



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

247555

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 201/16

/22/ Prihlášené 29 12 83
/21/ PV 10135-83

(40) Zverejnené 12 06 86

(45) Vydané 16 05 88

(75)

Autor vynálezu

KULLA ŠTEFAN ing., ŽILINA, VALLOVÁ HELENA ing., BYTČA

(54) Spôsob spracovania kryštálu 6-kaprolaktámu

Riešenie sa týka spracovania kryštálu 6-kaprolaktámu, najmä kryštálu vyrobeného kryštalizáciou 6-kaprolaktámu z jeho roztokov v tri-chloretyléne. Účelom riešenia je postup zameraný na odstraňovanie zbytkov rozpúšťadla nachádzajúceho sa v kryštáli 6-kaprolaktámu oddelenom zo suspenzie. Podstatou riešenia je zmiešavanie 1 dielu kryštálu obsahujúceho 90 až 99,5 % hmotnostných 6-kaprolaktámu s 1 až 6 dielmi taveniny obsahujúcej 80 až 99 % hmotnostných 6-kaprolaktámu s následným spracovaním vytvorenej suspenzie usadzovaním spojeným s tavením usadeného kryštálu, pričom 40 až 95 hmotnostných dielov vytvorenej taveniny je odvádzané ako čistý produkt a 5 až 60 % hmotnostných dielov vytvorenej taveniny je vedených proti smeru usadzovania kryštálu a odvádzaná spolu s pôvodnou taveninou ako vedľajší prúd. Podstatná časť taveniny 6-kaprolaktámu oddelenej ako vedľajší prúd je priamo, alebo po zvýšení koncentrácie 6-kaprolaktámu odparením časti prchavých podielov vedená k opätovnému zmiešavaniu s pôvodným kryštálom. Zbytok taveniny oddelenej ako vedľajší prúd je priamo, alebo po znížení koncentrácie 6-kaprolaktámu prídavkom čistého rozpúšťadla vedený do stupňa kryštalizácie, alebo s výhodou do stupňa premývania kryštálu 6-kaprolaktámu. Spôsobu podľa riešenia možno využiť v prípadoch čistenia látok kryštalizáciou z roztokov, kedy konečnou formou látky môže byť tavenina.

Vynález rieši spôsob spracovania kryštálu 6-kaprolaktámu, najmä kryštálu obsahujúceho zbytky chlórovaných organických rozpúšťadiel.

Produktom čistenia 6-kaprolaktámu kryštalizáciou z roztokov je kryštál, respektíve premytý kryštál vydeľovaný z čistiaceho procesu filtráciou, odstredovaním alebo iným známym separačným postupom. Takto získaný kryštál 6-kaprolaktámu môže byť použitý ako komerčný produkt len v prípade kryštalizácie 6-kaprolaktámu z jeho vlastnej taveniny, prípadne z jeho vodných roztokov.

V praxi realizované postupy čistenia 6-kaprolaktámu z jeho taveniny alebo jeho vodných roztokov obyčajne nekončia separáciou kryštálu, ale sú spájané s nasledujúcim tavením kryštálu, jeho zmiešaním s vodným roztokom ľúhu sodného, vákuovým odvodňovaním taveniny a jej jednostupňovou destiláciou, prípadne rektifikáciou za oddelenia 5 až 10 percent vedľajších frakcií a 90 až 95 perc. hlavného prúdu, ktorým je destilát. Takto získaný 6-kaprolaktám je bežne expedovaný k odberateľovi v tekutej forme.

V patentovej literatúre popísané postupy čistenia 6-kaprolaktámu kryštalizáciou z jeho roztokov v organických rozpúšťadlách ako je benzén, toluén, alebo trichlóretylén všeobecne predpokladajú destilačné spracovanie oddeleného kryštálu za prídavku vodného roztoku ľúhu sodného. Prítomnosť zbytku organického rozpúšťadla vo vydeľovanom kryštáli okrem toho vyžaduje odstránenie zbytku organického rozpúšťadla z taveniny pred jej vlastným destilačným spracovaním.

Odstránenie posledných zbytkov organického rozpúšťadla z taveniny kryštálu je zvlášť nutné v prípade ak uvedeným organickým rozpúšťadlom je trichlóretylén alebo iné chlórované rozpúšťadlo, u ktorých je všeobecne známe ich chovanie v prítomnosti ľúhu sodného. Sprievodné látky vznikajúce reakciami chlórovaných uhlovodíkov s ľúhom sodným a 6-kaprolaktámom ako fosgén, kyseliny glykolové a dichlóracetylén nielenže znižujú výťažok produktu a zhoršujú jeho kvalitu, ale priamo ohrozujú bezpečnosť destilačných operácií.

Zbytky organických rozpúšťadiel možno z taveniny 6-kaprolaktámu odstrániť atmosférickou alebo vákuovou heteroazeotropickou destiláciou, respektíve rektifikáciou za použitia vodnej pary alebo iného nosného plynu.

Je zrejmé, že destilačné spracovanie vydeľovaného kryštálu 6-kaprolaktámu, zvlášť v prípadoch spracovania kryštálu obsahujúceho zbytky organických, ale najmä chlórovaných rozpúšťadiel je pomerne zložitým procesom vyžadujúcim nielen náročné zariadenie, ale i významné energetické náklady.

Bolo teraz nájdené, že zbytky organických rozpúšťadiel i vody možno z oddeleného kryštálu odstrániť energeticky menej náročným postupom, ktorý je predmetom tohoto vynálezu.

Podstatou predmetného vynálezu je spôsob spracovania kryštálu 6-kaprolaktámu, najmä kryštálu obsahujúceho zbytky chlórovaných organických rozpúšťadiel vyznačujúci sa tým, že 1 objemový diel kryštálu obsahujúci 90 až 99,9 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu je zmiešaný s 1 až 6 objemovými dielmi taveniny obsahujúcej 80 až 99 perc. hmot. 6-kaprolaktámu a vytvorená suspenzia je pri teplotách v rozsahu 60 až 70 °C spracovávaná usadzovaním spojeným s tavením usadzujúceho sa kryštálu, pričom 40 až 95 objemových dielov pôvodného kryštálu je buď vo forme kryštálu, buď jeho taveniny odvádzané ako čistý produkt, zatiaľ čo 5 až 60 objem. dielov pôvodného kryštálu je vo forme taveniny sa vede proti smeru usadzovania kryštálu a odvádzaná ako vedľajší prúd.

Podstatná časť taveniny odvádzanej ako vedľajší prúd je priamo alebo po zvýšení koncentrácie 6-kaprolaktámu odparením časti prchavých podielov, vedená k opätovnému zmiešavaniu s pôvodným kryštálom, zatiaľ čo zbytok taveniny odvádzanej ako vedľajší prúd je priamo alebo po znížení koncentrácie 6-kaprolaktámu prídavkom čistého rozpúšťadla, vedený do stupňa premývania kryštálu 6-kaprolaktámu.

Spracovaním kryštálu 6-kaprolaktámu spôsobom podľa vynálezu sa získa prečištený kryštál alebo tavenina 6-kaprolaktámu zbavená nielen rozpúšťadla prítomného v pôvodnom kryštáli, ale i ostatných zbytkových látok prítomných v kryštáli ako nečistoty znižujúce bod tuhnutia 6-kaprolaktámu.

To umožňuje podstatné zjednodušenie spracovania z kryštalizácie vydeleneho kryštálu nakoľko nová operácia dovoľuje nielen náhradu operácie odstraňovania zbytkov organického rozpúšťadla destilačnou, respektíve rektifikačnou cestou, ale v optimálnom prípade umožňuje vypustiť i celé ďalšie destilačné spracovanie taveniny 6-kaprolaktámu za prítomnosti ľúhu sodného.

Dosiahnutie kvality konečného produktu zrovnateľnej s destilačným spracovaním taveniny kryštálu 6-kaprolaktámu síce vyžaduje voľbou zvýšeného vedľajšieho prúdu taveniny, čím pochopiteľne klesá podiel priameho výťažku hlavného prúdu, avšak jednoduchosť prevedenia, podstatne nižšie náklady spracovania vedľajšieho prúdu taveniny, vylúčenie nutnosti prídavku ľúhu sodného a nižšie straty 6-kaprolaktámu pri tomto postupe oproti destilačnému postupu, predstavujú významný ekonomický pokrok v celom procese čistenia 6-kaprolaktámu.

P r í k l a d 1

V priebehu 1 hodiny bilančného pokusu bol 1 objemový diel kryštalického 6-kaprolaktámu obsahujúci 95 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu a 5 perc. hmotnostných trichlóretylénu a iných organických prímiesí zmiešavaný s 2 objemovými dielmi taveniny obsahujúcej 95,3 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu. Dokonale zmiešaná suspenzia o teplote 65 °C bola kontinuálne vedená do hornej časti tepelne izolovaného usadzovára opatreného na vrchu prepacom pre odvod taveniny a v spodnej časti opatreného tavičom usadeného kryštálu.

Zo spodnej časti taviča bolo odobrané 0,6 dielu pôvodnej hmoty kryštálu vo forme taveniny o teplote +70 °C zbavenej trichlóretylénu.

Prepadom z vrchnej časti separátora odtekalo 2,4 dielu taveniny o teplote 65,8 °C obsahujúcej 94 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu a 6 perc. hmotnostných trichlóretylénu a iných nečistôt.

2,03 dielu z pôvodných 2,4 dielov taveniny s obsahom 94 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu bolo destilačnou cestou zbavené časti prchavých podielov za vytvorenia 2 dielov taveniny obsahujúcej 95,3 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu, ktorá bola opätovne používaná k zmiešavaniu s kryštalickým 6-kaprolaktámu.

0,37 dielu z pôvodných 2,4 dielov taveniny o obsahu 94 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu bolo vracané do stupňov kryštalizácie.

V priebehu hodinového pokusu bolo z 1 dielu kryštálu o extinkcii pri vlnovej dĺžke 290 nm rovnej 2,1 získané 0,6 dielu produktu o extinkcii rovnej 0,3.

P r í k l a d 2

V priebehu 1 hodiny bilančného pokusu bol 1 diel kryštalického 6-kaprolaktámu obsahujúci 97 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu a 3 perc. hmotnostné trichlóretylénu a iných organických prímiesí zmiešavaný s 2 dielmi taveniny obsahujúcej 90 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu a 10 perc. hmotnostných trichlóretylénu a iných organických prímiesí.

Dokonale zmiešaná suspenzia o teplote 63,5 °C bola kontinuálne vedená do hornej časti tepelne izolovaného usadzovára opatreného na vrchu prepacom pre odvod taveniny a v spodnej časti opatreného tavičom usadeného kryštálu.

Zo spodnej časti taviča bolo odoberané 0,7 dielu hmoty pôvodného kryštálu vo forme koncentrovanej suspenzie kryštálu o teplote $69,0^{\circ}\text{C}$ bez obsahu trichlóretylénu.

Prepadom z vrchnej časti separátora odtekalo 2,3 dielu taveniny o teplote $63,9^{\circ}\text{C}$ obsahujúcej 90 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu a 10 perc. hmotnostných trichlóretylénu a iných organických prímiesí.

2 diely zo získaných 2,3 dielov taveniny bolo priamo vedené k opätovnému zmiešavaniu s kryštálom 6-kaprolaktámu. 0,3 dielu zo získaných 2,3 dielov taveniny bolo po úprave koncentrácie 6-kaprolaktámu prídavkom čistého trichlóretylénu na 40 perc. hmotnostných použité v stupni premývania kryštálu.

Z 1 dielu kryštálu 6-kaprolaktámu o extinkcii pri vlnovej dĺžke 290 nm rovnej 2,1 bolo získané 0,7 dielu taveniny o extinkcii rovnej 0,35.

Odstránenie organických rozpúšťadiel ako benzén alebo toluén, prípadne i vody z kryštálu 6-kaprolaktámu možno prevádzať obdobným postupom, za ešte výhodnejších podmienok.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob spracovania kryštálu 6-kaprolaktámu, najmä kryštálu obsahujúceho zvyšky chlór-rovaných organických rozpúšťadiel vyznačujúci sa tým, že 1 objemový diel kryštálu obsahujúci 90 až 99,9 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu se zmiešava s 1 až 6 objemovými dielmi taveniny obsahujúcej 80 až 99 perc. hmotnostných 6-kaprolaktámu a vytvorená suspenzia sa pri teplotách v rozsahu 60 až 70°C spracováva usadzovaním spojeným s tavením usadzujúceho sa kryštálu, pričom 40 až 95 objemových dielov pôvodného kryštálu sa buď vo forme kryštálu, buď jeho taveniny odvádza ako čistý produkt, zatiaľ čo 5 až 60 objemových dielov pôvodného kryštálu sa vo forme taveniny vedie proti smeru usadzovania kryštálu a odvádza ako vedľajší prúd.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že podstatná časť taveniny odvádzaná ako vedľajší prúd ju priamo alebo po zvýšení koncentrácie 6-kaprolaktámu odparením časti prchavých podielov vede k opätovnému zmiešavaniu s pôvodným kryštálom, zatiaľ čo zvyšok taveniny odvádzanej ako vedľajší prúd je priamo alebo po znížení koncentrácie 6-kaprolaktámu prídavkom čistého rozpúšťadla vede do stupňa kryštalizácie 6-kaprolaktámu alebo s výhodou do stupňa premývania kryštálu 6-kaprolaktámu.