



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono. 27.XII.1962 (P 100 396)

Pierwszeństwo.

Opublikowano. 25.II.1966

Kl 12p, 5

MKP C 07 d

41/06

UKD

Współtwórcy wynalazku: Zdzisław Ziolkowski, Józef Respondek, Andrzej
Dukiet, Jan Przondo

Właściciel patentu: Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego Przedsię-
biorstwo Państwowe, Tarnów (Polska)

Sposób wyodrębniania ϵ -kaprolaktamu z ługu siarczanowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania ϵ -kaprolaktamu z ługu siarczanowego, powstającego w procesie wytwarzania ϵ -kaprolaktamu. Końcowym etapem tego procesu jest przegrupowanie oksymu cykloheksanonu do ϵ -kaprolaktamu w środowisku stężonego kwasu siarkowego. W wyniku zobojętnienia amoniakiem mieszaniny porakcyjnej powstają dwie nie mieszące się z sobą warstwy, z których dolna zwana ługiem siarczanowym jest około 40%-owym wodnym roztworem siarczanu amonowego, zawierającym około 5% całości ϵ -kaprolaktamu powstałego w reakcji przegrupowania.

Pozostała ilość ϵ -kaprolaktamu zawarta jest w górnej warstwie zwanej olejem laktamowym.

Znany jest sposób wyodrębniania ϵ -kaprolaktamu z ługu siarczanowego, polegający na ekstrakcji ϵ -kaprolaktamu rozpuszczalnikami organicznymi w urządzeniach wielostopniowych a następnie odparowaniu rozpuszczalnika z ekstraktu organicznego i destylacji produktu. Sposobem tym nie można uzyskać ϵ -kaprolaktamu wysokiej jakości, wymaganej przez przemysł włókienniczy, zawiera on bowiem wszystkie zanieczyszczenia organiczne wyekstrahowane z ługu siarczanowego.

Poza tym odparowanie rozpuszczalnika wymaga zużycia poważnej ilości energii. Inny znany sposób polega na skierowaniu części ługu siarczanowego jako środka wysalającego do ekstrakcji ϵ -kaprolaktamu z oleju laktamowego. Sposobem

2

tym odzyskuje się ϵ -kaprolaktam tylko z części ługu siarczanowego, poza tym uzyskany siarczan amonowy zawiera duże ilości zanieczyszczeń pochodzących z rafinatu olejowego i nie przedstawia wartości jako nawóz.

Stwierdzono, że z ługu siarczanowego można z dużą wydajnością wyodrębnić ϵ -kaprolaktam wysokiej jakości i zachować przy tym również wysoką jakość siarczanu amonowego, jeżeli uzyskany przez ekstrakcję ługu siarczanowego rozpuszczalnikiem organicznym np. trójchloroetylenem ekstrakt ϵ -kaprolaktamu zawierający 0,8—6% ϵ -kaprolaktamu poddaje się reekstrakcji wodą zachowując stosunek wagowy ekstraktu do wody równy 2—10, korzystnie 5, przy czym zarówno ekstrakcję rozpuszczalnikami organicznymi jak i reekstrakcję wodą prowadzi się w sposób ciągły w przeciwnoprądowych kolumnach z wypełnieniem i pulsacją lub bez.

W kolumnach z pulsacją stosuje się częstotliwość pulsacji 0—800 obrotów/min., najkorzystniej 200 obrotów/minutę i amplitudę w przeliczeniu na pusty przekrój kolumny 0—50 mm, najkorzystniej 3 mm.

Z reekstraktu wodnego otrzymuje się następnie ϵ -kaprolaktam znany sposobem przez destylację.

Otrzymany sposobem według wynalazku ϵ -kaprolaktam jest w pełni przydatny do celów włókienniczych.

Przykład. Ług siarczanowy w ilości 3,19 m³/h o zawartości 1% kaprolaktamu poddaje się ekstrakcji za pomocą 0,9 m³/h tróchloroetyleny. Proces prowadzi się na przeciwpłdowej kolumnie ekstrakcyjnej z pulsacją stosując częstotliwość 200 obrotów/minutę i amplitudę w przeliczeniu na pusty przekrój równą 3 mm. Otrzymany 3%-owy roztwór ϵ -kaprolaktamu w tróchloroetylenie w ilości 0,93 m³/h poddaje się reekstrakcji przy użyciu wody w ilości 0,27 m³/h na identycznej kolumnie. Reekstrakt wodny o zawartości 13% ϵ -kaprolaktamu poddaje się destylacji. Pozbawiony ϵ -kaprolaktamu tróchloroetylen zawraca się do obiegu uzupełniając straty.

Otrzymany ϵ -kaprolaktam posiada liczbę nadmanganową (miara zawartości związków redukujących wyrażona czasem odbarwienia próbki zadanej nadmanganianem potasu) 4320 sek., zawartość związków anilinowych — 0.00 mg/kg, pH roztworu wodnego — 6.00, temperatura krzepnięcia 68,8°C, zawartość lotnych zasad 11,3 mg NH₃/kg, klarowność — klarowny, jaśniejszy od wzorca 0,0003.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyodrębniania ϵ -kaprolaktamu z ługu siarczanowego przez ekstrakcję rozpuszczalnikiem organicznym, **znamienny tym**, że ekstrakt ϵ -kaprolaktamu uzyskany z ekstrakcji ługu siarczanowego rozpuszczalnikiem organicznym np. tróchloro-etylenem, zawierający 0,8—6% ϵ -kaprolaktamu reekstrahuje się wodą, zachowując stosunek wagowy ekstraktu do wody równy 2—10, najkorzystniej 5, przy czym ekstrakcję rozpuszczalnikiem organicznym i reekstrakcję wodą prowadzi się w sposób ciągły w przeciwpłdowych kolumnach z wypełnieniem i z pulsacją lub bez pulsacji.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się częstotliwość pulsacji 0—800 obrotów/min. najkorzystniej 200 obrotów/min. i amplitudę w przeliczeniu na pusty przekrój kolumny 0—50 mm, najkorzystniej 3 mm.