

224816

224816

P - 13.847

812 s

- 3 NOV. 1955



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en 2 van der Maassenstraat, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PURIFICAR CAPROLACTAMA TRATANDO LAS IMPUREZAS CON HIDROGENO EN PRESENCIA DE UN CATALIZADOR DE HIDROGENACION".

- 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 -

El invento se refiere al procedimiento de purificar caprolactama tratándola con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación, y el invento crea una mejora de este procedimiento que es sencilla de llevar

224316



a cabo y conduce a grandes rendimientos de caprolactama de alta calidad y fácil separación de las impurezas.

5 Ya es bien sabido que la caprolactama, en estado fundido, puede purificarse tratándola con hidrógeno bajo presión en presencia de un catalizador de hidrogenación. Para llevar a cabo este método de purificación, se necesitan aparatos capaces de resistir temperaturas y presiones altas. Además, tiene que separarse el catalizador del producto de reacción añadiendo agua a la lactama, fil-
10 trando la solución concentrada, y, finalmente, recuperando la lactama por destilación.

Se ha encontrado ahora según el presente invento que la purificación de caprolactama tratando las impurezas con hidrógeno en presencia de un catalizador de
15 hidrogenación, puede llevarse a cabo de una manera sencilla pasando el hidrógeno por una solución acuosa de caprolactama a una temperatura por debajo del punto de ebullición de la citada solución y recuperando subsiguientemente la caprolactama del líquido de reacción.

20 con el procedimiento según el invento, se hidrogenan las impurezas de la lactama, mientras que la lactama permanece sin cambiar. Se prefiere emplear concentraciones de lactama del 15-30% por peso porque estas concentraciones permiten también fácilmente un tratamiento con permutadores de iones. De este modo, puede someterse
25 la lactama a un tratamiento preliminar de purificación que tiene un efecto favorecedor sobre la hidrogenación y

224816



tiende a proteger el catalizador.

Son también permisibles concentraciones más altas de lactama de por ejemplo 40,60 ó 90% en peso en la solución inicial, pero la concentración más alta de las impurezas requiere un tratamiento de hidrogenación más intenso.

La temperatura de reacción durante la hidrogenación se mantiene por debajo de la temperatura de ebullición de la solución de lactama a fin de que se distribuya adecuadamente el hidrógeno por la solución. Con preferencia, se emplean temperaturas de 85-100°C, pero es también posible trabajar a temperaturas inferiores de por ejemplo 15-25°C o a temperaturas moderadamente elevadas de 30-50°C.

La aplicación de altas presiones no es esencial, puesto que el tratamiento puede llevarse a cabo a presión atmosférica si es necesario. Es, por lo tanto, posible usar aparatos sencillos aunque el hidrógeno puede mantenerse a una presión ligera de manómetro de 1-2 atmósferas, a fin de favorecer la distribución de hidrógeno por la solución de lactama.

La hidrogenación puede llevarse a cabo con ayuda de los catalizadores de hidrogenación corriente, por ejemplo catalizadores metálicos tales como hierro, níquel, paladio, platino y cobre, u óxidos metálicos tales como óxido de molibdeno, óxido de cobre, óxido de vanadio, o mezclas de metales y/u óxidos metálicos. Los cataliza-

224816

- 3 NOV.



dores pueden depositarse sobre un portador, por ejemplo
kieselguhr, tierra de diatomeas, de sílice ú óxido de
aluminio. Los catalizadores porosos denominados forami-
nares son particularmente adecuados. Estos se preparan
5 de aleaciones de metales tales como níquel, cobalto, hie-
rro o cobre con otros metales tales como aluminio o si-
licio por separación parcial de los últimos de las alea-
ciones.

Los catalizadores pueden estar suspendi-
10 dos en la solución de lactama en una forma pulverulenta
o granular. En dicho caso, los catalizadores tienen que
separarse de nuevo de la solución después de que se ha
completado la hidrogenación, por ejemplo, por filtra-
ción. No se requiere esta operación si los catalizado-
15 res están presentes en el recipiente de reacción en forma
de una capa fija de partículas de catalizador de granos
bastos y se pasan la solución de lactama y el hidróge-
no a través de la cámara de reacción.

La recuperación de la caprolactama puri-
20 ficada del líquido de reacción puede llevarse a cabo
por destilación. Otra manera es hacer pasar el líquido
de reacción sobre permutadores de iones con el resulta-
do de que se separan las impurezas hidrogenadas después
de lo cual puede evaporarse la solución acuosa de lactama,
25 si se deseca a presión reducida, para eliminar el agua,
sin que haya necesidad de una destilación ulterior a tem-
peraturas altas.

224816

23M



uesto que el procedimiento según el invento se lleva a cabo a temperatura baja (es posible que toda la serie de tratamientos en la recuperación de la lactama del producto de reacción obtenido en la nueva reagrupación oxima-lactama, así como la purificación de la lactama, se lleve a cabo a temperaturas por debajo de 100°) la lactama no está nunca expuesta a temperaturas altas. De esta manera, se obtienen grandes rendimientos de una caprolactama de alta calidad que puede conservarse sin perder color y de la cual pueden prepararse productos de polimerización incoloros, tales como fibras, con excelentes propiedades mecánicas.

E J E M P L O

Una solución de caprolactama acuosa impura que contiene el 20% en peso de caprolactama se somete a un tratamiento preliminar de purificación pasando una corriente continua de la solución por una columna de carbono de adsorción, y subsiguientemente por una columna de permutador de cationes, para cuyo último propósito se hace uso del producto comercial Dowex 50, y por una columna de permutador de aniones, para cuyo propósito se usa el producto comercial Dowex 2.

Después, se pasa la corriente líquida continuamente por un equipo de tres recipientes de reacción cilíndricos verticales (altura 2m., diámetro 30 cm.) llenos con el catalizador de hidrogenación. El catalizador empleado en estas columnas es paladio, depositado so-



bre óxido de aluminio (0'4% en peso de paladio).

La temperatura en los recipientes de reacción se mantiene a 90°C con la ayuda de una camisa de caldeo por la cual se pasa vapor.

5 La velocidad a la que se conduce la solución de lactama, se ajusta a 3 litros por litro de catalizador por hora.

10 La solución de lactama pasa hacia abajo por el equipo de recipientes de reacción en relación de contra corriente al hidrógeno que, a la razón de 2 litros por litro de catalizador por hora medida a 0°C y a 1 atmósfera) se alimenta a los recipientes de reacción en las extremidades del fondo de los mismos.

15 La solución de lactama que fluye de los recipientes de reacción se pasa sucesivamente por una columna de Dowex 50 y una columna de Dowex 2, y se evapora subsiguientemente en un evaporador hasta que queda el producto seco.

20 La caprolactama se obtiene en la forma de una masa cristalina blanca en un rendimiento de 200 gramos por litro de solución inicial. El producto obtenido es adecuado para la fabricación de productos de polimerización con buenas propiedades mecánicas.

25 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 4 de Noviembre de 1954, bajo el No. 192.109, se recoge a los beneficios del artículo 51



- 3 NOV 1909

del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- O - N O T A - O -

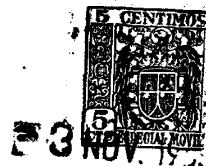
5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 1ª. - Un procedimiento de purificar caprolactama tratando las impurezas con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación, caracterizado por las operaciones que comprenden hacer pasar el hidrógeno a través de una solución acuosa de la caprolactama a una temperatura por debajo del punto de ebullición de la misma, y recuperar la caprolactama del líquido de reacción.

15 2ª. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque el tratamiento se lleva a cabo a una temperatura de 85-100°C.

3ª. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1 ó punto 2, caracterizado porque la so-

224816



lución de caprolactama que se emplea es una solución al 15-30%.

5 4^a. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 3, caracterizado porque se somete primero la solución de caprolactama a un tratamiento de purificación previa con permutadores de iones.

10 5^a. - Un procedimiento de purificar caprolactama tratando las impurezas con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas por una sola cara.

Madrid, - 3 NOV. 1951

P. A.

Alberto de Eizabur

Por

A handwritten signature in black ink, appearing to be "Alberto de Eizabur", written over a circular stamp or seal.