với việc sản xuất cái gọi là ‘chất dẻo kỹ thuật’, bộ khử khí trung tâm đơn lẻ, tùy vào kích thước thiết bị, có thể là đủ, vì trong phương pháp tiêu chuẩn với máy đúc phun tách biệt, thời gian lưu lên đến sản phẩm cuối cùng là rất ngắn. Các nhánh đường và thời gian lưu trong phạm vi như thông thường trong các quy trình kéo, bắt đầu từ thiết bị phản ứng cuối cùng, ví dụ đối với PET-POY tốt được sản xuất hàng loạt, không tồn tại ở đó. Ngoài ra, các yêu cầu đối với hàm lượng chiết, ví dụ, sản phẩm cuối ‘chất dẻo kỹ thuật’ thường được xem là thấp (ví dụ 1,5% trọng lượng).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Để so sánh giá trị chiết và các thông số quan trọng nhất của chỉ tạo ra khi so với ví dụ so sánh trong quy trình chuẩn với quy trình chiết ướt và kéo

thông thường qua máy ép đùn kéo, chỉ được tạo ra. Cùng các hạt ban đầu chưa xử lý được sử dụng cho phương pháp theo sáng chế làm quy trình trực tiếp mô phỏng, nghĩa là chúng được làm nóng chảy trong máy ép đùn và sau đó sản phẩm nóng chảy được cấp cho chiết chân không. Để có thể xác định hàm lượng chiết của sản phẩm nóng chảy được chiết, sau khi chiết chân không, trước tiên, hạt được tạo ra và được thử nghiệm. Hạt được tạo ra như vậy sau đó được nạp vào máy ép đùn kéo như trong trường hợp ví dụ so sánh. Việc tạo ra sợi chỉ được thực hiện ở mỗi trong số hai nhiệt độ khác nhau (nhiệt độ kéo khoảng 270°C và khoảng 280°C ở máy ép đùn kéo). Ngoài ra, ở cả hai loạt ví dụ, các chất cuộn khác nhau (nước và nước/ ϵ -caprolactam) được sử dụng.

Trong tất cả các thử nghiệm, sợi định hướng một phần (POY) với độ chuẩn danh định bằng 110 dtex/34 với tỷ lệ giãn dài khoảng 1,3 đối với kết cấu được tạo ra. Máy ép đùn kéo là 45 mm, máy ép đùn 24D của công ty Oerlikon Barmag với sản lượng của sản phẩm nóng chảy là 23,8 kg/h. Vì vậy, tổng thời gian lưu của sản phẩm nóng chảy mà được đo bằng xung đặt vào từ máy ép đùn qua ống và tia kéo với bộ phận đặt vòng quay lên đến chỉ thành phẩm là khoảng 20 phút. Nhiệt độ được đo bằng bộ phận đo trực tiếp trong sản phẩm nóng chảy, khi nó đi ra khỏi ống định hình. Vật liệu mà được nạp vào máy ép đùn kéo được sấy khô đến hàm lượng khoảng 800 ppm nước. Bộ phận cuộn ở phiên bản gấp tám lần với vải godet duo cũng là từ công ty Oerlikon Barmag và được vận hành với tốc độ 4500 m/phút.

a) Phương pháp đo

Tổng hàm lượng chiết của hạt chưa xử lý và được chiết và hàm lượng chiết đơn của ϵ -caprolactam, đime dạng vòng, trime, tetrame, pentame và hexame của sợi chỉ được tạo ra được đo. Ngoài ra, sức căng tại điểm đứt gãy (RD), độ bền xé (RF) và độ chuẩn của sợi chỉ cũng như độ lệch chuẩn tương đối tương ứng của chúng (CV) được xác định.

Xác định hàm lượng chiết

Việc xác định hàm lượng chiết đơn lẻ và tổng hàm lượng chiết được thực hiện theo phương pháp HPLC dựa trên tiêu chuẩn ISO 15033:2000 (E). Khác với nó, các mẫu được điều chế như sau: các thành phần monome và oligome tan trong nước của mẫu PA 6 được chiết trong 8 giờ bằng nước nóng mà được hút tự động và không liên tục. Lượng mẫu được sử dụng là 10,0 g trong trường hợp hạt PA 6 sau bước chiết / sấy khô và 3 - 5 g trong trường hợp tơ chưa xử lý. Lượng này được đặt vào thiết bị chiết và được chiết bằng khoảng 85 ml nước. Sau khi hoàn tất việc chiết, dung dịch chiết được chuyển vào bình đong 100 ml và thiết bị được sử dụng được rửa bằng 15 ml nước. Dung dịch mẫu thu được sau đó được đo theo tiêu chuẩn ISO.

Xác định hàm lượng nước

Để xác định hàm lượng nước của hạt polyamit, chúng được gia nhiệt trong lò dạng ống đến nhiệt độ lên tới 180°C. Dòng nitơ khô dẫn nước bị đuổi ra đến vật chứa được điền đầy metanol không chứa nước trong đó, hàm lượng nước được xác định định lượng theo phương pháp Karl Fischer.

Xác định độ chuẩn

Để xác định độ chuẩn theo dtex (g trên mỗi 10.000 m) hoặc den (g trên mỗi 9.000 m) từ các ống sợi cần được kiểm tra, trước tiên là 500 m sợi được tháo. Sau đó, các ống sợi được bảo quản trong 12 giờ trong môi trường khí quyển chuẩn với nhiệt độ bằng $20 \pm 2^\circ\text{C}$ và độ ẩm không khí tương đối là $65 \pm 2\%$. Trước khi đo lại, khoảng 500 m sợi được tháo từ ống sợi và được loại bỏ. Nhờ guồng sợi chính xác với thiết bị tải trước ở kỳ vọng là 0,05 cN/dtex hoặc 0,05 g/den đối với sợi phẳng theo bảng sau, sợi được tháo.

Độ chuẩn	Chiều dài quần	
	Độ chuẩn (dtex)	Độ chuẩn (den)
< 100 dtex (110 den)	200 m	180 m
100 ... 500 dtex (110 ... 550 den)	100 m	90 m
> 500 dtex (550 den)	50 m	45 m

Trước khi cân, mỗi thắt nút thu được được điều chỉnh trên giá treo ở môi trường khí quyển chuẩn trong 30 phút. Mỗi phép đo được thực hiện với mỗi ống sợi.

Độ lệch chuẩn tương đối (CV_B) của độ chuẩn giữa ống sợi được tính bằng công thức

$$CV_B(\%) = \frac{n \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \left[\sum x_i^2 - \frac{1}{n} \cdot (\sum x_i)^2 \right]}}{\sum x_i} \cdot 100$$

trong đó CV_B : độ lệch chuẩn tương đối

n : số lượng ống sợi

x_i : độ rộng của các ống sợi đơn.

Để xác định, ít nhất tám ống sợi được sử dụng.

Xác định độ bền kéo và sức căng ở điểm tải tối đa

Việc xác định độ bền kéo và sức căng ở điểm tải tối đa dựa trên độ chuẩn được thực hiện trên các mẫu được bảo quản trong 12 giờ ở môi trường khí quyển chuẩn với nhiệt độ là $20 \pm 2^\circ\text{C}$ và độ ẩm không khí tương

đôi là $65 \pm 2\%$. Trước tiên, như được mô tả ở trên, độ chuẩn của sợi được xác định. Sau đó, khoảng 500 m sợi được tháo và loại bỏ.

Với mỗi ống sợi, 20 lần đo độ bền kéo-sức căng được thực hiện trong máy thử độ bền kéo và các kết quả đơn lẻ của mỗi lần đo được tính trung bình số học. Khoảng cách giữa các kẹp là $200 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$, tốc độ đo là 2000 mm/phút và kỳ vọng là 0,05 cN/dtex hoặc 0,05 g/den. Độ bền kéo dựa trên độ chuẩn được tính bằng cách lấy giá trị tải tối đa trung bình chia cho độ chuẩn đã xác định.

Độ lệch chuẩn tương đối của độ bền kéo và sức căng ở điểm tải tối đa được tính dựa vào phương trình

$$CV(\%) = \frac{n \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \left[\sum x_i^2 - \frac{1}{n} \cdot (\sum x_i)^2 \right]}}{\sum x_i} \cdot 100$$

trong đó: CV = độ lệch chuẩn tương đối (%)

n = số giá trị trung bình (CV_B)

x_i = giá trị trung bình (CV_B).

b) Ví dụ so sánh 1.1 và 1.2

Trong quy trình chuẩn, hạt ban đầu chưa xử lý được chiết ước. Tổng hàm lượng chiết sau khi chiết ước là 0,21% trọng lượng. Sau đó, hạt PA 6 đã được chiết được kéo ở vị trí kéo thành POY. Trong quá trình kéo, hạt có hàm lượng nước là 800 ppm. Hàm lượng chiết của sợi chỉ thành phẩm trong ví dụ so sánh 1.1 là 0,77% trọng lượng ($T_{\text{ổng định hình}} = 280^\circ\text{C}$) và trong ví dụ so sánh 1.2 là 0,57% trọng lượng ($T_{\text{ổng định hình}} = 268^\circ\text{C}$).

c) Ví dụ 2.1 và 2.2

Làm máy ép đùn khử khí, máy ép đùn dạng vòng model RE3, 32D từ công ty Extricom được sử dụng. Hạt ban đầu chưa xử lý với hàm lượng

nước khoảng 1000 ppm được làm nóng chảy trong máy ép đùn và sản phẩm nóng chảy được nạp vào máy ép đùn khử khí mà được vận hành với sản lượng là 350 kg/h ở tốc độ 450 vòng/phút. Độ chân không được đặt vào đó là 1 mbar tuyệt đối và được tạo ra nhờ bơm đứng với thiết bị thăng hoa và bộ lọc kim loại tính năng cao tái sinh ngược dòng. Thiết bị thăng hoa được vận hành ở nhiệt độ -20°C . Hơi từ máy ép đùn khử khí, trước thiết bị thăng hoa, được dẫn qua bộ ngưng trực tiếp với dòng tuần hoàn của ϵ -caprolactam được vận hành ở 85°C . Làm chất cuốn, 0,75% trọng lượng nước được đo vào máy ép đùn khử khí. Sau đó, sản phẩm nóng chảy đã chiết được xử lý thành hạt. Tổng hàm lượng chiết của các hạt sau khi chiết chân không trong ví dụ 2.1 là 0,31% trọng lượng ($T_{\text{đinh}} = 280^{\circ}\text{C}$) và trong ví dụ 2.2 là 0,28% trọng lượng ($T_{\text{đinh}} = 269^{\circ}\text{C}$).

Hạt tạo ra nhờ chiết chân không sau đó được kéo như trong ví dụ so sánh thành POY và giá trị chiết được xác định. Ở đây, được chỉ ra là giá trị chiết của con đường trực tiếp (mô phỏng và kinh tế hơn) là tuyệt đối có thể ngang với quy trình chiết ướt tốn kém. Hàm lượng chiết trong sợi chỉ thành phẩm trong ví dụ 2.1 là 0,83% trọng lượng ($T_{\text{ổng định hình}} = 282^{\circ}\text{C}$) và trong ví dụ 2.2 là 0,65% trọng lượng ($T_{\text{ổng định hình}} = 271^{\circ}\text{C}$). Do đó, đối với các sản phẩm thông thường, phương pháp sản xuất quy mô lớn theo sáng chế là rất thích hợp, đồng thời với hiệu quả kinh tế được cải thiện đáng kể.

d) Ví dụ 3.1 và 3.2

Trong các ví dụ 3.1 và 3.2, ở các điều kiện thử nghiệm giống nhau như trong ví dụ 2.1 và 2.2, ngoài 0,75% trọng lượng nước dùng làm chất cuốn, 5% trọng lượng ϵ -caprolactam cũng được đo vào máy ép đùn khử khí.

Tổng hàm lượng chiết của các hạt sau khi chiết chân không trong ví dụ 3.1 là 0,30% trọng lượng ($T_{\text{đinh}} = 281^{\circ}\text{C}$) và trong ví dụ 3.2 là 0,26% trọng lượng ($T_{\text{đinh}} = 269^{\circ}\text{C}$). Hàm lượng chiết trong sợi chỉ thành phẩm trong ví dụ 3.1 là 0,81% trọng lượng ($T_{\text{ổng định hình}} = 281^{\circ}\text{C}$) và trong ví dụ

3.2 là 0,62% trọng lượng ($T_{\text{ổng định hình}} = 271^{\circ}\text{C}$). Cụ thể, có thể thấy là oligome dạng vòng bất lợi được giảm.

Trong các bảng 1 và 2 dưới đây, kết quả các lần đo ở các thành phần sợi chỉ và phân chiết được đưa ra. Trong bảng 1, còn có thể thấy rằng không chỉ giá trị chiết đạt được bằng phương pháp theo sáng chế ngang bằng với quy trình chiết uớt được thiết lập trong tình trạng kỹ thuật, mà cả các thông số đặc điểm cơ học quan trọng nhất của sợi tạo ra cũng như biên dao động của chúng đạt được mức tình trạng kỹ thuật.

Ví dụ	DH [%]	CV (DH) [%]	ZF [cN/dtex]	CV (ZF) [%]	CV (hàm lượng chuẩn) [%]	Phân chiết (sợi chỉ) [% trọng lượng]
1.1	73,5	3,7	4,0	2,6	0,43	0,77
1.2	73,0	3,6	4,1	3,6	0,43	0,57
2.1	73,8	3,7	4,1	2,7	0,42	0,83
2.2	72,9	3,6	4,1	2,5	0,44	0,65
3.1	73,2	3,9	4,1	2,6	0,42	0,81
3.2	72,6	3,5	4,1	2,4	0,43	0,62

Bảng 1: Kết quả đo của sợi chỉ (DH = sức căng ở điểm tải tối đa, ZF = độ bền kéo, CV = độ lệch chuẩn tương đối)

Ví dụ	Hàm lượng chiết [% trọng lượng]						
	Monome	Đime dạng vòng	Trime	Tetrame	Pentame	Hexame	Tổng
Hạt ban đầu	9,86	0,81	0,32	0,19	0,06	0,03	11,27
1.1	0,09	0,09	0,16	0,15	0,17	0,11	0,77
1.2	0,07	0,08	0,11	0,11	0,11	0,09	0,57
2.1	0,23	0,20	0,21	0,12	0,04	0,03	0,83
2.2	0,18	0,16	0,17	0,09	0,03	0,02	0,65
3.1	0,29	0,16	0,18	0,11	0,04	0,03	0,81
3.2	0,24	0,12	0,14	0,08	0,03	0,01	0,62

Bảng 2: Thành phần chiết của sợi chỉ

Số viện dẫn

- 1 thiết bị khử khí
- 2 bộ ngưng trực tiếp
- 3 bơm tuần hoàn
- 4 thiết bị trao đổi nhiệt
- 5 thiết bị thăng hoa
- 6 bộ lọc kim loại tính năng cao
- 7 bơm chân không đứng

- 8 sản phẩm nóng chảy polyamit 6 chưa xử lý
- 9 sản phẩm nóng chảy polyamit 6 được chiết
- 10 hơi
- 11 ϵ -caprolactam lỏng
- 12 ϵ -caprolactam lỏng với các chất phân tử thấp được ngưng tụ
- 13 thành phần không ngưng tụ
- 14 dòng chảy tràn ϵ -caprolactam
- 15 ống VK
- 16-18 thiết bị khử khí
- 19-21 vị trí kéo

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp sản xuất polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp, bao gồm các bước:

- a) tạo ra sản phẩm nóng chảy của polyamit 6 không chiết;
- b) nạp sản phẩm nóng chảy vào thiết bị khử khí (1) được nối với thiết bị tạo chân không;
- c) chiết ϵ -caprolactam và oligome từ sản phẩm nóng chảy trong chân không;
- d) nạp sản phẩm nóng chảy polyamit 6 đã chiết từ thiết bị khử khí (1) vào quy trình xử lý tiếp theo,

trong đó:

- thiết bị tạo chân không (1) bao gồm thiết bị tách sơ bộ ngược dòng được làm mát bằng chất làm mát,
- bộ ngưng trực tiếp (2) được bố trí giữa thiết bị khử khí (1) và thiết bị tách sơ bộ, và
- bộ ngưng trực tiếp (2) được vận hành với ϵ -caprolactam lỏng mà được tuần hoàn, trong đó để duy trì lượng tuần hoàn không đổi liên tục, lượng ϵ -caprolactam tương ứng với lượng chiết đã ngưng tụ được lấy ra,

khác biệt ở chỗ,

trong thiết bị khử khí (1), một hoặc nhiều chất cuốn được trộn vào sản phẩm nóng chảy có một thành phần là ϵ -caprolactam.

2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, quy trình xử lý tiếp theo gồm

bước bổ sung tùy ý các chất phụ gia vào sản phẩm nóng chảy và a) tạo hạt hoặc b) quy trình trực tiếp kéo thành sợi dệt và/hoặc tơ, ép đùn phoi hoặc sản xuất thân đúc, trong đó việc bổ sung các chất phụ gia cũng có thể đã được thực hiện trong thiết bị khử khí (1).

3. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, chất cuốn được chọn từ nước, hơi nước, nitơ, CO₂ hoặc khí hiếm.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, thiết bị tách sơ bộ có thiết kế hai giai đoạn gồm thiết bị thăng hoa (5) và bộ lọc kim loại tính năng cao tái sinh xuôi dòng (6).

5. Phương pháp theo điểm 4, khác biệt ở chỗ, thiết bị tách sơ bộ có mặt hai lần và được vận hành luân phiên theo chế độ tách và làm sạch.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, thiết bị khử khí (1) gồm bộ kết tụ khử khí nhiều trục vít hoặc thiết bị hóa hơi màng mỏng.

7. Phương pháp theo điểm 6, khác biệt ở chỗ, bộ kết tụ khử khí nhiều trục vít gồm máy ép đùn nhiều trục vít, máy ép đùn có nhiều hơn hai trục vít, máy ép đùn dạng vòng hoặc máy ép đùn nhiều vòng quay.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, axit isoxyanic, ure, biuret, axit xyanuric và/hoặc chất tương đồng dạng oligome hoặc polyme của ure được trộn vào sản phẩm nóng chảy polyamit 6 sau bước a) và/hoặc c).

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 tới 8, khác biệt ở chỗ, sợi dệt và/hoặc tơ được kéo trong quy trình trực tiếp chứa các phân chiết được ở lượng $\leq 0,85\%$ trọng lượng, tốt hơn là $\leq 0,75\%$ trọng lượng, đặc biệt tốt hơn là $\leq 0,65\%$ trọng lượng.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 tới 9, khác biệt ở chỗ, sợi dệt và/hoặc tơ được kéo trong quy trình trực tiếp chứa các phần chiết được ở lượng $\leq 0,24\%$ trọng lượng monome, $\leq 0,20\%$ trọng lượng dime dạng vòng, $\leq 0,21\%$ trọng lượng trime, $\leq 0,12\%$ trọng lượng tetrame, $\leq 0,04\%$ trọng lượng pentame và $\leq 0,03\%$ trọng lượng hexame.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 tới 10, khác biệt ở chỗ, sợi dệt và/hoặc tơ được kéo trong quy trình trực tiếp có độ lệch chuẩn tương đối của sức căng tại điểm đứt gãy là $< 4\%$ và/hoặc độ lệch chuẩn tương đối của độ bền xé là $< 3\%$ và/hoặc độ lệch chuẩn tương đối của hàm lượng là $< 0,45\%$.

12. Thiết bị sản xuất polyamit 6 có hàm lượng chiết thấp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 11, bao gồm:

- thiết bị khử khí (1) có đường nạp cho sản phẩm nóng chảy của polyamit 6 không chiết, đoạn nối với thiết bị tạo chân không và đường xả cho sản phẩm nóng chảy polyamit 6 đã chiết đến quy trình xử lý tiếp theo,
- bộ ngưng trực tiếp (2) được bố trí sau thiết bị khử khí (1) nối với thiết bị tạo chân không và được thiết kế để vận hành với ϵ -caprolactam lỏng,
- dòng tuần hoàn đối với ϵ -caprolactam lỏng được nối với bộ ngưng trực tiếp (2) với công cụ vận chuyển, tùy ý công cụ điều hòa và công cụ để lấy liên tục lượng ϵ -caprolactam để duy trì lượng tuần hoàn không đổi,
- thiết bị tạo chân không được bố trí sau bộ ngưng trực tiếp (2) và được cung cấp thiết bị tách sơ bộ ngược dòng được làm mát bằng chất làm mát,

khác biệt ở chỗ,

thiết bị khử khí (1) bao gồm công cụ để trộn một hoặc nhiều chất cuốn vào sản phẩm nóng chảy có một thành phần là ϵ -caprolactam.

13. Thiết bị theo điểm 12, khác biệt ở chỗ, thiết bị tách sơ bộ có thiết kế hai giai đoạn gồm thiết bị thăng hoa (5) và bộ lọc kim loại tính năng cao tái sinh xuôi dòng (6).

14. Thiết bị theo điểm 12 hoặc 13, khác biệt ở chỗ, thiết bị tách sơ bộ thiết bị tách sơ bộ có mặt hai lần và được tạo cấu hình để vận hành tách và làm sạch luân phiên.

15. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 12 tới 14, khác biệt ở chỗ, thiết bị khử khí (1) gồm bộ kết tụ khử khí nhiều trục vít hoặc thiết bị hóa hơi màng mỏng.

16. Thiết bị theo điểm 15, khác biệt ở chỗ, bộ kết tụ khử khí nhiều trục vít gồm máy ép đùn nhiều trục vít, máy ép đùn có nhiều hơn hai trục vít, máy ép đùn dạng vòng hoặc máy ép đùn nhiều vòng quay.

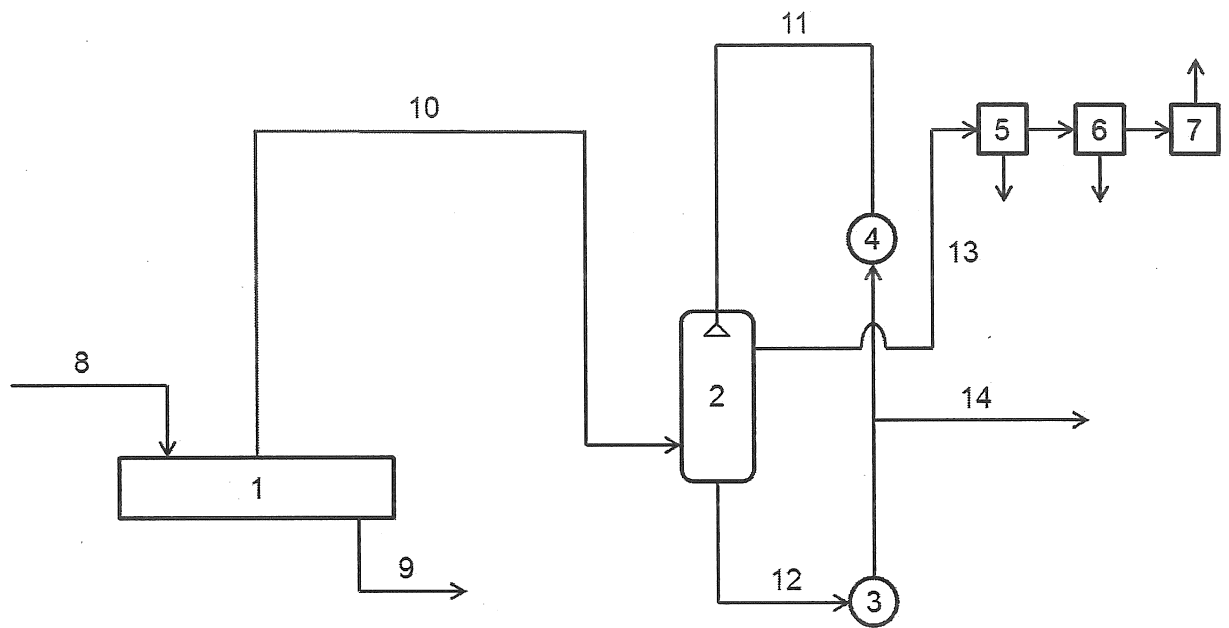


Fig. 1

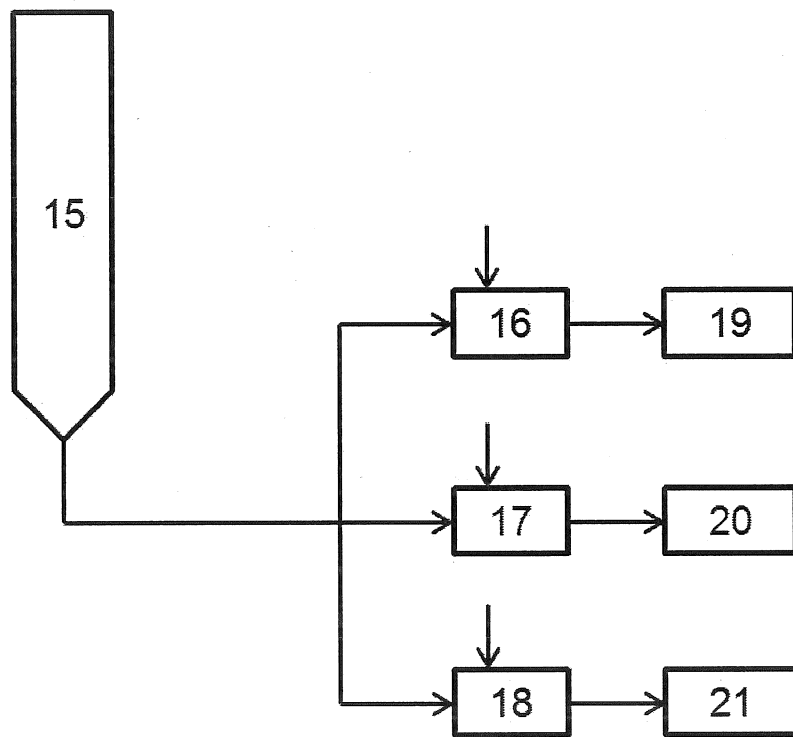


Fig. 2