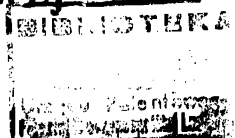




CO7d 41/06

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ
OPIS PATENTOWY



Nr 42959

Kl. 12 p, 5

Instytut Chemii Ogólnej*)

Warszawa, Polska

Sposób odzyskiwania kaprolaktamu z ługów po przegrupowaniu

Patent trwa od dnia 23 marca 1959 r.

Kaprolaktam otrzymuje się przez przegrupowanie Beckmanna oksymu cykloheksanonu pod działaniem oleum. Po zakończeniu procesu przegrupowania mieszaninę poreakcyjną rozcieńcza się wodą i zobojętnia do odpowiedniej wartości pH amoniakiem lub ługiem sodowym. Po zobojętnieniu kaprolaktam wydziela się z mieszaniny w postaci górnej, oleistej, ciemnej warstwy.

Kaprolaktam jest bardzo dobrze rozpuszczalny w wodzie. Rozpuszczalność jego w stężonych roztworach $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ lub Na_2SO_4 jest znacznie mniejsza.

Tym niemniej ługi po przegrupowaniu, pozostałe po oddzieleniu wspomnianej górnej oleistej warstwy, zawierają jeszcze znaczne ilości rozpuszczonego kaprolaktamu, mianowicie do 4% wagowych. Stanowi to około 20% ogólnej ilości wytworzonego w procesie kaprolaktamu.

Obecnie kaprolaktam z ługów po przegrupowaniu nie jest odzyskiwany, lecz wraz z ługami spuszcza się do kanału.

Sposób według wynalazku polega na ekstrakcji kaprolaktamu z ługów po przegrupowaniu oksymem cykloheksanonu. Sposób ten pozwala na podwyższenie produkcji kaprolaktamu z danej ilości surowców o około 15% w stosunku do ilości dotychczas otrzymywanej.

Oksym cykloheksanonu nadaje się bardzo dobrze do ekstrakcji kaprolaktamu ponieważ: rozpuszczalność kaprolaktamu w oksymie cykloheksanonu jest wysoka a rozpuszczalność oksymu cykloheksanonu w ługach po przegrupowaniu jest niska (około 0,2% wagowych). Wyekstrahowanego kaprolaktamu nie trzeba wydzielać z oksymu cykloheksanonu, lecz skierować się go wraz z oksymem do procesu przegrupowania, po którym wydzielany jest wraz z utworzonym w tym procesie kaprolaktamem.

W przeprowadzonych doświadczeniach stwier-

*) Właściciel patentu oświadczył, iż twórcą wynalazku jest Stanisław Ciborowski.

dzono, iż w temperaturze około 90°C rozpuszczalność kaprolaktamu w oksymie cykloheksanonu jest około 2 razy wyższa niż w wodzie, a kilkanaście razy większa, niż w ługach po przegrupowaniu.

Straty oksymu cykloheksanonu wskutek rozpuszczalności jego w ługach po przegrupowaniu wynoszą 5—10% wagowych w stosunku do ilości odzyskiwanego kaprolaktamu.

Najprostszym sposobem ekstrakcji jest jednorazowe okresowe ekstrahowanie szarży ługu po przegrupowaniu szarżą oksymu cykloheksanonu przez wymieszanie cieczy w temperaturze około 90°C i rozdzielenie. W ten sposób odzyskać można około 80% zawartego w ługach kaprolaktamu.

Prowadząc ekstrakcję w sposób ciągły w przeciwnym kierunku odzyskuje się około 95% kaprolaktamu, zawartego w ługach.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ekstrakcji kaprolaktamu z ługów po przegrupowaniu, znamienny tym, że ekstrakcję prowadzi się za pomocą oksymu cykloheksanonu.
2. Sposób według zastrz. 1 znamienny tym, że wyekstrahowanego kaprolaktamu nie wydziela się z oksymu cykloheksanonu, lecz wraz z oksymem kieruje się go do procesu przegrupowania.

Instytut Chemii Ogólnej