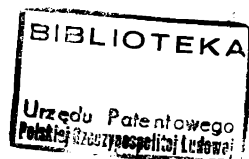


COAd 41/06



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40555

Kl. 12 p, 5

VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wstępnego traktowania olejów laktamowych

Patent trwa od dnia 9 maja 1956 r.

Pierwszeństwo: 27 sierpnia 1955 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

W wyniku reakcji przegrupowania oksymów cyklicznych ketonów za pomocą oleum albo kwasu siarkowego otrzymuje się odpowiednie laktamy w roztworze stężonego kwasu siarkowego.

W celu wyodrębnienia laktamu w technice najczęściej zobojętnia się kwas siarkowy wodą amoniakalną. W ten sposób otrzymuje się ług siarczanoamoniowy, z którego wydziela się cenny laktam w postaci tak zwanego oleju laktamowego.

Taki olej laktamowy w zależności od rodzaju laktamu i sposobu przerobu posiada następujący przybliżony skład: 66 — 68% laktamu, 28 — 31% wody, 1,4 — 2% siarczanu amoniowego, 0,2 — 0,4% amoniaku i 0,1 — 0,3% odpowiedniego ketonu.

Jest rzeczą znaną, że oleje laktamowe nie mogą być bezpośrednio destylowane pod próżnią, lecz muszą być najpierw poddane ekstrakcji, jeśli ma być osiągnięta wysoka wydajność i dobra jakość odnośnego laktamu. Do takiej ekstrakcji używa się na ogół chlorowęglowodorów.

Wadą tego rodzaju ekstrakcji jest tworzenie się emulsji przy przerobie ubogich w laktam olejów.

To tworzenie się emulsji można zmniejszyć jeśli z oleju laktamowego usunąć część wody i jednocześnie zawarty w nim amoniak i keton. Ażeby osiągnąć pożądaną skutek wystarczy usunąć tyle wody, ażeby zawartość laktamu podniosła się do 72 — 78%.

Jeśli wstępna koncentracja doprowadzi do zawartości laktamu wynoszącej ponad 80%, łatwo występują zaburzenia z powodu wydzielania się siarczanu amoniowego. Zagęszczenie oleju laktamowego prowadzi się zazwyczaj przez odparowanie pod ciśnieniem atmosferycznym lub zmniejszonym.

Zwrócono też uwagę, że przez taką wstępną koncentrację osiąga się zwiększenie wyników ekstrakcji oleju laktamowego.

Stwierdzono, że dalsze podniesienie wydajności przy jednoczesnym poprawieniu jakości laktamu osiąga się wtedy, gdy wstępne podgęszczanie prowadzi się w ten sposób, że przez olej laktamowy w podwyższonej temperaturze przepuszcza się gaz, na przykład azot albo powietrze, w postaci subtelnie rozpylonej.

Przy zastosowaniu powietrza ulegają utlenieniu

zanieczyszczenia zawarte w oleju laktamowym na skutek czego podnosi się czystość produktu. Stopień czystości można jeszcze podwyższyć, jeśli do oleju laktamowego dodać znikome ilości katalitycznie działających soli metali, jak octanu manganu lub kobaltu. Same laktamy przez taką obróbkę nie ulegają uszkodzeniu. Przepuszczanie gazu przez olej laktamowy może być prowadzone porcjami lub w sposób ciągły. Proponowany sposób ma tę zaletę, że pod względem aparaturowym i prowadzenia procesu jest bardzo dogodny.

Poza zmniejszeniem tworzenia się emulsji w czasie ekstrakcji oraz szczególnie dobrych efektów pod względem czystości, osiąga się również zwiększenie wydajności czystego laktamu, która jest większa o 1 — 3% niż w przypadku odparowywania oleju laktamowego. Wprawdzie było rzeczą znaną, że można osiągnąć wysoki stopień czystości kaprolaktamu jeśli oczyszczony uprzednio za pomocą destylacji bezwodny produkt potraktować gazami obojętnymi, trudno było jednakże przewidzieć, że sposób według wynalazku da również i inne wyżej wymienione korzyści technologiczne, które umożliwiają wydajne podniesienie wydajności.

Przykład I. 1000 części wagowych oleju metylolaktamowego, otrzymanego przez przegrupowanie i następne zobojętnienie oksymu o-metylocykloheksanonu, umieszcza się w szerokiej rurze, którą ogrzewa się na całej jej długości za pomocą wody o temperaturze 100°C. Przez ten olej laktamowy przedmucha się na godzinę stokrotną, w stosunku do jego objętości, ilość azotu w postaci silnie rozdrobnionej. Po upływie trzech godzin zostaje oddestylowane tak dużo wody, że zawartość metylolaktamu w oleju wzrasta z początkowych 68% do 77% i olej metylolaktamowy zostaje uwolniony od amoniaku i o-metylocykloheksanonu.

Potraktowany w ten sposób olej metylolaktamowy daje się ekstrahować w 5-o stopniowym ekstraktorze, bez tworzenia się emulsji. Wydajność czystego metylolaktamu wyniosła 96%. Po przedestylowaniu pod próżnią wykazywał on liczbę nadmanganianową 520 sek.

Z takiego samego metylolaktamu oddestylowano pod normalnym ciśnieniem tyle wody, że zawartość metylolaktamu w oleju wzrosła do 76%. Potraktowany w ten sposób olej można było bez zakłóceń ekstrahować w 5-o stopniowym ekstraktorze. Otrzymany z wydajnością tylko 93% metylolaktam po przedestylowaniu w próżni wykazywał liczbę nadmanganianową wynoszącą zaledwie 340 sek.

Przykład II. Olej laktamowy otrzymany przez przegrupowanie i następne zobojętnienie oksymu cykloheksanonu i zawierający 66% kaprolaktamu, 30,4% wody, 2,1% siarczanu amonowego, 0,4% amoniaku i 0,3% cykloheksanonu wprowadza się w ilości 1000 części wagowych na godzinę od góry do szerokiej rury, która na całej swojej długości jest ogrzewana parą o ciśnieniu 0,1 atm. Przez olej ten przepuszcza się stokrotną w stosunku do objętości oleju, ilość powietrza uprzednio podgrzanego do temperatury 110°C. Przedmuchiwany powietrzem olej laktamowy, w którym zawartość kaprolaktamu wzrosła do 75 — 76% i który został uwolniony od amoniaku i cykloheksanonu, opuszcza dołem rurę poprzez przewód przelewowy i spływa bezpośrednio do 6-o stopniowego ekstraktora, w którym poddaje się go ekstrakcji, przy czym nie tworzy się emulsja. Otrzymany z wydajnością 98% — 99% kaprolaktam po destylacji w próżni posiada liczbę nadmanganianową — 940 sek.

Z takiego samego oleju laktamowego oddestylowano pod zmniejszonym ciśnieniem tyle wody, że zawartość kaprolaktamu podniosła się do 76%. Podgęszczony olej można było bez zakłóceń ekstrahować w 6-cio stopniowym ekstraktorze, jednakże wydajność wyniosła tylko około 97%.

Przedestylowany pod próżnią kaprolaktam wykazywał liczbę nadmanganianową — 500 sek.

Przykład III. Do 1000 części wagowych oleju laktamowego według przykładu II dodano 0,02% 50%-go wodnego roztworu octanu manganowego i tak jak podano w przykładzie II przedmuchiwało przez niego powietrze, ekstrahowano i destylowano. W czasie ekstrakcji nie tworzyła się żadna emulsja. Kaprolaktam otrzymany z wydajnością 98% — 99% posiadał liczbę nadmanganianową — 1500 sek. i wykazywał wyjątkową odporność na działanie światła.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wstępnego traktowania olejów laktamowych, zawierających wodę i otrzymywanych przez Beckmanowskie przegrupowanie oksymów cyklicznych ketonów i następne zobojętnianie, znamieny tym, że przez oleje te przepuszcza się w podwyższonej temperaturze gaz w postaci dokładnie rozdrobnionej.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako gaz stosuje się powietrze.

VEB Leuna-Werke
„Walter Ulbricht”

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych