



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 03.VIII.1966 (P 115 927)

Pierwszeństwo: 13.VIII.1965 Holandia

Opublikowano: 30.XI.1968

Kl. 12 p, 5

MKP C 07 d 24/03

UKD

Właściciel patentu: Stamicarbon N.V., Heerlen (Holandia)

**Sposób oddzielania α -amino- ω -laktamu od katalizatora po
katalitycznym uwodornieniu rozpuszczonej w wodzie
soli α -nitro- ω -laktamu**

1

Wynalazek dotyczy sposobu oddzielenia α -amino- ω -laktamu od katalizatora po katalitycznym uwodornieniu rozpuszczonej w wodzie soli α -nitro- ω -laktamu w postaci kwasowej.

α -amino- ω -laktam można uzyskać z wysoką wydajnością na drodze uwodornienia odpowiednich nitrolaktamów w obecności katalizatorów uwodornienia, na przykład katalizatorów typu niklu Raney'a (opis patentowy NRF nr 1172682). Stosowane przy tym katalizatory są jednak dość drogie, tak, że w celu ekonomicznego przeprowadzenia tego sposobu jest ważne, żeby oprócz wysokiego stopnia przemiany osiągnąć wystarczająco niskie zużycie katalizatora. Jak wiadomo w znanych metodach traci się znaczną część katalizatora, co spowodowane jest głównie rozpuszczeniem się masy katalitycznej w cieczy reakcyjnej podczas oddzielania katalizatora od tej cieczy.

Sposób według wynalazku umożliwia osiągnięcie wysokiego stopnia przemiany przy małym zużyciu katalizatora.

Sposobem według wynalazku z mieszaniny po reakcyjnej oddziela się α -amino- ω -laktam oraz katalizator pod ciśnieniem wodoru co najmniej 1 ata, po czym oddzieloną masę katalityczną stosuje się do następnego procesu uwodornienia.

Wydzielenie katalizatora z cieczy reakcyjnej pod ciśnieniem wodoru można przeprowadzić różnymi sposobami, na przykład można utrzymywać pod ciśnieniem wodoru urządzenie filtrujące, albo mie-

2

szanie reakcyjną można przeprowadzić pod ciśnieniem wodoru przez hydrocyklon. Najkorzystniej jednak oddzielanie prowadzi się w ten sposób, że w reaktorze utrzymuje się ciśnienie wodoru co najmniej 1 ata, co powoduje osadzanie się katalizatora w cieczy poreakcyjnej i umożliwia następnie odprowadzenie z reaktora cieczy ubogiej w katalizator. Pozostająca w reaktorze zawiesina zawierająca znaczne ilości katalizatora, nadaje się do stosowania w następnej operacji uwodorniania α -nitro- ω -laktamu.

Podczas oddzielania masy katalitycznej od cieczy reakcyjnej stwierdzono nieoczekiwanie, że osadzanie się masy katalitycznej pod zwiększonym ciśnieniem wodoru przebiega tym szybciej, im większa ilość katalizatora znajduje się w cieczy reakcyjnej. W sposobie według wynalazku stosuje się więc w czasie uwodornienia katalizator w ilości wynoszącej korzystnie co najmniej 10 g na każdy litr cieczy reakcyjnej, w przeliczeniu na ilość cieczy reakcyjnej po zakończonym uwodornianiu. Okazało się także, że stosowanie tak wysokiego stężenia katalizatora nie wpływa szkodliwie na zużycie katalizatora, a ponadto jest korzystne, ponieważ uwodornianie zachodzi szybciej, przez co w takich samych warunkach operacyjnych może być przeprowadzane w mniejszych reaktorach.

W sposobie według wynalazku można ten katalizator wielokrotnie stosować jeżeli w czasie procesu utrzymuje się dostatecznie wysoką prędkość

uwodorniania i wysoki stopień przemiany. Jedynie w celu wyrównania strat katalizatora spowodowanych przez rozpuszczenie się masy katalitycznej w środowisku reakcyjnym i ewentualne odprowadzenie cząstek katalizatora z usuwaną z układu cieczą reakcyjną, należy dodać małą ilość katalizatora.

Następujący przykład wyjaśnia bliżej sposób według wynalazku nie ograniczając jednak jego zakresu.

Przykład. Do reaktora o pojemności 600 litrów zaopatrzonego w mieszadło turbinowe wprowadza się 150 litrów wody i 7,5 kg niklu Raney'a. Następnie przez znajdującą się w autoklawie ciecz przepuszcza się mieszaninę wodoru i azotu (85 części wodoru i 15 części azotu) i za pomocą zaworu spustowego doprowadza ciśnienie w autoklawie do 20 atm. Następnie włącza się mieszadło i zawieszinę katalizatora ogrzewa się do temperatury około 85°C, po czym w ciągu godziny wpompowuje się do autoklawu roztwór zawierający 90 kg α -nitro- ϵ -kaprolaktamu w 220 kg 5%-ej wody amoniakalnej.

Po upływie 10 minut od momentu wprowadzenia całej ilości roztworu α -nitro- ϵ -kaprolaktamu, następuje prawie całkowite uwodornienie i mieszadło wyłącza się, po czym nikiel Raney'a oddziela się od cieczy reakcyjnej i osadza w autoklawie. Utrzymuje się przy tym ciśnienie wodoru lecz bez dalszego przepuszczania go przez mieszaninę reakcyjną. Po upływie 30 minut od chwili wyłączenia mieszadła na dnie reaktora osiada wystarczająca ilość niklu Raney'a, a roztwór poreakcyjny ubogi w katalizator odprowadza się w takiej ilości, żeby w autoklawie pozostało jeszcze 150 litrów cieczy wraz z zawieszonym w niej katalizatorem.

Odprowadzony roztwór poreakcyjny przerabia się dalej w znany sposób. Pozostała w autoklawie ciecz wraz z katalizatorem z niklu Raney'a stosuje się do następnego uwodorniania. W tym celu włącza się znowu mieszadło i uwodornia w sposób poprzednio opisany taką samą ilością α -nitro- ϵ -kaprolaktamu, a po zakończonym uwodornianiu oddziela się ponownie roztwór reakcyjny od katalizatora. We wszystkich tych operacjach utrzymuje się w autoklawie temperaturę około 85°C. Tym sposobem można kolejno uwodorniać znaczne ilości

α -nitro- ϵ -kaprolaktamu. W celu utrzymania wystarczająco wysokiej prędkości uwodorniania należy każdorazowo po 10 operacjach uwodorniania dodać 2 kg świeżego niklu Raney'a.

Z przytoczonego przykładu porównawczego jasno wynika, że zużycie katalizatora jest znacznie większe, gdy przy oddzielaniu katalizatora nie stosuje się ciśnienia wodoru. Oddzielanie niklu Raney'a od cieczy reakcyjnej według znanego sposobu polega na tym, że po każdym procesie uwodorniania całą mieszaninę reakcyjną usuwa się z reaktora i przeprowadza przez filtr. Odsączoną masę katalityczną doprowadza się do autoklawu w celu wykorzystania do ponownego uwodorniania świeżej partii α -nitro- ϵ -kaprolaktamu. Dodaje się przy tym do autoklawu 150 litrów wody. Pozostałe warunki operacyjne odpowiadają warunkom podanym w przykładzie obrazującym sposób według wynalazku.

Okazuje się, że podczas uwodorniania prowadzonego w znany sposób w celu osiągnięcia takiej samej średniej prędkości uwodorniania jak w sposobie według wynalazku należy po każdej jednorazowej operacji uwodorniania dodawać 1 kg świeżego niklu Raney'a.

Z powyższego jasno wynika, że zużycie katalizatora jest znacznie wyższe, o ile wydzielanie go nie jest przeprowadzone pod ciśnieniem wodoru.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oddzielania α -amino- ω -laktamu od katalizatora po katalitycznym uwodornieniu rozpuszczalnej w wodzie soli α -nitro- ω -laktamu w postaci kwasowej, **znamienny tym**, że po zakończonym uwodornieniu wobec katalizatora typu niklu Raney'a mieszaninę poreakcyjną utrzymuje się pod ciśnieniem wodoru co najmniej 1 ata, po czym po opadnięciu zawiesziny katalizatora roztwór poreakcyjny, zawierający α -amino- ω -laktam odprowadza się również pod ciśnieniem wodoru na zewnątrz układu reakcyjnego, a zawieszinę katalizatora stosuje się w następnej operacji uwodorniania.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że α -amino- ω -laktam oddziela się od roztworu poreakcyjnego, zawierającego co najmniej 10 g katalizatora na 1 litr tego roztworu.