



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

231 300

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Přihlášeno 04 05 80

(21) PV 3060-80

(51) Int. Cl.³

B 01 D 9/00

(40) Zveřejněno 30 06 81

(45) Vydáno 01 03 87

(75)

Autor vynálezu

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

(54)

Spôsob protiprúdneho čistenia kryštálov
kaprolaktamu

Účelom vynálezu bolo zvýšenie účinnosti čistenia kryštálov čistiacou kvapalinou. Tohto cieľa sa dosiahne ak kontakt kryštálov s čistiacou kvapalinou trvá 4 až 400 minút. Čistiacou kvapalinou je organické alebo anorganické rozpúšťadlo ako benzén, toluén, trichloretylén, alkoholy, zmesi týchto rozpúšťadiel alebo roztok kaprolaktámu v uvedených rozpúšťadlách.

Vynález sa týká spôsobu protiprúdneho čistenia kryštálov kaprolaktamu.

Pri výrobe viacerých látok pre špeciálne oblasti použitia sú na kvalitu konečného výrobku kladené vysoké požiadavky.

Jedným z klasických výrobných postupov, poskytujúcich konečný výrobok o vysokej čistote, je kryštalizácia.

Čistotu kryštálu možno ďalej zvyšovať premývaním na odstredivkách, filtroch, alebo v špeciálnych zariadeniach.

Za najefektívnejší zo známych spôsobov dočisťovania kryštálu možno pokladať spôsob protiprúdneho premývania a premývaciu komoru, chránenú čs. A0 č. 156 087.

Princípom návrhu uvedeného čs. A0 je protiprúdne premývanie kryštálu rozpúšťadlom, alebo nenasýteným roztokom kryštalizovanej látky o špecifickej hmotnosti nižšej, alebo vyššej ako špecifická hmotnosť kryštálu.

Prívod premývacieho roztoku je vedený protiprúdne oproti smeru usadzovania kryštálu, ktorého objem sa v priebehu premývania znižuje až o 50 % a jeho zdržanie v kvapalnej fáze je 10 až 100 sekúnd.

Uvedený spôsob čistenia kryštálu premývaním má svoje plné opodstatnenie v prípadoch, kedy je kryštál znečistený iba na svojom povrchu, ale vnútorný objem kryštálu tvorí čistá látka.

V praxi je však takýto prípad skor výnimkou, ako pravidlom. Do kryštálovej mriežky rastúceho kryštálu sa prakticky vždy dostanú i látky prítomné v matečnom roztoku ako nečistoty, zvlášť v prípadoch, keď niektorá z prítomných látok má sklon vytvárať s kryštalizovanou látkou znesné kryštály.

V takýchto prípadoch sú sprievodné nečistoty obsiahnuté v celom objeme kryštálov a spôsobom čistenia premývaním podľa čs. AO 156 087 ich nemožno dostatočne účinne odstrániť ani za cenu použitia značného množstva rozpúšťadla, ktorého účinkom dojde k rozpusteniu hoci i 50 % objemu čisteného kryštálu.

Podstata spôsobu protiprúdneho čistenia kryštálov kaprolaktamu o objeme ^{kryštálov} menšom ako 20 mm³ podľa vynálezu spočíva v tom, že kontakt kryštálov s čistiacou kvapalinou trvá 4 až 400 minút. Podľa vynálezu je čistiacou kvapalinou organické alebo anorganické rozpúšťadlo ako benzen, toluén, trichloretylén, alkoholy, voda, zmesi týchto rozpúšťadiel alebo roztok kaprolaktamu v uvedených rozpúšťadlách.

Výhodou spôsobu čistenia kryštálu podľa vynálezu je jeho vyššia čistiaca účinnosť pri nižšej spotrebe čistiacej kvapa-

liny a vyššom vyťažku čistenej látky, čo umožňuje dosiahnúť vysokú kvalitu produktu pri relatívne nízkych nákladoch, najmä energetických.

Relatívne dlhou dobou styku kryštálov s čiastiacou kvapalinou, najmä u kryštálov malého objemu s relatívne veľkou plochou povrchu a pri pracovných teplotách blízkyh bodu topenia kryštálu, respektíve nečistôt prítomných v kryštáli, sú vytvárané dobré podmienky pre rovnovážne rozdeľovanie nečistôt medzi kryštálom a čistiacou kvapalinou účinkom difúzie.

Zvlášť v prípade protiprúdneho vedenia čistiacej kvapaliny voči smeru postupu kryštálu dochádza k prekvapivo vysokému čistacemu účinku, ktorý možno porovnávať s čistiacim účinkom viacstupňovej klasickej kryštalizácie.

Nevýhodou predmetného spôsobu čistenia je nutnosť vyčlenenia špecifického výrobného objemu k prevádzaniu premiešavania suspenzie a náklady spojené s jeho zabezpečovaním. Výhody sú však väčšie ako nevýhody.

Príklad 1

Z 1 objemového dielu kryštalického kaprolaktámu o objeme kryštáľkov v rozmedzí 0,1 až 1 mm³ a extinkcii pri 290 nm rovnnej 18,2 a 2 objemových dielov roztoku kaprolaktámu v trichloretyléne 1,06 boli pripravené 3 vzorky suspenzií, ktoré boli za rovnakých podmienok miešané po dobu 5, 30 a 60 minút. Po uplynutí príslušnej doby boli vzorky suspenzií rozdelené vákuovou filtráciou cez Büchnerov lievnik na kryštál a čistiaci roztok a analyzované na spektrofotometri. Pri 290 nm a 10 cm kyvete boli namerané nasledujúce hodnoty extinkcií:

	kryštál	čistiaci vzorok
východzie vzorky	18,22	1,06
5 minút premiešav.	3,05	19,0
30 minút premiešav.	1,97	20,0
60 minút premiešav.	1,67	21,0

Príklad 2

Z 1 objemového dielu kryštalického kaprolaktámu o objeme kryštálikov v rozmedzí $0,04$ až 1 mm^3 a extinkcii pri 290 nm rovnaj $6,5$ a $0,6$ objemového dielu regenerovaného trichloretylénu o extinkcii pri 290 nm rovnaj $1,25$ boli pripravené 3 vzorky suspenzií, ktoré boli za rovnakých podmienok miešané po dobu 5 , 30 a 60 minút.

Po uplynutí príslušnej doby boli vzorky suspenzií rozdelené obdobne, ako v príklade 1 a analyzované na spektrofotometri.

Pri 290 nm a 10 cm kyvete boli namerané nasledujúce hodnoty extinkcií:

	kryštál	čistiaci roztok
východzie vzorky	6,5	1,25
5 min. premiešav.	1,47	13,0
30 min. premiešav.	0,98	13,75
60 min. premiešav.	0,92	14,0

Príklad 3

Prúd suspenzie kryštálu kaprolaktámu a matečného roztoku kaprolaktámu v trichloretyléne o extinkcii kryštálu 18,22 a extinkcii roztoku 230 bol kontinuálne vedený do laboratórneho usadzováka, v hornej časti opatreného protiprúdnou premiešavacou sekciou opatrenej miešadlom, do vrchu ktorej plynule vstupoval trichloretylén o extinkcii 1,4.

Nástreky suspenzie trichloretylénu boli prispôsobované laboratórnemu zariadeniu tak, že zádrž kryštálu v premiešavacej sekcii bola približne 40 minút. Suspenzia v premiešavacej sekcii obsahovala približne 35 % objemu pevnej fázy.

Kryštál, opúšťajúci vrch premiešavacej sekcie, bol laboratórnym zariadením zhotoveným podľa čs. AO č. 182 305 oddelený od čistaceho roztoku a analyzovaný na spektrofotometri. Jeho extinkcia pri 290 nm bola 1,1. Matečný roztok o extinkcii 216 bol opúšťaný zo dna usadzováka.

Takto vyčistený kryštál po zbavení zvyškov trichloretylénu a jednostupňovej vákuovej destilácie s prísadou 0,5 % NaOH poskytol kaprolaktám vysokej čistoty o permanganátovom čísle podľa štandardu DSM 22.000 sec., prchavých zásadách 0,1 m mol NH_3 /kg KL a extinkcii pri 290 nm 0,12.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

231 300

1. Spôsob protiprúdneho čistenia kryštálov kaprolaktámu o objeme, menšom ako 20 mm^3 vyznačujúci sa tým, že kontakt kryštálov s čistiacou kvapalinou trvá 4 až 400 minút.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že čistiacou kvapalinou je organické alebo anorganické rozpúšťadlo ako benzén, toluén, trichloretylén, alkoholy, voda, zmesi týchto rozpúšťadiel alebo roztok kaprolaktámu v uvedených rozpúšťadlách.