Application Note AN-PAN-1011

Caprolactam-Herstellung

Bestimmung des Permanganat-Index (PAN)

Caprolactam, ein wichtiger Vorläufer von Nylon 6, wird in großem Umfang für die Herstellung verschiedener Industriefasern, Textilien und Kunststoffe verwendet. Die Aufrechterhaltung einer gleichbleibenden Caprolactam-Reinheit ist für die Gewährleistung der Qualität der Endprodukte unerlässlich. Die Analyse des Permanganat-Index (permanganate absorption number - PAN) dient als Schlüsselindikator für die Reinheit von Caprolactam im Produktionsprozess und erfolgt gemäß ISO 8660. Diese Application Note beschreibt die einfache 24/7-Überwachung der Permanganat-Absorptionszahl (PAN) als Maß für die Caprolactam.

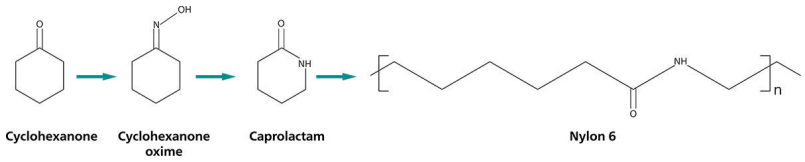
EINFÜHRUNG

Im Jahr 2023 betrug die weltweite Caprolactam-Produktionskapazität etwa 9 Millionen Tonnen [1], wovon der größte Teil zur Herstellung von Nylon 6 verwendet wurde. Nylon 6 wird hauptsächlich zur Herstellung von Fasern für Kleidung, Teppiche und industriellen Fasern verwendet. Etwa 30 % des produzierten Nylons 6 werden für die Harzproduktion verwendet [1].

Caprolactam wird hauptsächlich aus Cyclohexanon, Cyclohexan oder Toluol hergestellt. Das vorherrschende industrielle Verfahren umfasst die Umwandlung von Cyclohexanon in Cyclohexanonoxim, gefolgt von einer Beckmann-Umlagerung, um Caprolactam mit einer Ausbeute von nahezu 98 % zu erhalten [2].

Beim Standardverfahren der Beckmann-Umlagerung

wird Schwefelsäure (oder Oleum) als Katalysator verwendet, um Cyclohexanonoxim in Caprolactam umzuwandeln (Reaktion 1). Bei dieser Methode fällt jedoch Ammoniumsulfat als Nebenprodukt an. Dieses ist zwar für die Düngemittelherstellung wertvoll, seine Umweltauswirkungen haben jedoch in bestimmten Regionen zu Beschränkungen geführt.



Reaktion 1. Reaktionsmechanismus von Cyclohexanon zur Bildung von Nylon 6.

Die Caprolactam-Qualität ist für seine nachgelagerten Anwendungen, wie die Herstellung von Nylon 6, entscheidend. Die PAN-Analyse (Permanganate Absorption number, PAN) ist einer der wichtigsten Qualitätstests für Caprolactam.

Dieses standardisierte Verfahren, das in internationalen Referenzen wie ISO 8660 beschrieben ist, ist ein Maß für die Reinheit des Caprolactams, in Abhängigkeit der Anwesenheit von oxidierbaren Verunreinigungen.

Im Wesentlichen definiert die PAN-Analyse die Stabilität von Caprolactam in Gegenwart von Kaliumpermanganat. Niedrigere PAN-Werte weisen auf eine reinere Caprolactam-Probe hin, was zu einer verbesserten Nylon 6 Qualität führt.

Die herkömmliche Laboranalyse mit manueller Probenahme ist eine praktikable Lösung, die jedoch einige Nachteile aufweist. Auf rasche Prozessschwankungen in kann aufgrund der Zeitdifferenz zwischen Probenahme und Analyse nur schwer reagiert werden. Die gleichzeitige Analyse mehrerer Prozessströme ist sehr arbeitsintensiv, und die Verwendung von Schwefelsäure führt zu Sicherheitsrisiken für Labormitarbeitende.

Um eine kontinuierliche und engmaschige Prozesskontrolle zu ermöglichen, haben sich Online Prozessanalysensysteme wie der 2060 TI Process Analyzer (Abbildung 2) als bevorzugte Lösung erwiesen. Der Analyzer erlaubt eine kontinuierliche und hochpräzise Analyse von Caprolactam-Verunreinigungen, wodurch die gleichbleibende Produktion von Nylon 6 in Spitzenqualität gewährleistet wird.

APPLIKATION

Oxidierbare Verunreinigungen werden in Caprolactam gemäß ISO 8660 mit präzisen zeit- und temperaturgesteuerten kolorimetrischen Messungen überwacht. Metrohm Process Analytics bietet eine Multiparameter-Lösung für die präzise Online-Messung von PAN nach ISO 8660 an: den 2060 TI Process Analyzer (Abbildung 2).

Abbildung 2. Der 2060 TI Process Analyzer eignet sich für die Überwachung von PAN bei der Caprolactam-Produktion.

Tabelle 1. Typische Messbereiche für die Permanganat-Absorptionszahl (Permanganat Index) bei der Caprolactam-Herstellung.

Parameter	Messbereich
PAN	0–35

HINWEISE

Da Caprolactam hygroskopisch ist, ist der Einsatz einer zuverlässigen Technik zur Bestimmung des Wassergehalts ebenfalls entscheidend. Der 2060 The NIR Analyzer von Metrohm Process Analytics ist hier eine hervorragende Lösung. Er liefert innerhalb von Sekunden genaue Wassergehaltsdaten, macht die Probenvorbereitung überflüssig und ist frei vom Einsatz von Chemikalien.

Andere Online-Anwendungen sind je nach Produktionsprozess möglich, einschließlich NH_4OH, NH_4NO_2, SO_3^{2-}, Alkalität, Feuchte, Eisen, hoher/geringer Säuregehalt in Cyclohexanon (Anolon), $(NH_4)_2SO_3$, H_3PO_4 und andere verwandte Komponenten.

FAZIT

Die kontinuierliche Online-Überwachung von PAN in Caprolactam ist für die Optimierung der nachgeschalteten Nylon-6-Produktion unerlässlich. Der 2060 TI Process Analyzer von Metrohm Process Analytics liefert präzise PAN-Ergebnisse in Echtzeit. Dies erhöht die Effizienz, senkt die Kosten und verbessert die Produktqualität. Seine Vielseitigkeit ermöglicht die gleichzeitige Überwachung mehrerer Prozessparameter für eine umfassende Prozesskontrolle.

REFERENZEN

1. *Caprolactam Market Size, Share Analysis and Industry Forecast*. Prismane Consulting. https://prismaneconsulting.com/report/market-reports/global-caprolactam-market-study-report-2016-2032/23 (accessed 2025-12-03).
2. Ritz, J.; Fuchs, H.; Kieczka, H.; et al. Caprolactam. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*; Wiley-VCH, Ed.; Wiley, 2011. DOI:10.1002/14356007.a05_031.pub2

VERWANDTE APPLICATION NOTES

AN-PAN-1041 Inline-Überwachung des Gehalts an freiem Isocyanat (%NCO) in Polyurethan

AN-NIR-077 Analyse des Feuchtigkeitsgehalts von Caprolactam7

VORTEILE DER ONLINE-PROZESSANALYTIK

- **Vollautomatische Diagnose** - automatische Alarme, wenn Proben außerhalb der Spezifikationsparameter liegen.
- **Gewährleistung der Einhaltung** globaler Standards.
- **Vermeiden Sie unnötige Kosten** durch die gleichzeitige Messung mehrerer Parameter im Prozessstrom.
- **Bessere Kontrolle** über den Caprolactam-Produktionsprozess, die eine Feinabstimmung für **optimale Reinheit und Effizienz** ermöglicht.
- **Sichereres Arbeitsumfeld** für die Mitarbeiter (keine Handhabung von H_2SO_4).

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

KONFIGURATION

2060 Process Analyzer

Der 2060 Process Analyzer ist ein Online-Analysengerät für die Nass-Chemie, das sich für zahlreiche Anwendungen eignet. Dieser Prozessanalysator bietet ein neues Baukastensystem, das eine zentrale Plattform hat, den sogenannten „Basisschrank.

Der Basisschrank besteht aus zwei Teilen. Der obere Teil enthält einen Touchscreen sowie einen Industrie-PC. Im unteren Teil befindet sich der flexible Nassteil, in dem die Hardware für die eigentliche Analyse untergebracht ist. Wenn die Kapazität des Nassteils aus der Grundausstattung nicht ausreicht, um eine analytische Herausforderung zu bewältigen, kann der Basisschrank auf bis zu vier weitere Nassteilschränke erweitert werden. So lässt sich sicherstellen, dass selbst für die anspruchsvollsten Anwendungen genügend Platz vorhanden ist. Die zusätzlichen Schränke lassen sich so konfigurieren, dass jeder Nassteilschrank zwecks Erhöhung der Betriebszeit des Analysengeräts mit einem Reagenzienschrank, der über eine integrierte (kontaktlose) Füllstandserfassung verfügt, kombiniert werden kann.

Der 2060 Process Analyzer bietet verschiedene nasschemische Methoden: Titration, Karl-Fischer-Titration, Photometrie, Direktmessung und Standardadditionsverfahren.

Zur Erfüllung aller Projektanforderungen (oder all Ihrer Bedürfnisse) sind auch Probenaufbereitungssysteme erhältlich, die eine stabile Analyselösung garantieren. Wir können jedes Probenaufbereitungssystem liefern, unter anderem zum Kühlen oder Heizen, Druckmindern oder Entgasen, Filtrieren und für vieles mehr.