

AÑO 1958

Expediente núm. _____



242864

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INVENCIÓN por VEINTE años, en España

a favor de

INVENTA A.G. FÜR FORSCHUNG UND PATENTVERWERTUNG, de nacionalidad

suiza domiciliado en Talacker 16, Postfach

caja 683, Zurich, Suiza. X/11m.

por:

UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE ϵ -CAPROLACTAMA

Y ACIDO ϵ -AMINOCAPROICO"

Nº 8374

Agente Sr. ELZABURU

1958

OZ 139



242864

242864

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 INVENTA A.G. FÜR FORSCHUNG UND PATENTVERWERTUNG, entidad suiza, establecida en Talacker 16, Postfach 683, Zurich, Suiza, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE ϵ -CAPROLACTAMA Y ACIDO ϵ -AMINOCAPROICO "

5 Por la patente suiza número 294.693 se sabe, que la ϵ -caprolactama puede ser liberada de impurezas, mediante el tratamiento con permutadores iónicos, disolviéndola primeramente en disolventes orgánicos, en presencia de cantidades mínimas de agua. De la patente suiza número 322.620 se desprende, que por medio del tratamiento con permutadores iónicos, se puede obtener una solución acuosa incolora de lactama bruta.

10 El objeto del presente invento es un procedimiento para la obtención de ϵ -caprolactama y ácido ϵ -aminocaproico a partir de residuos de la destilación de caprolactama, caracterizado por tratarse su solución acuosa con permutadores iónicos fuer-

242864¹



temente ácidos y fuertemente básicos, a temperaturas inferiores a 40° C, después de lo cual se separa la solución acuosa, que contiene lactama, y se eluye el ácido aminocaproico del permutador.

5 De acuerdo con el procedimiento según el invento, se procede p.e. de la manera siguiente: Una solución acuosa al 50% de residuos de la destilación de lactama, que contengan aproximadamente 75% en peso de ϵ -caprolactama, 20% en peso de ácido ϵ -aminocaproico, 3% de NaOH y 2% de impurezas ácidas y básicas,
10 se purifica previamente de manera ligera mediante filtración, con lo cual se eliminan los componentes insolubles en agua, después de lo cual se vierte en una columna, que consiste en permutadores iónicos fuertemente ácidos, recién activados. La solución que sale de la columna, se introduce en una columna se-
15 gunda, que consiste en permutadores iónicos fuertemente básicos. Igualmente se vierte el agua de lavado de la primera columna en la columna segunda, a continuación de lo cual se vuelve a lavar a su vez esta columna con agua limpia. La solución saliente de la columna segunda, es clara y contiene lactama prácticamente
20 te pura. Para la corrección del valor pH se hace pasar toda la solución por una tercera columna, consistente en un permutador iónico débilmente ácido. Mediante concentración de la solución, se obtiene la lactama con un punto de ebullición de
69° C.

25 El tratamiento de los residuos de la destilación de la lactama con permutadores iónicos, se realiza ventajosamente a temperaturas de alrededor de 15 - 25° C, con el fin de que no tenga lugar una saponificación de la lactama. Ahora bien, se pueden emplear también temperaturas de hasta 40° C, siempre que no
30 importe una reducida saponificación de la lactama.

242864



1956

La columna primera contiene el ácido aminocaproico existente en la solución original, así como las impurezas básicas. Por medio de una solución diluída de amoniaco, se eluye el ácido aminocaproico de la columna. Concentrando la solución amoniacal obtenida, se obtiene aminoácido en bruto, que puede purificarse más, p.e. mediante recristalización. Como es natural, hay que regenerar los permutadores iónicos una vez que ha descendido correspondientemente su capacidad de absorción. La regeneración de la columna primera se realiza por medio de ácido sulfúrico y la regeneración de la columna segunda, igualmente, primero, con ácido sulfúrico, con lo cual se eliminan las impurezas coloreadas que resultan, antes de poderse realizar la activación propiamente dicha por medio de lejía.

Naturalmente puede variarse el orden del tratamiento con permutadores iónicos, es decir, que puede llevarse a cabo primeramente el tratamiento con permutadores aniónicos, y después el tratamiento con permutadores cationicos. En este caso se aglomera el ácido aminocaproico con el permutador aniónico, del cual se eluye ventajosamente con ácido carbónico acuoso, bajo presión.

Resulta especialmente ventajoso, el purificar por el procedimiento de acuerdo con el invento, soluciones acuosas de residuos de la destilación de lactama, de al menos al 50%.

Frente al procedimiento conocido por la patente suiza número 322.620, el presente invento se diferencia por el hecho, de que no se purifican sencillas soluciones de lactama en bruto mediante el tratamiento con permutadores iónicos, sino que a la vez que lactama pura, se obtiene también ácido aminocaproico. Esta obtención de ácido aminocaproico y lactama pura tiene además lugar a partir de residuos de destilación, es decir, a par-

24 28 64

15 J



5 tir de una mezcla complicada de las substancias citadas con so-
sa cáustica, enriquecida con impurezas ácidas, básicas y neutras.
La peculiaridad del procedimiento se muestra también en la rege-
neración de los permutadores iónicos, ya que el permutador anió-
nico no puede regenerarse de la manera usual, sencillamente con
10 lejía. Para liberar el permutador aniónico completamente de
las impurezas producidas, es necesario tratarlo con ácido sul-
fúrico antes de su regeneración con la lejía, con lo cual se con-
sigue desprender por completo del permutador las impurezas colo-
readas.

15 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Suiza,
el 18 de Septiembre de 1.957, bajo el número 50.701, se acoge
a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre
Propiedad Industrial.

N O T A

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

25 1ª.- Un procedimiento para la obtención de ϵ -caprolacta-
ma y ácido ϵ -aminocaproico a partir de residuos de la destila-
ción de la caprolactama, caracterizado por tratarse soluciones
acuosas de residuos de lactama con permutadores iónicos fuerte-
mente ácidos y fuertemente básicos, a temperaturas inferiores
a 40° C, después de lo cual se separa la solución acuosa, que
contiene lactama, y se eluye el ácido aminocaproico del permu-
tador.

30 2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por tratarse con permutadores iónicos los residuos

24 28 6 4



de la destilación de la lactama, que contienen impurezas colo-
readas ácidas, básicas y neutras.

3^a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones
1 y 2, caracterizado por que los residuos de la destilación de
5 la lactama, en forma de solución acuosa de al menos al 50%, son
tratados primeramente con permutadores catiónicos.

4^a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones
1 y 3, caracterizado por que, tanto los permutadores catiónicos
como también los permutadores aniónicos, son tratados primera-
10 mente con ácidos inorgánicos, a efectos de su regeneración, des-
pués de lo cual se activa el permutador aniónico con lejía.

5^a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1, caracterizado por que los residuos de lactama son tratados
primeramente con permutadores catiónicos, eluyéndose de ellos
15 el ácido aminocaproico con amoniaco acuoso.

6^a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que los residuos de lactama son tratados pri-
meramente con permutadores aniónicos, desprendiéndose de ellos
el ácido aminocaproico con ácido carbónico acuoso, bajo presión.

7^a.- Un procedimiento para la obtención de ϵ -caprolactama
20 y ácido ϵ -aminocaproico.

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

Esta Memoria consta de cinco hojas escritas a máquina por
25 una sola cara.

Madrid,

27 JUN 1959

P. A.

IC.