



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219045
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 18 06 81
(21) (PV 4572-81)

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 06 85

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

[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 problémy krystalizace z organických rozpouštědel oddestilováním části rozpouštědla za současného působení čpavku.

Podstatou vynálezu je provedení postupu krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel tím, že do nasyceného roztoku nebo krystalové směsi 6-kaprolaktamu a organického rozpouštědla je při teplotě varu roztoku uváděn čpavek a rozpouštědlo je oddestilováno z části varem, z části odháněno parami přiváděného čpavku jako nosného plynu.

Vynález se dá předběžně využívat v oboru výroby 6-kaprolaktamu.

2

Předmětem vynálezu je způsob krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel za současného působení čpavku a odpařování rozpouštědla z nasycených roztoků 6-kaprolaktamu nebo směsí krystalů 6-kaprolaktamu s jeho nasyceným roztokem v organickém rozpouštědle.

Krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel má oproti jiným rafinačním postupům značnou výhodu v nízké spotřebě energií a vysoké čistící účinnosti. Značný sklon roztoků 6-kaprolaktamu v organických rozpouštědlech k inkrustacím však omezoval tento postup při provozní realizaci. Využitím vnitřního chlazení a odpařování rozpouštědla působením komprimovaného čpavku podle čs. AO 161 611 a 161 608 umožňuje se již využití krystalizace v technické praxi zvláště v kombinaci s výhodným použitím absorpce čpavku do vody při kondenzaci a regeneraci odváděného rozpouštědla. U tohoto postupu současně s čpavkem je odpařována i část rozpouštědla v závislosti na tenzi par rozpouštědla a čpavku podle zvolených tlakových podmínek, které v rovnovážném stavu určují hmotnostní poměr par čpavku a rozpouštědla při jejich výstupu z prostoru krystalizace.

Při zvyšování výkonu zařízení podle uvedeného postupu však expanze čpavku v roztocích 6-kaprolaktamu v organickém rozpouštědle nebo v jeho krystalických směsích je již částečně na závalu. Nezávisle na tlakových podmínkách způsobuje již expanze čpavku pění roztoků a tvorbu neúměrného množství krystalových jader, což má za následek omezení růstu větších krystalů. Zvětšování aparátů by vedlo k přílišnému zvyšování investičních nákladů a bylo by jen částečným řešením.

Postupem podle vynálezu lze uvedené nedostatky odstranit a vytvořit podmínky pro realizaci velkoprovozního zařízení.

Způsobem podle vynálezu se do nasyceného roztoku nebo krystalové směsi 6-kaprolaktamu a organického rozpouštědla při bodu varu roztoku uvádí komprimovaný čpavek v takovém množství, aby z celkově odváděného rozpouštědla v parách na 1 díl hmotnostní rozpouštědla odváděného čpavkem jako nosným plynem připadalo 0,01 až 20 dílů hmotnostních rozpouštědla odpařeného varem, přičemž horní hranice hmotnostního poměru čpavku je vymezována udržením teploty varu pracovní směsi a dolní

hranice zajištěním vlastního působení čpavku a promíchání směsi.

Hmotnostní podíl použitého čpavku k odpařování rozpouštědla je v relativně širokých mezích ovlivňován rozdílnými změnami tenzí par čpavku a rozpouštědla v závislosti na tlaku, přičemž s klesajícím tlakem v souvislosti se změnou tenze par stoupá obsah rozpouštědla v rovnovážné směsi par čpavek—rozpouštědlo. Navíc když s klesajícím tlakem současně stoupá objem par, je za nižších tlaků pod 100 kPa výhodné omezovat množství přiváděného čpavku a zvyšovat podíl odpařování rozpouštědla varem.

Celková hmotnost přiváděného čpavku do uzlu krystalizace v mezích 0,1 až 50 procent vztaženo na 6-kaprolaktam přiváděný ke krystalizaci je v podstatě závislá na pracovním tlaku krystalizátoru a koncentraci 6-kaprolaktamu v organickém rozpouštědle přiváděném ke krystalizaci.

Výhody uvedeného postupu spočívají v možnosti přizpůsobení dávkování čpavku do pracovního roztoku v širokém rozsahu 0,1 až 50 % hmotnostních na přiváděný kaprolaktam ke krystalizaci při současném zajištění promíchávání a cirkulace směsi. Rozdělení odvodu tepla na odpařování varem a odpařování v důsledku působení čpavku umožňuje snížení pracovních objemů a omezení tvorby přebytečných krystalových jader nebo oděru narůstajících krystalů. Postup umožňuje navíc realizovat provozní jednotky i za nízkých tlaků, kde je nutno počítat se značným nárůstem objemu expandovaného čpavku. Výhody možnosti snížení objemu nosného plynu se kromě vlastního uzlu krystalizace projeví dále i v části absorpce nebo regenerace nosného plynu.

Příklad 1

Do válcovité nádoby, opatřené vstupem čpavku ke dnu a odvodem par u vrchu, byl do nasyceného roztoku 6-kaprolaktamu v trichlóretylénu při počáteční teplotě 30 °C a tlaku 13 kPa uváděn čpavek v množství 40 g za hodinu, což odpovídalo odparu 280 gramů rozpouštědla, přičemž celkový odpar rozpouštědla činil 650 g za hodinu a po ukončení pokusu bylo získáno 1020 g krystalu.

Sítovým rozbořem velikosti krystalů bylo zjištěno, že 38 % krystalů vykazovalo hodnotu nad 1 mm a celkově 93 % krystalů hodnotu nad 0,4 mm.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob krystalizace 6-kaprolaktamu z organických rozpouštědel jako je benzen, toluen nebo trichlóretylén oddestilováním části rozpouštědla z nasyceného roztoku 6-kaprolaktamu v organickém rozpouštědle nebo krystalové směsi 6-kaprolaktamu a organického rozpouštědla při jejich bodu varu v rozmezí teplot -20 až 60 °C a za součas-

ného působení čpavku v množství 0,1 až 50 procent hmotnostních na přiváděný 6-kaprolaktam ke krystalizaci v rozmezí tlaků 100 Pa až 800 kPa vyznačený tím, že na 1 díl hmotnostní rozpouštědla odváděného nasycením par čpavku parami rozpouštědla připadá 0,01 až 20 dílů hmotnostních rozpouštědla odpařeného varem.