

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

72 745

Patent dodatkowy
do patentu nr 67 725

Zgłoszono: 16.06.1970 (P. 142 098)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.11.1972

Opis patentowy opublikowano: 30.12.1974

Kl. 12p,5

MPK C07d 41/06

CZYTELNIK

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej L.

Twórcy wynalazku: Zbigniew Szczypiński, Jerzy P. Gawłowski, Stanisław Biedrzycki, Andrzej Tarnowski, Marian Gucwa, Kazimierz Izydorczyk

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego, Tarnów (Polska)

Sposób oczyszczania wodnych roztworów E-kaprolaktamu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania kaprolaktamu w postaci jego wodnych roztworów według opisu patentowego nr 67725.

Według patentu głównego nr 67725 do wodnego roztworu kaprolaktamu o stężeniu 20—95%, przy $\text{pH} = 4-9$, w temperaturze podwyższonej dodaje się roztworu utleniacza, korzystnie nadmanganianu potasowego w ilości 0,3—6 g KMnO_4 na 1 kg kaprolaktamu po czym powstałe produkty utleniania usuwa się i wyodrębnia czysty kaprolaktam z roztworu przez destylację.

Jakkolwiek sposób ten pozwala uzyskać produkt końcowy dobrej jakości, to jednak powoduje on straty kaprolaktamu. Mianowicie destylację kaprolaktamu prowadzi się w obecności dodatków o charakterze najczęściej alkalicznym. Ogrzewanie tych dodatków w wodnych roztworach kaprolaktamu prowadzi do jego destrukcji, w wyniku której powstają związki będące inicjatorami reakcji tworzenia się niskocząsteczkowych produktów kondensacji kaprolaktamu, co doprowadza do jego strat. Mogą one dochodzić do 10% całości wytwarzanego kaprolaktamu.

Celem wynalazku jest ulepszenie sposobu według patentu głównego zapewniające zarówno wysoką jakość produktu, jak też uniknięcie jego strat.

Cel ten osiągnięto przez zastosowanie, zamiast końcowej operacji destylacji, procesu polegającego na obniżeniu poniżej 35°C temperatury mieszaniny pozostałej po zadaniu roztworu kaprolaktamu utle-

2

niczem oraz usunięciu produktów utleniania i następnym odwirowania wyosobnionego kaprolaktamu. Odwirowany produkt odwadnia się w atmosferze gazu obojętnego i przerabia dalej na przykład przez krystalizację na chłodzonych walcach lub przez granulację.

Sposób według wynalazku umożliwia zrealizowanie procesu wytwarzania kaprolaktamu praktycznie bez strat przy równoczesnej wysokiej jakości gotowego produktu. Liczba nadmanganowa (czas w sekundach, po upływie którego barwa roztworu kaprolaktamu w wodzie, do którego oddano 0,01 n nadmanganian potasowy równa się z barwą roztworu wzorcowego) uzyskanego kaprolaktamu wynosi powyżej 7000, natomiast ekstynkcja, mierzona w zakresie nadfioletu przy 290 nm nie przekracza 0,135.

Przykład. Do 5000 g 92%-wego roztworu kaprolaktamu o barwie brunatno-żółtej, $\text{pH} 5,5$, liczbie manganowej 0 sek i ekstynkcji około 1,800, o temperaturze 75°C wykraplało przy intensywnym mieszaniu roztwór 9,2 g nadmanganianu potasowego w 80 ml wody w ciągu 20 minut.

Powstały w czasie reakcji osad usunięto przez filtrację. 2800 g oczyszczonego w ten sposób filtratu ochłodzono do temperatury 4°C . Wydzielony kaprolaktam odwirowano od oleju, uzyskując 1800 g oczyszczonego produktu, który po odwodnieniu przez ogrzewanie w atmosferze azotu przy obniżonym ciśnieniu był barwy śnieżno-białej i posiadał liczbę nadmanganową 7200 sek. i ekstynkcję 0,135.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania wodnych roztworów ϵ -kaprolaktamu przez traktowanie wodnego roztworu kaprolaktamu o stężeniu 20—95% przy $\text{pH} = 4—9$, w temperaturze podwyższonej roztworem utlenia-

5

cza, korzystnie nadmanganianu potasowego w ilości 0,3—6 g KMnO_4 na 1 kg kaprolaktamu i usuwanie powstałych produktów utleniania według patentu głównego nr 67725, **znamienny tym**, że temperaturę roztworu powstałego po usunięciu produktów utleniania obniża się poniżej 35°C i odwirowuje wyosobniony kaprolaktam.