



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 197 183

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 23 09 78
(21) PV 6167-78

(11)(B 1)

(51) Int. Cl.³C 07 D 201/04

(40) Zveřejněno 31 07 79
(45) Vydáno 15 08 83

(75)

Autor vynálezu KAFKA ZDENĚK ing., CSc.,
GALÍK VLASTIMIL ing., CSc. a
VODIČKA LUDĚK ing., CSc., PRAHA

(54) Způsob a zařízení na výrobu 8-kapryllaktamu

1

Vynález se týká způsobu a zařízení na výrobu 8-kapryllaktamu z cyklooktanonoximu za použití kyseliny sírové jako přesmykového činidla při teplotě 95 až 105 °C, výhodně 100 °C.

S rozvojem výroby plastických hmot v posledních letech stoupá zájem o využití butadienu, získaného z uhlovodíkové frakce petrochemických jednotek, pro výrobu vyšších laktamů. Pozornost se soustřeďuje zvláště na 8-kapryllaktam jakožto monomer vhodný pro přípravu vyšších kopolymerů, případně homopolymeru.

Je známo několik způsobů přípravy 8-kapryllaktamu Beckmannovým přesmykem cyklooktanonoximu v kyselině sírové nebo v oleu. Podle jednoho ze známých postupů (Ruzicka L. a spolupracovníci: Helv.Chim.Acta 16, 1323, 1933) je 8-kapryllaktam připraven reakcí s 80% kyselinou sírovou. Výtěžky laktamu podle tohoto způsobu jsou však poměrně nízké (85 až 90%).

Další ze způsobů (Rapp G.: GB pat. 911 806, 1962) popisuje přesmyk cyklooktanonoximu v kyselině sírové o různé koncentraci (94 až 99,8 %) při teplotě 108 až 120 °C. Uvedený způsob zahrnuje i použití olea a možnost provedení přesmyku kontinuálně. Vyšší teplota a přítomnost olea způsobují snížení výtěžků následkem vzniku polymerních sloučenin.

K zabránění vzniku těchto nežádoucích produktů používá další způsob přípravy 8-kapryllaktamu (Rapp G., Schlichting O.: DE pat. 1 046 623, 1958) přidavku menšího množství některých alkoholů nebo aromatických uhlovodíků jako například methanolu nebo benzenu. Nevýhodou uvedeného postupu je nutnost odstraňování těchto sloučenin při zpracování získaného produktu.

Podle dalšího způsobu (Toyo Rayon Co.: BG pat. 900 801, 1962) je reakce provedena v přítomnosti většího množství rozpouštědla. K přesmyku je však třeba oleum.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu způsob výroby 8-kapryllaktamu z cyklooktanonoximu za použití kyseliny sírové jako přesmykového činidla při teplotě 95 až 105 °C, výhodně 100 °C a zařízení k provádění způsobu.

Jeho podstata spočívá v tom, že se laktamsírová kyselina neutralisuje 26% vodným roztokem amoniaku za současné extrakce toluenem.

Podstata zařízení spočívá v tom, že sestává z aparatury pro provedení přesmyku, propojené s baňkou (10), opatřenou míchadlem (13), do níž jsou zavedeny vývody z děliček (11, 12). Reaktor, upravený v aparatuře pro provedení přesmyku, je tvořen válcovou nádobou, ke které je radiálně připojena spirálovitě stočená trubice, přičemž celek je vložen do temperovací lázně.

Základní účinek způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že umožňuje kontinuální způsob výroby, používá běžně dostupnou 96% kyselinu sírovou a nevyžaduje zvláštních přísad nebo rozpouštědel. Reakční produkt je zpracován neutralisací vodným roztokem amoniaku za současné extrakce toluenem. Tímto způsobem kontinuální přípravy se získá 8-kapryllaktam o vysoké čistotě v 96% výtěžku. Konstrukce reaktoru podle vynalezeného zařízení umožňuje dokonalé doreagování reakčních komponent při teplotě 100 °C.

Způsob a zařízení podle vynálezu jsou blíže vysvětleny příklady provedení a připojeným výkresem, na němž je znázorněno schematické zapojení zařízení k provádění způsobu.

Příklad 1.

28 g cyklooktanonoximu a 40 ml kyseliny sírové bylo přidáváno kontinuálně v průběhu 1 hodiny za stálého míchání do reaktoru naplněného 96% kyselinou sírovou a vyhřátého na reakční teplotu 100 °C. Reakční směs vycházející z reaktoru byla kontinuálně neutralisována 26% vodným roztokem amoniaku (500 ml/h.) a současně extrahována toluenem (400 ml/h.) za intenzivního míchání a chlazení. Reakční produkt byl kontinuálně jímán do děličky, kde byla oddělena toluenová vrstva obsahující převážnou část rozpouštěného laktamu, od vodné vrstvy. Toluenový roztok byl vysušen síranem hořečnatým, přefiltrován a odpařen do sucha za vakua. Surový produkt byl čištěn krystalisací z benzenem. Bylo získáno 25,4 g 8-kapryllaktamu. Extrakcí vodné vrstvy toluenem byly získány další 1,4 g produktu. Celkový výtěžek 8-kapryllaktamu odpovídal 96% theorie.

Příklad 2.

Bylo použito stejného zařízení a stejných hmotnostních množství jako v příkladu 1. Při reakční teplotě 95 °C bylo dosaženo výtěžku odpovídajícímu 93 % theorie.

Zařízení sestává ze dvou částí. První část je tvořena aparaturou A pro provedení přesmyku, na kterou navazuje druhá část B pro zpracování reakčního produktu.

Reaktor 1 je tvořen válcovou nádobou, k jejíž spodní části je radiálně připojena spirálovitě stočená skleněná trubice o délce 2 m. Reaktor 1 je opatřen skleněným míchadlem 2 a umístěn v olejové lázni 3 vyhřívané ponorným vařičem 4. Olejová lázeň 3 je míchána kovovým míchadlem 5 a opatřena teploměrem 6. Reakční složky, to je cyklo-octanonoxim a kyselina sírová jsou současně přikapávány do reaktoru 1 z děliček 7, 8. Cyklooktanonoxim je v děličce 8 zahříván infralampou 9.

Druhá část B, určená pro zpracování reakčních produktů, je tvořena baňkou 10 s dlouhým hrdlem, do které se přivádí reakční směs po provedení přesmyku. Současně je z další děličky 11 zasahující svým koncem ke dnu baňky 10 přikapáván vodný roztok amoniaku a z druhé děličky 12, zasahující do středu baňky 10, toluen za intenzivního míchání míchadlem 13 a chlazení ve vodní lázni protékající vodou. Reakční produkty odcházejí trubicí umístěnou v horní části hrdla baňky 10 do poslední děličky 15, kde dochází k rozdělení vodné a toluenové vrstvy.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby 8-kapryllaktamu z cyklooktanonoximu za použití kyseliny sírové jako přesmykového činidla při teplotě 95 až 105 °C s výhodou 100 °C vyznačující se tím, že se laktamsírová kyselina neutralisuje 26% vodným roztokem amoniaku za současné extrakce toluenem.
2. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1 vyznačené tím, že sestává z aparatury (A) pro provedení přesmyku, propojené s baňky (10), opatřené míchadlem (13), do níž jsou zavedeny vývody z děliček (11, 12).
3. Zařízení podle bodu 2 vyznačené tím, že reaktor (1) v aparatuře (A) pro provedení přesmyku je tvořen válcovou nádobou, ke které je radiálně připojena spirálovitě stočená trubice, přičemž celek je vložen do temperovací lázně.

