

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

66151

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12c,1

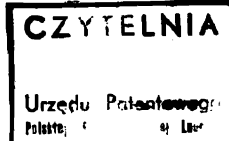
Zgłoszono: 13.V.1967 (P 120 531)

Pierwszeństwo: _____

MKP B01d 11/00

Opublikowano: 15.IX.1972

UKD



Współtwórcy wynalazku: Wiktor Albrecht, Jan Goszczyński, Franciszek Grabiński, Janina Kolarz, Zbigniew Płonka, Kazimierz Balcerzak

Właściciel patentu: Zakłady Włókien Sztucznych STILON, Gorzów Wielkopolski (Polska)

Sposób ekstrakcji ziarnistego poliamidu 6

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ekstrakcji ziarnistego poliamidu 6 w celu wymycia składników rozpuszczalnych w wodzie.

Jak wiadomo, surowy poliamid 6 zawiera 8—10% nieprzereagowanego kaprolaktamu i 2—3% niskocząsteczkowych produktów polimeryzacji kaprolaktamu trudnorozpuszczalnych w wodzie. Obecność tych substancji w poliamidzie, przeznaczonym do wytwarzania włókien jest niepożądana i powinna być obniżona do około 1,5% lub poniżej tej wartości.

Znane dotąd sposoby usuwania niskocząsteczkowych składników z surowego ziarnistego poliamidu 6 polegają na mieszaniu tego produktu z gorącą wodą lub z wodnymi roztworami kaprolaktamu. Jedne z nich zalecają stosowanie kilkakrotnej ekstrakcji każdej porcji poliamidu umieszczonej w ekstraktorze coraz słabszymi roztworami otrzymanymi podczas ługowania poprzednich porcji poliamidu. Wadą tych sposobów jest konieczność 4—6-ciokrotnej wymiany roztworów ekstrakcyjnych w ilości łącznej około 8 m³ na 1 tonę poliamidu; uzyskuje się przy tym końcowy roztwór o zawartości 5—7% kaprolaktamu.

Odzyskiwanie kaprolaktamu z tak rozcieńczonego roztworu wymaga odparowania znacznych ilości wody przewyższających wielokrotnie ilość odzyskanego surowca. Mimo zastosowania tak znacznych ilości roztworów płuczących w granulacie pozostaje około 1,7% do 2,2% ekstraktu. Wymiana

2

roztworów płuczących przez okresowe odpuszczanie jednego roztworu i ponowne zalewanie gorącego granulatu poliamidowego kolejnym roztworem naraża granulaty na działanie powietrza, co powoduje jego powierzchniowe utlenienie i obniża przydatność jako tworzywa włóknotwórczego.

Inne sposoby dotychczas znane a polegające na ciągłym przesuwaniu ziarnistego poliamidu przez roztwór ekstrahujący, płynący w przeciwnym kierunku, pozwalają wprowadzić na uzyskanie roztworów bardziej stężonych (do 18%) przy jednoczesnym obniżeniu zawartości ekstraktu w granulacie do 1,5% lub mniej, jednak powierzchnia ziarn granulatu ulega przy tym uszkodzeniu ruchomymi elementami ekstraktora; jednocześnie ziarnisty poliamid narażony jest na mechaniczne zanieczyszczenia okruchami metalu, pyłem poliamidowym i smarami. Produkt taki jest mało przydatny do wytwarzania włókien poliamidowych.

Wszechstronne przebadanie mechanizmu procesu ekstrakcji ziarnistego poliamidu 6 wykazało obecnie, że wymywanie związków niskocząsteczkowych (kaprolaktamu i oligomerów poliamidu 6) ma charakter dyfuzyjny, przy czym intensywność tego procesu zależy przede wszystkim od uprzedniego spęcznienia granulowanego poliamidu 6 pod wpływem działania nań stężonymi wodnymi roztworami kaprolaktamu. Stwierdzono, że następuje przy tym spęcznienie ziarn poliamidu 6 tym większe, im wyższe jest stężenie kaprolaktamu w roztwo-

rze spęczniającym. Stwierdzono też, że wykonanie procesu ekstrakcji w zespole ekstraktorów połączonych w baterię umożliwia uzyskanie nadspodziewanie niskich zawartości ekstraktu pozostałego w ziarnach poliamidowych przy jednoczesnym uzyskaniu wysokich stężeń roztworu opuszczającego baterię.

Sposób ekstrakcji kaprolaktamu z granulatu poliamidu 6 według wynalazku polega na zastoso-
waniu stężonych gorących wodnych roztworów kaprolaktamu do wstępnego spęcznienia granulatu poliamidowego przeznaczonego do ekstrakcji, sys-
temem baterijnym. Spęcznienie prowadzi się ko-
rzystnie w temperaturze zawartej między 40 i 120°C, w ciągu 1—4 godzin w jednym z 6 do
12-tu ekstraktorów połączonych w baterię. Roz-
twór spęczniający, korzystnie o stężeniu 12—32% kaprolaktamu, jest roztworem odebrany uprzed-
nio z tejże baterii ekstrakcyjnej i korzystnie ilość
jego wynosi 0,8—1,5 części wagowych na 1 część
wagową granulatu. Spęczniony granulat poliami-
dowy poddaje się następnie działaniu gorących,
wodnych roztworów kaprolaktamu o stężeniu ma-
lejącym, np. od 20% do 0,2%, przy czym stosuje
się kierunek przepływu tych roztworów w kolej-
nych ekstraktorach baterii z góry ku dołowi.

Ekstraktor wypełniony gorącym ekstrahowanym
granulatem poliamidowym zasila się wodą świeżą
zimną wprowadzoną od dołu ekstraktora; powodu-
je to wyparcie gorącej wody zawartej w ekstrak-
torze górnym do ekstraktora następnego. Tym samym
granulat zawarty w ekstraktorze zostaje oziębio-
ny, np. do temperatury 15—40°C i może być wy-
ładowany bez obawy jego utlenienia.

Wykres pracy baterii według wynalazku przed-
stawiony jest na fig. 1. Dla porównania przedsta-
wiono na fig. 2 wykres pracy baterii sposobem
dotychczas znanym.

W obu wykresach na osi odciętych T odłożono
czas w minutach, a na osi rzędnych objętościową
szybkość V odbioru roztworu z baterii. Wielkość
zakreskowanych pól odpowiada ilości roztworu
odebranego z kolejnych ekstraktorów. Widoczna
jest ciągłość odbioru roztworu z baterii prowa-
dzonej sposobem według wynalazku; możliwe są
przy tym jedynie krótkotrwałe przerwy w odbio-
rze w chwili włączania do obiegu ekstraktora wy-
pełnionego spęcznionym granulatem i roztworem
spęczniającym, a wynikające z manipulacji zawo-
rami. Natomiast ekstrakcja prowadzona na tej sa-
mej baterii sposobami dotąd znanymi daje odbiór
roztworu z długotrwałymi przerwami koniecznymi
dla wypełnienia roztworem ekstraktora włączonego
do obiegu.

Zastosowanie sposobu ekstrakcji według wyna-
lazku wykazało szereg nieoczekiwanych korzyści.
Osiągnięto skrócenie sumarycznego czasu działa-
nia roztworów na poliamid z około 20 godzin do
11 godzin, uzyskując jednocześnie dokładniejsze
usunięcie części rozpuszczalnych z granulatu, po-
zostaje 0,8—1,0% zamiast 1,7—2,0%.

Równolegle wyeliminowano niemal całkowicie
możliwość utlenienia ekstrahowanego granulatu
powietrzem. Uzyskano przy tym wysokie stężenie
roztworu opuszczającego baterię 12,32% wobec za-

wartości 8—10% ekstraktu w granulacie użytym
do ekstrakcji. Ponadto sposób według wynalazku
umożliwia jednoczesne prowadzenie ekstrakcji po-
liamidów różniących się między sobą ciężarem
cząsteczkowym, zawartością pigmentów w jednej
baterii.

Przykład I. Do ekstraktora 1 (fig. 3) baterii
składającej się z ośmiu ekstraktorów połączonych
przewodami rurowymi w obieg kołowy i wypeł-
nionych granulowanym poliamidem 6 w ilości
3 600 kg każdy wprowadza się od dołu 4,8 m³ zim-
nej czystej wody z sieci w ciągu 90 minut. Woda
ta wypiera zawartą w tym ekstraktorze wodę go-
rącą (95°C) o zawartości 0,0—2% ekstraktu.

Wyparta woda z ekstraktora 1 przepływa przez
podgrzewacz 1a do górnej części ekstraktora 2,
z którego wypiera dołem zawartą w nim roztwór
poprzez podgrzewacz 2a do kolejnych ekstraktorów
3, 4, 5, 6 poprzez odpowiednie podgrzewacze 3a,
4a, 5a i 6a do ekstraktora 7 wypełnionego suro-
wym ziarnistym poliamidem 6 o zawartości 10%
substancji rozpuszczalnych w wodzie zalany
3 000 kg roztworu o temp. 95°C i stężeniu 18%
ekstraktu ze zbiornika 9.

Roztwór ten odebrano z baterii do zbiornika 9
w okresie poprzednim. Roztwór stężony z ekstrak-
tora 7 spływa do zbiornika 9 w ilości 4 800 kg
w ciągu 90 minut, jego stężenie wzrasta począt-
kowo z 18% do 20% a następnie spada do około
14% tak, że stężenie średnie odebrane w ciągu
90 minut porcji równe jest 18%.

Podczas odbioru z ekstraktora 7 ekstraktor 8
zostaje opróżniony z wyekstrahowanego granulatu
i wody zimnej. Granulat po ekstrakcji zawiera
0,8% ekstraktu i około 12% wilgoci. Po opróżnie-
niu ekstraktora 8 nalewa się doń 3 000 kg 18%
roztworu ze zbiornika 9 przez podgrzewacz 10
i nasypuje doń 3 600 kg surowego granulowanego
poliamidu 6, po czym się go włącza do obiegu
wyłączając jednocześnie z obiegu ekstraktor 1.

Przykład II. Postępowanie jak w przykła-
dzie 1 z tym, że do zalania surowego granulatu
używa się 3 000 kg roztworu o stężeniu 32%
ekstraktu i odbiera z baterii składającej się z 10
ekstraktorów, 4 000 kg roztworu o stężeniu śred-
nim 32% w ciągu 120 minut. Jednocześnie zasila
się baterię 4 000 kg zimnej wody z sieci. Zawar-
tość ekstraktu w granulacie 0,8±0,1%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ekstrakcji granulowanego poliamidu 6,
wodnymi roztworami kaprolaktamu w złożu nie-
ruchomym systemem baterijnym, **znamienny tym**,
że przeznaczony do ekstrakcji granulatu poliami-
dowy poddaje się uprzedniemu spęczniającemu
działaniu na gorącymi wodnymi roztworami kap-
rolaktamu w jednym z ekstraktorów baterii,
przed włączeniem go do układu baterijnego, przy-
czym spęcznianie granulatu poliamidowego pro-
wadzi się stosując część roztworu o najwyższym
stężeniu kaprolaktamu, uprzednio odebranego z
odpowiedniego ekstraktora baterii.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że
do spęczniania granulowanego poliamidu 6 stosuje

5

się wodne roztwory kaprolaktamu o stężeniu znacznie przekraczającym zawartość kaprolaktamu w granulacie poliamidowym, lecz dowolnie wybranym z zakresu od 12% do 32%.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że wstępne spęczniające działanie trwa od 30 minut do 3 godzin.

4. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**,

6

że proces spęczniania i ekstrakcji granulowanego poliamidu 6 prowadzi się w temperaturze między 40°C a 120°C.

5. Sposób według zastrz. 1—4, **znamienny tym**, że ilość roztworu, używanego do wstępnego spęczniania granulatu poliamidu 6, zawarta jest od 0,8 do 1,5 części wagowych na 1 wagową część granulatu poliamidowego.

Fig. 1

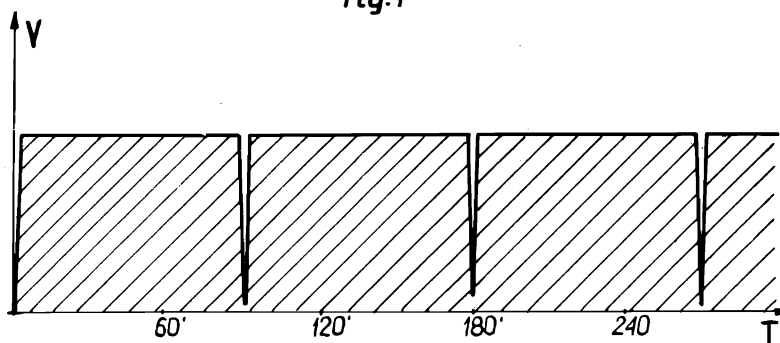


Fig. 2

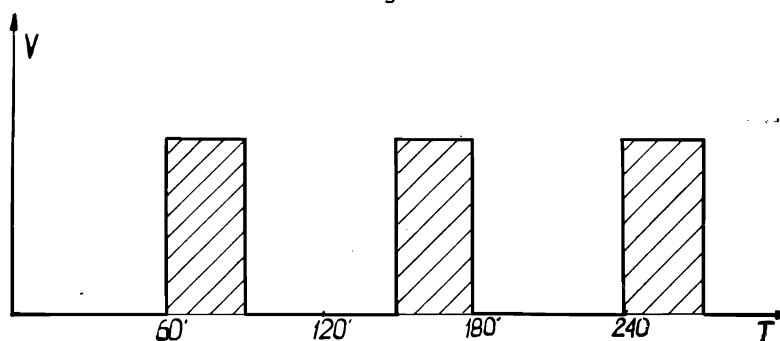


fig. 3

