

Sposób wydzielenia zanieczyszczeń z procesu przegrupowania Beckmanna

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielenia zanieczyszczeń z procesu przegrupowania Beckmanna.

W procesie przegrupowania Beckmanna z oksymu cykloheksanonu w roztworze oleum otrzymuje się kaprolaktam. Produkty przegrupowania Beckmanna po zobojętnieniu amoniakiem rozdziela się na dwie warstwy. Warstwa górna zwana olejem laktamowym zawiera 65-70 % masowych kaprolaktamu, 0,5-1,5 % masowych innych związków organicznych, 0,5-1,5 % siarczanu amonu oraz wodę. Warstwa dolna stanowiąca roztwór wodny siarczanu amonu zawiera 35-40 % masowych siarczanu amonu oraz 1-1,5 % masowych kaprolaktamu. W praktyce przemysłowej, kaprolaktam z obu warstw odzyskuje się metodą ekstrakcji. Oczyszczony w ten sposób roztwór wodny siarczanu amonu kieruje się do węzła krystalizacji. Jego średnia wartość ChZT po ekstrakcji kaprolaktamu wynosi 2500-3000 mg/l.

W trakcie ekstrakcji kaprolaktamu z oleju laktamowego niemal wszystkie zanieczyszczenia przechodzą do rafinatu. Rafinat ten, w przypadku kiedy kolumna ekstrakcyjna oleju laktamowego zasilana jest również roztworem wodnym siarczanu amonu, zawiera 18-22% siarczanu amonu i niemal cały ładunek zanieczyszczeń powstających w procesie przegrupowania Beckmanna. Wśród nich przeważa kwas ϵ -aminokapronowy, którego stężenie w rafinacie wynosi 0,8-1% mas. W rafinacie obecny jest również kaprolaktam w ilości 0,2-0,3 % mas. oraz inne niezidentyfikowane związki. ChZT rafinatu z kolumny ekstrakcyjnej oleju laktamowego wynosi 26000-30000 mg/l. Rafinat pochodzący z kolumny ekstrakcyjnej oleju laktamowego oraz

oczyszczony roztwór wodny siarczanu amonu po połączeniu kierowane są do węzła zateżenia i krystalizacji siarczanu amonu, gdzie łączą się dodatkowo z roztworem wodnym siarczanu amonu z węzła oksymacji cykloheksanonu (jak pokazano na rysunku). Roztwór wodny siarczanu amonu z etapu oksymacji cykloheksanonu, jest bardzo czysty, o czym świadczy wartość ChZT tego strumienia wynosząca około 100 mg/l. Usuwanie zanieczyszczeń z tak uzyskanego sumarycznego roztworu wodnego siarczanu amonu odbywa się na etapie jego zateżenia i krystalizacji. Zanieczyszczenia te w trakcie zateżenia i krystalizacji siarczanu amonu wydzielają się w postaci warstwy organicznej. Jej dokładne oddzielenie od warstwy wodnej nastęrcza duże kłopoty. W związku z tym usuwana warstwa organiczna zawiera pewne ilości siarczanu amonu a warstwa wodna zanieczyszczenia organiczne, które zanieczyszczają kryształ siarczanu amonu. Uzyskiwany kryształ charakteryzuje się wysoką wartością ChZT 12 g/kg i jest niejednorodny pod względem kształtu a barwa kryształów jest jasnobrązowa.

Sposób przedstawiony w niniejszym opisie patentowym pozwala na usunięcie zanieczyszczeń z procesu przegrupowania Beckmanna zanim zostaną one wprowadzone do węzła zateżenia i krystalizacji siarczanu amonu. W efekcie tego uzyskiwany krystaliczny siarczan amonu nie jest zanieczyszczony zanieczyszczeniami tworzącymi się w procesie przegrupowania Beckmanna a jego ChZT jest znacznie niższe i osiąga wartość 0,2 g/kg. Ponadto uzyskiwane kryształy są bardziej jednorodne.

Sposób wydzielania zanieczyszczeń z procesu przegrupowania Beckmanna po neutralizacji amoniakiem produktów przegrupowania, następnie ich rozdzieleniu na warstwę oleju laktamowego i warstwę stanowiącą roztwór wodny siarczanu amonu według wynalazku polega na tym, że rafinat, uzyskany po ekstrakcji kaprolaktamu z oleju laktamowego rozpuszczalnikiem organicznym, miesza się z częścią oleju laktamowego kierowanego do ekstrakcji w stosunku masowym od 10:1 do 24:1, następnie zateża się go i uzyskaną warstwę organiczną, zawierającą kaprolaktam i zanieczyszczenia, oddziela się od roztworu wodnego siarczanu amonu a następnie poddaje ekstrakcji rozpuszczalnikiem organicznym, korzystnie takim samym jak stosowany do ekstrakcji kaprolaktamu z oleju laktamowego, użytym w stosunku od 2:1 do 8:1 do masy warstwy organicznej, a roztwór wodny siarczanu amonu zawraca się do węzła neutralizacji produktu po przegrupowaniu oksymu cykloheksanonu lub do

kolumny ekstrakcyjnej służącej do ekstrakcji kaprolaktamu z roztworu wodnego siarczanu amonu po neutralizacji amoniakiem produktów przegrupowania.

Korzystnie ekstrakt po ekstrakcji kaprolaktamu z wydzielonej warstwy organicznej kieruje się do kolumny ekstrakcyjnej oleju laktamowego lub do węzła służącego do odzyskiwania rozpuszczalnika organicznego.

Jako rozpuszczalnik organiczny do ekstrakcji korzystnie stosuje się toluen.

Wynalazek został objaśniony bliżej w przykładzie wykonania oraz na rysunku.

Przykład 1.

9484 kg/h rafinatu z kolumny służącej do ekstrakcji kaprolaktamu z oleju laktamowego zawierającego 20% masowych siarczanu amonu i 1,3 % masowych związków organicznych kieruje się do wyparki pracującej pod ciśnieniem 0,19 bar. Do wyparki tej podaje się również 600 kg/h oleju laktamowego zawierającego 70% kaprolaktamu. Po odebraniu wody w ilości 4747 kg/h uzyskany zatężony roztwór kieruje się do rozdzielacza, w którym warstwę organiczną oddziela się od warstwy wodnej zawierającej siarczan amonu o stężeniu 41% masowych. Roztwór siarczanu amonu w ilości 4656 kg/h zawraca się do węzła neutralizacji produktu przegrupowania Beckmanna. Natomiast warstwę organiczną w ilości 681 kg/h kieruje się do kolumny ekstrakcyjnej. W kolumnie tej ekstrahuje się kaprolaktam z warstwy organicznej przy użyciu toluenu. Warstwę organiczną podaje się do kolumny od góry natomiast toluen w ilości 2800 kg/h podaje się do kolumny od dołu. Dodatkowo na górę kolumny kieruje się 100 kg/h wody. Ekstrakt z tej kolumny w ilości 3223 kg/h zawierający 12,6% masowych kaprolaktamu zawraca się do kolumny ekstrakcyjnej oleju laktamowego natomiast rafinat w ilości 358 kg/h zawierający 1,5% masowych siarczanu amonu oraz 25,6% masowych związków organicznych kieruje się do spalania. Postępując w ten sposób, kryształ siarczanu amonu uzyskany z węzła zatężania i krystalizacji, do którego kieruje się roztwory wodne siarczanu amonu z procesu oksymacji cykloheksanonu i siarczanu amonu z procesu przegrupowania Beckmanna po neutralizacji produktów przegrupowania i po wydzieleniu na drodze ekstrakcji kaprolaktamu charakteryzuje się wartością ChZT 0,2 g/kg i ma bezbarwne, jednakowe i regularne ziarna.

PEŁNOMOCNIK INSTYTUTU
Chemii Przemysłowej
RZECZNIK PATENTOWY
Anna Królak
mgr Anna Królak