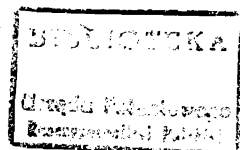


Warszawa, dnia 5 grudnia 1953 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35559

Państwowa Fabryka Sztucznego Włókna Nr 7
(Polska)

Kl. 12 p, 5

MKP 607d, 41/06

MS

Sposób otrzymywania kaprolaktamu przez przegrupowanie oksymu cykloheksanonu za pomocą kwasu siarkowego

• Udzielono patentu z mocą od dnia 29 listopada 1947 r.

Przy przemysłowym wytwarzaniu kaprolaktamu z oksymu cykloheksanonu jako czynnik przegrupowujący stosuje się zwykle kwas siarkowy, przy czym znane sposoby przegrupowywania polegają na dodawaniu oksymu cykloheksanonu do stężonego kwasu siarkowego w temperaturze 90—130°C.

Takie sposoby przegrupowywania posiadają jednak wady polegające na tym, że nie dają całkowitej pewności przegrupowania i zupełnego bezpieczeństwa pracy. Przy stosowaniu bowiem tych sposobów występuje często opóźnienie przegrupowania, powodujące gwałtowny rozkład masy reagującej, ponadto zaś przy wysokiej temperaturze reakcji wobec dużych ilości wydzielanego ciepła zachodzą miejscowe przegrzania, co wywołuje częściowy rozkład oksymu cykloheksanonu, a przez to zmniejszenie wydajności oraz zanieczyszczenie kaprolaktamu ubocznymi produktami reakcji.

Sposób według wynalazku usuwa te niedogodności i pozwala na przemysłowe wytwarzanie kaprolaktamu z 90%ową wydajnością w niższej temperaturze reakcji (30—65°C).

Według wynalazku do reaktora wlewa się np. 98 kg (1 kg mol) bezwodnego kwasu siarkowego,

dosypuje 150 kg (1,333 kg mol) suchego lub wilgotnego (0 — 0,5% wilgoci) sproszkowanego lub stopionego oksymu cykloheksanonu i równocześnie dolewa 98 kg oleum o zawartości około 20% SO₂. Oksym i oleum dawkuje się tak, aby w czasie dodawania całkowitej ilości oleum wsypać 9/10 (135 kg) ilości oksymu. Po dodaniu oleum do reaktora dodaje się również stopniowo pozostałą ilość oksymu cykloheksanonu (15 kg). Podczas dolewania oleum i dosypywania oksymu cykloheksanonu mieszanie reagującą miesza się energicznie utrzymując temperaturę masy reagującej w granicach 30—65°C. Po wsypaniu całej ilości oksymu masę reagującą miesza się jeszcze w ciągu około 1 godziny w temperaturze około 65°C, aż do zniknięcia oksymu cykloheksanonu.

Następnie masę reakcyjną przenosi się do większego zbiornika, gdzie zobojętnia się ją ługiem sodowym do pH około 4 w warunkach powodujących wysolenie kaprolaktamu z roztworu.

Po niecałkowitym zobojętnieniu (pH około 4) zawartość zbiornika rozdziela się na dwie warstwy, z których górna zawiera kaprolaktam i wodę (oko-

ło 40% wody) oraz niewielką ilość siarczanu sodowego. Oddzieloną górną warstwę zubożoną się do $\text{pH} = 7$, sączy, odparowuje pod zmniejszonym ciśnieniem a następnie destyluje kaprolaktam również pod zmniejszonym ciśnieniem (5—10 mm Hg).

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania kaprolaktamu, znamieny tym, że suchy albo wilgotny, sproszkowany lub

stopiony oksym cykloheksanonu dodaje się w temperaturze 30—65°C do bezwodnego kwasu siarkowego przy jednoczesnym dodawaniu oleum o zawartości około 20% SO_3 .

Państwowa Fabryka
Sztucznego Włókna Nr 7

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych