

УДК 547.466.36:54.058

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ФИЛЬТРАЦИИ 6-АМИНОКАПРОНОВОЙ КИСЛОТЫ И ЕЕ СЕРНОКИСЛОЙ СОЛИ

М.М. Аринушкина, ХОмоз-191, 2 курс

С.В. Герасимов, к.х.н., вед. инженер ЦЛ КАО «Азот»

Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева
г. Кемерово

6-Аминокапроновую кислоту, применяемую в медицинской практике в качестве антифибринолитика, обычно синтезируют путем гидролиза капролактама в присутствии сильных кислот, а образующиеся ониевые соли переводят в собственно аминокислоту под действием определенных реагентов.

Ранее [1-3] нами было показано, что гидролиз капролактама удобно проводить в присутствии серной кислоты, поскольку промежуточный продукт – сульфат 6-аминокапроновой кислоты, - выделяется из реакционной массы после ее охлаждения в виде крупнокристаллического осадка и не требует дополнительной энергозатратной операции азеотропной отгонки избытков воды и минеральной кислоты.

Цель настоящей работы заключалась в расширении базы фильтрационного материала наиболее подходящего для такой задачи, как быстрое и одновременно качественное отделение кислой соли аминокислоты после гидролиза.

Вначале в качестве фильтрующего материала использовали фильтровальную бумагу, однако под воздействием большого количества серной кислоты она разрушалась, что говорит о ее технологической непригодности. Кроме того, фильтровальная бумага является довольно плотным материалом с размером пор 8-12 мкм, поэтому скорость фильтрования мала, что также увеличивает время контакта бумаги с агрессивной средой и способствует ее разрушению.

Фильтрация с использованием бельтинга, размер пор которого на порядок больше, происходит быстрее в 3-4 раза по сравнению с использованием фильтровальной бумаги; при этом размеры пор бельтинга достаточно мелкие, чтобы задержать практически все кристаллы сульфата аминокaproновой кислоты, но достаточно крупные, чтобы облегчить фильтрацию вязкого маточного раствора. Тем не менее, вследствие воздействия серной кислоты бельтинг, даже не смотря на немедленную промывку водой после операции фильтрования, становится хрупким и после 10-12-кратного использования разрушается.

Также в процессе пробоподготовки для определения чистоты целевого продукта - приготовления 20%-ных водных растворов образцов аминокислоты, полученной из такого полупродукта, установлено, что они имеют желтовато-

бежевый оттенок. При рассмотрении под микроскопом определено, что этот оттенок придают мельчайшие частицы волокон, попавшие, вероятно, вследствие разрушения бельтинга в процессе отделения фильтрованием под разряжением осадка сульфата 6-аминокапроновой кислоты от маточного сернокислотного раствора. Поскольку маточный раствор от предыдущей операции гидролиза использовался в последующей операции многократно с целью повышения выхода по стадии и снижения нормативов отходов, то промежуточный сульфат аминокислоты с каждым разом накапливал микрочастицы бельтинга, что неприемлемо.

С целью снижения примесей в итоговом продукте был опробован для отделения осадка промежуточной соли аминокислоты – лавсан, ограниченно стойкий к серной кислоте, и различной плотности плетения полипропиленовые ткани. Кроме того, были выделены два образца аминокислоты, изготовленной из осадка сульфата 6-аминокапроновой кислоты первичного гидролиза без возврата маточника, а также из осадка сульфата 6-аминокапроновой кислоты, промытого ацетоном, отделенных на полипропиленовой ткани. При этом было обращено внимание не только на цветность и мутность, но и на скорость фильтрации, поскольку различное плетение полипропиленовых тканей образует разные по профилю и диаметру поры. То есть поры не должны быть слишком маленькими, чтобы не снижалась скорость фильтрации, но не слишком большими, чтобы не было проскока осадка через фильтр.

Для отделения осадка аминокислоты после второй химической стадии во всех случаях использовались различные типы полипропиленовых тканей. При этом предпочтение отдавалось тем тканям, которые обеспечивали быстрое, но качественное разделение фаз и не загрязняли полупродукт, т.е. были бы химически устойчивы к разделяемым средам. Для экспериментов были использованы следующие образцы тканей:

- Лавсан молочный, артикул 56207
- Полипропиленовая ткань, артикул 1-4227РС;
- Полипропиленовая ткань, артикул 1-42035-11;
- Полипропиленовая ткань, артикул 1-42045-11;
- Полипропиленовая ткань, артикул 42206-11;
- Полипропиленовая ткань, артикул 1-42РР44;
- Полипропиленовая ткань, артикул 1-42РР34.

Из эксперимента сразу же была исключена полипропиленовая ткань арт. 1-4227РС как полностью непригодная для целей фильтрации вследствие очень плотного плетения. После однократного применения полипропиленовые ткани арт. 1-42035-11 и арт. 1-42045-11 также были исключены в связи с медленной фильтрацией. Примерно одинаково быстрое и качественное отделение, как аминокислоты, так и ее сернокислой соли от маточных растворов наблюдалось при использовании полипропиленовых тканей с артикулами 42206-11, 1-42РР44 и 1-42РР34; при этом разрушения тканей не отмечено.

По результатам испытаний определено, что для выделения полупродукта, получаемого в результате сернокислотного гидролиза капролактама, необходимо использовать материалы, устойчивые к серной кислоте, содержание которой в реакционной массе составляет 63-68%. Бельтинг, бумажный фильтр и лавсан, при их использовании для отделения сульфата 6-аминокапроновой кислоты от маточного раствора, в отличие от полипропилена, придают сульфату аминокислоты, а затем и самой аминокислоте желтоватый оттенок, что делает ее непригодной как для технических, так и фармацевтических целей. Полипропиленовые ткани средней плотности плетения удовлетворяют требуемым условиям, а 6-аминокапроновая кислота, полученная из ее сернокислой соли, отделенной на таких тканях, удовлетворяет требованиям по цветности.

Список литературы:

1. Аринушкина М.М., Крылов В.Ю., Котельникова Т.С., Герасимов С.В. Получение соли ε-аминокапроновой кислоты гидролизом капролактама. - [Электронный ресурс]: Режим доступа: URL: <http://science.kuzstu.ru/wp-content/Events/Conference/RM/2019/RM19/pages/sections.htm>
2. Крылов В.Ю., Аринушкина М.М., Герасимов С.В., Котельникова Т.С. Выделение ε-аминокапроновой кислоты из ее солей. - [Электронный ресурс]: Режим доступа: URL: <http://science.kuzstu.ru/wp-content/Events/Conference/RM/2019/RM19/pages/sections.htm>
3. Аринушкина М.М., Крылов В.Ю., Котельникова Т.С., Герасимов С.В. // Вестник КузГТУ. 2020. №1. С.61-67.