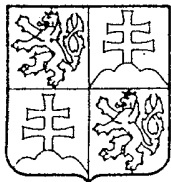


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

270 695

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 201/04

(21) PV 9227-87.E

(22) Přihlášeno 15 12 87

(40) Zveřejněno 13 12 89

(45) Vydáno 04 06 91

(75) Autor vynálezu PEREŠIN JAN ing., PRAHA

(54)

Způsob dvoustupňové extrakce kaprolaktamu

(57) Řešení se týká způsobu dvoustupňové extrakce ve výrobě kaprolaktamu. Teplotní úpravou polárního a nepolárního rozpouštědla před vstupem do extraktorů se zvyšuje účinnost procesu, přičemž k sdílení tepla dochází mezi surovinami a polotovary výrobního procesu. Polární rozpouštědlo se před vstupem do druhého extrakčního stupně ochladí na teplotu 2 až 20 °C a nepolární rozpouštědlo se před vstupem do prvního extrakčního stupně zahřeje na teplotu 20 až 40 °C.

Vynález se týká způsobu dvoustupňové extrakce ve výrobě kaprolaktamu.

Ve výrobě kaprolaktamu (KL) lieckmannovým způsobem se k separaci kaprolaktamu ze surového laktamového oleje používá dvoustupňová kapalinová extrakce. V prvním stupni se surový laktamový olej podrobuje protiproudé extrakci v nepolárním rozpouštědle, a to nejčastěji trichloretylenem nebo toluenem. Z prvního stupně odpadá rafinát obsahující převážně polární sloučeniny a trichloretylenový nebo toluenový extrakt, který se vede do druhého extrakčního stupně k protiproudé extrakci technologickou vodou. Z druhého extrakčního stupně vystupuje vodný extrakt k dalšímu technologickému zpracování a trichloretylenový nebo toluenový rafinát, který recykluje do prvního extrakčního stupně. Tento trichloretylenový rafinát se zpravidla regeneruje, a to obvykle z 30 až 60 % hmot., vztaženo k nástřiku trichloretylenem do prvního extrakčního stupně.

Vstupní surový laktamový olej vystupuje z úseku neutralizace směsí nízkoprocenního olea a surového kaprolaktamu a dosahuje teploty 40 až 70 °C.

K extrakci se zpravidla používají vibrační, pulsační, rotační a asymetrické rotační protiproudé extraktory. V prvním stupni se zpravidla disperguje surový laktamový olej, extrakt tvoří spojitou fázi. V druhém stupni se zpravidla disperguje triextrakt, spojitou fází je vodný extrakt kaprolaktamu.

Koncentrace jednotlivých extraktů je kompromisem mezi dosahovanou účinností procesu a dalšími požadavky v následné výrobní operaci. Pokud je následnou operací odvodňování odpařováním, je výhodné pracovat s vysokou koncentrací vodného extraktu, čímž se snižují náklady na energii. Na druhé straně je však třeba dodržet únosné koncentrace kaprolaktamu v odpadajícím trichloretylenovém rafinátu, neboť rozhodují částečně o účinnosti prvního extrakčního stupně a o ztrátách v regeneraci rozpouštědla. Z hlediska koncentračních profilů a účinnosti lze nalézt výpočtem optimum a úsek řídit volenými průtoky fází. Dosažená výtěžnost procesu však především záleží na konstrukci extraktoru a v návaznosti na zádrži dispergované fáze v extraktoru. Dispergace a koagulace ovlivňuje výtěžek, ale i únos dispergované fáze z extraktorů kontinuální fází, což nepříznivě ovlivňuje výkon extraktoru a kvalitu vystupujících proudů. Dispergaci i fázové rovnováhy ovlivňuje mimo jiné i pracovní teplota, která odpovídá teplotě vstupních proudů. V extraktorech dochází k přímému sdílení tepla mezi jednotlivými fázemi. K vodné extrakci se nejčastěji používá demineralizovaná voda, parní kondenzát, brýdové kondenzáty z odvodňování vodného extraktu, technologická voda nebo jejich kombinace. Teplota těchto vod zpravidla dosahuje teploty vyšší než 20 °C. Teplota trichloretylenem by neměla přesáhnout 40 °C vzhledem k vysoké lžkavosti a narkotickým účinkům. Obecně lze říci, že účinnost prvního extrakčního stupně se zlepšuje se zvyšující se teplotou, účinnost druhého stupně, jak bylo nyní zjištěno, se zlepšuje se snižující se teplotou. Vzhledem k přímé návaznosti obou stupňů jsou požadavky na teplotní režim obou extrakčních stupňů v rozporu.

Výše uvedený nedostatek odstraňuje způsob provádění dvoustupňové extrakce kaprolaktamu v protiproudých extraktorech se vzájemně nemísitelnými fázemi, spočívající v tom, že se vstupující vodná fáze do druhého stupně zchladí odpařováním NH_3 na teplotu 2 až 20 °C a nastříkované nepolární rozpouštědlo do prvního stupně extrakce se předejde na 20 až 40 °C vystupujícím extraktem z prvního extrakčního stupně.

Tímto se dosáhne optimálního teplotního profilu v extraktorech, což umožňuje zvýšit účinnost extrakce při současném zvýšení koncentrace vodného extraktu a snížení únosu dispergované fáze, a to zejména prvního extrakčního stupně. K zlepšení podmínek extrakce dochází především v zóně s nízkou koncentrací kaprolaktamu v trichloretylenem.

Na výkresu je znázorněno řešení podle vynálezu.

Polární rozpouštědlo A se vede do výparníku čpavku 2, kde se ochlazuje odpařováním kapalného čpavku a vstupuje do spodku vibračního extraktoru druhého stupně 3. Surový laktamový olej E je čerpán čerpadlem 12 do spodku vibrační kolony prvního stupně 5. Trichloretylen B ze zásobníku 6 je čerpán čerpadlem 11 do výměníku 4 a dále do hlavy extraktoru 5. Ve výměníku 4 se předejde trichloretylenovým extraktem C, který vystupuje z paty vibračního extraktoru prvního stupně 5 a je nastříkáván čerpadlem 10 do hlavy extraktoru druhého stupně 3. Požadovaná teplota

trichloretylenu 11 je regulována regulačním orgánem 9, který je k výměníku 4 zařazen v obchvalu. Vystupující trichloretylenový rafinát D z paty kolony 3 odchází odděleně do zásobníku 6, 33 % hmot. z celkového množství je regenerováno destilací v regeneraci 7. Z hlavy extraktoru druhého stupně vystupuje vodný extrakt H, který je dále veden do odvodňování. Z hlavy extraktoru prvního stupně odchází vodný rafinát C_H, který se vede na biologickou čističku. Z regenerace 7 odchází regenerační zbytky 1 na biologickou čističku. Odpařený čpavek C se spotřebovává v technologii výroby KL.

a) pro srovnání uvedeno složení nástřiků a výstupních proudů podle dosavadní technologie

Prvý extrakční stupeň

nástřik surového laktamového oleje $\dot{m} = 3 \text{ l/h}$, 52°C , 70 % KL

nástřik trichloretylenu $\dot{m} = 8,7 \text{ l/h}$, 20°C , 0,092 % KL

Vibrační proliproudý extraktor Js 500 konstrukce UTZCHT Praha charakterizovaný provozními parametry:

frekvence kmitů $f = 110 \text{ ot/min}$

amplituda kmitů $A = 2 \text{ mm}$

Výstupní proudy

trichloretylenový extrakt $\dot{m} = 10,9 \text{ l/h}$, 42°C , 19 % KL

vodní rafinát $\dot{m} = 900 \text{ kg/h}$, 22°C , 1,25 % KL

Druhý extrakční stupeň

demineralizovaná voda $\dot{m} = 4000 \text{ kg/h}$, 20°C

trichloretylenový extrakt $\dot{m} = 10,9 \text{ l/h}$, 42°C , 19 % KL

Vibrační extraktor Js 500 konstrukce UTZCHT Praha charakterizovaný provozními parametry:

frekvence kmitů $f = 50 \text{ ot/min}$

amplituda kmitů $A = 2 \text{ mm}$

Výstupní proudy

vodný extrakt $\dot{m} = 86,2 \text{ l/h}$, 39°C , 34,3 % KL

trichloretylenový rafinát $\dot{m} = 8,7 \text{ l/h}$, 20°C , 0,130 % KL

Ztráty KL rafinátem $\dot{m} = 11,25 \text{ kg/h}$

Ztráty KL regenerací $\dot{m} = 3,30 \text{ kg/h}$

Spotřeba demineralizované vody $\dot{m} = 4000 \text{ kg/h}$

Charakterizováno zařazením výparníku čpavku k ochlazení demineralizované vody plocha 200 m^2 , teplota odpařování čpavku $+4^\circ\text{C}$ a zařazením přehříváče trichloretylenu o ploše 16 m^2 .

Prvý extrakční stupeň

vstupy :

surový laktamový olej $\dot{m} = 3 \text{ l/h}$, 52°C , 70 % KL

nástřik trichloretylenu $\dot{m} = 8,7 \text{ l/h}$, 30°C , 0,072 KL

Extraktor charakterizován režimem podle příkladu 1.

výstupy :

rafinát vodný $\dot{m} = 900 \text{ kg/h}$, 30°C , 1,00 % KL

triextrakt $\dot{m} = 10,9 \text{ l/h}$, 48°C , 19 % KL

Druhý extrakční stupeň

vstupy :

demineralizovaná voda $\dot{m} =$ před výparníkem 20°C

demineralizovaná voda na vstupu do extraktoru $\dot{m} = 3,88 \text{ l/h}$, 10°C , 0 % KL

trichloretylenový extrakt $\dot{m} = 10,9 \text{ l/h}$, 38°C , 19 % KL

Extraktor charakterizován režimem podle příkladu 1.

výstupy :

vodný extrakt $\dot{m} = 5,980 \text{ t/h}$, 32°C , 35,1 % KL

trichloretylenový rařinát $\dot{m} = 8,7 \text{ t/h}$, 12°C , 0,094 % KL

Ztráty KL rařinátém vodným - 9 kg/h

Ztráty KL regenerací - 1,91 kg/h

Spotřeba demineralizované vody - 3 880 kg/h

Spotřeba chladu - 162 MJ/h

P Ř E D M Ě T V Ý N Á L E Z U

1.

Způsob dvoustupňové extrakce kaprolaktamu ze surového laktamového oleje s cirkulací nepolárního rozpouřtřdla, vyznačený tím, že se použité polární rozpouřtřdlo před vstupem do druhého extrakčního stupně vychladí na teplotu 2 až 20°C a nepolární rozpouřtřdlo se před vstupem do prvního extrakčního stupně předeřřeje na teplotu 20 až 40°C .

2.

Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že chlazení polárního rozpouřtřdla se provádí nepřímým odpařováním kapalného řpavku, přičemž se plynňý řpavek dále spotřebuje ve výrobě kaprolaktamu a jeho meziproduktů.

3.

Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se nepolární rozpouřtřdlo předeřřívá v předřazeném výměřníku, výhodně vystupujícím extraktem z prvního extrakčního stupně.

1 výkres

