

H/V.



198671

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención

a favor de

la r.s. Inventa A.G. für Forschung und Patentverwertung

residente en

Zürich (Suiza) Talacker, 16

por:

" PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION CONTINUA DE LACTAMOS PUROS
MEDIANTE EXTRACCION "

=====



1.-

Los lactamos de los ácidos α -aminocarboxí-
licos se emplean como material de partida para la obtención
-de poliamidas. Se los obtiene, como es sabido mediante la
transformación de Beckmann de las correspondientes oximas
5 cíclicas. De las mezclas de transformación se obtienen los
lactamos brutos mediante neutralización con disoluciones
acuosas de medios neutralizadores de ácidos. Los lactamos
brutos, que ciertamente son solubles en agua, se separan en-
tonces de las disoluciones salinas concentradas mediante
10 saturación salina, como aceites de lactamo con un contenido
acuoso de unos 30-40 %, pero casi privados de sal. En el pro-
ceso de transformación juntamente con los lactamos se forman
también unos 3 a 8 % de productos secundarios de naturaleza
básica y ácida, los cuales se deben separar de los lactamos
15 como impurezas. Estas impurezas dan a los lactamos brutos una
coloración amarilla hasta pardo oscura.

El aislamiento de los lactamos se ha efectuado
hasta ahora mediante extracción o destilación. Para obtener
20 lactamos puros completamente incoloros como tienen que em-
plearse para la obtención de poliamidas, ha sido hasta ahora
imprescindiblemente necesario que los lactamos aislados y
previamente purificados se tengan que purificar otra vez por
lo menos mediante destilación. En la extracción de los lacta-
25 mos puros de los impuros se presentan menos pérdidas que en
la destilación, pues en esta última no pueden evitarse des-
composiciones por efecto de las temperaturas elevadas, inclu-
so al vacío. Para la extracción se han empleado hasta el pre-
sente solo disolventes que disuelven muy bien los lactamos,
30 esto es más del 50 % a la temperatura del local. Como tales

198671

26 JUL



2.-

5 medios de extracción se han utilizado de modo especial hidro-
carburos clorados de bajo punto de ebullición, como el clo-
roformo, cloruro de etileno, cloruro de metileno, etc. Esta
buena solubilidad de los medios de extracción para los lac-
tamos era hasta ahora imprescindiblemente necesaria cuando
se quería obtener los lactamos lo más cuantitativamente posi-
ble de los lactamos impuros solos o juntamente con la diso-
lución salina concentrada existente en su preparación. En-
tonces los lactamos impuros se disuelven completamente en
10 pequeñas cantidades de estos disolventes dando disoluciones
concentradas de lactamo fuertemente coloreadas y separando de
los lactamos impuros casi toda el agua en forma de una diso-
lución acuosa diluída de lactamo. Las impurezas de los lacta-
mos se disuelven en cantidad considerable en los disolventes
15 con muy buena solubilidad para los lactamos. Las disolucio-
nes resultantes de lactamo más o menos fuertemente coloreadas
por las impurezas, después de expulsar los disolventes, pro-
porcionan lactamos de color amarillo hasta parduzco. La eli-
minación de estas impurezas adheridas a los lactamos solo pue-
de efectuarse mediante destilación, pero la separación comple-
ta de las impurezas conduce a pérdidas considerables en el
20 rendimiento debido a su casi igual volatilidad que los lac-
tamos.

25 En esta destilación purificadora se ha compro-
bado favorecer la calidad de los lactamos ciertos aditamen-
tos de ácidos o lejías en una cantidad hasta de 5%. Tam-
bien mediante transformación de los lactamos previamente pu-
rificados con sustancias oxidantes o reductoras en estas can-
tidades, lo mismo que por tratamiento con ésteres de ácido



5 carboxílico antes de la destilación de los lactamos, se ha podido lograr mejorar su calidad. Pero estos aditamentos tienen el grave inconveniente de que reducen fuertemente el rendimiento de la destilación. Los aditamentos incorporados en exceso con relación a la cantidad de impurezas, actúan entonces descomponiendo los lactamos a las elevadas temperaturas de la destilación. Una parte de estos productos de descomposición vuela con los lactamos, de suerte que por este método no puede conseguirse totalmente purificar los lactamos.

10 La mayor parte de los productos de descomposición y las impurezas alteradas quedan en el residuo de la destilación. Los rendimientos logrados por este método en lactamos puros partiendo de lactamos previamente purificados han sido de unos 90 %, aunque los rendimientos referidos a los lactamos impuros son considerablemente inferiores.

15 Si para la extracción de los lactamos impuros se emplean disolventes con pequeña solubilidad para los mismos, entonces se necesitan grandes cantidades de disolventes y se obtienen disoluciones diluídas de lactamos. El extraer los lactamos brutos o impuros solamente con estos disolventes, es antieconómico, pues durante la extracción se aumenta al sacar los lactamos el contenido de agua en los lactamos brutos y la solubilidad de los lactamos en el agua casi privada de sal es mayor que en el medio de extracción. Si los lactamos impuros se extraen del mismo modo juntamente con la disolución salina concentrada existente en su preparación, entonces dichos lactamos impuros se deshidratan y separan de la sal, formándose tres capas:

Lactamo-disolvente, lactamo bruto no disuelto

198671



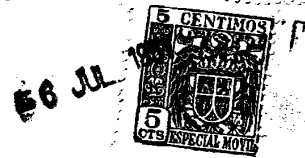
4.-

y disolución salina. Pero la presencia de tres capas hace difícil el realizar de modo continuo la extracción.

Ahora bien, se ha descubierto que se obtienen lactamos puros incoloros con rendimiento casi cuantitativo partiendo de lactamos brutos únicamente mediante extracción en funcionamiento continuo, cuando los lactamos en disolución de lactamo bruto, diluída, acuosa, saturada de sales neutras y con disolventes orgánicos selectivos, se someten primero a una pre-extracción según el principio de contracorriente en más de una gradación, luego se vuelven a extraer las disoluciones puras en alto grado de lactamo con disoluciones acuosas oxidantes o reductoras que rijen los ácidos o las bases o se adsorben mediante sustancias sólidas con las indicadas propiedades y finalmente se elimina el disolvente.

Como medios extractivos adecuados se emplean los que no tienen casi ningún poder de disolución para el agua, o sea que a 20° C disuelven menos de 0,1 % de agua. No deben disolver demasiado bien los lactamos, esto es la solubilidad a 20° C debe preferentemente no ser superior a 30 %. Las temperaturas de ebullición de los medios de extracción no deben ser superiores a 100° C, pues de lo contrario no permiten separarse de los lactamos fácilmente por destilación. Pueden ser también mezclas de varios disolventes, preferentemente de aquellos que hierven azeotrópicamente. Como una mezcla de esta clase se presta por ejemplo una mezcla de 55 % de bencol y 45 % de ciclohexano, que hierve a 77,5° C (Lecat "Azeotropisme" 1918). Es conveniente no realizar demasiado elevado el ajuste de la concentración de lactamo en el medio extractor en la extracción previa, con preferencia que no sea superior a

198671



5.-

5 15 % , pués por debajo de esta concentración en lactamo es pequeña la fijación de agua y de impurezas. Por encima de esta concentración el poder de fijación de las impurezas y del agua es proporcional a la concentración en lactamo. Empleando unas 4 a 10 veces la cantidad de disolvente en relación con la cantidad de los lactamos impuros, puede mantenerse fácilmente la concentración indicada en lactamo. Es más conveniente emplear un disolvente o mezcla de ebullición azeotrópica, en la cual la concentración en lactamo para la extracción puede ajustarse no superior al 15 %, y así por ejemplo el ϵ -caprolactamo en el azeótropo de benzol y ciclohexano tiene a 20° C una concentración de unos 12 % en medio extractor. Empleando una temperatura más alta o más baja en la extracción previa aumenta o disminuye la concentración de lactamo en el medio extractor. Por consiguiente se puede corregir el ajuste de una concentración determinada de lactamo con la temperatura en una cierta zona.

15 20 La ventaja de los disolventes con pequeña solubilidad para el lactamo en la extracción previa de los lactamos impuros, es la de que solo se disuelven pequeñas cantidades de impurezas. Después de la extracción previa se separan las impurezas, las cuales en caso contrario se disuelven en disolventes con muy buena solubilidad de los lactamos, especialmente los colorantes, que se separan como grumos en la capa separadora. Las disoluciones de lactamo resultantes de la extracción previa contienen solo insignificantes cantidades de impurezas y por eso a penas si están coloreadas. Según el invento los lactamos se extraen previamente de disolución de lactamo impuro, acuosa, diluída, saturada de sales neutras.

198671



6.-

El ajuste de la concentración salina se realiza por adición de disolución salina concentrada, como se la obtiene en la producción de los lactamos brutos. El agua para la dilución procede de las disoluciones extraídas de lactamo impuro. Las concentraciones de saturación para las sales se encuentran con concentración baja en lactamo a un grado elevado y a un grado pequeño cuando la concentración en lactamos es elevada. Así la concentración de saturación por ejemplo para sulfato amónico en el ϵ -caprolactamo impuro concentrado con unos 66 % de contenido en lactamo es de próximamente 1 %, y en el caprolactamo bruto diluido con unos 33 % de contenido de lactamo, es de unos 8 %, y finalmente en el lactamo bruto fuertemente diluido con un contenido de 1,5 % de caprolactamo, es de unos 30 % de sulfato amónico. Si a una disolución de lactamo bruto diluida y no saturada de sal se agrega disolución salina concentrada, entonces ésta fija de ella sal hasta su saturación; la disolución salina restante se separa de la disolución diluida de lactamo bruto. Si se extrae una disolución acuosa diluida de lactamo bruto saturada de sal, entonces se obtiene una concentración igual de lactamo en el medio extractor que en la extracción de la disolución concentrada de lactamo bruto saturada de sal. La ventaja del método de extracción descrito se halla en que manteniendo la saturación salina en la disolución diluida de lactamo bruto no se separa ninguna capa intermedia de lactamos brutos concentrados, la cual dificultaría la extracción previa continua o incluso haría imposible aplicar la extracción en torre. La extracción previa se realiza preferentemente en contracorriente, de modo que la disolución reciente de lactamo bru-

198671

7.-

26 JUL



to, que en el primer grado de extracción se diluye a una concentración determinada y se extrae con un disolvente enriquecido de lactamo, se conduzca en los siguientes grados de extracción con dilución progresiva de la disolución de lactamo bruto en contra de un disolvente más pobre en lactamo. Al final de la extracción previa corre el medio de extracción nuevo en contra de una disolución salina acuosa casi privada de lactamo. En los diversos grados de la extracción previa la corriente se determina principalmente por la cantidad del disolvente, que es más de cuatro veces el volúmen de los lactamos brutos. Al emplear un medio extractor específicamente más ligero que las disoluciones más diluidas de lactamo bruto la corriente principal correrá por tanto de arriba hacia abajo en las etapas o grados de extracción. Por consiguiente los lactamos brutos se introducen preferentemente en la parte inferior de los grados de extracción previa y se arrastran hacia arriba con la corriente al mismo tiempo que se extrae. La disolución salina concentrada que entra en los grados de extracción previa para mantener la saturación salina, se incorpora en la parte superior de los mismos y luego desciende gracias a su peso específico elevado. Como las disoluciones de lactamo bruto parcialmente extraídas ascienden en los grados de extracción previa, la disolución salina en contracorriente se cuida de su saturación continua. En el último grado de extracción previa con débil contenido de lactamo es considerable la adición de la disolución salina para la saturación, de suerte que también su corriente hacia abajo ejerce cierto influjo. En este grado se introducen disoluciones de lactamo bruto diluidas, preferentemente en la parte superior

5

10

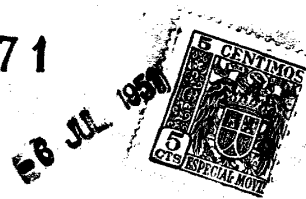
15

20

25

198671

8.-

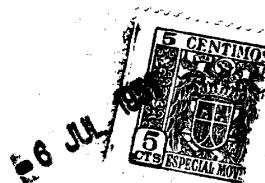


o en el centro del grabado de extracción previa.

Una gran ventaja del método descrito de extracción previa es la separación esencialmente más fácil de las impurezas. La solubilidad de estas impurezas es en los lactamos brutos mayor que en la disolución salina, en la cual sin embargo deben entrar en su mayor parte en el curso de la extracción. Esto se facilita por un lado, por el hecho de que las impurezas se fijan muy poco a poco por la disolución acuosa. Además según el método del invento la disolución de lactamo previamente extraída se saca del punto en que se encuentra la disolución acuosa de lactamo bruto más rica en lactamo. Gracias a esto las impurezas se retienen en gran cantidad en la disolución acuosa de lactamo bruto. Una parte de las impurezas se separa en forma de copos en el punto en que la disolución de lactamo bruto es más pobre en lactamo y puede eliminarse de la capa separadora por extracción. Las disoluciones de lactamo obtenidas por esta extracción previa contienen considerablemente menos impurezas que las disoluciones de lactamo obtenidas por los métodos de extracción hasta hoy seguidos. Pero estas pequeñísimas impurezas deben eliminarse cuando los lactamos se han de seguir elaborando en poliamidas. Esto se logra en el procedimiento según el invento gracias a una nueva extracción con una disolución acuosa o en lugar de esto, en una adsorción en sustancias sólidas. De este modo se obtienen disoluciones incoloras de lactamo, que, después de separar el disolvente, por ejemplo mediante destilación al vacío, proporcionan lactamos puros inalterables y completamente incoloros.

Como disoluciones acuosas para la nueva extrac-

198671



9.-

5 ción pueden emplearse en concentración mínima las de sustancias oxidantes o reductoras. Actúan como oxidantes por ejemplo una disolución de permanganato potásico ya al $\frac{1}{500}$ o una disolución de agua oxigenada al 0,05 %, o como reductores cantidades mínimas de hidrosulfito sódico, sulfito sódico, etc., en disolución acuosa, quedando retenidas las impurezas inalteradas en la disolución acuosa. Pero también disoluciones ácidas o alcalinas, por ejemplo disoluciones débiles de ácido sulfúrico, ácido fosfórico, lejía de sosa

10 cáustica, carbonato sódico, hidróxido cálcico, contribuyen esencialmente en la nueva extracción a eliminar las últimas trazas de impurezas, ya que fijan las impurezas básicas y las ácidas. Con preferencia se emplean disoluciones de un pH 2 hasta 12. Las disoluciones acuosas destinadas a la nueva

15 extracción, contienen más o menos lactamos según la concentración de éste en el medio extractor. Por ejemplo la concentración en lactamo de la disolución acuosa es de unos 60 % con 14 % de δ -caprolactamo en el azeótropo benzol-ciclohexano. La nueva extracción puede realizarse con disoluciones oxidantes o reductoras en medio neutro, ácido o alcalino. Dicha nueva extracción puede verificarse en una o

20 varias fases o grados. Cuando por ejemplo se trabaja en dos etapas, las dos etapas pueden realizarse o solo en disolución oxidante o reductora, ácida o alcalina o en una combinación cualquiera de estas disoluciones. La acción purificadora sorprendente de las disoluciones acuosas con una tan pequeñísima

25 concentración en sustancias adicionales ha sido solo posible por el hecho de que gracias a la extracción previa las impurezas se habían eliminado de las disoluciones de lactamo has-

198671

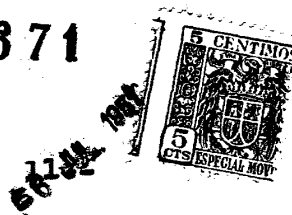
10.-



5 ta un residuo insignificante. Las disoluciones acuosas em-
pleadas para la nueva extracción, por ejemplo en el método
de extracción en torre, deben completarse o reponerse cons-
tantemente. En esto basta con un repuesto de por ejemplo 1
volumen por ciento de una disolución acuosa de las sustancias
adicionales exentas de lactamo, referido a una disolución al
12 % previamente extraída de ϵ -caprolactamo. En la purifica-
ción de los lactamos hasta ahora conocida mediante destila-
ción, se necesitan, por el contrario, cantidades de 100 a
1000 veces de sustancias adicionales. Para lograr lactamos
completamente puros es necesario emplear solamente disolucio-
nes extraordinariamente diluídas, pues de lo contrario las
disoluciones de lactamo con su contenido en agua aunque sea
pequeño, arrastrarían consigo las sustancias disueltas, de
10 suerte que estas se acumularían en los lactamos. Con prefe-
rencia se utilizan solo en la nueva extracción las sustancias
que no se separan por disolución de las disoluciones de lac-
tamo y las que tampoco alteran químicamente los lactamos.
Como tales se prestan de modo especial sustancias puramente
inorgánicas. La nueva extracción se ejecuta preferentemente
20 a la temperatura del local. Se acopla directamente a la extrac-
ción previa y también se realiza de modo continuo. Las diso-
luciones acuosas usadas para la extracción nueva pueden sin
dificultad volverse de modo continuo a la extracción previa
como lactamo bruto.
25

En lugar de emplear disoluciones acuosas pa-
ra la nueva extracción, las disoluciones de lactamo previa-
mente extraídas pueden también purificarse por adsorción de
las impurezas en sustancias sólidas. Como sustancias adsor-

198671



bentes pueden emplearse las mismas sustancias utilizadas también para la preparación de la disolución acuosa, por ejemplo superóxido de bario, hidrosulfito sódico, bisulfato sódico, óxido cálcico, etc. Con preferencia se utilizan sustancias que al mismo tiempo actúen como higroscópicas. Como adsorbedores pueden servir además los intercambiadores de iones. La repurificación por adsorción puede realizarse en una o varias etapas con las mismas o distintas sustancias, eventualmente en combinación con la nueva extracción mediante disoluciones acuosas. Si se quiere ejecutar la extracción continua de los lactamos impuros por ejemplo mediante extracción previa triplemente escalonada y mediante nueva extracción en una sola etapa, entonces se trabaja preferentemente del modo que se ilustra esquemáticamente en el adjunto dibujo.

La instalación de extracción previa viene representada por las torres 1, 2 y 3 y la nueva extracción por la torre 4. Las torres se disponen escalonadas verticalmente, con el fin de que el disolvente pueda correr por todas las torres por su propio peso. Cada torre posee varias zonas de agitación limitadas por placas perforadas y que se separan entre sí por una zona de reposo. La parte superior y la inferior de las torres de extracción son también zonas de reposo. Las capas separadoras de los medios extractores y de las disoluciones de lactamo se intercalan en la parte superior de las torres. El lactamo bruto o impuro entra por 5 en la zona más baja de agitación de la torre 3 y en la misma zona de agitación penetra por 6 desde la torre 2 el disolven-

198671

12.-



5

10

15

20

25

te enriquecido de lactamo. En 7, 8 y 9 entran en las zonas de agitación más altas de las torres de extracción previa diversas cantidades de disolución salina concentrada para ajustar la concentración de saturación. Desde la torre 3 corre por arriba el disolvente más rico de lactamo y pasa a la instalación de nueva extracción. Desde la misma torre 3 sale por abajo la disolución diluída de lactamo bruto muy enriquecida de lactamo y se introduce por 10 en la zona más baja de agitación de la torre 2. En la misma zona de agitación de la torre 2 penetra desde la torre 1 disolvente con débil contenido de lactamo y abandona de nuevo a la torre 2 por arriba más enriquecido de lactamo. De la torre 2 sale por abajo disolución salina con débil contenido de lactamo y la cual por 12 penetra en una de las zonas superiores o medias de agitación de la torre 1. En la zona más baja de agitación de la torre 1 penetra por 13 disolvente de refresco y rebosa desde la torre 1 con lactamo poco diluído. En 14 sale de la torre 1 por abajo disolución salina extraída, concentrada y exenta de lactamo, la cual contiene disueltas las impurezas. Por 15 se sacan de modo continuo las impurezas separadas en forma de copos. En la torre 4 para la nueva extracción penetra por 16 la disolución de lactamo previamente extraída. Las últimas impurezas se extraen de las sustancias adicionales en esta torre mediante disoluciones acuosas conteniendo lactamo. Por 17 sale finalmente la disolución de lactamo completamente pura e incolora y mediante concentración por evaporación se priva del disolvente.

Los lactamos que quedan, son completamente

198671

15.-

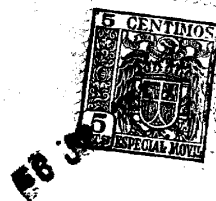


incoloros, inalterables a la luz y al aire y de la mayor pureza. Los rendimientos de la extracción son superiores al 98 % referidos a los lactamos contenidos en los lactamos brutos.

5 Las partes indicadas en los siguientes ejemplos son partes en volumen.

Ejemplo 1:

10 500 partes de aceite bruto de ϵ -caprolactamo penetran por hora y a 15° C en la instalación de extracción antes descrita e ilustrada en el dibujo. En contracorriente a la misma atraviesan por la instalación previa de extracción a igual temperatura 2500 partes por hora de una mezcla disolvente de 55 % de benzol y 45 % de ciclohexano. En la
15 tercera torre penetran por hora 115 partes de una disolución de sulfato amónico a unos 40 %, en la segunda torre penetran por hora 345 partes de esta disolución de sulfato amónico y en la tercera torre penetran por hora 690 partes de la misma disolución a 15° C. De la instalación de extracción previa se extraen por hora unas 1300 partes de disolución concentrada de sulfato amónico libre de lactamo y de color oscuro debido a las impurezas disueltas. De la extracción
20 previa corren por hora a la nueva extracción unas 2800 partes de disolución casi incolora de ϵ -caprolactamo a unos 13 % y 28 partes de una disolución acuosa de peróxido de bario a 0,2 %. Desde la torre de la nueva extracción llega
25 la disolución de lactamo a una instalación de destilación al vacío. Después de evaporar el disolvente, queda un ϵ -caprolactamo puro, completamente incoloro con un rendimiento de



99 % referido al lactamo contenido en el lactamo bruto.

Ejemplo 2:

5 En la instalación de extracción antes descrita e ilustrada en el dibujo penetran por hora 500 partes de un aceite de ζ -enantolactamo y 2500 partes de una mezcla de 55 % de benzol y 45 % de ciclohexano a 35^o C. En la tercera torre penetran por hora a 35^o C 155 partes de una disolución de sulfato sódico a unos 30 %, en la segunda torre penetran por hora 465 partes de esta disolución de sulfato sódico y 10 en la tercera torre penetran por hora 930 partes de la misma a igual temperatura. De la instalación de extracción previa se extraen por hora unas 1700 partes de una disolución concentrada de sulfato sódico a 35^o C. En la torre de nueva extracción corren por hora a 20^o C unas 2850 partes de disolución casi incolora y al 14 % de ζ -enantolactamo y 30 partes 15 de una lejía de sosa cáustica ⁿ/100, que contiene disueltas 0,5 % de hidrosulfito sódico. Después de evaporar el disolvente se obtiene ζ -enantolactamo de color blanco puro y con un rendimiento de 98,5 %.

20 Ejemplo 3:

500 partes de ϵ -caprolactamo bruto se extraen previamente del modo indicado en el ejemplo 1. En la primera torre de la instalación de dos torres para la nueva extracción corren por hora 2800 partes de disolución al 13 % de 25 ϵ -caprolactamo y 28 partes de una disolución filtrada y saturada en irio de hidróxido cálcico, que contiene 0,2 % de agua oxigenada. La disolución de lactamo corre luego a la

198671

15.-



5 segunda torre, en la que penetran también por hora 10 partes de una disolución igualmente concentrada de hidróxido cálcico. Después de eliminar el disolvente se obtiene un ϵ -caprolactamo, blanco como la nieve, inalterable a la luz y al aire y con un rendimiento de 99 %.

Ejemplo 4:

10 Se extraen 500 partes de ϵ -caprolactamo bruto en la instalación para extracción previa y nueva extracción, descrita en el ejemplo 3. Sin embargo, en la segunda torre de la instalación para nueva extracción se agregan por hora 14 partes de una disolución acuosa saturada de sulfito cálcico. Después de eliminar el disolvente se obtiene ϵ -caprolactamo de la misma calidad y rendimiento.

Ejemplo 5:

15 Se someten a la extracción previa 500 partes de ϵ -caprolactamo bruto como en el ejemplo 1. En la primera torre de la nueva extracción en dos etapas penetran por hora 25 partes de una disolución que es $\frac{1}{50}$ referida a ácido sulfúrico y $\frac{1}{250}$ referida a permanganato potásico. En la
20 segunda torre entran por hora 10 partes de una disolución acuosa saturada de hidróxido cálcico. Después de recorrer las dos etapas, se concentra por evaporación la disolución de lactamo y proporciona un ϵ -caprolactamo perfecto con un rendimiento de 98,5 %.

25 Ejemplo 6:

Como en el ejemplo 3 se someten a una extracción previa y a una nueva extracción 500 partes de ϵ -capro-

198671

16.-



5

lactamo bruto, con la diferencia de que la segunda torre de la nueva extracción se carga con óxido cálcico sólido. La disolución de lactamo que atraviesa esta torre, una vez separado por evaporación el disolvente al vacío, deja un ϵ -caprolactamo de un blanco puro y con un rendimiento de 99 %.

Ejemplo 7:

10

Se someten a la extracción previa 500 partes de ϵ -caprolactamo bruto como en el ejemplo 1. La instalación para nueva extracción se compone de dos torres, de las que la primera se llena con 400 partes de permutador de cationes y resina artificial y la segunda con 400 partes de permutador de aniones y resina artificial. La disolución de lactamo que ha atravesado por estas torres, una vez separado el disolvente, suministra un ϵ -caprolactamo puro y perfecto con un rendimiento de 98 %.

15

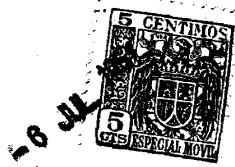
=====

=====

=====

198671

17.-



N O T A.-
=====

La presenta patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para la producción continua de lactamos puros mediante extracción, partiendo de lactamos impuros o brutos obtenidos por la transformación Beckmann, caracterizado por la extracción previa de una disolución diluída y acuosa de lactamo bruto, saturada de sales neutras con disolventes orgánicos selectivos y en más de una etapa
10 según el principio de contracorriente, por una nueva extracción inmediata de las disoluciones muy puras de lactamo en una o varias etapas o gradaciones con disoluciones acuosas oxidantes o reductoras y que fijen los ácidos o las bases, o por adsorción subsiguiente mediante sustancias sólidas
15 con las propiedades indicadas y siguiente eliminación del disolvente.

2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque en la extracción previa se emplean disolventes orgánicos o mezclas de disolventes de ebullición azeótropa, que disuelven menos de 0,1 % de agua
20 y hasta 30 % de lactamos.

3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque del disolvente orgánico o mezcla de disolventes se emplea más de cuatro veces
25 el volumen referido a los lactamos brutos.

198671



18.-

5 4.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque en la extracción previa se emplea para la saturación salina la disolución salina neutra y concentrada que se obtiene en la producción de los lactamos brutos.

10 5.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 4, caracterizado porque la disolución salina concentrada utilizada para la saturación, se conduce en sentido contrario a las disoluciones diluidas de lactamo bruto y al disolvente que contiene lactamo.

15 6.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque en la nueva extracción se emplean disoluciones acuosas de PH 2 - 12 conteniendo lactamo.

7.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 6, caracterizado porque se emplean sustancias oxidantes en disolución acuosa ácida, alcalina o neutra.

20 8.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 6, caracterizado porque se emplean sustancias reductoras en disolución acuosa, ácida, alcalina o neutra.

9.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 6, caracterizado porque se extrae de nuevo en etapas sucesivas con disolución acuosa ácida y alcalina con o sin oxidantes o reductores, o inversamente.

25 10.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1, y 6 a 9, caracterizado porque en lugar de las disoluciones acuosas se emplean las sustancias sólidas o mezclas de las sustancias disueltas en ellas.

198671



19.-

11.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 6 a 10, caracterizado porque las sustancias utilizadas en la nueva extracción no alteran químicamente los lactamos.

5

12.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 6 a 11, caracterizado porque las sustancias utilizadas en la nueva extracción no se disuelven en las soluciones de lactamo.

10

13.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque como sustancias sólidas adsorbentes se emplean permutadores de cationes y/o de aniones.

15

14.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 6 a 13, caracterizado porque se emplea cualquier combinación y sucesión entre disoluciones acuosas y sustancias sólidas incluso los permutadores de iones en más de una fase o etapa.

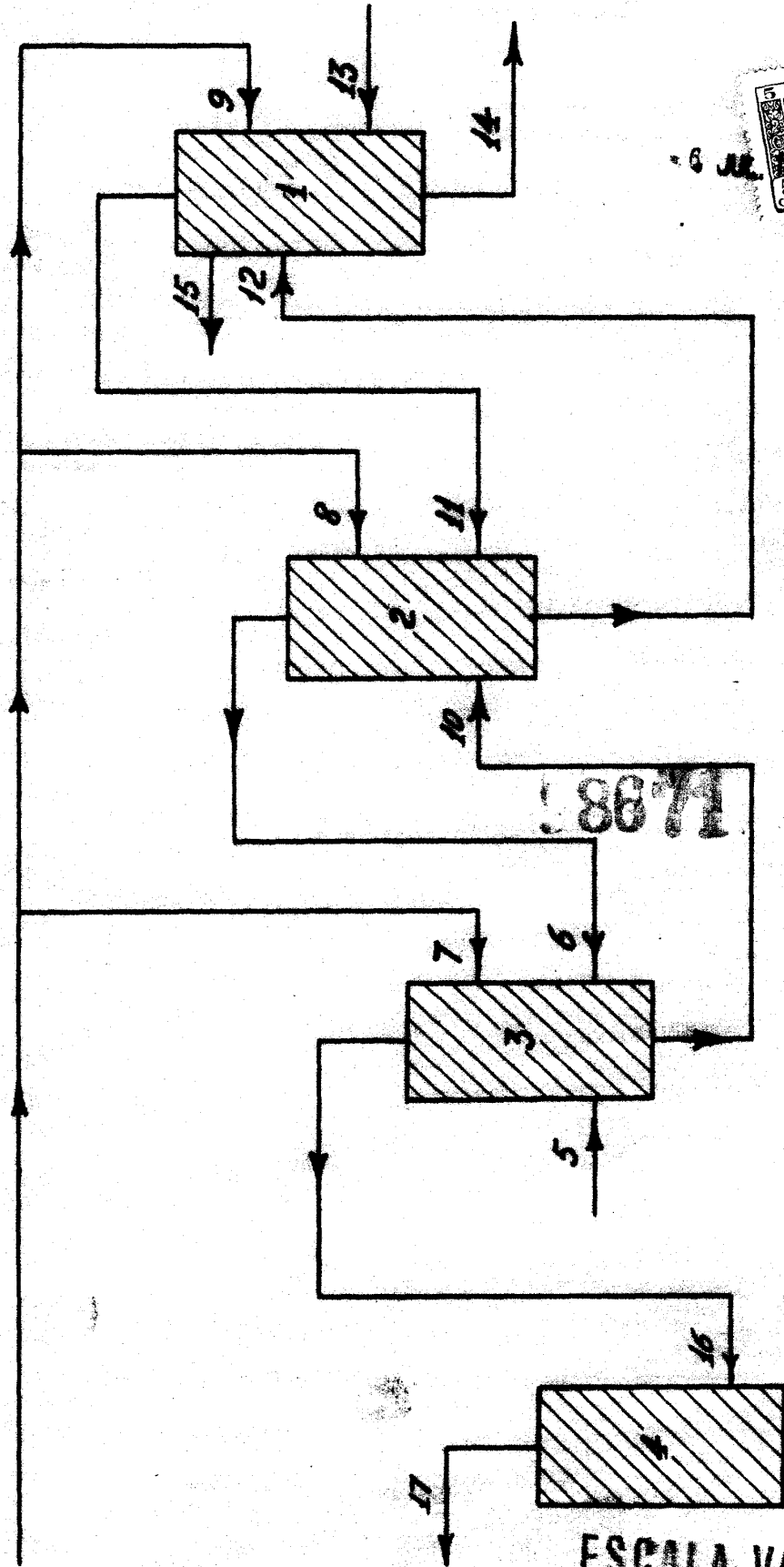
15.- Procedimiento para la producción continua de lactamos puros mediante extracción.

20

según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva y se ilustra con los dibujos que a la misma se acompañan.

Consta esta memoria de diez y nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 6 de Julio de 1951.



6 JUL

198671

ESCALA VARIABLE