



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 20.12.71 (P. 152316)

Pierwszeństwo: 22.12.70 Szwajcaria

Zgłoszenie ogłoszono: 25.05.73

Opis patentowy opublikowano: 15.08.1977

MKP C07d 41/06

Int. Cl.² C07D 227/02

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Inventa AG für Forschung und Patentverwertung Zürich, Zurych (Szwajcaria)

Ciągły sposób oczyszczania kaprolaktamu

1

Przedmiotem wynalazku jest ciągły sposób oczyszczania kaprolaktamu. Oczyszczanie kaprolaktamu, wytworzonego jedną z metod stosowanych obecnie w technice, jest kosztownym procesem składającym się z szeregu operacji, ze względu na nadzwyczaj wysokie wymagania jakościowe, stawiane przez odbiorców tego produktu. Najczęściej operacje te łączą metody chemiczne z metodami fizycznymi. Korzystne są ciągłe metody oczyszczania na drodze fizycznej, dające produkt o wysokiej czystości bez znacniejszego zużycia środków pomocniczych. Metodą taką jest między innymi sposób krystalizacji stopowej, opisany w szwajcarskim opisie patentowym nr 450 433.

Według dotychczas znanych sposobów oczyszczania kaprolaktamu można uzyskać laktam bardzo czysty z wydajnością nie większą od 97% a zazwyczaj 90—95%, jeśli oczyszczaniu poddaje się laktam uprzednio oczyszczony na drodze zwykłej destylacji.

Pomimo stosunkowo wysokiej wydajności metody te powodowały stratę 3—10% cennego kaprolaktamu, gdyż ta właśnie pozostała ilość produktu była tak silnie zanieczyszczona na skutek zateżenia, że zanieczyszczeń nie można było usunąć za pomocą dotychczas znanych sposobów, przy czym wszystkie proponowane próby oczyszczania były bardzo kłopotliwe i ekonomicznie nieopłacalne.

W szwajcarskim opisie patentowym nr 547 805

2

opisano sposób oczyszczania laktamów, a zwłaszcza kaprolaktamu, przez ekstrahowanie stałego laktamu węglowodorem alifatycznym lub cykloalifatycznym, odznaczającym się tylko niewielką rozpuszczalnością w stosunku do laktamu, korzystnie cykloheksanem. Skuteczność takiego oczyszczania przez ekstrakcję, zwanego dalej ekstrakcją krystalizacyjną, polega na selektywnym rozpuszczeniu zanieczyszczeń mniej lub więcej podobnych do laktamu, zwłaszcza amidów kwasowych o otwartych łańcuchach oraz C-metylolaktamów, w cykloheksanie lub innych odpowiednich węglowodorach. Ponadto doskonała selektywność wykazuje rozpuszczalność takich zanieczyszczeń, które mimo że same są związkami bezbarwnymi to jednak, gdy występują nawet w bardzo małych ilościach, wyrażonych w ppm, wpływają silnie na przepuszczalność światła w ultrafioletecie dla długości fal 290—310 nm. Zanieczyszczenia takie powodują między innymi szybkie żółknięcie laktamu i wytwarzanego z niego poliamidu. Są one tylko częściowo identyczne z barwnymi zanieczyszczeniami, pozostającymi w laktamie także po ekstrakcji, i w zasadzie są odpowiedzialne za liczbę APHA, będącą liczbą barwy produktu. Te substancje barwne można najłatwiej oddzielić przez destylację.

Efekt oczyszczania jest szczególnie korzystny wówczas, gdy oczyszcza się stopiony lub fuskowany laktam przez ekstrakcję w temperaturze około 20°C a następnie przez destylację wyekstrahowa-

nego materiału pod zmniejszonym ciśnieniem z nadwodorotlenku sodowego.

Ten rodzaj destylacji ma jednak tylko drugorzędne znaczenie, gdyż surowego laktamu lub pozostałości laktamu bogatych w zanieczyszczenia nie udaje się oczyścić przez samą destylację z nadwodorotlenku sodowego w stopniu, który byłby porównywalny ze stopniem oczyszczania uzyskanym przez dodatkową ekstrakcję, np. za pomocą cykloheksanu, co uwidacznia niżej podana tablica.

Tablica

Analiza	Kaprołaktam		
	nie-oczyszczany	destylowany	ekstrahowany i destylowany
Liczba nadmanganianowa	100	4300	18 000
Lotne zasady	1,3	0,75	0,13
Przepuszczalność światła w ultrafioletcie 290 nm	0%	34,5%	86,0%
w ultrafioletcie 310 nm	5%	65 %	94,5%

Laktam odpadkowy o zawartości 3—10% laktamu, otrzymany z krystalizacji stopowej kaprolaktamu, posiada np. liczbę nadmanganianową 0—1000, lotne zasady co najmniej 1,0 oraz przepuszczalność światła w paśmie ultrafioletu 290—310 nm poniżej 10%.

Wynalazek umożliwia powiązanie przeróbki odpadkowych frakcji laktamowych o dużej zawartości zanieczyszczeń z procesem krystalizacji stopowej i zapewniający opłacalne, proste pod względem technicznym i ciągle zawierające odpadkowych frakcji laktamu do głównego procesu oczyszczania. Czystość przerabianych odpadkowych frakcji laktamu musi przy tym być co najmniej taka sama jak czystość produktu w głównym strumieniu. Jeżeli tak nie jest wówczas z biegiem czasu następuje pogorszenie jakości otrzymanego produktu końcowego.

Wyżej wymieniona krystalizacja stopowa poprzedzana jest zwykle procesem destylacji prostej, w wyniku której otrzymuje się ze względów technicznych około 5% pozostałości. W interesie opłacalności całej metody należy także tę pozostałość poddać dalszej przeróbce i włączyć ją w proces oczyszczania.

Ciągły sposób oczyszczania kaprolaktamu, według wynalazku, polega na tym, że z surowego kaprolaktamu oddestylowuje się najpierw rozpuszczalnik, a następnie poddaje go destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem w obecności wodorotlenku sodowego i wreszcie krystalizacji stopowej, przy czym pozostałość z destylacji alkalicznej wprowadza się do wody, roztwór wodny ekstrahuje benzenem lub toluenem, a roztwór laktamu poprzez fazę destylacji rozpuszczalnika wprowadza się do głównego strumienia produktu, pozostałość z krystalizacji stopowej w stanie krystalicznym ekstra-

huje się cykloheksanem lub eterem naftowym w temperaturze 10—45°C, korzystnie w temperaturze 15—25°C w ciągu 5—60 minut, przy stosunku części wagowych laktamu do części objętościowych środka ekstrahującego, wynoszącym od 1:1 do 1:5, korzystnie 1:1,5 do 1:2,5, a oczyszczoną pozostałość zwraca do fazy destylacji alkalicznej głównego strumienia produktu oraz regeneruje się ekstrahent i zwraca go do ekstrakcji pozostałości z krystalizacji stopowej.

Przebieg kolejnych etapów procesu przedstawiony jest na załączonym schemacie. Z surowego laktamu, otrzymanego np. przez zobojętnienie mieszaniny kaprolaktamu i kwasu siarkowego lub mieszaniny kaprolaktamu i kwasu fosforowego, połączone z następującą po tym ekstrakcją, albo otrzymanego jako pozostałość z odpowiedniego stadium oczyszczania lub na innej zwykle stosowanej drodze, oddestylowuje się przede wszystkim rozpuszczalnik w aparacie destylacyjnym 1, a następnie poddaje go destylacji prostej pod zmniejszonym ciśnieniem 2; otrzymany destylat jest materiałem wyjściowym dla następnego stopnia, jakim jest krystalizacja stopowa 3. Pozostałość z destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem oraz produkt odpadkowy z krystalizacji stopowej przerabia się razem lub lepiej oddzielnie 4 i 5 i łączy z głównym strumieniem produktu.

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest zwłaszcza połączenie wyżej wymienionego sposobu głównego z przeróbką pozostałości ze stopnia destylacji 2 przez ekstrakcję 4 jej roztworu wodnego rozpuszczalnikiem nierozpuszczalnym w wodzie, dalej przez przeróbkę silnie zanieczyszczonej krystalicznej pozostałości z krystalizacji stopowej przez ekstrakcję 5 rozpuszczalnikiem, regenerację tego rozpuszczalnika, np. przez proste przemywanie wodą 6 i włączenie tych trzech stopni przeróbki do głównego procesu. Destylację rozpuszczalnika 1, destylację laktamu poekstrakcyjnego lub innych surowych laktamów jak również krystalizację stopową 3 wykonuje się znanymi sposobami.

Pozostałość z destylacji w obecności wodorotlenku sodowego 2, zawierająca 0,05—0,5% wagowych produktu otrzymuje się w zależności od rodzaju zastosowanego urządzenia destylacyjnego w ilości 3—10% w stosunku do wsadu. Pozostałość ta oprócz resztek kaprolaktamu zawiera 2—4% wodorotlenku sodowego, dodanego przed destylacją, przy czym może on występować w pozostałości jako taki lub w postaci organicznych związków sodu, jak również kwas aminokapronowy i związki oligomeryczne. Oprócz laktamu łatwotłoczne składniki występują w pozostałości tylko w niewielkiej ilości. Stopień zanieczyszczenia tego produktu jest tak duży, że niemożliwe jest wykonanie badań znanymi metodami analitycznymi lub badania te nie dają sensownych wyników.

Stwierdzono, że z tej pozostałości poddestylacyjnej, otrzymywanej np. w postaci 20—80% lub korzystnie 60% roztworu wodnego, można odzyskać do 95% zawartego w niej kaprolaktamu przez prostą ekstrakcję toluenem lub benzenem, prowadzoną w sposób ciągły w temperaturze 20—75°C lub ko-

rzystnie w temperaturze 50–60°C i że czystość odzyskanego laktamu jest porównywalna z czystością laktamu poekstrakcyjnego przed destylacją lub nawet jest od niej lepsza. Z toluenowego lub benzenowego poekstrakcyjnego roztworu laktamu można oddzielić rozpuszczalnik przez destylację 1 a otrzymany laktam włączyć do głównego strumienia produktu. W ten sposób otrzymuje się prawie ilościową wydajność fazy destylacji laktamu; zanieczyszczenia opuszczają układ w postaci roztworu wodnego.

Surowy laktam, otrzymany z fazy destylacji alkalicznej 2, poddaje się krystalizacji stopowej 3, przy czym, zależnie od temperatury łusek i stopu, 10–50 części wagowych laktamu, który ma być oczyszczony, wprowadza się praktycznie w adiabatycznych warunkach, np. w postaci łusek, do 90–50 części wagowych tego samego laktamu. W szczególności można stopić np. 70–80% laktamu, który ma być oczyszczony, a do stopu dodać pozostałe 30–20% laktamu o temperaturze pokojowej i oddzielić od stopu otrzymane kryształy laktamu. Korzystną odmianą sposobu jest dwustopniowa krystalizacja z ogólną wydajnością czystego laktamu, wynoszącą 90–95% w jednym przejściu, licząc w stosunku do wsadu krystalizacji stopowej. Zgodnie z powyższym otrzymuje się 5–10% laktamu wzbogaconego w zanieczyszczenia.

Ten zanieczyszczony produkt przerabia się przez ekstrakcję kryształów 5 węglowodorem alifatycznym lub cykloalifatycznym o 5–10 atomach węgla, jak np. n- lub izohexanem albo jego homologami o prostych lub rozgałęzionych łańcuchach, metylo- lub wyższą alkilopochodną cykloheksanu, dekalinę, a zwłaszcza eterem naftowym o zakresie temperatur wrzenia, mieszczącym się w granicach 110–140°C. Eter naftowy ma tę zaletę, że jest tani i odznacza się bardzo małą rozpuszczalnością kaprolaktamu /w 100 ml eteru naftowego o temperaturze wrzenia 110–140°C rozpuszcza się w temperaturze 20°C 0,8 g kaprolaktamu/. Przede wszystkim stosuje się jednak cykloheksan, który w większości metod produkcji kaprolaktamu służy jako materiał wyjściowy a więc występuje już w procesie.

W celu wykonania ekstrakcji kryształów wprowadza się w sposób ciągły do mieszalnika stopionego lub sproszkowany laktam razem z rozpuszczalnikiem, np. cykloheksanem. W mieszalniku utrzymuje się temperaturę 10–45°C, korzystnie 15–25°C. Czas przebywania mieszaniny w mieszalniku wynosi 5–60 minut, korzystnie 15–30 minut. Podczas mieszania tworzą się drobne kryształy laktamu, które można łatwo oddzielić od rozpuszczalnika przez odwirowanie lub odsączenie. Wskutek małej rozpuszczalności kaprolaktamu w cykloheksanie w temperaturze pokojowej /w 100 ml roztworu 0,85 g kaprolaktamu w temperaturze 10°C lub 1,38 g w temperaturze 20°C/ stosunek laktam : cykloheksan /ciężar : objętość/ może wynosić od 1:1 do 1:5 a korzystnie od 1:1,5 do 1:2,5. Stosunek ten zależy od czystości laktamu, dopuszczalnej wielkości strat laktamu, jak również od sposobu oddzielania krystalicznego laktamu po ekstrakcji. Korzystniejszą jest oddzielanie za pomocą wirówki, gdyż w ruchu

ciągłym umożliwia to osiągnięcie znacznie mniejszej pozostałości rozpuszczalnika w kryształach niż w przypadku filtracji. Jeżeli do ekstrahowania kryształów stosuje się eter naftowy wówczas prowadzi się proces w zasadzie w tej samej temperaturze oraz stosuje ten sam czas ekstrakcji i stosunek ilościowy, co w przypadku użycia cykloheksanu.

Wielkość straty laktamu podczas ekstrakcji wynika z jego rozpuszczalności w rozpuszczalniku i jest zależna od stosunku ilości laktamu do rozpuszczalnika jak również od temperatury ekstrakcji. W korzystnych warunkach strata ta wynosi 2–5%, licząc w stosunku do ilości użytej do ekstrakcji.

Korzystny sposób dalszego przerobu laktamu oczyszczonego przez ekstrakcję i nasyconego rozpuszczalnikiem polega na stapianiu go parą, połączonym z równoczesnym odparowaniem resztek rozpuszczalnika. Następnie wprowadza się stopiony produkt z zawartością wody do głównego strumienia laktamu poekstrakcyjnego przed fazą destylacji 2. Prowadząc oczyszczanie laktamów przez ekstrakcję kryształów nie powoduje się w ruchu ciągłym wzrostu zawartości zanieczyszczeń a tym samym powolnego obniżania jakości oczyszczonego laktamu.

Dzięki zawracaniu pozostałości po krystalizacji stopowej, oczyszczonej przez ekstrakcję, wydajność tego stadium oczyszczania laktamu osiąga około 99%.

Rozpuszczalnik użyty do ekstrakcji kryształów można regenerować przez destylację. Niespodziewanie jednak stwierdzono, że regenerację można przeprowadzić znacznie prościej i taniej przez proste przemywanie rozpuszczalnika wodą.

W przypadku ewentualnego stosowania cykloheksanu przemywa się wodą przy stosunku objętościowym cykloheksan : woda jak 1:0,1 do 1:3, korzystnie 1:0,25 do 1:0,5. Przemywanie wodą wykonuje się w temperaturze 10–60°C, jednak największy efekt osiąga się niespodziewanie w temperaturze 10–20°C. Czas zetknięcia wody z cykloheksanem wynosi 0,5–30 minut, korzystnie jednak 1–2 minut. Regenerację można więc prowadzić w sposób ciągły w małym mieszalniku a warstwę organiczną oddzielać od wody w małym rozdzielaczu. Cykloheksan otrzymany z regeneracji można bez dalszych zabiegów zawracać do ekstrakcji kryształów 5. Zanieczyszczenia rozpuszczone w cykloheksanie w czasie ekstrakcji jak również mała ilość laktamu odpowiadająca jego rozpuszczalności odprowadza się z układu w postaci roztworu wodnego.

Do doskonały wynik przemywania cykloheksanu wodą był tym bardziej nieoczekiwany, że cykloheksan odznacza się wysoką selektywną zdolnością rozpuszczania zanieczyszczeń laktamu. Nie można więc było przewidywać, że odwrotnie już w normalnej temperaturze i przy bardzo krótkim czasie zetknięcia wystąpi silne selektywne działanie ekstrahujące wody.

Stosując sposób według wynalazku można w ruchu ciągłym otrzymać z laktamu poekstrakcyjnego lub z innego rodzaju laktamu surowego czy-

sty laktam z wydajnością 98—99%, liczoną w stosunku do wsadu laktamu poekstrakcyjnego lub surowego. Dane analityczne surowego i oczyszczonego laktamu zestawiono w niżej podanej tablicy.

Tablica

Rodzaj analizy	Surowy laktam	Czysty laktam
Liczba nadmanganianowa	200	16 000
Lotne zasady APHA dla stop. produktu	0,34	0,03—0,05
Przepuszczalność światła:		
UF 290 nm	24%	94%
UF 310 nm	49%	97%

Osiągnięcie tak wysokiej jakości przy równoczesnej prawie ilościowej wydajności nie było dotychczas możliwe nawet przy zastosowaniu fizycznych metod oczyszczania. Osiągnięcie najwyższej jakości przy prawie ilościowej wydajności było dotychczas związane zawsze z zastosowaniem chemicznych środków pomocniczych.

W sposobie według wynalazku nie jest potrzebny do przeróbki i oczyszczania głównych i bocznych strumieni produktu węgiel aktywny, wymiennicze jonowe na bazie żywic lub inne substancje chemiczne. Z materiałów pomocniczych, oprócz wodorotlenku sodowego używanego ogólnie do destylacji, stosuje się tylko cykloheksan lub eter naftowy, jako rozpuszczalnik do ekstrahowania pozostałości. Rozpuszczalniki te są stosowane także w procesie produkcji laktamu. Są one jednak tak tanie, że nie stanowią żadnego dodatkowego obciążenia.

Widać z tego, że sposób według wynalazku wprowadza uproszczenia pod względem technologicznym, gdyż zastosowanie chemicznych środków pomocniczych niesie ze sobą kłopoty typowe dla procesów ciągłych, ze względu na zużywanie się tych środków lub konieczność ich regenerowania.

Sposób według wynalazku wyjaśniają niżej podane przykłady.

Przykład I. Z urządzenia 1 /destylacja rozpuszczalnika/ otrzymuje się, po odpędzeniu benzenu lub toluenu, 5545 kg/godz. stopionego surowego kaprolaktamu, zawierającego około 10% wody. Ilość ta składa się z 5000 kg świeżego produktu, kierowanego do procesu oczyszczania, oraz 301 kg i 244 kg produktu otrzymanych z przeróbki pozostałości /4+5/. Surowy kaprolaktam z dodatkiem wodorotlenku sodowego w ilości 9 kg/godz. najpierw odwadnia się w fazie destylacji laktamu 2 a następnie destyluje go — nie stosując frakcjonowania. Razem z wodą odrzuca się w postaci przedgonu 24 kg/godz. produktu a następnie przedgon zawierający jeszcze trochę wody jak również pozostałość poddestylacyjną, łącznie odprowadza się 328 kg na fazę przeróbki odpadków 4. Jako destylat otrzymuje się 5183 kg kaprolaktamu co stanowi 98,9% w stosunku do wsadu produktu.

Dane analityczne dla produktu przed i po destylacji są następujące:

In Lot. zas. APHA /dla stop./ UF 290/310 nm

	Lot. zas.	APHA /dla stop./	UF 290/310 nm
przed destylacją			
5	200	0,25	>75
po destylacji	2500	0,16	16—20
			55/80%

Przedgon z destylacji oraz pozostałość, zawierające łącznie 338 kg kaprolaktamu oraz wodorotlenek sodowy, produkty polimeryzacji i produkty rozkładu, w postaci mieszaniny o zawartości 50% wody, ekstrahuje się benzenem. Stosunek ilościowy roztworu wodnego do benzenu wynosi 1:3, czas zetknięcia 20 minut, temperatura ekstrakcji 50°C. Poekstrakcyjny roztwór benzenowy, zawierający 301 kg kaprolaktamu oraz małą ilość wody, zawraca się na fazę destylacji rozpuszczalnika 1. Dane analityczne dla ekstraktu, otrzymanego po oddestylowaniu rozpuszczalnika, są następujące:

Ln 350; Lot. zas. 0,16; APHA /dla stop./ >75.

W warstwie wodnej odprowadza się 37 kg laktamu oraz zanieczyszczenia. 5183 kg laktamu, otrzymanego z destylacji 2, kieruje się na fazę dwustopniowej krystalizacji stopowej 3, w wyniku której rozdziela się go w ciągu 1 godziny na 4925 kg czystego laktamu, co stanowi 98,5% licząc w stosunku do wsadu świeżego produktu do destylacji rozpuszczalnika i 258 kg silnie zanieczyszczonego stopionego ługu macierzystego. Dane analityczne są następujące:

In Lot. zas. APHA /dla stop./ UF 290/310 nm

	Lot. zas.	APHA /dla stop./	UF 290/310 nm
czysty laktam			
>16 000	0,04	5	94,5/97,5%
ług macierzysty			
<300	>1,3	100	0/0%

Ług macierzysty w ilości 258 kg/godz. otrzymywany w postaci stopionej substancji o temperaturze 75°C oraz 520 l cykloheksanu wprowadza się w ciągły sposób, chłodząc, do reaktora tak, aby temperatura tworzącej się zawiesiny kryształów wynosiła 20°C a czas przebywania w reaktorze 25—30 minut. Z reaktora odprowadza się w sposób ciągły ilość zawiesiny równą ilości wprowadzonych substancji i rozdziela ją za pomocą wirówki dokantacyjnej na kryształy laktamu i cykloheksanowy roztwór zanieczyszczeń. Otrzymuje się 244 kg laktamu co stanowi 94,6% w stosunku do pokryształacyjnego ługu macierzystego. Z laktamu tego odparowuje się resztki cykloheksanu za pomocą pary wodnej a stopiony produkt, zawierający około 10% wody, zawraca na fazę destylacji laktamu 2. Dane analityczne tego produktu są następujące:

Ln 550; Lot. zas. 0,45; APHA /dla stop./ >50; UF 290/310 37/47%

Roztwór cykloheksanowy, otrzymany po wyekstrahowaniu kryształów, w którym oprócz zanieczyszczeń laktamu rozpuszczone jest 12 kg laktamu, przemywa się w mieszalniku przepływowym 150 l wody w temperaturze 15°C w celu odzyskania cykloheksanu. Czas zetknięcia roztworu z wodą wynosi 5 minut. Obydwie fazy rozdziela się w rozdzielaczu i zawraca cykloheksan na fazę ekstrakcji kryształów. Roztwór wodny, w którym zawarte

są zanieczyszczenia oraz 12 kg laktamu, odrzuca się.

Przykład II. Stopiony ług macierzysty z przykładu I w ilości 258 kg/godz. oraz eter naftowy /zakres temperatur wrzenia 110—140°C/ w ilości 520 l/godz. wprowadza się do chłodzonego mieszalnika w analogicznych warunkach jak w tym przykładzie. Tak samo jak w przypadku użycia cykloheksanu jako rozpuszczalnika, rozdziela się tworzącą się gęstą zawiesinę kryształów za pomocą wirówki dekantacyjnej na kryształy laktamu i ług macierzysty eteru naftowego. Wskutek mniejszej rozpuszczalności laktamu w eterze naftowym otrzymuje się po odpędzeniu resztek eteru naftowego zatrzymanego w kryształach 248 kg laktamu regenerowanego, co odpowiada wydajności 96,2%, liczonej w stosunku do ługu macierzystego pokryształizacyjnego. Stopiony laktam regenerowany, zawierający około 10% wody, zawraca się na fazę destylacji laktamu 2.

Dane analityczne tego laktamu przed destylacją są następujące:

Ln 600; Lot. zas. 0,33; APHA /stopiony/ >50;
UF 290/310 nm 25/40%

Roztwór w eterze naftowym, odpływający z wirówki dekantacyjnej, w którym odprowadza się laktam w ilości 8 kg/godz. oraz wyekstrahowane zanieczyszczenia, przerabia się dalej przez reekstrakcję wodą, podobnie jak w przypadku użycia cykloheksanu. Odzyskany eter naftowy zawraca się do procesu a roztwór wodny zanieczyszczeń i laktamu odrzuca się.

Zastrzeżenia patentowe

1. Ciągły sposób oczyszczania kaprolaktamu, **znamienny tym**, że z surowego kaprolaktamu oddestylowuje się najpierw rozpuszczalnik, a następnie poddaje go destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem w obecności wodorotlenku sodowego i wreszcie krystalizacji stopowej, przy czym pozostałość z destylacji alkalicznej wprowadza się do wody, roztwór wodny ekstrahuje benzenem lub toluenem, a roztwór laktamu poprzez fazę destylacji rozpuszczalnika wprowadza się do głównego strumienia produktu, pozostałość z krystalizacji stopowej w stanie krystalicznym ekstrahuje się cykloheksanem

lub eterem naftowym w temperaturze 10—45°C, korzystnie w temperaturze 15—25°C w ciągu 5—60 minut, przy stosunku części wagowych laktamu do części objętościowych środka ekstrahującego, wynoszącym od 1:1 do 1:5, korzystnie 1:1,5 do 1:2,5, a oczyszczoną pozostałość zawraca do fazy destylacji alkalicznej głównego strumienia produktu oraz regeneruje się ekstrahent i zawraca go do ekstrakcji pozostałości z krystalizacji stopowej.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że surowy laktam otrzymuje się przez zobojętnienie mieszaniny laktamu z kwasem siarkowym lub mieszaniny laktamu z kwasem fosforowym a następnie przez ekstrakcję lub jako pozostałość z poprzedzającej fazy oczyszczania.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że destylację alkaliczną wykonuje się pod zmniejszonym ciśnieniem w obecności wodorotlenku sodowego, użytego w ilości 0,05—0,5% wagowych.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że 20—80% a zwłaszcza 50—60% roztwór wodny pozostałości z destylacji alkalicznej ekstrahuje się w temperaturze 20—75°C a zwłaszcza w temperaturze 50—60°C.

5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że podczas krystalizacji stopowej, zależnie od temperatury łusek i stopionego laktamu, 10—50 części wagowych, korzystnie 20—30 części wagowych laktamu, który ma być oczyszczony wprowadza się praktycznie w adiabatycznych warunkach w postaci łusek do 90—50 części wagowych, korzystnie do 80—70 części wagowych tego samego laktamu w stanie stopionym a powstałe kryształy oddziela od stopionej pozostałości.

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że pozostałość z krystalizacji stopowej, wyekstrahowaną cykloheksanem lub eterem naftowym, poddaje się działaniu pary wodnej a następnie zawraca do fazy destylacji alkalicznej głównego strumienia produktu.

7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że cykloheksan lub eter naftowy, użyty do ekstrahowania pozostałości z krystalizacji stopowej, przemyna się wodą przy stosunku objętościowym środka ekstrahującego do wody jak 1:0,1 do 1:3, korzystnie 1:0,25 do 1:0,5, w temperaturze 10—60°C, korzystnie w temperaturze 10—20°C, w ciągu 0,5—30 minut, korzystnie w ciągu 1—2 minut.

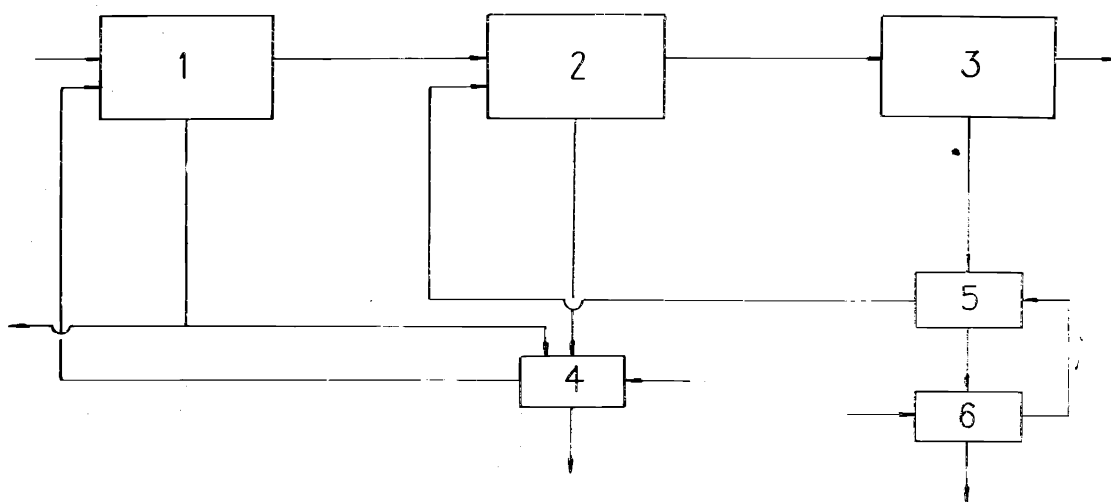


Fig. 1