

УДК 661.7

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ОСУШКА ЦИКЛОГЕКСАНОНОКСИМА В ПРОИЗВОДСТВЕ КАПРОЛАКТАМА

Акуленко А.С., студентка гр. ХНм-211, II курс

Научный руководитель: Золотухина Н.А., к.х.н., доцент
Кузбасский государственный технический университет
имени Т.Ф. Горбачева
г. Кемерово

Производство капролактама (циклический амид (лактам) ε-аминокапроновой кислоты) занимает одно из первых мест в мире. Его способность полимеризоваться с образованием полимера – поликапропамида, находит применение в производстве полиамидных волокон и нитей (полиамид 6). Полиамид имеет высокую механическую прочность, коррозионную и химическую стойкость, электроизоляционную способность и отличается стабильностью к деформации, соответственно из него изготавливают детали для автомобилей, самолетов, электронной и электрической техники. Продукт, полученный из капролактама в виде капроновых нитей, используется в пищевой промышленности [1].

В России капролактам выпускают: ПАО «Куйбышевазот» (Тольятти), КАО «Азот» (Кемерово) и ООО ОХК «Щекиноазот» (Тульская область). Полиамид импортируется в зарубежные страны: Китай, Дубай, Казахстан, Германия и другие.

Производство лактама сложное и имеет множество аспектов. Существует несколько промышленных способов получения: фенольный, бензольный и толуольный. Все они включают в себя стадию оксимирирование циклогексанона.

Технологический процесс получения капролактама состоит из следующих стадий:

1. Оксимирирование - циклогексанонооксим образуется при взаимодействии циклогексанона и гидроксиламинасульфата.
2. Перегруппировка - циклогексанонооксим превращается в капролактам под действием олеума. Проводят по двухступенчатой схеме. Первую при температуре 86-115 °C, а вторая при 100-125 °C, чтобы достичь наивысшую скорость реакции без образования побочных веществ. Получается перегруппированный продукт.
3. Нейтрализация - перегруппированный продукт нейтрализуется аммиачной водой и разделяется на лактамное масло и сульфат аммония.
4. Упаривание раствора сульфата аммония, которое далее применяется в качестве удобрения.

5. Экстрагирование - лактамное масло идет на экстрагирование. На первой ступени в качестве экстрагента используется трихлорэтилен - экстрагирует лактам. На второй ступени происходит обратный процесс извлечения лактама из раствора трихлорэтилена с помощью воды (лактам вода).
6. Регенерация трихлорэтилена.
7. Ионообменная очистка - происходит в трех параллельных колоннах (анионит, катионит, анионит) - получают лактамную воду, концентрацией 30%.
8. Выпаривание воды из водного раствора капролактама. Продукт сырец (концентрация 99,5%).
9. Дистилляция капролактама. Под вакуумом выпариваются остатки воды (0,5%).

Особенность процесса оксимирования - повышенная влажность циклогексаноноксима, что приводит к увеличению расхода олеума на стадии изомеризации циклогексаноноксима в капролактам. Снизить массовую долю влаги можно путем экстракции воды из циклогексаноноксима 40-44%-ным раствором сульфата аммония в осушителе [2].

На современных производствах используется метод, где на стадии оксимирования водный гидроксиламинсульфат подается с определенной концентрацией проточно и не используется осушка [3]. После стадии оксимирования идет перегруппировка, где образуется лактамное масло. Оно поступает на стадию двухступенчатой экстракции и получают лактамную воду. Далее она идет на ионообменную очистку в колонны. Излишняя влага ухудшает показатели перманганатного индекса, окраску, оптической плотности, щелочности, летучих оснований.

Циклогексаноноксим, направляется после стадии оксимирования в емкость с датчиком расхода и клапаном, в котором установлено устройство разделителя фаз на органическую и неорганическую части раствора. Он соединяется с трубопроводами подачи сульфата аммония и циклогексаноноксима и сборниками, а они ведут на первую и вторую стадию осушки. Оснащен регулирующими клапанами, pH- метрами, датчиками температуры и давления, фильтрами и насосами [4].

Технический результат заключается в уменьшении расхода олеума и амиака, уменьшение влаги в готовом продукте, которая ухудшает его показатели качества.

При осушке циклогексаноноксима насыщенным раствором сульфата аммония наблюдается слабый гидролиз циклогексаноноксима, и массовая доля циклогексанона возрастает на 0,1-0,15 %. Для подавления гидролиза в раствор сульфата аммония, направляемый в осушитель, добавляют гидроксиламинсульфат, поддерживая его массовую концентрацию 5-35 г/дм и амиак, обеспечивая pH - 4,0-6,5.

Учитывая термическую нестойкость и склонность безводного циклогексаноноксима к распаду, необходимо проводить процесс так, чтобы иметь минимальный запас продукта.

При попадании эфиров в циклогексанон, в производимом из него капролактаме, может повысить количество содержания летучих оснований. Причиной этого является образование гидроксановых кислот с перегруппировкой последних в амины в присутствии щелочи на стадии дистилляции капролактама.

Примесь гептанона-2 в циклогексаноне на стадии оксимирования может давать соответствующий оксим, а на стадии перегруппировки - амид, который при дистилляции капролактама гидролизуется до метиламина. Это приводит к увеличению содержания летучих оснований в товарном капролактаме (изменяются характеристики и показатели качества данного продукта). Повышенное содержание циклогексанола в циклогексаноне приводит к увеличению оптической плотности товарного капролактама.

Введение дополнительной осушки циклогексаноноксима позволит снизить влажность капролактама и повысить его рыночную стоимость.

Список литературы:

1. Овчинников, В.И. Производство капролактама / Под ред. В.И. Овчинникова, В.Р. Ручинского .- М.: Химия, -1977. - 132с.
2. Постоянный технологический регламент №21. Цех лактама-2, отделение синтеза, кристаллизации, корпуса №943, 958, 983.
3. Постоянный технологический регламент №56. Цех Лактам-3, отделение получения капролактама, корпус №2007. Книга №1.
4. Патент сервис [Электронный ресурс] – режим доступа: <https://findpatent.ru/patent/246/2465265.html> (дата обращения 13.03.2023)