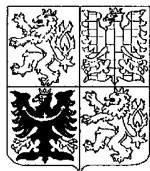


PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **19.02.1999**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **27.02.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/19808442**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **11.04.2001**
(Věstník č. 4/2001)

(86) PCT číslo: **PCT/EP99/01089**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/43407**

(21) Číslo dokumentu:

2000 - 3103

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. C1. ⁷:

B 01 D 11/02

C 08 G 69/46

(71) Přihlašovatel:

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, Ludwigshafen, DE;

(72) Původce:

Mohrschladt Ralf, Schwetzingen, DE;

Hildebrandt Volker, Mannheim, DE;

Warzelhan Volker, Weisenheim, DE;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob extrakce polyamidových částic

(57) Anotace:

Extrakce částic polyamidu nebo polymerních částic obsahujících polyamid se provádí vodnými roztoky aminonitrilů a případně dalších monomerů tvořících polyamidy, oligomerů tvořících polyamidy nebo jejich směsí.

CZ 2000 - 3103 A3

Způsob extrakce polyamidových částic

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu extrakce polyamidových částic nebo polymerních částic obsahujících polyamidy vhodnými extrakčními prostředky.

Dosavadní stav techniky

Polyamidy a obzvláště polyamid 6 obsahují po polymeraci na základě vytvoření chemické rovnováhy v polymerní tavenině nízkomolekulární, extrahovatelné složky z monomerů a oligomerů, jejichž suchá hmotnost se označuje jako "extrakt". K vyloučení negativního ovlivnění kvality produktu a zpracovatelských vlastností, případně během procesu vstřikového lití nebo extruzního procesu nebo během spřádání, je nutné snížení obsahu extraktu. Obvykle se provádí k tomu potřebná tak zvaná "extrakce" s pomocí vody při zvýšené teplotě, jak se příkladně popisuje v D-A 2 501 348. Vodný extrakt se zkoncentruje a uvádí zpět do polymerace.

K zajištění dostatečné kvality extrakce polyamidu a obzvláště odstranění kritických oligomerů a obzvláště dimerů jsou často potřebné dlouhé doby zdržení v extrakčním stupni a tím i dlouhé extrakční kolony, což jednak značně zvyšuje nutné investice, tak i negativně ovlivňuje flexibilitu procesu.

Extrakce granulátu polyamidu s pomocí kaprolaktamu, jak se příkladně popisuje v JP-A 72 26 438, je nevýhodná, proto-

že kaprolaktam je poměrně drahá pomocná látka a není příliš dostupná jako používaná látka.

Úkolem vynálezu proto je dát k dispozici způsob extrakce, který jednak zkrátí dobu extrakce ve srovnání s extrakcí s čistou vodou a zlepší účinnost extrakce a jednak pokud možno nevyužívá kaprolaktam jako pomocný extrakční prostředek.

Podstata vynálezu

Úkol se podle vynálezu řeší způsobem extrakce částic polyamidu nebo polymerních částic obsahujících polyamid vodnými extrakčními prostředky, vyznačující se tím, že se jako vodné extrakční prostředky použijí vodné roztoky aminonitrilů a případně dalších monomerů tvořících polyamidy, oligomerů tvořících polyamidy nebo jejich směsi.

Extrakce se provádí tak, že se částice polyamidu nebo polymerní částice obsahující polyamid, obzvláště granulát polymeru nebo podobná tvarová tělesa uvede nejprve v kontakt s extrakčním prostředkem, aby se tak extrahovaly z granulátu nežádoucí nízkomolekulární součásti. V dalším kroku se granulát odstraní z extrakčního prostředku a zbaví se zbytků extrakčního prostředku případně promytím vodou. Pokud je to potřeba, může se provést další extrakce granulátu s přídavkem aminonitrilu nebo bez přídavku aminonitrilu nebo monomerů nebo oligomerů tvořících polyamidy. Podle požadované specifikace produktu se může kombinací uvedených kroků v závislosti na aparátovém vybavení a volbě parametrů jako je koncentrace extrakčního prostředku, poměr granulát/extrakční prostředek, teplota a doba zdržení extrahovaného materiálu v širokých mezích upravovat.

Extrakce podle vynálezu se může podle aparátového vybavení provádět jednostupňově nebo také vícestupňově. Výše jmenované stupně a jejich sled se může provádět buď diskontinuálně, to znamená v jednom reaktoru v čase za sebou, nebo kontinuálně, to znamená v reaktorech zařazených za sebou ve stejnou dobu. Samozřejmě je také možné, část stupňů provádět kontinuálně a zbývající stupeň (stupně) diskontinuálně.

Při kontinuálním provedení extrakce může extrakční prostředek procházet polymer jak v souproudu, tak v protiproudu. Výhodně se extrakce provádí v protiproudu, to znamená částice polymeru nebo částice polymeru obsahující polyamid a vodný extrakční prostředek se vedou v protiproudu.

Při výhodné formě provedení se extrakce provádí ve více stupních, přičemž použité extrakční prostředky mají v různých stupních různá složení. Možná je příkladně předřazená extrakce extrakčním prostředkem, který obsahuje aminonitril, monomery a/nebo oligomery tvořící polyamid a vodu, následovaný extrakčním stupněm, který neobsahuje aminonitril, monomery a/nebo oligomery. Výhodně na této formě provedení je snížení vlivu nečistot, případně zamezení znečištění povrchu granulátu extrakčním prostředkem. Tato dvojstupňová forma provedení se může s výhodou provádět pouze v jednom aparátu.

Granulát polyamidu se po polymeračním a navazujícím granulačním stupni přivádí pomocí transportního vodního okruhu ke kontinuálnímu extrakčnímu sloupci. Granulát se oddělí od transportní vody v odlučovacím zařízení (síto) a padá do hlavy extraktoru. Prochází extrakční věží na základě gravitace zeshora dolů a přitom se extrakcí zbavuje nízkomo-

lekulárních součástí. V patě extrakčního sloupce se kontinuálně přidává extrakční roztok nebo voda, která prochází extrakčním sloupcem v protiproudu zezdola nahoru a přijímá přitom monomery a oligomery. Obohacený extrakční roztok se v hlavě sloupce odebírá a odvádí se jako odběr extrakční vody. V případě potřeby navazuje zpracování extrakčních vod nebo zpětné uvádění do proudu eduktu.

Jako extrakční prostředek se použije vodný roztok aminonitrilů a případně monomerů tvořících polyamidy a/nebo oligomerů tvořících polyamidy. Obsah aminonitrilů se přitom volí tak, aby se dosáhlo úplné smísitelnosti použitých extrakčních prostředků, to znamená, že v extrakčním prostředí nedochází k rozdělení směsi. Vhodný je obsah aminonitrilů, monomerů tvořících polyamidy a oligomerů tvořících polyamidy celkem 5 až 95 % hmotnostních vztaženo na celkovou hmotnost vodného roztoku. Koncentrace aminonitrilu přitom činí 1 až 100 % hmotnostních, s výhodou 30 až 100 % hmotnostních, obzvláště výhodně 50 až 100 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost nevodných sloučenin. Koncentrace monomerů tvořících polyamidy činí 0 až 99 % hmotnostních, s výhodou 0 až 70 % hmotnostních, obzvláště výhodně 0 až 50 % hmotnostních, vztaženo na součet hmotností nevodných sloučenin. Koncentrace oligomerů tvořících polyamidy činí 0 až 60 % hmotnostních, s výhodou 0 až 40 % hmotnostních, obzvláště výhodně 0 až 20 % hmotnostních, vztaženo na součet hmotností nevodných sloučenin. Pokud je obsaženo nejméně 1 % hmotnostní, s výhodou nejméně 5 % hmotnostních dalších monomerů a/nebo oligomerů, pak se odpovídajícím způsobem sníží množství aminonitrilů. S výhodou nejsou obsaženy žádné další monomery a/nebo oligomery.

Vysvětlení obrázků na výkresech

Dvě možné extrakční kolony jsou znázorněny nákresem v obrázku 1/2, případně obrázku 3. Kolona může také obsahovat kombinace obou způsobů.

Krátký popis nákresů :

Obrázek 1 ukazuje schematické znázornění první formy provedení jedné extrakční kolony pro způsob podle vynálezu.

Obrázek 2 a 3 ukazuje schematické znázornění dalších forem provedení jedné extrakční kolony pro způsob podle vynálezu.

Na obrázku 1 je příkladně schematicky znázorněna extrakční kolona pro způsob podle vynálezu. Extrakční kolona 1 zahrnuje první (horní) zónu 2 ve tvaru trubky a druhou (spodní) zónu 3 ve tvaru trubky, které jsou spolu spojeny úsekem 14 ve tvaru nálevky. Poměr délky první zóny 2 k délce druhé zóny 3 je obecně v rozmezí od 1 : 5 do 5 : 1, s výhodou 1 : 2 až 2 : 1. Poměr průměru trubky první zóny 2 k průměru trubky druhé zóny 3 je obecně v rozmezí od 8 : 1 až 2 : 1, s výhodou 6 : 1 až 3 : 1.

Granulát polyamidu 12 se vnáší zeshora do první zóny 2, prochází jí zeshora dolů a následně druhou zónou 3 tvaru trubky a potom se vynášecím šnekem 4 vynese do transportního vodního okruhu 5. Čerstvá voda 6 se podle potřeby přivádí vynášecím šnekem 4 extrakční kolony 1. Při průchodu extrakční kolonou 1 přijímá voda ve druhé zóně 3 nejprve monomer a potom se směšuje ve spodní části první zóny 2 s extrakčním

prostředkem, který je tam přiváděn okruhem. Extrakční prostředek se v horní části první zóny 2 odebírá pomocí čerpadla 7, vede se přes tepelný výměník 10, kterým se udržuje teplota v požadované oblasti a znovu se přivádí přes děrovanou desku 11 ve spodní části první zóny 2. Část extrakčního prostředku se v místě 8 odebírá z okruhu a v místě 9 se přivádí tolik aminonitrilu a v místě 6 tolik vody, aby se koncentrace aminonitrilu v extrakčním prostředku udržovala v požadované oblasti. Horní zóna 2 může být případně navíc zahřívána trubkovým pláštěm 13, zatímco druhá zóna 3 se nezahřívá externě, ale případně se může chladit.

Další formu provedení extrakční kolony vhodné ke způsobu podle vynálezu ukazuje obrázek 2. Extrakční kolona 1 zahrnuje první (horní) zónu 2 a druhou (spodní) zónu 3. Poměr délky první zóny 2 k délce druhé zóny 3 přitom leží obecně v rozmezí 1 : 5 až 5 : 1, s výhodou 1 : 2 až 2 : 1. Poměr průměrů trubek je stejný jako je uvedeno u obrázku 1. Oblasti A a B mají přibližně stejnou délku.

Extrakce v principu probíhá tak, jak se popisuje u obrázku 1. Narozdíl od něj zahrnuje okruh extrakčního prostředku pouze horní část A první zóny 2, to znamená, že extrakční prostředek se v horní části první zóny 2 odtahuje a v její střední části se opět přivádí druhou kruhovou tryskou 13. Čerstvý aminonitril se přidává v místě 9 první kruhovou tryskou 11, která se nachází ve spodní oblasti první zóny 2. Část aminonitrilu se také může uvádět přímo do okruhu v hlavě v místě 9. Tímto způsobem se může v extraktoru cíleně ovlivňovat gradient aminonitrilu. Granulát polyamidu 12 se tedy zpracuje nejprve v horní oblasti A v okruhu s extrakčním prostředkem a potom ve spodní oblasti B aminonitrilem v protiproudu. Tímto způsobem se získá polyamid s obzv-

láště nízkým obsahem dimeru ($< 0,05 \%$).

Na obrázku 3 je schematicky znázorněn příklad extrakční kolony pro způsob podle vynálezu. Extrakční kolona 1 zahrnuje první (horní) zónu 2 a druhou (spodní) zónu 3 ve tvaru trubky. První délky první zóny 2 k délce druhé zóny 3 je obecně v rozmezích $0,05 : 1$ až $1 : 1$, s výhodou $0,1 : 1$ až $0,3 : 1$. Granulát polyamidu 4 se vnáší nahore do první zóny 2, prochází zeshora dolů a následně do druhé zóny 3 ve tvaru trubky a potom se vynáší do transportního vodního okruhu 6 vynášecím šnekem 5. Voda 7 se přivádí vynášecím šnekem 5 a přes kruhovou trysku v patě extraktoru na spodní části extrakční kolony 1. Při průtoku extrakční kolonou 1 přijímá nejprve ve druhé zóně 3 aminonitril a potom se ve spodní části první zóny 2 mísí s extrakčním prostředkem, který tam obíhá v okruhu. Extrakční prostředek se odebírá v horní části první zóny 2 čerpadlem 8, filtruje se filtrem 9, vede se přes tepelný výměník 10, kterým se udržuje teplota v požadované oblasti a kruhovou tryskou nebo děrovanou deskou 11 se opět uvádí do spodní části první zóny 2. Část extrakčního prostředku se odebírá z okruhu v místě 12 a v místě 13 se přidává tolik čerstvého aminonitrilu, aby se jeho koncentrace v extrakčním prostředku udržela v požadované oblasti. První a druhá zóna se vytápí plášťovou topnou tryskou 13, případně 15. Mezi první a druhou zónou se nachází zúžení průtočného topení 16, které spolu s vyšší teplotou ve srovnání s druhou zónou 3 zabraňuje v první zóně 2 klesání specificky těžšího roztoku obsahujícího aminonitril.

Varianta 1 :

V horní části extrakčního sloupce se v okruhu vede extrakční prostředek. Tato horní část extrakční zóny činí 5 až

90 %, s výhodou 10 až 50 % a obzvláště výhodně 20 až 40 % celkového objemu extraktoru. Extrakční prostředek obsahující nízkomolekulární podíly se odebírá v hlavě sloupce a v určité části pod hlavou se pomocí rozdělovacího zařízení uvádí rovnoměrně v celém průřezu zpět do sloupce. Množství extrakčního prostředku obíhající v hlavě se přitom volí tak, aby bylo v hlavě zajištěno vyrovnaní teploty a koncentrace a aby docházelo k intenzivní látkové výměně na ploše fázového rozdělení zrn granulátu. Je třeba dbát na to, aby rychlost proudění vodného roztoku nepřekročila bod vzhledu granulátu. S výhodou se upraví rychlost na 2 až 20 m/h, výhodněji 3 až 15 m/h. Jako prevenci proti vzhledu granulátu má hlava reaktoru větší průměr než spodní trubková část. Pomocí tepelného výměníku umístěného mimo extrakční věž v okruhu hlavy se upravuje extrakční teplota v hlavě a vstupující granulát polyamidu se zahřívá na požadovanou teplotu. Teplota v hlavě extraktoru činí s výhodou 80 až 140 °C, s výhodou 100 až 130 °C. Teplota by se měla s výhodou volit tak, aby se granulát polymeru nerozpouštěl v extrakčním prostředku a aby se nepřekročila teplota varu extrakčního prostředku.

Přidáváním kapalného aminonitrilu a případně monomerů a/nebo oligomerů tvořících polyamidy s teplotou 80 až 100 °C do okruhu hlavy se může v horní části extrakční zóny upravit obsah aminonitrilu a monomerů, případně oligomerů tvořících polyamidy 5 až 90 % hmotnostních, s výhodou 10 až 80 % hmotnostních a obzvláště výhodně 5 až 70 % hmotnostních. Toto složení extrakčního prostředku je zde třeba považovat za střední hodnotu koncentrací v hlavové části extraktoru. Tím se urychlí odstraňování nízkomolekulárních složek, obzvláště monomerů a oligomerů z granulátu a zároveň se dosáhne nízkého obsahu zbytkového extraktu v granulátu.

Při extrakci polyamidu 6 a extrakci polymerních směsí obsahujících polyamid 6 se případně urychlí odstranění kaprolaktamu a jeho oligomerů. Pokud se z aminonitrilů získá polyamid, pak se může odstranit aminonitril a jeho oligomery.

Ve srovnání se známými způsoby se nepoužívá kaprolaktam nebo čistá voda, nýbrž se použije vodný roztok aminonitrilů a případně monomerů a/nebo oligomerů tvořících polyamid. Z toho vznikají produkty s nepatrným zbytkovým obsahem nízkomolekulárních součástí, obzvláště dimeru kaprolaktamu.

Variananta 2 :

Ve zvlášť výhodné formě provedení se nachází pod hlavovým okruhem uzávěra proudění, která řízeným zúžením průtočného profilu v závislosti na poměru extrakční prostředek/ranulát vede ke zvýšení průtočné rychlosti v prázdné trubce vzestupné kapalně fáze. Toto zúžení se realizuje zatažením ve tvaru plástve. Tím se jednak zabrání poklesu specificky těžšího vodného roztoku z hlavové části extraktoru do níže umístěné trubkové části, jednak se zúžením průtočného profilu hlavové části extraktoru, ve kterém dochází na základě obíhání k významnému zpětnému promíchávání, účinně oddělí od trubkové části, ve které je třeba na základě protiproudého koncentračního profilu dosáhnout co možná nejnižšího zpětného promíchávání.

Poklesu specificky těžšího extrakčního roztoku z hlavové části se dále předchází tím, že v zóně v hlavě extrakční věže se udržuje teplota vyšší o 5 až 40 °C, s výhodou o 10 až 20 °C než v zóně v patě extraktoru.

Dále se s výhodou udržuje vysoká rychlost proudění extrakčního prostředku, aby mohla být trubková část pokud možno úzká. Rychlost proudění v prázdné trubce by měla činit s výhodou 0,2 až 6 m/h, výhodněji 1 až 3 m/h. Na základě relativně krátké doby zdržení a tím malého extrakčního objemu může zůstat příčný průměr trubky malý, aniž by stavební výška extrakční věže byla příliš nákladná.

Bylo zjištěno, že při extrakci podle vynálezu je potřebný nižší poměr voda/granulát než při extrakci vodou. Tím se může žádoucím způsobem snížit množství vody odpařované při zpracování vodného extraktu, což může být z hlediska hospodárnosti celého procesu výhodné.

Výstup granulátu z extraktoru se může provádět příkladně dopravním šnekem nebo ventily. Výhodné jsou jednovlnové hluboko tažené šneky, které kontinuálně dávkuje granulát do transportního vodního okruhu. Množství granulátu a tím i stav granulátu v extrakční věži se reguluje otáčkami šneku. Přidáváním malého množství vody do transportního vodního okruhu, která pak vstupuje šnekem do extraktoru, se ve šneku vyvolává proudění kapaliny proti vystupujícímu granulátu a zároveň se také v patě extraktoru zajišťuje vzestupné proudění kapalné fáze k zabránění zpětného promíchávání.

Extrakční prostředek

Jako aminonitrily se ve směsi mohou použít v zásadě všechny aminonitrily, to znamená sloučeniny, které obsahují jak nejméně jednu aminoskupinu, tak i nejméně jednu nitrilovou skupinu. Z nich jsou výhodné *omega*-aminonitrily, přičemž z posledně jmenovaných se použijí obzvláště *omega*-ami-

noalkylnitrily se 4 až 12 uhlíkovými atomy, dále výhodně se 4 až 9 uhlíkovými atomy v alkylenovém zbytku, nebo aminoalkylnitrily s 8 až 13 uhlíkovými atomy, přičemž jsou výhodné takové, které mezi aromatickou jednotkou a amino- a nitrilovou skupinou mají alkylenovou skupinu s nejméně jedním uhlíkovým atomem. Z aminoalkylnitrilů jsou výhodné obzvláště takové, které mají amino- a nitril- skupinu ve vzájemné poloze 1,4.

Jako *omega*-aminoalkylnitrily se dále s výhodou použijí lineární *omega*-aminoalkylnitrily, přičemž alkylenový zbytek ($-\text{CH}_2-$) obsahuje s výhodou 4 až 12 uhlíkových atomů, obzvláště výhodně obsahuje 4 až 9 uhlíkových atomů, jako 6-amino-1-kyanopentan (6-aminokapronitril), 7-amino-1-kyano-hexan, 8-amino-1-kyanoheptan, 9-amino-1-kyanooktan, 10-amino-1-kyanononan, obzvláště výhodně 6-aminokapronitril. 6-aminokapronitril se obvykle získá hydrogenací adiponitrilu známým způsobem, který se příkladně popisuje v DE-A 836 938, DE-A 848 654 nebo US 5 151 543.

Mohou se samozřejmě použít také směsi několika aminonitrilů nebo směsi jednoho aminonitrilu s dalšími komonomery, jako je kaprolaktam nebo dále blíže definované směsi. Podle formy provedení vynálezu vodný extrakční prostředek na počátku extrakce v podstatě neobsahuje nebo vůbec neobsahuje kaprolaktam.

Jako další monomery tvořící polyamidy se mohou použít příkladně dikarboxylové kyseliny, jako alkandikarboxylové kyseliny se 6 až 12 uhlíkovými atomy, obzvláště se 6 až 10 uhlíkovými atomy, jako je kyselina adipová, kyselina pimelová, kyselina korková, kyselina azelainová nebo kyselina sebaková a rovněž kyselina tereftalová a isoftalová, diaminy

jako alkyldiaminy se 4 až 12 uhlíkovými atomy, obzvláště se 4 až 8 uhlíkovými atomy, jako je hexamethylendiamin, tetramethylendiamin nebo oktamethylendiamin, dále m-xylylendiamin, bis-(4-aminocyklohexyl)methan, a rovněž směsi dikarboxylových kyselin a diaminů v libovolných kombinacích, ve vzájemném poměru však s výhodou v ekvivalentním poměru. Dále je také možné použít soli jmenovaných dikarboxylových kyselin a diaminů, jako hexamethylendiamoniumadipát, hexamethylendiamoniumtereftalát nebo tetramethylendiamoniumadipát, hexamethylendiamoniumtereftalát, obzvláště ale sůl kyselinyadipové a hexamethylendiaminu, hexamethylendiamoniumadipát (tak zvaná AH sůl).

Jako dikarboxylové kyseliny se mohou použít alifatické *alfa*, *omega*-dikarboxylové kyseliny se 4 až 10 uhlíkovými atomy jako kyseliny jantarové, kyselina glutarová, kyselina adipová, kyselina pimelová, kyselina korková, kyselina azelainová, kyselina sebaková, s výhodou kyselina adipová a sebaková, obzvláště výhodně kyselina adipová, a aromatické dikarboxylové kyseliny s 8 až 12 uhlíkovými atomy jako kyselina cyklohexandiokarboxylová.

Jako *alfa*, *omega*-diaminy se 4 až 10 uhlíkovými atomy se může použít tetramethylendiamin, pentamethylendiamin, hexamethylendiamin, heptamethylendiamin, oktamethylendiamin, nonamethylendiamin a dekamethylendiamin, s výhodou hexamethylendiamin.

Jako *alfa*, *omega*-dinitrily se 2 až 12 uhlíkovými atomy se s výhodou použijí alifatické dinitrily, jako 1,4-dikyanbutan (adiponitril), 1,5-dikyanpentan, 1,6-dikyanhexan, 1,7-dikyanheptan, 1,8-dikyanoktan, 1,9-dikyannonan, 1,10-ikyandekan, obzvláště výhodně adiponitril.

Pokud je to žádoucí, mohou se použít také diaminy, dinitrily a aminonitrily, které se odvozují od rozvětvených alkylen-, nebo arýlen- nebo alkylarylenů.

Jako *alfa,omega*-aminokyseliny s 5 až 12 uhlíkovými atomy se může použít kyselina 5-aminopentanová, 6-aminohexanová, 7-aminoheptanová, 8-aminooktanová, 9-aminononanová, 10-aminodekanová, 11-aminoundekanová a 12-aminododekanová, s výhodou kyselina 6-aminohexanová.

S výhodou se mohou k extrakčnímu prostředku přidat jako monomery tvořící polyamid vedle aminokapronitrilu podle potřeby kaprolaktam a/nebo hexamethyldiamoniumadipát ("AH sůl").

Výše uvedené sloučeniny se mohou také použít jako směsi.

Extrakce granulátu polyamidu s pomocí kaprolaktamu, jak se popisuje příkladně v JP-A 72 26438, není příkladně při výrobě polyamidu 6 z aminokapronitrilu účelná, protože kaprolaktam v tomto případě není používanou látkou a následně tedy není nutně k dispozici. Pro takto vyráběné polyamidy je výhodná extrakce podle vynálezu aminokapronitrilem a případně malým podílem kaprolaktamu. Získaná extrakční voda se může uvádět zpět do proudu eduktu přímo nebo po malém zkoncentrování.

Pokud se extrahuje polykaprolaktam, potom má granulát opouštějící extrakční stupeň zbytkový obsah nízkomolekulárních součástí méně než 1,5 %, s výhodou méně než 1 % a obzvláště výhodně méně než 0,4 %.

Navíc bylo zjištěno, že extrakce podle vynálezu může přidavkem aminokapronitrilu vést k vysokým výtěžkům v objemu a v čase a tím k požadovanému zkrácení extrakční doby.

Obsah dimerů kaprolaktamu nežádoucí při sprádání je možné extrakcí výrazně snížit.

Extrakci podle vynálezu je možné provádět s následným promytím granulátu pouze v jednom aparátu. K tomu je výhodná vhodná geometrie reaktoru (hlava, trubková část) s dodatečnou uzávěrou proudění a optimální rychlostí prouění s teplotním profilem podél extrakční kolony.

Popsaný způsob může vést k příznivějšímu poměru voda/granulát ($\leq 0,8$) než při extrakci s vodou, a tím dosáhnout úspory nákladů. Vynález bude blíže vysvětlen na základě příkladů.

Příklady provedení vynálezu

P ř í k l a d 1

Neextrahovaný granulát polyamidu 6 použitý pro pokusy má válcovou formu s rozměry průměr asi 3 mm a výška asi 2 mm. Obsah kaprolaktamu činí 7,8 %, obsah dimeru 1,1 %, přičemž obsah zbytkového extraktu činí celkem 11,2 %, vztaženo na granulát.

Provedení pokusu :

100 g granulátu se míchá s 1000 ml 20 %-ního roztoku

aminokapronitrilu při teplotě 95 °C. Po 4 hodinách se z kádinky odebírají vzorky. Granulát se odfiltruje přes skleněnou fritu a extrakční prostředek se dá zpět do kádinky. Následně se granulát promyje dvakrát 20 ml vody a suší se ve vakuu při 60 °C po dobu 16 hodin.

Takto získaný granulát se podrobí stanovení zbytkového extraktu. Zjištěné hodnoty jsou shrnuty v následující Tabulce 1.

Tabulka 1 : Pokus extrakce s 20% ACN

Doba extrakce [min]	Obsah nízkomolekulárních součástí, vztaženo na celkovou hmotnost polymeru (% hmotnostních)		
	monomerní kaprolaktam	dimerní kaprolaktam	trimerní kaprolaktam
10	5,79	1,03	0,41
30	3,50	0,67	0,33
60	2,51	0,63	0,16
120	0,94	0,42	0,21
240	0,43	0,32	0,11

S r o v n á v a c í p ř í k l a d V

100 g granulátu se míchá s 1000 ml vody při teplotě 95 °C. Po 4 hodinách se z kádinky odebírají vzorky. Granulát se odfiltruje přes skleněnou fritu a extrakční prostředek se dá zpět do kádinky. Následně se granulát promyje dvakrát 20 ml vody a suší se ve vakuu při 60 °C po dobu 16 hodin.

Takto získaný granulát se podrobí stanovení zbytkového extraktu. Zjištěné hodnoty jsou shrnuty v následující Tabulce 2.

Tabulka 2 : Pokus extrakce s vodou

Doba extrakce [min]	Obsah nízkomolekulárních součástí, vztaženo na celkovou hmotnost polymeru (% hmotnostních)		
	monomerní kaprolaktam	dimerní kaprolaktam	trimerní kaprolaktam
10	5,76	1,07	0,43
30	4,23	0,81	0,20
60	3,00	0,78	0,31
120	1,54	0,62	0,15
240	0,73	0,52	0,21

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob extrakce částic polyamidu nebo polymerních částic obsahujících polyamid vodnými extrakčními prostředky, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se jako vodný extrakční prostředek použijí vodné roztoky aminonitrilů a případně dalších monomerů tvořících polyamidy, oligomerů tvořících polyamidy nebo jejich směsi.
2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že podíl monomerů tvořících polyamidy, oligomerů nebo jejich směsí ve vodném extrakčním prostředku činí 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost vodného extrakčního prostředku.
3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že podíl aminonitrilů, vztaženo na celkovou hmotnost monomerů tvořících polyamidy, oligomerů nebo jejich směsí činí 1 až 100 % hmotnostních.
4. Způsob podle některého z nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se jako aminonitrily použijí *omega*-aminonitrily.
5. Způsob podle nároku 4, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se jako *omega*-aminonitrily použijí *omega*-aminoalkylnitrily.
6. Způsob podle některého z nároků 1 až 5, v y z n a č u j í c í s e t í m, že vodný extrakční prostředek obsahuje jako další monomery tvořící polyamidy

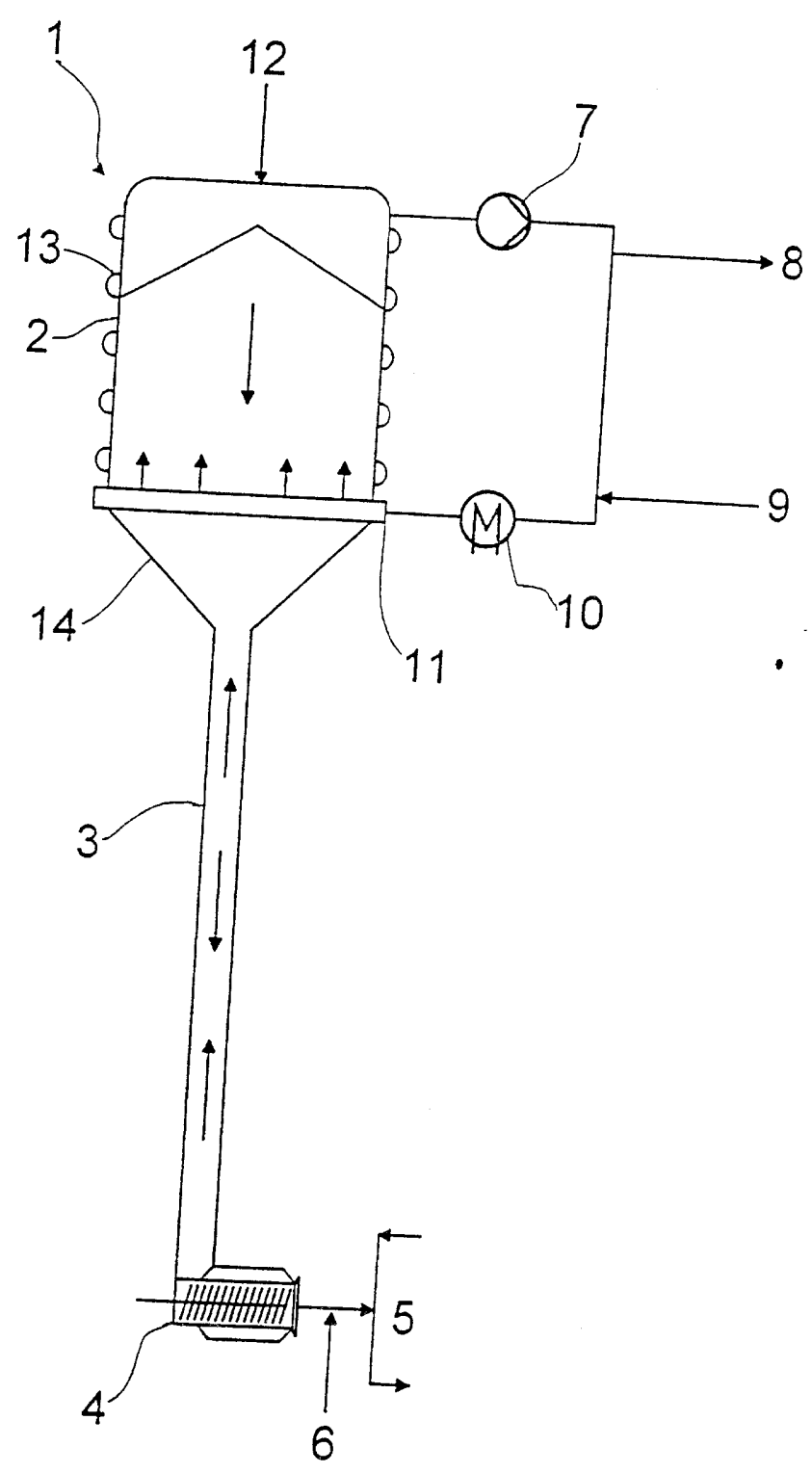
dikarboxylové kyseliny, diaminy nebo jejich soli, dinitrily, aminokyseliny, laktamy nebo jejich směsi.

7. Způsob podle některého z nároků 1 až 6, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se částice polyamidu nebo částice polymeru obsahující polyamid získají polymwerací aminonitrilu.

8. Způsob podle některého z nároků 1 až 7, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se extrakce provádí kontinuálně a částice polyamidu nebo částice polymeru obsahující polyamid a vodný extrakční prostředek se vedou v protiproudu.

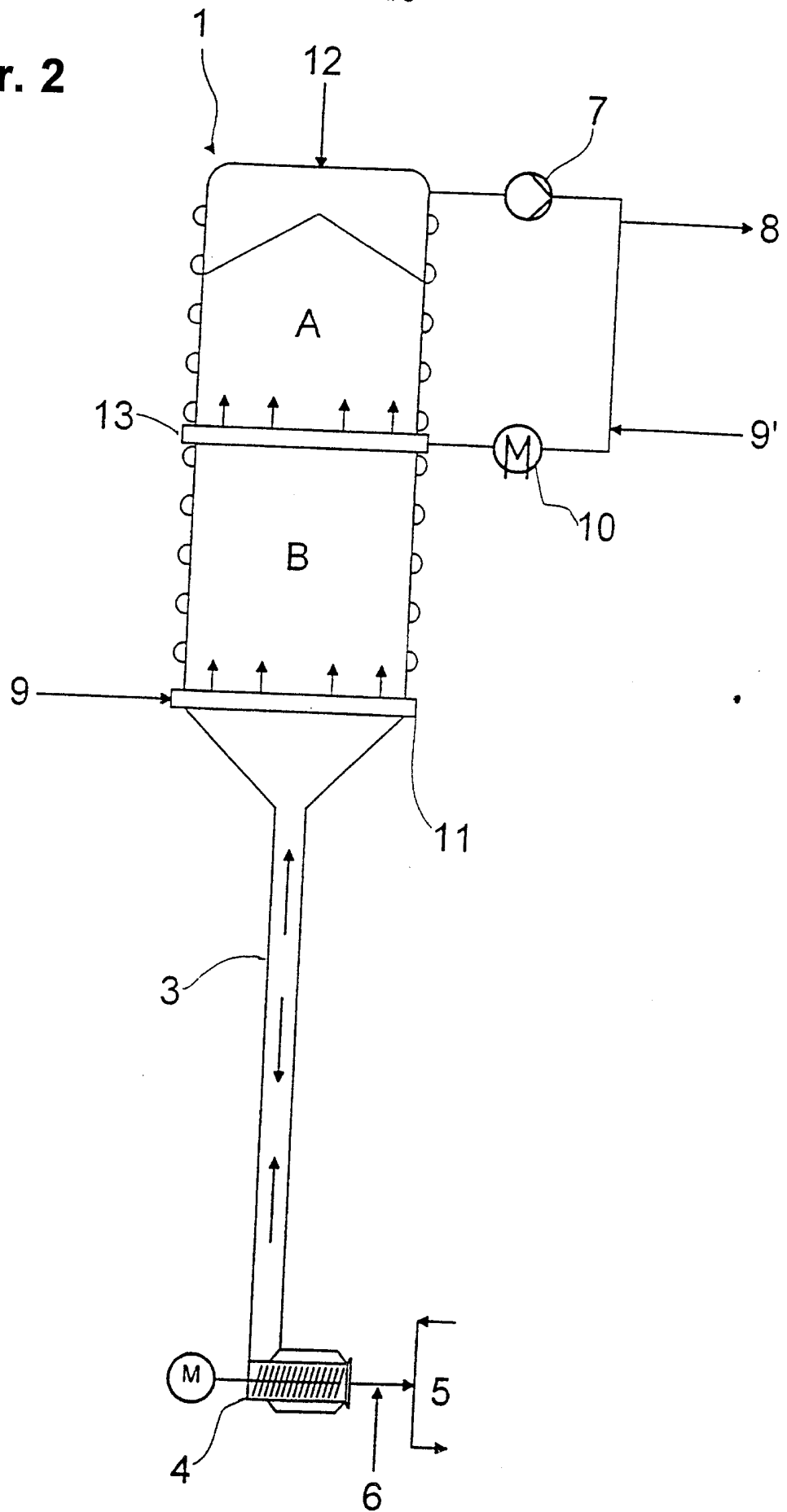
9. Způsob podle nároku 8, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se extrakce provádí v extrakční koloně, rozdělené do dvou zón, přičemž v první zóně se provádí extrakce obíhajícím vodným extrakčním prostředkem a potom se ve druhé zóně provádí extrakce vodou v protiproudu.

obr. 1



2/3

obr. 2



obr. 3

