



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 955

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 26 05 80
(21) PV 3675-80

(51) Int. Cl.³

B 01 D 11/00

(40) Zveřejněno 26 02 82
(45) Vydáno 01 09 84

(75)
Autor vynálezu

SLADKÝ JAN ing., NERATOVICE

(54) Způsob extrakce těžkých frakcí kaprolaktamu

Vynález se týká oboru výroby kaprolaktamu a řeší problémy předčištění a zpracování těžkých frakcí, odpadajících při rektifikaci hlavního výrobního proudu kaprolaktamu.

Vynález řeší spojení čistícího procesu, protiproudne extrakce vodných roztoků kaprolaktamu do organického rozpouštědla, s předčištěním a zpracováním těžkých frakcí kaprolaktamu, odpadajících při rektifikaci hlavního proudu, které se do systému extrakce hlavního výrobního proudu uvádějí v místě poklesu koncentrace kaprolaktamu ve vodní fázi pod 30 % hmot. kaprolaktamu, s výhodou pod 10 % hmot., ve hmotnostním poměru nejvýše 1 díl těžkých frakcí na 10 dílů vodní fáze a kaprolaktam se koncovou extrakcí převede do organické fáze, načež získaný extrakt kaprolaktamu se promývá a současně zkoncentrovává v protiproudém systému extrakce hlavního proudu vodného roztoku kaprolaktamu, přiváděného k extrakci.

Postup je vypracován na základě specifických vlastností kaprolaktamu a vlastností znečišťujících příměsí, proto se dá předběžně využít v oboru výroby kaprolaktamu.

Vynález se týká způsobu extrakce těžkých frakcí z rektifikace kaprolaktamu do organického rozpouštědla a následovného promývání získaného organického extraktu hlavním proudem přiváděné vodní fáze v protiproudém systému extrakce.

Nejběžnějším postupem čištění surového kaprolaktamu, získaného po neutralizaci laktamsírové kyseliny ve formě koncentrovaného vodného roztoku, je extrakce. Podle způsobu dalšího zpracování provádí se extrakce jednostupňově, převedením kaprolaktamu do organického rozpouštědla, nebo dvoustupňově provedením následné reexace kaprolaktamu zpět do vody.

Vedle čistícího účinku je nutno u extrakce surového kaprolaktamu zabezpečit z ekonomických důvodů i dostatečné vyextrahování kaprolaktamu z vodní fáze. Těmto podmínkám se podřizuje i volba organických rozpouštědel, jejichž charakteristickou vlastností je pokles čistící účinnosti s rostoucí schopností extrakce kaprolaktamu. Zatímco čistící efekt extrakce lze ovlivňovat v podstatě volbou rozpouštědla, vlastní účinnost postupu lze ovládat volbou zařízení s příslušným počtem teoretických kontaktů.

V provozní praxi se proto volí pro extrakci kaprolaktamu rozpouštědla spíše s vyšší čistící účinností, jako např. benzentoluen, nebo trichloretylén. Konečný čistící efekt je dán v podstatě fázovou rovnováhou posledního kontaktu výstupního organického extraktu s přiváděnou vodní fází, kde již není zanedbatelný vliv koncentrace kaprolaktamu v organickém extraktu, přičemž kaprolaktam sám, jako dobré rozpouštědlo nežádoucích znečišťujících příměsí, může negativně ovlivňovat selektivní čistící účinek extrakčního činidla v této fázi extrakce.

Jsou známy postupy částečného ovlivňování dělení nečistot mezi vodní a organickou fází, např. propíráním získaného organického extraktu vodou, systémem tzv. refluxové extrakce, které jsou založeny na uvolnění fázového napětí, mají však vesměs omezenou účinnost v důsledku nepříznivého velkého přechodu kaprolaktamu do vodní fáze, což je dáno již prvotní volbou typu rozpouštědel.

Nevýhodou všech těchto dočišťovacích operací je, že mohou být prováděny až po posledním kontaktu organického rozpouštědla s přiváděnou vodní fází, to znamená v místě nejvyšší koncentrace kaprolaktamu v extraktu, což samo o sobě je nepříznivým faktorem, který se znásobuje ještě tří až pětinašobně vyšším obsahem kaprolaktamu ve vodní fázi ve srovnání s organickým rozpouštědlem po dosažení rovnovážného stavu. Tímto je omezeno množství propírání vodní fáze do oblasti 2 až 10 % objemu organické fáze.

Podstata způsobu extrakce znečištěných těžkých frakcí kaprolaktamu podle vynálezu spočívá v tom, že kaprolaktam se podrobí koncové extrakci ze zředěných vodných roztoků s celkovým obsahem pod 30 % hmot. kaprolaktamu, nejvýhodněji 2 až 10 % hmot., které se

přípraví nejlépe rozpuštěním těžkých frakcí v částečně vyextrahované vodní fázi hlavního proudu extrakce po 4. až 6. teoretickém kontaktu, načež v následujícím patře získaný zředěný extrakt kaprolaktamu v organickém rozpouštědle se použije jako extrakční činidlo pro první teoretické kontakty, čímž se současně promývá a zkoncentrovává v protiproudém systému extrakce hlavním proudem přiváděné vodní fáze. Přiváděná vodní fáze do první části extrakce po poklesu koncentrace kaprolaktamu z běžných 60 až 70 % hmot. na hodnoty pod 30 % hmot. se opět použije k rozpouštění těžkých frakcí kaprolaktamu.

Postupem podle vynálezu lze za výhodných objemových poměrů provedením extrakce a následným praním získaného extraktu dosáhnout zvýšené čistící účinnosti do té míry, že extrakcí lze úspěšně zpracovávat i značně znečištěné zbytkové produkty rektifikace kaprolaktamu, které se běžně zpracovávají depolymerací nebo šaržovitými destilacemi.

Vypracovaným postupem se dosahuje tří až pětinasobného zvýšení hodnoty permanganátového čísla konečného produktu kaprolaktamu a úměrně k tomu snížení absorpce v oblasti 290 nm vyjádřeného extinkcí vodných roztoků produktu ve srovnání s provedením běžného typu extrakce. Zvláště důležité při tom je zamezení přímého styku výsledného organického extraktu s přiváděnými těžkými frakcemi kaprolaktamu, protiproudé promývání extraktu těžkých frakcí hlavním proudem vodní fáze a provedení extrakce těžkých frakcí za uvedených objemových poměrů vodní a organické fáze v koncové extrakci.

Příklad 1

Ve 4 teoretických kontaktech bylo protiproudě do trichloretylénu extrahováno 4 000 g surového kaprolaktamu ve formě 65 %ního vodního roztoku. Ve vodní fázi s obsahem 4,5 % hmot. kaprolaktamu po provedené extrakci bylo rozpuštěno 100 g těžkých frakcí kaprolaktamu a podrobeno v koncové extrakci v 8 teoretických kontaktech. Získaný trichloretylénový extrakt, s obsahem 1,2 % hmot. kaprolaktamu, byl použit k extrakci vstupní vodní fáze v prvních 4 kontaktech. Celkový objemový poměr vstupní vodní fáze a rozpouštědla 1 : 2 byl volen tak, aby výstupní trichloretylénový extrakt obsahoval 18 až 20 % hmot. kaprolaktamu. Konečný produkt po provedení reekstrakce kaprolaktamu do vody a vakuové destilaci odvozeného surového produktu měl permanganátové číslo 9 000 s a extinkci 0,2 v oblasti pásma 290 nm. Pro porovnání provedené extrakce surového kaprolaktamu s přidáním těžkých frakcí hned do prvního teoretického kontaktu poskytly produkt s hodnotou permanganátového čísla 2 500 s a extinkcí 0,6.

Příklad 2

Stejným postupem jako u příkladu 1 provedením extrakce surového kaprolaktamu benzenem v případě vstupu těžkých frakcí do 5. teoretického kontaktu byl získán konečný produkt s hodnotou permanganátového čísla 11 000 s a extinkcí 0,1. Ve srovnávacím pokusu s přidáváním těžkých frakcí již do prvního teoret. kontaktu byl získán produkt s hodnotami permanganátového čísla 3 500 s a extinkcí 0,3.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob extrakce těžkých frakcí kaprolaktamu v protiproudém systému extrakce hlavního proudu vodní fáze do organického rozpouštědla jako benzen, toluen nebo trichloretylén, vyznačený tím, že do protiproudého systému extrakce vodného roztoku kaprolaktamu a organického rozpouštědla, nejlépe do oddělené vodní fáze, v místě poklesu koncentrace kaprolaktamu pod 30 % hmot., s výhodou při koncentraci pod 10 % hmot. kaprolaktamu ve vodní fázi, se uvedou těžké frakce kaprolaktamu v hmotnostním poměru nejvíce 1 díl kaprolaktamu na 10 dílů vodní fáze a kaprolaktam se převede koncovou extrakcí do organického rozpouštědla, načež získaný extrakt kaprolaktamu se promývá a současně zkoncentrovává kaprolaktamem v protiproudém systému extrakce hlavního proudu vodného roztoku kaprolaktamu přiváděného k extrakci.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že poměr koncentrací kaprolaktamu ve vodní fázi vstupního hlavního proudu a ve vodní fázi v místě vstupu a rozpouštění těžkých frakcí kaprolaktamu je vyšší jak 2 : 1.