

己内酰胺萃取工艺优化的探析

刘 斌 (阳煤集团太原化工新材料有限公司, 山西 太原 030400)

摘要: 在己内酰胺萃取和精制过程中, 其溶液凝结是保证己内酰胺物质的主要技术操作流程之一。同时在溶液萃取过程中, 以苯物质作为基础, 己内酰胺物质溶液的基础消光数值应该在实际萃取过程中, 进行进一步的技术处理, 保证整体萃取工艺的优化控制。本文根据己内酰胺萃取试验流程进行详细探索和研究, 并且以此作为基础, 进一步总结出己内酰胺萃取的主要影响因素。

关键词: 己内酰胺; 萃取工艺; 核心效率; 萃取溶液

己内酰胺物质在生产和技术操作过程中, 是重要的有机工业生产原材料之一, 该物质的主要使用模式和用途是通过聚合技术, 进而生成聚己内酰胺物质, 为工业生产提供更安全、稳定以及高效的化工基础材料。用己内酰胺聚合制得的尼龙-6切片, 进一步可用于制作成锦纶6纤维和尼龙6工程塑料(PA6)等, 广泛应用在毛纺、针织、机织、渔业、轮胎、工程塑料、薄膜以及复合材料等领域。

己内酰胺还是一种优良的溶剂, 可用作清洗剂, 它还可以生成多种衍生物, 有着非常广泛的应用领域。

1 己内酰胺制备方式

己内酰胺物质化学式为 $C_6H_{11}NO$, 基础分子量为 113.16, 是现阶段十分重要的化学生产原材料之一, 其物质外观液体下为无色, 固态下为白色(片状)。在使用过程中, 物质具有吸湿性, 手触有润滑感。

己内酰胺的制备采用肟制备法。肟制备法所使用的原材料环己酮物质主要由苯加氢物质进行进一步加工, 进而经过脱氢后得到。环己酮与双氧水、气氨以叔丁醇为溶剂在钛硅分子筛催化剂的作用下发生氨肟化反应生成环己酮肟-叔丁醇水溶液, 叔丁醇溶剂回收后, 肟水溶液经过甲苯萃取形成甲苯肟溶液, 甲苯肟溶液经过精馏后提纯出产品环己酮肟, 环己酮肟与发烟硫酸在重排反应器发生贝克曼重排反应, 生成己内酰胺硫酸混合物。己内酰胺硫酸混合物送中和结晶器通过气氨将硫酸中和, 最终生成酰胺油, 即粗己内酰胺溶液。

2 己内酰胺萃取试验流程

2.1 试验设备

在己内酰胺萃取工艺试验过程中, 粗制己内酰胺溶液其己内酰胺物质含量需要达到 76% 左右, 其中硫酸铵物质总体含量在 0.8% 左右, 并且整体物质 pH 值为 6.2 左右。为了进一步保证萃取工艺优化进度, 其苯物质需要依靠自身内部酰胺元素进行进一步萃取或者操作, 其中物质基础消光值为 0.18, 整体纯度为 99%。为此在实验设备的选择上, 选取液相色谱设备、紫外-可见分光光度计等相关基础设备。

2.2 试验工艺

想要从根本上保证己内酰胺萃取工艺试验质量和基础水平, 首先需要准备己内酰胺萃取溶液, 并且经过至

少三次蒸发浓缩, 保证其在稳定的氮气环境下能够进一步得到保护和物质储存, 随后该物质需要经过过滤设备, 进而有效去除杂质以及机械残渣, 经过详细过滤后的萃取溶液需要与己内酰胺物质、水资源以及其他辅助试剂相互混合后, 加热至技术工艺标准要求条件下的基础温度, 进而有效实现聚合设备的正常组合^[1]。而聚合器设备一旦原材料产出后, 会经过闪蒸设备完全脱水, 从而传送至聚合设备进行相互凝聚, 随后在经过缩聚技术处理、铸带技术处理、切粒技术处理、萃取技术处理以及干燥技术处理等相关顺序, 最终得到产品的成品切片。除此之外, 成品进行切片处理后, 其整体制作和生产流程与传统工业装置基本相同。首先需要使用 100mL 粗制量己内酰胺物质, 安放在广口试验瓶内, 并且按照混合苯物质以及粗制己内酰胺物质的整体体积比例, 2.8:1 进行相互混合, 物质混合后, 需要将充分摇晃 10-15min, 保证物质内部能够均匀混合, 静置至少 30min 左右, 此时技术人员需要详细记录物质萃取后物质外观颜色和成分。

3 己内酰胺萃取试验结果

3.1 温度对溶液影响

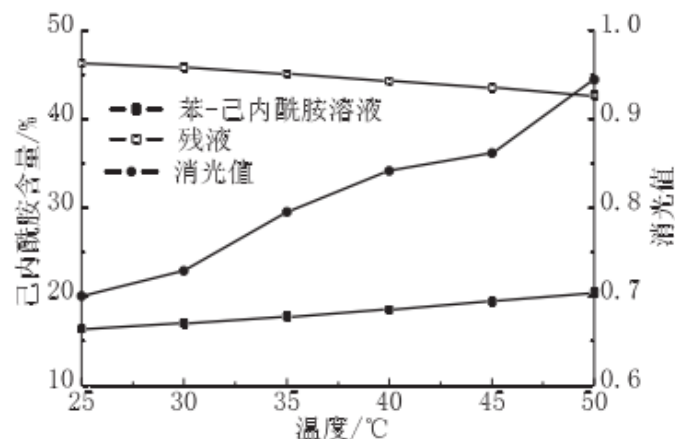


图 1 温度与萃取关系图

在己内酰胺萃取试验过程中, 苯物质与粗制己内酰胺物质需要按照自身物质体积比例进行详细计算, 其中物质内部结构件标准比例需要保证在 1:2.8 左右, 并且物质整体结构体系中 pH 数值需要保证在 6.2 左右, 己内酰胺物质基础含量则需要保证在 76%, 在详细考虑外

部环境试验温度对于粗制己内酰胺物质萃取效果的综合影响,其试验结果如图1。

从图1可以进一步观察出,随着测试温度不断提高,所萃取的己内酰胺物质总体含量随之增加,但是同样物质结构中的消光数值同样有所提升。其数值提高的主要原因是当外部环境有所提升时,测试溶液的基础分配数值随之提高,进一步增加了物质萃取核心效率,致使苯物质在己内酰胺物质结构溶液的总含量随之提高,导致物质杂质基础含量提升^[2]。除此之外,外部环境温度如果达到临界范围后,一定程度上造成所萃取的物质之间产生极高的互溶性,进而不易进行结构分离,最终导致杂质极易进入萃取环节中。所以,为了进一步提升物质萃取试剂效率,降低杂质基础含量,在实际进行萃取过程中,其温度应该保证在45度左右最佳。

3.2 pH数值对萃取溶液影响

在其他稳定外部环境下,其测试温度保证在45度左右,此时需要针对粗制过后的酰胺物质进行稀释处理,保证硫酸物质或者氢氧化钠物质能够有效调整pH数值,进而详细考察pH数值对于萃取溶液的综合影响。其结果如表1,从表1能够进一步观察出,在实际物质萃取过程中,其有机物含量会随着pH数值的提升而增加,并且在实际物质萃取过程中,溶液内部酰胺物质总含量几乎处于稳定状态,但是苯物质在己内酰胺溶液内部结构中,物质消光数值首先会大幅度下降,随后基本趋于稳定状态。同时,根据表格中有机物的整体含量可以进一步说明,在溶液进行过滤后,其杂质会进行转化,从根本上提升物质的基础稳定性。

表1 萃取有机物含量

有机物	含量 (%)	M	Tm (°C)
己内酰胺单体	88.25	113.2	69.5
环二聚体	0.77	226.3	348
环三聚体	0.6	326.5	244
环四聚体	0.52	452.6	256
环五聚体	0.44	565.8	254
线型低聚体	0.68		
环多聚体 (C ₅ ~C ₆)	0.23		

除此之外,在溶液萃取过程中,表格中的低聚物质整体含量大约为11-12%左右,其中溶液物质环二聚体成为影响萃取环节的主要杂质,加上溶液结构中的环二聚体物质自身熔点较高,并且该物质不能有效溶于水,所以无法利用水分进行溶解和萃取,一旦该物质凝结后,一定程度上会影响溶解萃取质量和效率。但是根据溶液所反映的基础动力学能够清晰了解到,通过水分进行溶液萃取需要于物质溶液的整体浓度产生明确联系,尤其在高温外部环境下,溶液萃取主要于水含量压力呈现出

正方向比例^[3]。所以,想要进一步保证己内酰胺萃取工艺质量和效率,就需要进一步保证溶液内部的有机物质,进一步减少溶液聚合物中环二聚体基础含量。

3.3 物质体积对萃取溶液影响

在己内酰胺物质萃取过程中,想要有效测算出物质体积对萃取结果的影响,则需要固定其他外部条件,并且保证己内酰胺物质基础含量为76%左右进行详细分析和探索,经过一系列试验,最终得出相关结论:苯物质以及粗己内酰胺物质的基础体积不断提升,所萃取的相己内酰胺位置基础含量会出现小幅度下降趋势,并且其消光数值同样呈现出下降趋势,最终导致已经萃取的相己内酰胺物质整体含量不断下降,此种现状进一步说明苯物质以及粗己内酰胺物质的基础体积比例不断增加,会导致萃取相苯、己内酰胺物质中的杂质基础含量随之减少和降低。

在工业生产过程中,专业萃取试剂与粗己内酰胺物质需要根据体积实际情况,将结构比例稳定在一定范围内,其中虽然不断提升体积比例能够进一步增加物质萃取效果,但是同样会致使物质萃取相中己内酰胺物质基础含量进一步减少,而同样物质体积普遍偏低时,己内酰胺物质则在萃取过程中,不断增加基础含量,但是此种模式会产生大量的杂质物质,进一步增加物质分离基础难度,所以需要根据己内酰胺物质基础含量比例,严格控制该物质的基础损耗。

4 结束语

由此可见,在己内酰胺萃取工艺优化过程中,需要针对己内酰胺溶液中苯的物质以及基础消光数值变化趋势,进一步研究和深入探索溶液萃取过程中,其溶液内部可能产生杂质,进一步充分考察出外界影响因素对于粗制酰胺物质溶液萃取效果的不良影响。为了提升物质萃取试剂效率,降低杂质基础含量,在实际进行萃取过程中,其温度应该保证在45度左右最佳。有机物含量会随着pH数值的提升而增加,并且在实际物质萃取过程中,溶液内部酰胺物质总含量几乎处于稳定状态,但是苯物质在己内酰胺溶液内部结构中,物质消光数值首先会大幅度下降,随后基本趋于稳定状态。同时,想要进一步保证己内酰胺萃取工艺质量和效率,就需要进一步保证溶液内部的有机物质,进一步减少溶液聚合物中环二聚体基础含量。在工业生产过程中,专业萃取试剂与粗己内酰胺物质需要根据体积实际情况,将结构比例稳定在一定范围内。

参考文献:

- [1] 范学松,张圣明,王朝生,等.己内酰胺聚合中低聚物控制及PA6熔体直纺可行性研究[J].合成纤维工业,2020,v.43;No.253(05):4-9.
- [2] 夏碧波,姜雨土,等.己内酰胺成品中的杂质及其形成分析[J].化工生产与技术,2019,25(003):30-31,38.
- [3] 李维芳.绿色环保的己内酰胺化工原料生产工艺开发[J].信息记录材料,2019,v.20(10):39-40.