



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 82 07 01 (P. 237 257)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 05 07

Opis patentowy opublikowano: 1986 11 15

CZYJELNIA

Urzedu Patentowego

Int. Cl⁸

C07D 223/12

Twórcy wynalazku: Henryk Błasiński, Czesław Kuncewicz, Tadeusz Urbanowicz, Konstanty Makal, Jan Telega, Czesław Brożek, Magdalena Malinowska, Marek Gwizdak, Apolonia Kawula, Józef Malec, Stanisław Frydrych

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego,
Tarnów (Polska)

Sposób wytwarzania kaprolaktamu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania ϵ -kaprolaktamu przez beckmannowskie przegrupowanie oksymu cykloheksanonu pod wpływem oleum.

Efekt cieplny tej silnie egzotermicznej reakcji, w połączeniu z efektem łączenia się oleum z zawartą w środowisku reakcji wodą, może powodować występowanie w tym środowisku miejscowych przegrzań. Stwarzają one warunki do przebiegu reakcji ubocznych, których produkty stanowią zanieczyszczenia kaprolaktamu, trudne następnie do usunięcia. Z tego względu celowe jest możliwie maksymalne ograniczenie tworzenia się ich w procesie przegrupowania przez eliminację możliwości powstawania lokalnych przegrzań masy reakcyjnej. Można to osiągnąć na drodze szybkiej homogenizacji wprowadzanych do reaktora czynników z jego zawartością tak, aby reakcja przegrupowania przebiegała w dużym rozcieńczeniu i w całej masie reakcyjnej.

Według znanych sposobów proces przegrupowania prowadzi się zwykle w układzie z wymuszonym obiegiem mieszaniny reakcyjnej przez reaktor—mieszalnik z odbiorem ciepła za pomocą chłodnicy wbudowanej w reaktor, bądź usytuowanej oddzielnie w obiegu. Czynniki reakcji wprowadza się — często za pomocą dysz — do reaktora, gdzie ulegają rozproszeniu za pomocą mieszadła. Znany jest też ze szwajcarskiego opisu patentowego nr 454 876 sposób, w którym oksym i oleum wpro-

2

wadza się wprost do rurociągów obiegowych mieszaniny reakcyjnej. Za pomocą dysz wtłacza się je do oddzielnych, przelotowych mieszalników umieszczonych w różnych punktach obiegu tej mieszaniny wyposażonego ponadto w chłodnicę i zbiornik odbioru produktu. Sposób ten zapewnia dobrą homogenizację reagentów i uzyskanie produktu przegrupowania o niskiej zawartości produktów ubocznych, wymaga jednak dużych nakładów energetycznych i pokonania trudności techniczno-eksploatacyjnych, związanych ze skomplikowaną aparaturą.

Stwierdzono, że można — prowadząc proces w reaktorze—mieszalniku — uzyskać produkt przegrupowania co najmniej równej, jak w sposobach znanych, jakości. Według wynalazku oksym cykloheksanonu i oleum kieruje się za pomocą dysz na łopatkę oddzielnych, obracających się mieszadeł, rozmieszczonych na wspólnym wale, w odległości nie mniejszej niż ich średnica. Korzystnie jest kierować strumienie reagentów na zewnętrzne końce łopatek mieszadeł, przy czym prędkość liniowa zewnętrznego końca łopatek powinna się zawierać w granicach 2—12 m/s. Odległość między mieszadłami zapobiega bezpośredniemu kontaktowaniu się reagentów ze sobą.

Pojedyncze strumienie reagentów wypływające z dysz kolektorów rozdzielczych ulegają szybkiemu rozprowadzeniu w masie reakcyjnej. Ten bardzo szybki proces eliminuje możliwość powstania lo-

kalnych przegrzań, gdyż reagenty kontaktują się ze sobą w dużym rozcieńczeniu. Ciepło powstające w wyniku reakcji odbierane jest w chłodnicy, umieszczonej na zewnątrz reaktora. Cyrkulację mieszaniny w układzie reaktor — chłodnica zapewnia pompa obiegowa.

Sposób według wynalazku jest łatwy w eksploatacji, zapewnia dobrą homogenizację reagentów przy zmniejszonych nakładach energetycznych.

Wynalazek objaśniono bliżej w przykładzie wykonania z powołaniem się na rysunek, stanowiący schemat przebiegu procesu.

Przykład. 1000 kg/h ciekłego oksymu cykloheksanonu o zawartości 44 kg wody, ze zbiornika 1 podaje się pompą 2 do reaktora 3. Analogicznie do reaktora 3 ze zbiornika 4 pompą 5 tłoczy się 25% oleum w ilości 1200 kg/h. W reaktorze 3 umieszczone są dwa szybkoobrotowe mieszadła turbinowe 6 i 7 osadzone na wspólnym wale 8 przy czym odległość między mieszadłami jest nie mniejsza niż średnica mieszadła.

Nad mieszadłami znajdują się kolektory rozdzielcze oksymu 9 i oleum 10 wyposażone w dysze skierowane na końce łopatek mieszadeł. Ciepłe reagenty, tłoczone z dysz z dużą prędkością uderzają w obracające się łopatki ulegając natych-

miastowemu rozproszeniu w całej objętości reaktora. Mieszanina reakcyjna pompą 11 tłoczona jest do chłodnicy 12, skąd po oddaniu ciepła wraca do reaktora. Produkt przegrupowania w ilości 2200 kg/h odprowadzany jest przelewem do zbiornika 13.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kaprolaktamu na drodze beckmannowskiego przegrupowania oksymu cykloheksanonu pod wpływem oleum przez wprowadzenie oksymu i oleum do reaktora—mieszalnika, homogenizację ich z masą reakcyjną, przy stosowaniu cyrkulacji mieszaniny reakcyjnej przez zewnętrzną chłodnicę, **znamienny tym**, że oksym cykloheksanonu i oleum kieruje się za pomocą dysz na łopatki oddzielnych, obracających się mieszadeł rozmieszczonych na wspólnym wale w odległości nie mniejszej niż ich średnica.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że strumienie reagentów kieruje się na zewnętrzne końce łopatek mieszadeł, przy czym stosuje się prędkość liniową końców łopatek zawartą w granicach 2—12 m/s.

