DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) Wirtschaftspatent

(19) DD (11) 263 706 A1

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) B 01 D 11/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 01 D / 276 885 8 (22) 03.06.85 (44) 11.01.89

(71) VEB Chemiefaserwerk Guben „Herbert Warnke", Abt. Schutzrechte und Neuererwesen, Straße der Chemiearbeiter, Wilhelm-Pieck-Stadt Guben, 7560, DD

(72) Lösche, Eberhard, Dipl.-Ing.; Kuprat, Dieter, Dr. Dipl.-Chem.; Geike, Reinhard, Dipl.-Ing.; Thamke, Wolfgang, Dr. Dipl.-Chem.; Kramer, Peter; Hochhaus, Theodor, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur kontinuierlichen Extraktion von Polyamidgranulat

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Extraktion von Polyamidgranulat in senkrecht angeordneten, mehrere Zonen aufweisenden Extraktionsapparaten. Ziel der Erfindung ist es, die Durchsatzmengen des zu extrahierenden Granulates zu erhöhen, demineralisiertes Wasser einzusparen und die Energiebilanz des Extraktionsverfahrens zu verbessern. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das Verfahren zur kontinuierlichen Extraktion von Polyamidgranulat so zu gestalten, daß die Durchsatzmengen erhöht, die Energie-, Wasser und Laktambilanz verbessert und ein Polyamidgranulat mit einem niedrigen Extraktgehalt gewonnen wird. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß man das extrakthaltige Wasser aus einer oder mehreren Zonen abführt und einer der jeweiligen Zone zeitgleich nachgeschalteten destillativen Trennung oder einer gemeinsamen destillativen Trennung in Wasser und Laktam beziehungsweise niedere Oligomere unterwirft und das erhaltene Wasser wieder in eine oder mehrere der Zonen zurückführt. Das Anwendungsgebiet der Erfindung liegt beim Polyamidhersteller.

ISSN 0433-6461

4 Seiten

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur kontinuierlichen Extraktion von Polyamidgranulat in einem senkrecht angeordneten, mehrere Zonen aufweisenden Extraktionsapparat, bei dem in der unteren Zone demineralisiertes Wasser eingespeist und auf eine Temperatur von 90°C bis 100°C aufgeheizt wird und in der oberen Zone Granulat aufgegeben wird, wobei man in der unteren Zone ein extrakthaltiges Polyamidgranulat entnimmt und in der oberen Zone ein extrakthaltiges Wasser abführt, **gekennzeichnet dadurch,** daß man das extrakthaltige vorwiegend mit Laktam und niederen Oligomeren angereicherte Wasser aus einer oder mehreren der Zonen abführt und einer der jeweiligen Zone zeitgleich nachgeschalteten destillativen Trennung oder einer zeitgleich gemeinsamen destillativen Trennung in Wasser und Laktam beziehunsweise Oligomere unterwirft und das erhaltene extraktarme Wasser wieder in eine oder mehrere Zonen zurückgeführt und das aus Laktam und Oligomeren bestehende Sumpfprodukt ausschleust.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß das extrakthaltige Wasser der ersten Zone abgeführt, der destillativen Trennung unterworfen und die Rückführung des extraktarmen Wassers in diese Zone und oder eine der nachfolgenden Zonen vorgenommen wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß das extrakthaltige Wasser der zweiten Zone abgeführt, der destillativen Trennung unterworfen wird und die Rückführung des extraktarmen Wassers in diese Zone und/oder der ersten und/oder der dritten Zone vorgenommen wird.
4. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß das extrakthaltige Wasser der dritten Zone abgeführt, der destillativen Trennung unterworfen und die Rückführung des extraktarmen Wassers in diese Zone und/oder die erste und/oder die zweite und/oder eine der nachfolgenden Zonen vorgenommen wird.
5. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch,** daß das extrakthaltige Wasser der ersten und zweiten Zone abgeführt, der destillativen Trennung unterworfen wird und die Rückführung des extraktarmen Wassers wieder in die erste und zweite Zone vorgenommen wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Extraktion von Polyamidgranulat in senkrecht stehenden, in mehrere Zonen untergliederten Extraktionsapparaten. Ein derartiges extrahiertes Polyamidgranulat dient als Ausgangsmaterial zum Erspinnen von Polyamidfeinseide und -kordseide.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Nach Klare, Fritsche, Gröbe, Synthetische Fasern aus Polyamiden, 1. Auflage, Akademie-Verlag Berlin, 1963, Seite 89 ff. ist bekannt, das extrakthaltige Granulat vor der Weiterverarbeitung von den monomeren und oligomeren Anteilen zu befreien. Dies geschieht mittels demineralisierten Wassers in diskontinuierlich arbeitenden Extraktoren bei Temperaturen zwischen 90°C und 100°C durch mehrstündiges Kochen unter ständigem Rühren. In der Regel werden die Granulatchargen zwei bis drei Wäschen unterworfen, wobei nach der ersten Wäsche der niedermolekulare Anteil im Granulat von etwa 10% auf 3 bis 4% herabgesetzt wird. Danach folgen die zweite und dritte Wäsche, wobei der Prozentgehalt der niedermolekularen Anteile bei der zweiten Wäsche auf 1,8 bis 2% und bei der dritten Wäsche auf 0,5% gesenkt wird. Im laufenden Betrieb verfährt man dabei so, daß man für die erste Extraktion des Wasser aus der vorhergesehenden zweiten Wäsche benutzt, für die zweite Extraktion das Wasser aus der vorhergehenden dritten Wäsche. Für die dritte Extraktion wird immer Frischwasser, vorzugsweise demineralisiertes Wasser verwendet.
Nach einem anderen Verfahren erfolgt die Extraktion in einem senkrecht angeordneten, in mehrere Zonen untergliederten kontinuierlich arbeitenden Extraktionsapparat derart, indem man in der unteren Zone demineralisiertes Wasser einspeist und auf 90°C bis 100°C erhitzt und in der oberen Zone extrakthaltiges Polyamidgranulat aufgibt. Das heiße Wasser durchströmt die einzelnen Zonen und reichert sich dabei mit den niedermolekularen Anteilen an. In der oberen Zone enthält das Wasser 8% bis 9% niedermolekularer Anteile und wird abgeführt. Das in der oberen Zone aufgegebene Granulat gelangt langsam in die darunterliegenden Zonen, wobei die niedermolekularen Anteile vom Granulat in das Wasser diffundieren. Die Diffusionsgeschwindigkeit nimmt dabei mit zunehmenden Extraktgehalt des Wassers ab und ist damit in der unteren Zone des Extraktionsapparates größer als in der oberen. In der unteren Zone des Extraktors wird ein Granulat entnommen, welches einen Gehalt an niedermolekularen Anteilen von etwa 0,5% aufweist. Diese bekannten Extraktionsapparate haben eine Durchsatzleistung von 25000–35000 kg pro Tag, bei einem Fassungsvermögen von 35–40 m^3. Das Verhältnis von Länge:Durchmesser beträgt dabei vorzugsweise 12,5. Die kontinuierliche Verfahrensweise bildet dabei die Voraussetzung für die Durchführung der kontinuierlichen Extraktion und Trocknung von Polyamidgranulat.
Nachteilig bei diesem kontinuierlichen Extraktionsverfahren ist der hohe Verbrauch an demineralisiertem Wasser, welches kontinuierlich in die untere Zone des Extraktionsapparates eingespeist werden muß. Um ständig ein Konzentrationsgefälle zwischen extrakthaltigen Polyamidgranulat und extraktarmen beziehungsweise freien Wasser aufrechtzuerhalten. In den oberen Zonen verringert sich die Diffusionsgeschwindigkeit merklich. Die Ursache dafür ist die Zunahme des Extraktgehaltes im für die Extraktion verwendeten Wasser. Dadurch lassen sich die Durchsatzmengen von Polyamidgranulat nicht mehr erhöhen. Hinzu kommt ein hoher Energieverbrauch, da das kontinuierlich in den Extraktor einströmende Frischwasser von etwa 35°C auf

90–100°C aufgeheizt werden muß, um für den Extraktionsprozeß wirksam zu werden. Zwar lassen sich Wasser und Laktam beziehungsweise dessen Oligomere wiedergewinnen, aber dazu sind jedoch aufwendige Wiedergewinnungsanlagen erforderlich, die ebenfalls mit hohem Energieaufwand betrieben werden müssen, da sie zeitlich dem Extraktionsprozeß nachgelagert und örtlich getrennt von diesem angeordnet sind.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Durchsatzmenge des zu extrahierenden Polyamidgranulates zu erhöhen, und die Energiebilanz des Extraktionsprozesses zu verbessern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das Verfahren zur kontinuierlichen Extraktion von Polyamidgranulat so zu gestalten, daß die Durchsatzmengen erhöht, die Energiebilanz verbessert und ein Polyamidgranulat mit einem niedrigen Extraktgehalt erzeugt wird.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur kontinuierlichen Extraktion von Polyamidgranulat gelöst, bei dem in einem stehend angeordneten, mehrere Zonen aufweisenden Extraktionsapparat in der oberen Zone ein extrakthaltiges Polyamidgranulat aufgegeben und in der unteren Zone demineralisiertes Wasser eingespeist und auf eine Temperatur von 90°C bis 100°C aufgeheizt wird, wobei man in der unteren Zone ein extraktarmes Polyamidgranulat entnimmt und in der oberen Zone ein extrakthaltiges Wasser abführt, welches dadurch charakterisiert ist, daß man das extrakthaltige, vorwiegend mit Laktam und niederen Oligomeren angereicherte Wasser aus einer oder mehreren der Zonen abführt und zeitgleich mit dem Extraktionsprozeß einer der jeweiligen Zone unmittelbar nachgeschalteten destillativen Trennung oder einer gemeinsamen destillativen Trennung in Wasser und Laktam beziehungsweise Oligomere unterwirft und das erhaltene extraktarme Wasser unmittelbar wieder in eine oder mehrere der Zonen zurückführt und das Laktam beziehungsweise dessen Oligomere aus dem Sumpf ausschleust.
Vorteilhaft ist es, das extrakthaltige Wasser der oberen und mittleren Zonen des Extraktors der destillativen Trennung zu unterwerfen und das extraktarme Wasser wieder in den Prozeß zurückzuführen.
Eine weitere Ausführungsform der Erfindung besteht darin, das extrakthaltige Wasser nur einer Zone, vorzugsweise der oberen oder der mittleren Zone, abzuführen, der destillativen Trennung zu unterwerfen und das extraktarme Wasser wieder zurückzuführen.
Man kann sowohl zu jeder Zone eine nachgeschaltete destillative Trennung als auch eine gemeinsame destillative Trennung für alle Zonen vorsehen, wobei die destillative Trennung immer zeitgleich mit dem Extraktionsprozeß zu erfolgen hat. Die Rückführung des aus der Destillation kommenden extraktarmen Wassers kann entweder in die Zone erfolgen, aus der das extrakthaltige Wasser entnommen beziehungsweise abgeführt wurde, als auch in eine der folgenden oder vorgelagerten Extraktionszonen vorgenommen werden. Schließlich kann bei Durchführung einer gemeinsamen destillativen Trennung eine Rückführung des gesamten extraktarmen Wassers in eine der Zonen oder als Teilmengen in mehrere Zonen, vorzugsweise der oberen und mittleren Zonen, erfolgen.
Durch die Zeitgleichheit der destillativen Trennung des extrakthaltigen Wassers und der Rückführung des extraktarmen Wassers in den Extraktionsprozeß erreicht man, daß ständig ein hohes Konzentrationsgefälle zwischen dem zu extrahierenden Polyamidgranulat und dem zurückgeführten Wasser vorhanden ist, welches für eine hohe Diffusionsgeschwindigkeit der monomeren und oligomeren Anteile aus dem Granulat in das Wasser sorgt.
Die erfindungsgemäße Verfahrensweise der Extraktion ermöglicht damit eine Steigerung der Durchsatzleistung von durchschnittlich 30000 kg pro Tag auf 45000 kg pro Tag. Man kann entsprechend der Anzahl der Zonen mehrere destillative Trennungen oder eine gemeinsame destillative Trennung vorsehen, die unmittelbar zeitgleich mit dem Extraktionsprozeß durchgeführt werden und die Rückführung des erhaltenen extraktarmen Wassers in mehrere oder eine Zone vornehmen. Da Extraktion und destillative Trennung außerdem stets bei gleichen Temperaturverhältnissen durchgeführt werden, führt dies zu einer Senkung des Energieverbrauchs des erfindungsgemäßen Extraktionsverfahrens gegenüber den bekannten Verfahren um 35% bis 50%. Eine besonders hohe Energieeinsparung ergibt sich aus der Zeitgleichheit von Extraktion und destillativer Trennung des Extraktwassers im Vergleich zur örtlich und zeitlich nachgelagerten Extraktwasseraufbereitung. Sie beträgt bis 50%.
Die technisch-ökonomischen Vorteile des erfindungsgemäßen Extraktionsverfahrens gegenüber den bekannten Extraktionsverfahren sind zusammengefaßt folgende:
- Steigerung der Durchsatzmenge an Polyamidgranulat von durchschnittlich 30000 kg pro Tag auf 45000 kg pro Tag
- Energieeinsparung bei der zur Extraktion zeitgleich folgenden destillativen Trennung im Vergleich zur örtlich und zeitlich nachgelagerten Extraktwasseraufbereitung bis 50%

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Beispiel 1
In einem senkrecht angeordneten, sechs Zonen aufweisenden Extraktionsapparat mit einem Fassungsvermögen von 40 m^3, einem Verhältnis von Länge:Durchmesser von 12,5:1 und einer Durchsatzleistung von 45000 kg pro Tag wird in der unteren Zone demineralisiertes Wasser eingespeist und auf 95°C aufgeheizt. In der oberen oder ersten Zone wird kontinuierlich Polyamidgranulat mit einem Extraktgehalt von durchschnittlich 9% eingefüllt. Das Granulat gelangt dann von der ersten in die zweite, dritte, vierte und über die fünfte schließlich in die sechste oder untere Zone. Auf seinem Weg in die untere Zone werden

aus dem Granulat das Laktam und die niedermolekularen Anteile herausgewaschen und reichern sich im Wasser an. In der unteren Zone verläßt ein Granulat mit einem Extraktgehalt von 0,3% den Extraktionsapparat.
Der Extraktgehalt des Wassers beträgt in der ersten Zone 6,0%, in der zweiten Zone 4,0%, in der dritten 1,5%, in der vierten 1,0%, in der fünften 0,4% und der sechsten Zone 0%, da hier die Einspeisung von demineralisiertem Wasser erfolgt.
Das extrakthaltige Wasser der ersten und zweiten Zone wird direkt und kontinuierlich zwei diesen Zonen angeschlossenen destillativen Trennungen zugeführt. Das abgeführte Wasser der ersten Zone hat einen Extraktgehalt von 6% und weist eine Temperatur von 95°C auf. Die Menge, die der destillativen Trennung unterworfen wird beträgt 1 m^3 pro Stunde. Nach erfolgter Trennung erhält man 0,914 m^3 extraktarmen Wassers, welches noch einen Extraktgehalt von 1% aufweist. Es wird sofort mit einer Temperatur von 95°C wieder in die erste Zone zurückgeführt. Der im Sumpf der Destillationsapparatur kontinuierlich anfallende Extrakt wird ausgeschleust und im Polymerisationsprozeß bei der Polyamidherstellung verwendet.
Das aus der zweiten Zone abgeführte Wasser hat einen Extraktgehalt von 4% und eine Temperatur von 95°C, bevor es der destillativen Trennung zugeführt wird. Die der destillativen Trennung unterworfene Menge beträgt ebenfalls 1 m^3 pro Stunde. Das erhaltene Wasser mit einer Menge von 0,943 m^3 wird mit einem Extraktgehalt von 1% und einer Temperatur von 95°C wieder in die zweite Zone des Extraktionsapparates zurückgeführt. Der bei der Destillation anfallende Extrakt wird ausgeschleust und bei der Polyamidherstellung verwendet.
Durch die zeitgleiche Verbindung der Extraktion von Polyamidgranulat mit der destillativen Trennung des extrakthaltigen Wasser für die erste und zweite Zone erzielt man durch die ebenfalls zeitgleiche Rückführung des extraktarmen Wassers stets ein hohes Konzentrationsgefälle zwischen extrakthaltigen Granulat und dem extraktarmen Wasser und damit eine hohe Diffusionsgeschwindigkeit, die die Herstellung eines extraktarmen Granulats bei einem Extraktgehalt von 0,5% begünstigt.
Durch die erfindungsgemäße Verfahrensweise erreicht man eine Durchsatzsteigerung gegenüber bisherigen Extraktionsanlagen auf 45000 kg pro Tag. Die Energieeinsparung im Vergleich zur zeitlich nachgelagerten oder separaten Extraktwasseraufbereitung beträgt 48%.