



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

**219048**  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 07 D 201/16  
C 07 D 223/10

(22) Přihlášeno 23 06 81  
(21) (PV 4724-81)

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 06 85

(75)  
Autor vynálezu SLADKÝ JAN ing., NERATOVICE

(54) Způsob krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel

1

Vynález se týká oboru výroby 6-kaprolaktamu a řeší problém krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel v části odstraňování přebytečných krystalizačních jader z matečného roztoku.

Podstatou vynálezu je způsob krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel v nepřetržitém procesu za současného působení čpavku, v němž ve dvou na sebe navazujících prostorách je v části sycení a absorpce čpavku do nasyceného roztoku nebo směsi krystalu 6-kaprolaktamu v organickém rozpouštědle uváděn a rozpouštěn čpavek, přičemž uvolněné rozpouštěcí teplo se využívá v rozpouštění přebytečných krystalových jader, načež v části expanze a odpařování je za současného snížení tlaku a teploty uvolňován a oddestilován spolu s organickým rozpouštědlem.

2

Předmětem vynálezu je způsob krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel s rozpouštěním přebytečných krystalových jader působením čpavku v nepřetržitém procesu, v němž ve dvou na sebe navazujících prostorách je v části sycení a absorpce čpavku do nasyceného roztoku nebo směsi krystalů 6-kaprolaktamu v organickém rozpouštědle uváděn a rozpouštěn čpavek, načež v části expanze a odpařování je za snížení tlaku a teploty uvolňován a oddestilován spolu s organickým rozpouštědlem.

Krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel za současného působení a expanze čpavku byla popsána například v čs. AO 161 608 nebo v AO 161 611. Je také znám postup působení a expanze čpavku v nasycených roztocích 6-kaprolaktamu za současného oddestilování části rozpouštědla při teplotě varu směsi, ať již ve vlastním prostoru krystalizace, nebo ve vnějším okruhu krystalizátoru za účelem zajištění dostatečného přesycení cirkulujícího matečného roztoku. Otázka regulace množství krystalizačních jader v pracovní směsi během nepřetržitého procesu nebyla však dosud dostatečně vyřešena, přičemž tvar a velikost krystalů má zásadní vliv na čistící účinnost postupu krystalizace 6-kaprolaktamu, zvláště když se jedná o separaci nečistot u krystalu s obsahem příměsí řádově  $10^{-4}$  % hmotnostních.

Jsou sice známy postupy mechanického oddělování, nebo rozpouštění přebytečných krystalizačních jader vnějším ohřevem, tento zásah však vždy znamená značnou komplikaci postupu i zařízení a je velmi obtížné ho zvládnout s dostatečnou účinností.

Nyní bylo nalezeno, že problém odstraňování přebytečných krystalizačních jader v nepřetržitém procesu lze řešit podle vynálezu využitím rozpouštěcího tepla čpavku v pracovním roztoku krystalizace oddělením prostoru sycení a absorpce čpavku od prostoru expanze a oddestilování rozpouštědla.

Způsobem podle vynálezu, do nasyceného roztoku 6-kaprolaktamu v organickém rozpouštědle jako benzen, toluen nebo trichlór-etylén s případným obsahem krystalů 6-kaprolaktamu se v prostoru absorpce nepřetržitě uvádí a absorbuje čpavek, načež z navazujícího prostoru expanze a zahušťování roztoku je směs par čpavku a rozpouštědla odváděna k absorpci do vody a kondenzaci.

Návaznost obou prostorů je funkčně nutno volit tak, aby bylo omezeno vzájemné promíchávání jejich obsahů a zajištěn mezi nimi tlakový a teplotní spád. V prostoru absorpce čpavku se rozpouštěcím teplem čpavku ohřeje pracovní roztok o 2 až 10 °C, což současně s vlivem zvýšení rozpustnosti 6-kaprolaktamu v přítomnosti čpavku umožňuje plynulé rozpouštění krystalizačních jader v cirkulovaném matečném roztoku, za

optimálních podmínek v krátkém časovém intervalu 5 až 10 minut. Na dobu potřebnou k rozpouštění krystalizačních jader má vliv pracovní tlak, který se může pohybovat v širokém rozmezí 20 až 800 kPa a množství absorbovaného čpavku běžně v mezích 0,1 až 50 % vztaženo na 6-kaprolaktam přiváděný ke krystalizaci. Z prostoru absorpce čpavku je pracovní roztok veden do prostoru expanze a oddestilování rozpouštědla za současného poklesu tlaku a poklesu teploty roztoku, zajišťovaného odpařováním čpavku a rozpouštědla. Aby bylo dosaženo účinnosti postupu, je nutno pracovní tlaky v části expanze a odpařování snížit na hodnoty pod 100 kPa za účelem vytvoření podmínek dostatečného odvodu tepla v části expanze odpařováním, jakož i snížení koncentrace čpavku v roztoku pro jeho recirkulaci, přičemž rozdíl tlaku mezi oběma prostory je výhodné udržovat na hodnotě vyšší než 20 kPa.

Zvýšení odvodu tepla ze směsi lze v této fázi postupu dosáhnout současně oddestilováním části rozpouštědla varem známým postupem.

Při požadavku rozpouštění krystalizačních jader v celém množství cirkulovaného matečného roztoku lze pak prostor expanze a oddestilování rozpouštědla spojit funkčně s prostorem tvorby a růstu krystalů. Z hlediska ovládání postupu krystalizace se však jeví výhodnější oddělený okruh rozpouštění krystalizačních jader a příprava přesyceného roztoku 6-kaprolaktamu v organickém rozpouštědle, který je pak následně uváděn do prostoru tvorby a růstu krystalů.

Postupu nemůže být na závadu, když čpavek je dávkován v přebytku a jeho část jako nosný plyn prochází prostorem absorpce i expanze a zajišťuje jenom příslušnou míru odpaření rozpouštědla.

Výhody postupu podle vynálezu spočívají v technologickém využití již přiváděného čpavku a využití zařízení, takže do procesu nevstupuje nová komponenta a není nutno stavět přídatné zařízení. Hlavní výhodou však je, že bez nároku na energie lze dosáhnout úplného odstranění přebytečných krystalizačních jader nezávisle na velikosti cirkulace pracovního roztoku, který běžně dosahuje až stonásobku produkce krystalů a navíc rozpouštěcí teplo čpavku po uvolnění tlaku a po expanzi čpavku se získá opět jako výparné teplo a využije k chlazení pracovního roztoku, přičemž postup je účinný v širokém rozmezí teplot od -20 do 60 °C. Výsledkem účinnosti postupu pak je možnost dosažení pravidelného a kontrolovatelného růstu krystalů požadované velikosti i při relativně vysokých výkonech zařízení nepřetržitého procesu.

#### Příklad 1

Do cirkulujícího matečného roztoku krystalizace 6-kaprolaktamu v trichloretylénu s

obsahem unášených krystalizačních jader byl v části syčení a absorpce uváděn čpavek za pracovního tlaku 200 kPa a 20 °C v množství 1,2 % hmotnostního. Po nasycení roztoku čpavkem a stoupnutí teploty na 26 °C v časové prodlevě 10 minut, byl roztok bez obsahu krystalizačních jader uveden do části expanze a odpařování, kde za tlaku 6 kPa a teplotě 18 °C byl čpavek spolu s částí rozpouštědla oddestilován. Po převedení roztoku do prostoru krystalizace byl získán krystalický produkt, jehož podíl krystalů větších než 1 mm činil 96 % hmotnostních. Na jinak stejném zařízení bez rozdělení části absorpce a expanze čpavku byl podíl krys-

talů nad 1 mm menší než 40 % hmotnostních.

#### Příklad 2

Postupem podle příkladu 1 s tím rozdílem, že prostor expanze a odpařování byl současně využit k tvorbě a růstu krystalů, byl získán krystalický produkt, jehož podíl krystalů větší než 1 mm činil 82 % hmotnostních, zatímco za jinak stejných podmínek bez rozdělení části absorpce a expanze čpavku byl podíl krystalů nad 1 mm menší než 20 % hmotnostních.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel jako benzen, toluen nebo trichlóretylén s rozpouštěním přebytečných krystalových jader v nepřetržitém procesu v rozmezí teplot -20 až 60 °C za současného působení čpavku v množství 0,1 až 50 % hmotnostních na přiváděný 6-kaprolaktam ke krystalizaci a v rozmezí tlaků 100 Pa až 800 kPa vyznačený tím, že ve dvou na sebe navazujících prostorách, v části syčení a absorpce, je do nasyceného roztoku

6-kaprolaktamu v organickém rozpouštědle nebo do směsi krystalů 6-kaprolaktamu a organického rozpouštědla uváděn a rozpouštěn čpavek, přičemž uvolněné rozpouštěcí teplo se využívá k rozpouštění krystalových jader v roztoku obsažených, načež po převedení roztoku do části expanze a odpařování je za současného snížení tlaku čpavek uvolňován a odváděn spolu s parami organického rozpouštědla.