

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

70458

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12p, 5

Zgłoszono: 11.03.1970 (P. 139 333)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07d 41/06

Zgłoszenie ogłoszono: 15.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.05.1974

Twórcy wynalazku: Wiktor Albrecht, Władysław Czternastek, Henryk Gościński
Czesław Kasela, Gertruda Przybylska, Tadeusz Wysocki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakłady Włókien Sztucznych „Stilon”,
Gorzów Wielkopolski (Polska)

Sposób wytwarzania kaprolaktamu z odpadów poliamidowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kaprolaktamu z odpadów poliamidowych.

Znane dotychczas sposoby otrzymywania kaprolaktamu z odpadowego poliamidu 6 polegają na działaniu przegrzanej pary wodnej na stopiony poliamid 6, do którego dodaje się – w miarę zużycia – katalizatory. Stosowany jest przy tym dodatek technicznego kwasu fosforowego o stężeniu 50–85%, mieszanina kwasu fosforowego z kwasem borowym lub związek kwasu fosforowego z kaprolaktamem. Katalizatory te odznaczają się dobrą skutecznością, lecz wszystkie atakują w większym lub mniejszym stopniu ścianki reaktora, wykonywanego zwykle ze stali kwasoodpornej. Korozja jest szczególnie silna tam, gdzie strumień wprowadzanego w postaci cieczy katalizatora styka się z nagrzanymi (do 300°C) metalowymi elementami wnętrza reaktora, takimi jak: przewód prowadzący katalizator, ścianki reaktora, filtr, mieszałko reaktora i innymi. W przeciwieństwie do sposobów znanych sposób według wynalazku nie tylko pozwala na uniknięcie korozji elementów kwasoodpornych reaktora ale i umożliwia wytwarzanie kaprolaktamu z odpadów poliamidowych przy użyciu reaktora wykonanego z zwykłej stali konstrukcyjnej węglistej.

Istotą wynalazku jest sposób wytwarzania kaprolaktamu z odpadów poliamidowych przy zastosowaniu związku niskocząsteczkowego polikaproamidu z kwasem fosforowym o wzorze 1, w którym n oznacza 0–10 i/lub o wzorze 2, w którym n oznacza 0–5, jako katalizatora reakcji depolimeryzacji. Sposób wytwarzania tego katalizatora polega na ogrzewaniu polikaproamidu wysokocząsteczkowego z ortofosforanem jednoamionowym, dwuamionowym, aż do stopienia i odparowania wydzielającego się przy tym gazowego amoniaku. Proces stapiania może być prowadzony w naczyniach aluminiowych, ogrzewanych przeponowo parami zwykle stosowanych przenośników ciepła w temperaturach między 220–250°C. Do stapiania używa się odpadów włóknistych lub ziarnistych poliamidu 6, przy czym podczas procesu stapiania ciężar cząsteczkowy poliamidu wielokrotnie się zmniejsza, masa staje się rzadko płynna i może być w tym stanie dodawana do depolimeryzatora; może być również wylana do form i schłodzona do skrzepnięcia. W tej postaci może być dodawana do stapiacza odpadów lub do depolimeryzatora. Temperatura krzepnięcia stopu 140–150°C.

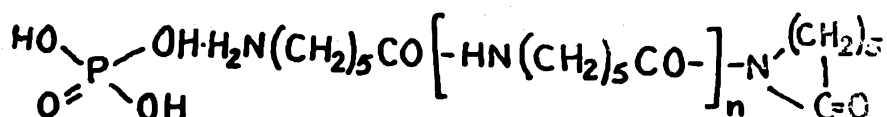
Przykład I. Do naczynia z blachy aluminiowej zaopatrzonego w pokrywę z otworem załadowniczym, w płaszcz grzejny i otwór spustowy z zamknięciem ładuje się porcjami odpady przedzdy polikaproamidowej

w ilości łącznej 100 kg na przemian z porcjami fosforanu dwuamonowego w ilości łącznej 20 kg. Po stopieniu i ustaniu intensywnego wydzielania się amoniaku rzadkoplłynny stop wprowadza się ogrzanym do 160°C przewodem do reaktora depolimeryzacji wykonanego z blachy stalowej St 35 zawierającego stopione odpady polikaproamidowe o temperaturze 270–310°C, przez które przepuszcza się przegrzaną (350°C) parę wodną jednym ze znanych sposobów. Stop z 20 kg fosforanu dwuamonowego wystarcza do depolimeryzacji 1,2–1,8 t polikaproamidu odpadkowego. Zdolność katalityczna zastosowanego katalizatora jest bardzo dobra. Wydajność kaprolaktamu: 95–98% wagowo w przeliczeniu na użyty poliamid. Korozja ścianek reaktora wynosi mniej niż 0,5 mm/rok.

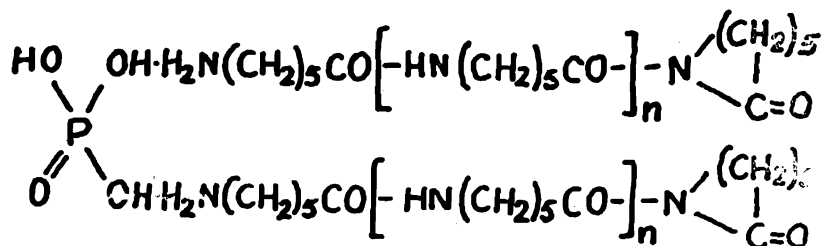
Przykład II. Do naczynia jak w przykładzie I ładuje się porcjami odpady polikaproamidowe ziarniste w ilości około 100 kg na przemian z porcjami fosforanu jednoamonowego w ilości łącznej około 40 kg. Po ogrzaniu do 230°C, całkowitym stopieniu się masy reagującej i ustaniu intensywnego wydzielania się amoniaku wylewa się masę na tace chłodzone powietrzem. Po skrzepnięciu stop kruszy się i dodaje porcjami do stapiacza w ilości 2–4 kg stopu na każde 100 kg stapianych odpadów polikaproamidowych. Otrzymaną mieszaninę odcedza się w filtrze od zanieczyszczeń stałych wprowadzonych z odpadami po czym wprowadza się odcedzoną rzadkoplłynną masę do reaktora depolimeryzacji, w którym w temperaturze 270–310°C pod wpływem doprowadzonej przegrzanej do 350°C pary wodnej następuje rozkład polikaproamidu i oddestylowanie wytworzonego przy tym kaprolaktamu z wydajnością 95–98% wagowo w stosunku do użytego polikaproamidu. Korozja stalowych ścianek stapiacza jak i ścianek reaktora depolimeryzacji nie przekracza 1 mm rocznie.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kaprolaktamu z odpadów poliamidowych przez działanie na nie przegrzanej pary wodnej w obecności katalizatora zawierającego fosfor, znamienny tym, że jako katalizator stosuje się związki polikaproamidu niskocząsteczkowego z kwasem fosforowym o wzorze 1, w którym n oznacza 0–10 lub o wzorze (2), w którym n oznacza 0–5.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się katalizator wytworzony przez ogrzewanie fosforanu jedno lub dwuamonowego z polikaproamidem wysokocząsteczkowym aż do stopienia.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że katalizator wprowadza się do reaktora depolimeryzacji lub do stapiacza odpadów w postaci stałej lub ciekłej.



Wzór 1



Wzór 2