



Opublikowano dnia 15 czerwca 1957 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40009

Kl. 12p, 5

Polska Akademia Nauk*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania kaprolaktamu

Patent trwa od dnia 21 kwietnia 1956 r.

Dotychczasowe sposoby wytwarzania kaprolaktamu polegają na tym, że na cykloheksanon działa się roztworem soli hydroksyloaminy i wytrącony oksym cykloheksanonu poddaje się przegrupowaniu Beckmanna, zazwyczaj działaniem oleum.

Sposób według wynalazku stosuje się zamiast soli hydroksyloaminy 1, 2-dwunitroetan, który jest najtańszym i najbardziej dostępnym nitroparafinem pierwszorzędowym. Reakcję przeprowadza się w środowisku stężonego kwasu siarkowego. Pod wpływem stężonego kwasu siarkowego 1, 2-dwunitroetan izomeryzuje się najpierw do kwasu oksalohydroksamowego, który z kolei ulega hydrolizie z utworzeniem siarczanu hydroksyloaminy i kwasu szczawiowego. Ten ostatni w warunkach reakcji (wysoka temperatura) ulega rozkładowi. Siarczan hydroksyloaminy reaguje z cykloheksanonem, tworząc oksym cykloheksanonu, który w warunkach

przewodzenia reakcji ulega przegrupowaniu na kaprolaktam. W ten sposób w jednym reaktorze można z cykloheksanonu przejść od razu do kaprolaktamu. Kaprolaktam wydziela się w ten sposób, że ostudzoną masę reakcyjną wprowadza się do wodnego roztworu amoniaku, w wyniku czego wydziela się krystaliczny siarczan amonu, a surowy kaprolaktam wypływa na powierzchnię w postaci ciemnego oleju. Olej oddziela się i destyluje pod zmniejszonym ciśnieniem. Czysty kaprolaktam oddestylowuje w granicach temperatur 138—139° C pod ciśnieniem 11—12 mm Hg. Wydajność reakcji wynosi do 80% wydajności teoretycznej.

Znany jest sposób otrzymywania kaprolaktamu z cykloheksanonu, pierwszorzędowych nitroparafinów i kwasu siarkowego (opatentowany przez A. Nowotnego np. patenty czechosłowackie nr 82225 i nr 82228, patent Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2569114, patent francuski nr 971311, patent szwajcarski nr 273402). Sposób według wynalazku różni się tym od wyżej wymienionego, że opiera się na stosowaniu (zamiast związku jednonitrowego) pierwszorzędowego związku dwunitrowego.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Tadeusz Urbański i Antoni Piotrowski.

Przykład. 10 części wagowych dwunitroetanu rozpuszcza się w 20 częściach wagowych bezwodnego kwasu octowego. Otrzymany roztwór wlewa się mieszając do 35 części wagowych kwasu siarkowego ogrzewanego tak, aby w czasie wkraplania temperatura utrzymywała się powyżej 50° C.

Następnie do roztworu wlewa się 12 części wagowych cykloheksanonu, utrzymując wciąż temperaturę ponad 50° C. Po zakończeniu reakcji masę ziębi się i wlewa do obliczonej ilości 25%-go wodnego roztworu amoniaku, mieszając i chłodząc tak, by temperatura w czasie zobojętniania była utrzymana poniżej 50° C. Oleistą warstwę kaprolaktamu oddziela się od kryształów siarczanu amonu i fazy wodnej. Surowy kaprolaktam poddaje się destylacji. Naprzód przechodzi woda, potem pod zmniejszonym ciśnieniem oddestylowuje kaprolaktam.

Wydajność reakcji wynosi 75—80% teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kaprolaktamu, znamien-ny tym, że na cykloheksanon działa się pierw-szorzędowym związkiem dwunitrowym w obecności kwasu siarkowego.
2. Sposób według zastrz. 1, znamien-ny tym, że jako pierwszorzędowy związek dwunitrowy stosuje się 1, 2-dwunitroetan.
3. Sposób według zastrz. 1, 2 znamien-ny tym, że w czasie reakcji powstawania kaprolak-tamu utrzymuje się temperaturę powyżej 50° C.

Polska Akademia Nauk

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych