



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212 989

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 07 80
(21) PV 5169-80

(51) Int. Cl.³ C 07 D 227/087

(40) Zveřejněno 31 08 81

(45) Vydáno 01 01 84

(75)

Autor vynálezu SLADKÝ JAN ing., NERATOVICE

(54) Způsob zpracování silně znečištěných roztoků kaprolaktamu v organickém rozpouštědle

1

Předmětem vynálezu je zpracování silně znečištěných roztoků kaprolaktamu v organickém rozpouštědle, získávaných jako zpětné proudy při krystalizaci kaprolaktamu z benzenu, toluenu nebo trichloretylénu, obzvláště při použití přímého chlazení pracovního roztoku krystalizace čpavkem, využitím čistícího účinku extrakce hlavního proudu surového kaprolaktamu z vodní fáze při použití stejného typu organického rozpouštědla jako pro krystalizaci, za výhodných podmínek oddělování čpavku ze směsi a převodu znečišťujících příměsí do vodní fáze v koncové části extrakce.

Při provádění krystalizace kaprolaktamu z organických rozpouštědel, např. podle čs. autorských osvědčení 161 608 a 161 611 jsou odtahovány matečné louhy ve formě silně znečištěného 30 až 70%ního roztoku kaprolaktamu v organickém rozpouštědle s obsahem až 1 % čpavku.

Podobné složení s vysokým obsahem znečišťujících látek, ale s malým obsahem čpavku, mají prací roztoky, vznikající postupem např. podle čs. autorského osvědčení č. 156 087 a 182 305 zvláště když praní krystalu se provádí odděleně až po jeho separaci z obvodu krystalizace. V této fázi se praní krystalu provádí běžně jednostupňově, např. na odstředivce, nebo ve vícestupňovém systému, nejlépe v protiproudu. Množství pracovního roztoku je pak závislé na počtu stupňů praní jakož i na tvaru a velikosti krystalu, hlavně však na stupni znečištění povrchu krystalu.

Jako další zpětný proud při krystalizaci kaprolaktamu je možno uvést emulzi přebyteč-

ných krystalových zárodků v rozpouštědle, která může být recirkulována a po roztavení krystalových zárodků vrácena zpět do obvodu krystalizace, nebo odděleně podrobena čištění současně s odebíranými matečnými louhy.

Čištění zpětných proudů z krystalizace kaprolaktamu v organickém rozpouštědle, které podle volby rozpouštědla a pracovní teploty v krystalizátoru obsahují 30 až 70 % kaprolaktamu v příslušném organickém rozpouštědle, se běžně provádí recirkulací přes předcházející stupeň extrakce surového kaprolaktamu tak, že zpětný proud se převede do vodní fáze extrakcí kaprolaktamu vodou a po spojení s hlavním proudem surového vodného roztoku kaprolaktamu se opětovně podrobí extrakci do organického rozpouštědla. Roztok kaprolaktamu v takto získané organické fázi je po odpaření části rozpouštědla znovu připraven jako vstupní roztok pro krystalizaci.

Nevýhodou uvedeného čisticího postupu, jak již bylo dříve popsáno, je nepříznivý poměr rozdělení nečistot u koncentrovaných roztoků kaprolaktamu v organickém rozpouštědle v prvním teoretickém kontaktu extrakce z důvodů, že kaprolaktam sám je dobrým rozpouštědlem znečišťujících příměsí. Uvedený postup extrakce má běžně relativně nízkou čisticí účinnost.

Další nevýhodou jsou potíže při zpracovávání části zpětných proudů kaprolaktamu v organickém rozpouštědle ze systému krystalizace s přímým chlazením čpavkem. Poměrně vysoký obsah čpavku i v bezvodých roztocích kaprolaktamu, odebíraných z obvodu krystalizace může způsobovat přealkalizování vodní fáze v následné extrakci s tvorbou emulzí a konečně i ekonomickou nevýhodnost postupu.

Postupem podle vynálezu se zpětné proudy koncentrovaných roztoků kaprolaktamu z krystalizace spojením s organickým extraktem z koncové části extrakce hlavního proudu vodní fáze převedou do formy zředěných roztoků s obsahem pod 5 % kaprolaktamu, nejvýhodněji 1 až 2 %, načež se ponechá vyexpandovat hlavní část přítomného čpavku v roztoku a roztok se použije jako extrakční činidlo v první části extrakce přiváděného hlavního proudu kaprolaktamu ve vodní fázi.

Postup představuje v podstatě dva na sebe navazující stupně extrakce hlavního proudu kaprolaktamu v sériovém propojení s posunutím koncentračních spádů v důsledku vstupu zpětných proudů z krystalizace, přičemž přerušení systému extrakce a oddělení fází je využíváno k expanzi čpavku, přiváděného ke zpětnému proudu z krystalizace.

V praktickém provedení je nejvýhodnější volit přerušení extrakce a vstup zpětných proudů mezi V. až VIII. teoretickým patrem. Tím je zajištěno dostatečné zředění roztoků pro expanzi čpavku a výhodný přechod znečišťujících příměsí do vodní fáze jakož i propírání organického extraktu vodní fází v první části extrakce a vyextrahování kaprolaktamu z vodní fáze za výhodných podmínek z hlediska přechodu nečistot v koncové části extrakce hlavního proudu.

Jednodušší je provedení zpracování pracích roztoků z krystalizace s nízkým obsahem čpavku, kde expanze může být nahrazena převedením všech znečišťujících příměsí přímo do vodní fáze v systému extrakce.

Volba rozpouštědla se přizpůsobuje tak, aby rozpouštědlo vyhovovalo současně podmínkám extrakce a uplatnila se jeho čisticí účinnost. Zvláště pak se přihlíží k možnosti provedení

krystalizace. Všem těmto podmínkám vyhovují nejlépe benzen, toluen a trichloretylén.

Příklad 1

Z laboratorního modelu krystalizace kaprolaktamu z trichloretylénu bylo odebíráno 200 ml matečných louhů s obsahem 52 % kaprolaktamu a 0,62 % čpavku, což představovalo celkově 15 % produkovaného krystalu.

Roztok byl uváděn do dvoustupňové extrakce za VII. teoret. patrem do trichloretylénového extraktu s koncentrací 1,2 % kaprolaktamu. Výsledný extrakt po uvedení zpětného proudu s obsahem 1,9 % kaprolaktamu a oddělení uvolněného plynného čpavku byl použit dále jako extrakční činidlo pro extrakci vstupní vodní fáze a v protiproudém systému nakoncentrován na 18 % kaprolaktamu. Vodní fáze v místě zpětného proudu s obsahem 5,5 % KL byla v dalších 8 teoretických kontaktech extrahována čistým trichloretylénem.

Získaný trichloretylénový extrakt vykazoval hodnotu extinkce v pásmu 290 nm 7,5 a spotřebu 33 mekv KMnO_4/kg , zatímco běžně provedeným postupem extrakce hodnota extinkce dosahovala 12,6 a spotřeba KMnO_4 67 mekv/kg.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob zpracování silně znečištěných roztoků kaprolaktamu v organickém rozpouštědle z krystalizace kaprolaktamu v části extrakce hlavního proudu kaprolaktamu, vyznačený tím, že silně znečištěné roztoky kaprolaktamu v organickém rozpouštědle s obsahem 30 až 70 % kaprolaktamu a s případným obsahem čpavku do 1 % se uvedou do organického extraktu v části koncové extrakce hlavního proudu tak, aby koncentrace kaprolaktamu po spojení obou proudů klesla pod 5 % kaprolaktamu, nejlépe 1 až 2 % kaprolaktamu, načež po expanzi a oddělení plynného čpavku, nebo při jeho nízké koncentraci po převedení čpavku do vodní fáze extrakce, se roztok použije jako extrakční činidlo k extrakci hlavního proudu vstupní vodní fáze.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že extrakce a krystalizace kaprolaktamu se provede v prostředí stejného rozpouštědla.