



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42590

CO7C, 27/26

Kl. 12 o, 25

Instytut Chemii Ogólnej*)

Warszawa, Polska

M

Sposób oczyszczania cykloheksanonu i jego mieszanin od estrów

Patent trwa od dnia 11 czerwca 1958 r.

W procesie utleniania cykloheksanu w fazie ciekłej otrzymuje się w pewnych warunkach głównie cykloheksanon i cykloheksanol. Związki te zawierają szereg zanieczyszczeń, będących produktami reakcji ubocznych i wtórnych w procesie utleniania cykloheksanu. Wśród tych zanieczyszczeń znajdują się estry, których nie daje się oddzielić od cykloheksanonu metodami zwykle w technologii chemicznej stosowanymi, np. za pomocą destylacji. Nawet w trakcie rektyfikacji próżniowej na kolumnach o bardzo dużej zdolności rozdzielczej, w czasie której rozdziela się cykloheksanon od cykloheksanolu uzyskuje się cykloheksanon, zawierający znaczne ilości estrów.

Zmydlanie estrów w cykloheksanonie i jego mieszaninach np. przez gotowanie z wodnym roztworem NaOH daje produkt o liczbie zmydlenia około 10. Przy zmydłaniu estrów w bardziej ostrych warunkach, np. w roztworze alkoholowym, zachodzą uboczne reakcje cyklo-

heksanonu, przy czym jego straty wynoszą do kilkudziesięciu procentów.

Zagadnienie usuwania estrów z cykloheksanonu stanowi ważny problem z przemysłowego punktu widzenia, gdyż obecność estrów w cykloheksanonie dyskwalifikuje ten produkt jako surowiec do otrzymania kaprolaktamu.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania cykloheksanonu i jego mieszanin, od zanieczyszczeń w postaci estrów, polegający na energicznym mieszanii cykloheksanonu, ewentualnie jego mieszanin w podwyższonej temperaturze z 25% wodnym roztworem NaOH, zawierającym nieco benzenosulfonianu sodowego, który w tej reakcji działa katalitycznie. Zamiast benzenosulfonianu sodowego można stosować jako katalizator kwas benzenosulfonowy, ewentualnie inne kwasy sulfonowe zawierające w cząsteczce pierścień benzenowy lub ich sole.

Warunkiem prawidłowego przebiegu procesu jest wytwarzanie w układzie emulsji ługu w mieszaninie, zawierającej estry. Po zakończeniu zmydłania, do mieszaniny dodaje się

*) Właściciel patentu oświadczył, iż twórcą wynalazku jest Stanisław Ciborowski.

około 50% objętościowych wody i oddestylowuje cykloheksanon i cykloheksanol z parą wodną, zawierając warstwę wodną kondensatu do zbiornika kolumny. W tych warunkach otrzymuje się cykloheksanon (lub jego mieszaninę) o liczbie zmydlenia około 1, przy czym straty cykloheksanonu wynoszą parę procentów łącznie ze stratami przy destylacji.

Przykłąd. 1510 ml (1436 g) mieszaniny, zawierającej 37,8% cykloheksanonu (542 g), poza tym zawierającej głównie cykloheksanol, nieco estrów (liczba zmydlenia 40,8) i innych zanieczyszczeń miesza się z 200 ml 25%-owego NaOH i 15 ml 30%-owego wodnego roztworu benzenosulfonianu sodowego. Czas mieszania wynosił 5 godzin, temperatura 60°C, liczba obrotów mieszadła 400/min.

Z mieszaniny tej oddestylowano następnie z parą wodną 1461 ml (1390 g) mieszaniny, zawierającej 37,1% cykloheksanonu (516 g) oraz 204 ml (205 g) wodnego roztworu, zawierającego 4 g cykloheksanonu. Łącznie cykloheksanonu oddestylowano 520 g, straty wynoszą 22 g, co

stanowi 4%. Liczba zmydlenia oddestylowanej mieszaniny wynosi 1,1.

Można również poddawać zmydłaniu estry w mieszaninach cykloheksanonu, zawierających rozpuszczoną wodę. W tym przypadku należy dodawać ług o takim stężeniu, aby łącznie z wodą zawartą w oczyszczanej mieszaninie, stężenie ługu kształtowało się na poziomie 25%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania cykloheksanonu i jego mieszanin od estrów, znamieny tym, że estry te zmydla się w obecności katalizatora za pomocą stężonego ługu sodowego, który zawieszają się w oczyszczanym cykloheksanonie w postaci subtelnej zawiesiny.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako katalizator stosuje się benzenosulfonian sodowy lub kwas benzenosulfonowy, ewentualnie inne kwasy sulfonowe, zawierające w cząsteczce pierścień benzenowy lub ich sole.

Instytut Chemii Ogólnej