



207783  
2 7783

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención, a nombre de  
FARBENFABRIKEN BAYER, domiciliada en  
KREFELD-UERDINGEN, Rheinuferstrasse 7-9,  
(Alemania), por : "PROCEDIMIENTO PARA LA  
ELABORACION DEL RESIDUO DE DESTILACION  
DE LACTAMOS"

=====

En el método conocido para la purificación de lactamos, especialmente de caprolactamo, mediante destilación en presencia de pequeñas cantidades de sustancias alcalinas, se obtiene un residuo de destilación que contiene la sal alcalina del correspondiente aminoácido, lactamo inalterado y una porción importante de productos de polimerización y descomposición a modo de resinas.

Los ensayos para aislar las sales alcalinas del aminoácido o de los ácidos libres obtenibles de ellas por acidificación conducen a productos pegajosos, industrialmente insertables a consecuencia de la presencia de las impurezas antes indicadas. Por ejemplo no se logra obtener de ellos con rendimiento satisfactorio aminoácidos puros por acidificación y subsiguiente recristalización. Tampoco un tratamiento previo del residuo con ácidos o álcalis enérgicos permite destruir las impurezas de suerte que puedan obtenerse del modo usual



207783<sup>b</sup>

20 los aminoácidos. Mucho menos conduce a este fin la destilación al vacío después de efectuada la acidificación. Los aminoácidos contenidos en el residuo se policondensan o destruyen en su mayor parte.

Ahora bien, se ha descubierto que el residuo obtenido en la destilación de lactamos en presencia de pequeñas cantidades de sustancias alcalinas puede en forma técnicamente sencilla trabajarse en lactamos y aminoácidos puros cuando dicho residuo se extrae fraccionadamente con disolventes de una constante dieléctrica inferior a 20, por un lado, y por otro, con disolventes de una constante dieléctrica superior a 20. Los lactamos se disuelven entonces por los disolventes con constante dieléctrica inferior y los aminoácidos por los disolventes con constante dieléctrica superior.

Se puede por ejemplo proceder del modo siguiente :

35 El residuo de la destilación se extrae primeramente con un disolvente de una constante dieléctrica inferior a 20, preferentemente inferior a 10, poniéndose entonces en libertad dado el caso de antemano los aminoácidos por adición de la cantidad calculada de ácido mineral. Entonces se disuelven los lactamos. Se separa la disolución y los lactamos se obtienen del modo usual, por ejemplo mediante evaporación del disolvente y destilación. A continuación del residuo de extracción se extraen los aminoácidos con un disolvente de una constante dieléctrica superior a 20 y se obtienen por cristalización o evaporación.

45 Puede también procederse ajustando primero el residuo que se ha de trabajar mediante un ácido mineral a un pH de 7-9 y extrayendo luego con un disolvente de una constante dieléctrica superior a 20 simultáneamente los aminoácidos y



207783<sup>16</sup>

los lactamos, eliminando por evaporación el disolvente y separando los aminoácidos y los lactamos por extracción con un disolvente de una constante dieléctrica inferior a 20.

50           La acidificación puede realizarse del modo conocido, bien amasando el residuo con la cantidad necesaria de ácido, bien suspendiéndolo o disolviéndolo en el medio extractor y acidulándolo después o disolviéndolo en agua y tratándolo con ácido, dado el caso después de filtrar. Debe evitarse todo exceso de  
55 ácido, el pH debe quedar entre unos 7 y unos 9, preferentemente unos 7 y unos 8, para evitar pérdidas en lactamos o aminoácidos. Si el ácido se hubiese agregado a una disolución acuosa del residuo, entonces después de extraer los lactamos, se debe eliminar el agua parcial o totalmente mediante destilación.  
60

El presente procedimiento se presta de modo especial para separar el ácido  $\epsilon$ -aminocaprónico y el caprolactamo, y además el ácido  $\gamma$ -aminobutírico y la piperidona y el ácido  $\beta$ -aminovaleriánico y la piperidona de los residuos de destilación.  
65

Entre los ácidos que pueden emplearse para la transformación de las sales alcalinas de los aminoácidos en los ácidos libres, citaremos a título de ejemplo los ácidos minerales como el sulfúrico, el clorhídrico y el sulfuroso.

70           Como medios de extracción de los lactamos con una constante dieléctrica inferior a 20, preferentemente inferior a 10, se prestan por ejemplo el cloruro de metileno, los éteres, ésteres, por ejemplo el éster acético, los hidrocarburos, por ejemplo el toluol, cloroformo y tetracloruro de carbono.

75           Como medios de extracción para los aminoácidos con una



207783<sup>16</sup>

constante dieléctrica superior a 20, se prestan por ejemplo los alcoholes, como el metanol, etanol, o propanol, a los que dado el caso se puede agregar 5 a 40% de agua, preferentemente 5 a 20 %. La adición de agua debe preferentemente calcularse de modo que se disuelva la menor cantidad posible de sal mineral. La concentración adecuada depende de la composición del residuo. Puede determinarse fácilmente mediante un simple ensayo.

Si la extracción de los aminoácidos se efectúa en caliente, entonces al emplear alcoholes como medio extractivo, se separa una mayor porción de los ácidos disueltos al enfriar y pueden aislarse por ejemplo mediante filtración. Las aguas madres pueden concentrarse o preferentemente volverse a emplear para una nueva carga. Si los lactamos no se extraen de antemano, entonces se enriquecen de ellos las aguas madres y después de separar por destilación el medio extractor pueden aislarse con un disolvente de una constante dieléctrica inferior a 20.

#### Ejemplo 1

300 partes en peso de un residuo obtenido por destilación al vacío de caprolactamo impuro con adición de 0,5 % de lejía de sosa cáustica, se tratan con 2.000 partes de agua y con ácido sulfúrico al 50 % se ajustan a un pH de 8. Inmediatamente se extrae con cloruro de metileno. Del extracto después de evaporar el disolvente se separan 49 partes en peso de caprolactamo. La disolución extraída se concentra al vacío y en un aparato extractor se trata de modo continuo con metanol caliente. Quedan 73 partes en peso de sulfato sódico sin disolver. Al enfriar el metanol se separan 78 partes en peso de ácido aminocaprónico. Por concentración parcial mediante evaporación de las aguas madres se obtienen otras 25 partes en peso de

207783<sup>16</sup>



ácido aminocaprónico que están impurificadas con un poco de sulfato sódico. El aminoácido puede purificarse por recristalización en metanol o agua.

Ejemplo 2

- 110 500 partes en peso de un residuo obtenido como se ha descrito en el ejemplo 1, se disuelven en 300 partes de agua, con ácido sulfúrico al 50 % se ajustan a un pH de 7,5 y se concentran por evaporación. Quedan 623 partes en peso de un residuo de evaporación con 6 % de agua. Inmediatamente se
- 115 hierve con 1200 partes en peso de metanol. La disolución metanólica se aspira y separa en caliente, quedando 283 partes en peso de residuo sobre el embudo aspirador. Del filtrado se separan al enfriar 165 partes en peso de ácido aminocaprónico puro. Concentrando por evaporación el filtrado se obtienen
- 120 52 partes en peso de caprolactamo juntamente con 54 partes en peso de una mezcla de ácido aminocaprónico y de sulfato sódico. De ella se obtiene el lactamo por extracción con cloroformo y la mezcla de ácido aminocaprónico y sulfato sódico se incorpora de nuevo al material de partida.

125

===== N O T A =====

Se reivindica como nuevo y de propia invención :

- 1.) - Procedimiento para la elaboración del residuo de destilación de lactamos, caracterizado porque el residuo de la destilación se extrae fraccionadamente empleando disolventes con una constante dieléctrica inferior a 20, por un
- 130 lado y por otro disolventes con una constante dieléctrica superior a 20.



207783<sup>b</sup>

- 135
- 2.) - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el residuo de la destilación se extrae primero con un disolvente de una constante dieléctrica superior a 20, se expulsa el disolvente por evaporación y el residuo se extrae con un disolvente de una constante dieléctrica inferior a 20.
- 140
- 3.) - Procedimiento para la elaboración del residuo de destilación de lactamos.

Tal y como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 de Febrero de 1953.-

ANTONIO FERNANDEZ PASGUAL  
A.A.

*Antonio Fernandez Pasgual*