



4
207784
207784

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 DE DESECHOS DE POLIAMIDAS".

=====

Es sabido que los desechos de poliamidas, especialmente los polimerizados del adipato de hexametilenodiamina se elaboran por tratamiento con agua a temperaturas hasta 300° C en el autoclave, eliminación del agua y continuación del caldeo bajo
5 presión. En presencia del agua se inicia una saponificación parcial de la poliamida, mientras que en la segunda fase del proceso se regenera la poliamida. Este procedimiento solo puede, sin embargo, emplearse para material de partida puro, pues no pueden eliminarse todos los otros aditamentos, como por
10 ejemplo los colorantes, reblandecedores, impurezas etc.

Según otros métodos ya conocidos los polimerizados del adipato de hexametilenodiamina se disocian por hidrólisis repetida con un ácido mineral enérgico, por ejemplo ácido sulfúrico al 50 %, a temperaturas de unos 115-120°. Después de la
15 elaboración de la mezcla de reacción se obtiene ácido adipínico y hexametilenodiamina. El trabajo con ácidos minerales enérgicos en caliente tiene el inconveniente de que se imponen



condiciones muy rigurosas a la resistencia del material de los recipientes.

20 También es sabido que los polimerizados del ácido ϵ -aminocaprónico se disocian en el ácido monómero con auxilio de agua en caliente. Pero este procedimiento da rendimientos no satisfactorios. Finalmente los polimerizados del ácido ϵ -aminocaprónico se han trabajado ya haciéndolos reaccionar con pequeñas cantidades de álcalis bajo presión reducida y eliminando por destilación el caprolactamo que entonces queda libre. Se originan cantidades considerables de productos secundarios nitrogenados de las más diversas clases.

Ahora bien, se ha descubierto que las poliamidas, por ejemplo los polimerizados del adipato de hexametilendiamina o del ácido ϵ -aminocaprónico lo mismo que los polimerizados mixtos de estos componentes pueden elaborarse recuperando los materiales de partida para estos polimerizados, en forma industrialmente sencilla y con excelentes rendimientos, cuando 35 los polimerizados se tratan a temperaturas superiores a unos 150°, especialmente entre unos 200 y unos 300°, con por lo menos cantidades equivalentes de sustancias de reacción alcalina, especialmente con hidróxido alcalino o terreoalcalino, por ejemplo hidróxido sódico, potásico o cálcico, preferentemente 40 en disolución acuosa. La elaboración de la mezcla de reacción debe entonces adaptarse a los elementos en cada caso existentes.

Si por ejemplo se trata de elaborar un adipato de hexametilendiamina, entonces los materiales de partida pueden obtenerse de la disolución de reacción del siguiente modo: se 45 acidifica la carga con ácido sulfúrico, con lo cual se separa la cantidad principal del ácido adipínico. El filtrado se alcaliniza con lejía. Así se separa como capa oleosa la hexametilendiamina. Separando esta capa y destilando, se obtiene 50 una diamina pura.

207784



Si se trabaja un polimerizado del ácido ϵ -aminocaprónico, entonces puede efectuarse la conversión de la sal primeramente obtenida del ácido ϵ -aminocaprónico en el aminoácido libre por adición de ácidos, por ejemplo de clorhídrico o sulfúrico, o
55 ventajosamente también mediante anhídrido carbónico o anhídrido sulfuroso. La sal mineral entonces obtenida permite separarse del ácido aminocaprónico, por ejemplo disolviendo el aminoácido en caliente en alcohol o una mezcla de alcohol y agua y separando por filtración la sal mineral no disuelta. El aminoácido
60 libre puede, sin embargo, obtenerse también haciendo pasar la disolución salina primeramente obtenida sobre permutadores de bases.

La elaboración de una carga de reacción en la que al mismo tiempo existen ácido adipínico, hexametilendiamina, y ácido
65 ϵ -aminocaprónico, puede realizarse por ejemplo separando primeramente por destilación la hexametilendiamina después de evaporar el agua. Acidificando el residuo con ácido sulfúrico diluido se separa el ácido adipínico del ácido ϵ -aminocaprónico más fácilmente soluble. Por recristalización del ácido adi-
70 pínico y del ácido ϵ -aminocaprónico obtenido de la lejía final, pueden obtenerse también puros estos componentes.

Por el presente procedimiento pueden elaborarse desperdicios de poliamidas de todas clases como los que se obtienen en la producción o ulterior elaboración de las poliamidas, aunque
75 también porciones de bajo peso molecular de mezclas de polimerización, las cuales se separan de estas mezclas.

Ejemplo 1.

791 partes en peso de recortes de poliamida del ácido ϵ -aminocaprónico con un contenido de 2 % de agua se agitan
80 con 295 partes en peso de hidróxido potásico y 800 partes en peso de agua en un recipiente de hierro para presión durante 10 horas a 225°. El producto de la reacción se calienta a ebu-



207784

llición con 420 partes en peso de metanol, agitando y con re-
frigerante de reflujo. A continuación se introduce anhídrido
85 sulfuroso gasiforme, hasta que la masa de reacción tenga un
pH de 7,5. La disolución caliente se separa por aspiración.
Sobre el filtro quedan 450 partes en peso de sulfito amónico.
Enfriando el filtrado se separan 427 partes en peso de ácido
aminocaprónico con punto de fusión 202° y con un contenido de
90 0,25 % de sulfito amónico. Por concentración y recristaliza-
ción en metanol al 85 % pueden obtenerse otras 463 partes en
peso de ácido ε-aminocaprónico.

Ejemplo 2

565 partes en peso de recortes de un policondensado de ca-
95 prolactamo con un contenido de agua de 2% se agitan durante 10
horas a 220-225° en un recipiente de hierro a presión con 170
partes en peso de óxido cálcico y 1000 partes de agua. Después
de agregar 500 partes de agua, se filtra en caliente. Del fil-
trado se precipita el calcio como carbonato introduciendo an-
100 hidrido carbónico, ajustándose un pH de unos 7. Del filtrado
aspirado en caliente y separado del carbonato cálcico y luego
concentrado se precipitan 200 partes en peso de ácido aminoca-
prónico por adición de un poco de metanol. El resto del ácido
formado puede obtenerse por concentración de las aguas madres
105 y recristalización en metanol al 85 % o agua.

Ejemplo 3

En la polimerización de caprolactamo se obtienen, junto
con polimerizados de elevado peso molecular, otras porciones
de polímeros inferiores solubles en agua y caprolactamo inal-
110 terado. Hirviendo con agua y concentrando las aguas de lavado
se logra separar estos productos de más bajo peso molecular.
525 partes en peso de una mezcla así obtenida de lactamo díme-
ro, trímero y cuaternario con un contenido de agua de 34 % se
calientan a 225° durante 10 horas con un recipiente de hierro



207784

115 de presión con 135 partes en peso de lejía de sosa cáustica. El producto de reacción se calienta a ebullición con 1200 partes en peso de metanol y con refrigerante de reflujo, introduciendo al mismo tiempo anhídrido sulfuroso gasiforme hasta un pH de 8. Separando por aspiración la disolución en caliente y cristalizando, 120 se obtienen 285 partes en peso de ácido ϵ -aminocaprónico puro. De las aguas madres pueden aislarse otras 50 partes en peso de este ácido.

Ejemplo 4

250 partes en peso de un producto de condensación de ácido 125 adipínico y hexametenodiamina se calientan a 225° durante 10 horas agitando en un recipiente de hierro de presión con 295 partes en peso de lejía de sosa cáustica y 400 partes de agua. Se produce una disolución clara de adipinato sódico y hexametenodiamina. Acidificando con ácido sulfúrico se obtienen 140 partes 130 en peso de ácido adipínico. El filtrado se alcaliniza con lejía de potasa cáustica, separándose como capa oleosa la hexametenodiamina. Por destilación se obtienen 105 partes en peso de diamina pura.

Ejemplo 5

135 250 partes en peso de un producto mixto de condensación de 60 % en peso de adipato de hexametenodiamina y 40 % en peso de ácido ϵ -aminocaprónico se calientan en el autoclave como en el ejemplo 4, con 400 partes de agua y 95 partes en peso de lejía de sosa cáustica. Aquí se ajusta una presión de 20 at abs. La 140 disolución obtenida de hexametenodiamina, adipinato sódico y aminocaprionato sódico se priva de la hexametenodiamina por destilación. Acidificando con ácido sulfúrico diluido se separa el ácido adipínico del ácido aminocaprónico más soluble.

207784



:--:--:--:--:--:--:--:--: N O T A :--:--:--:--:--:--:--:--:

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

145 1.- Procedimiento para la elaboración de desechos de poliamidas, caracterizado porque los polimerizados se tratan con por lo menos cantidades equivalentes de sustancias de reacción alcalina, preferentemente en presencia de agua, a temperaturas superiores a unos 150º y especialmente entre unos 200º y unos 300º.

150 2.- Procedimiento para la elaboración de desechos de poliamidas.

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 1.953.

ANTONIO FERNANDEZ PASCUAL

R. A.

Antonio Fernandez Pascual