

AÑO 1958

Expediente núm.

94488A



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

STAMICARBON N.V., de nacionalidad holandesa domiciliado en 2 van der Maesenstraat, ~~ca~~ Heerlen, Holanda ~~ca~~

por:

UN PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR DESDE SOLUCIONES OLIGOMEROS DE LACTAMA QUE CONTIENEN LACTAMA"

Nº 10805

Agente Sr. ELZABURU



78 No

244884

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

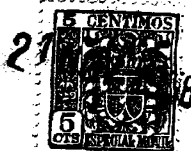
a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en
2 van der Maesenstraat, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR LACTAMA QUE CONTIENE OLIGOMEROS
DE LACTAMA A PARTIR DE SOLUCIONES".

El presente invento se refiere a un procedimiento para la
recuperación de lactamas que contengan oligómeros de lactama de
las soluciones.

Es sabido que en la preparación de poliamidas a partir de
5 lactamas se obtienen productos que contienen lactamas y oligó-
meros de lactama de bajo peso molecular, formados por 2-5 molé-
culas de lactama. Para eliminar las sustancias de bajo peso mo-
lecular que no se deseen en los productos finales, es normal en
las poliamidas, bien en su estado sin elaborar o bien una vez
10 elaboradas dando fibras películas u otros productos, lavarlas
con agua. En este proceso se obtienen grandes cantidades de
agua de lavado en la que se hallan presentes lactama y oligóme-

244884



ros junto con impurezas, en su mayor parte en una concentración baja de 1 a 4% en peso. Es de importancia recuperar la lactama y los oligómeros de lactama de las aguas de lavado en estado puro.

5 Ha sido ya propuesto (véase la patente inglesa 763.954) obtener lactama purificada a partir de una solución de lactama bruta en un disolvente prácticamente inmisible en agua, extrayendo la solución orgánica bruta con agua y eliminando después las impurezas de las soluciones acuosas de lactama mediante la
10 extracción con un disolvente orgánico, y asimismo (véase la patente inglesa 762.879) purificar la lactama haciéndola pasar en solución acuosa sobre cambiadores de ion. Sin embargo, en la práctica estos procesos para la recuperación de lactama purificada y de oligómeros de lactama a partir de las citadas
15 aguas de lavado suponen el tratamiento de grandes cantidades de agua que contienen sólo pequeñas cantidades de las valiosas sustancias que se hallan presentes.

Se ha descubierto ahora, de acuerdo con el presente invento, que las lactamas conteniendo oligómeros de lactama pueden ser recuperadas de las soluciones si una lactama, disuelta en un disolvente orgánico que sea esencialmente inmisible con agua, se extrae del mismo con agua de lavado obtenida lavando poliamida de lactama, y la solución acuosa de lactama resultante que contiene oligómeros de lactama se hace pasar sobre
25 cambiadores de ion.

El procedimiento de acuerdo con el invento tiene la ventaja de que mediante el empleo de agua de lavado como líquido de extracción, la concentración de la lactama en el agua aumenta considerablemente, debido a lo cual el tratamiento del agua de
30 lavado se hace más económico en la práctica. A causa de este

244884



aumento en la concentración de lactama del agua, la solubilidad de los oligómeros de lactama aumenta también, de modo que durante la extracción el agua originalmente turbia se transforma en una solución acuosa transparente, como consecuencia de lo cual no se manifiestan dificultades cuando esta solución se hace pasar después sobre cambiadores de ión. Además se obtienen lactamas en las que los oligómeros se hallan presentes en una dispersión tal que la composición de los productos finales es homogénea, lo cual es de importancia para la preparación de poliamidas a partir de los mismos.

La solución de lactama utilizada como material de partida es una solución en un disolvente orgánico que no sea miscible con agua o solamente ligeramente miscible, por ejemplo, un hidrocarburo como el benceno, tolueno, o ciclohexano o mezclas que contengan estas sustancias. La concentración de la lactama en la solución puede variar; generalmente es adecuada una concentración del 10-40% en peso de lactama.

Como materiales de partida no solamente pueden emplearse lactamas preparadas a partir de oximas, como la caprolactama o la enantolactama, sino también los productos de despolimerización de poliamidas, por ejemplo, los productos obtenidos en la práctica por despolimerización de productos residuales obtenidos en la elaboración de poliamidas, como por ejemplo desperdicios de fibras.

La extracción de la lactama a partir de la solución de partida por medio del agua de lavado que se ha obtenido lavando poliamidas, puede realizarse mediante las técnicas de extracción usuales. Cuando se extrae en un proceso continuo es conveniente extraer en un sistema de extracción múltiple en contracorriente. Un proceso de extracción suave puede favorecerse trabajan-

244884



do a una temperatura de 30 - 50° C. La cantidad de agua de lavado con la que se realiza el proceso de extracción puede variarse, pero de preferencia se utiliza suficiente para producir una solución acuosa que contenga del 10 - 25% en peso de lactama, a cuya concentración la solución acuosa de lactama puede purificarse fácilmente en un proceso continuo haciendo pasar la solución sobre cambiadores de ion.

Como cambiadores de ion pueden utilizarse los productos comerciales ordinarios por ejemplo productos de policondensación o polímeros sulfonados, como el poliestireno sulfonado, cambiadores de catión y bases de amonio cuaternario de peso molecular elevado, por ejemplo, copolímeros de estireno que contengan grupos de amonio cuaternario como cambiadores de anión.

En la mayoría de los casos no es necesario un tratamiento suplementario de purificación, por ejemplo, con agentes de adsorción, como el carbón activo, pero si fuese preciso puede incluirse fácilmente en un sistema de purificación continuo.

Después de la concentración de la solución acuosa de lactama purificada, se obtienen productos de la lactama que contienen oligómeros de lactama que no se colorean incluso después de un largo almacenaje, y a partir de los cuales pueden prepararse en la forma conocida valiosos productos de polimerización.

E J E M P L O

En el dibujo adjunto se representa esquemáticamente un método de realización del procedimiento de acuerdo con el invento.

Se utiliza como producto de partida caprolactama bruta, que se obtiene por despolimerización de desperdicios de fibra de poliamida obtenida de caprolactama. La lactama bruta se halla contenida en el recipiente de almacenaje 1 en forma de lactama acuosa al 65% en peso. El líquido de extracción es agua de la-

244884 ?



vado obtenida lavando fibra de poliamida, preparada de caprolactama, con agua. El agua turbia de lavado en el recipiente de almacenaje 2 contiene el 3% en peso de caprolactama y 0,5% en peso de oligómeros de caprolactama.

5 Los recipientes 1 y 2 se incluyen en un sistema continuo de alimentación que no está indicado en el dibujo.

La lactama acuosa se hace pasar del recipiente de almacenaje 1 a través del tubo 3 al recipiente de mezclado 4, en el que se mezcla con una solución de lactama en benceno introducida por el tubo 5. A través del tubo 6, la mezcla se hace pasar al separador 7 y en él se separa en dos fases. La fase acuosa se hace pasar a través del tubo 8 al recipiente de mezclado 9 y se mezcla en él con benceno suministrado por el tubo 10. La mezcla se hace pasar a través del tubo 11 al separador 12 y se separa en él en dos fases. La fase acuosa sale por el conducto 13. La fase bencénica, que contiene la lactama extraída de la solución acuosa sale a través del tubo 5.

La fase bencénica del separador 7, que contiene el 16% en peso de lactama, se hace pasar a través del tubo 14 al aparato de extracción 15, en el que se introduce también agua de lavado del recipiente de almacenaje 2, a través del tubo 16. La temperatura en el aparato de extracción 15 se mantiene a 40°C. Del aparato de extracción 15, se introduce una mezcla líquida a través del tubo 17 en un separador 18 y se separa en él en dos fases. La fase bencénica se devuelve al aparato de extracción 15 a través del tubo 19. A través del conducto 20, que sale de la cabeza del aparato de extracción, sale benceno impuro que se utiliza de nuevo, después de purificado, y se hace pasar al tubo 10.

La solución acuosa de lactama que contiene oligómeros de lactama se introduce del separador 18 al recipiente amortigua-



244884 28 NOV

5 dor 22 a través del tubo 21. Del recipiente amortiguador 22, la solución acuosa se introduce a través del tubo 23 en la cabeza de la columna 24, que está rellena con carbón activo; posteriormente la solución se alimenta a través del tubo 25 a la columna 26, que está rellena con un cambiador de catión y a continuación a través del tubo 27 a la columna 28, que está rellena con un cambiador de anión, de cuya columna la solución de lactama purificada se hace pasar al tanque de almacenaje 30 a través del tubo 29. La solución obtenida eventualmente contiene el 21% en peso de caprolactama y 0,4% en peso de oligómeros de caprolactama.

De este modo se obtiene una solución final de 3060 g (recipiente 30) a partir de 1000 g. de caprolactama bruta (recipiente 1) y 2500 g. de agua de lavado (recipiente 2).

15 La evaporación de la solución resultante produce caprolactama que contiene el 2% en peso de oligómeros de caprolactama, a partir de la cual puede prepararse poliamida.

Para mayor claridad se han representado en el dibujo piezas sueltas del aparato, pero en la práctica se utilizan piezas múltiples en cada una de las fases sucesivas.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda, el 26 de Octubre de 1957, bajo el Número 221.929, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial.

25 - N O T A -

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

30 1º. Un procedimiento para recuperar lactama que contiene oligómeros de lactama desde soluciones, cuyo proceso compren-

244884^{28 NOV.}



de la extracción de una lactama disuelta en un disolvente orgánico que sea esencialmente inmisible con agua con agua de lavado obtenida mediante el lavado de poliamida de lactama, y el paso de la solución acuosa de lactama resultante que contiene oligómeros de lactama sobre cambiadores de ion.

2º. Un procedimiento como el reivindicado en la reivindicación 1, en el que la lactama disuelta en un disolvente orgánico se obtiene por despolimerización de poliamida preparada de lactama

3º. Un procedimiento como el reivindicado en las reivindicaciones 1 ó 2, en el que el proceso de extracción se realiza a una temperatura de 30-50°C.

4º. Un procedimiento como el reivindicado en cualquiera de las reivindicaciones 1 - 3, en el que el proceso de extracción se realiza con tanta agua de lavado que se obtiene una solución acuosa de lactama al 10-25%.

5º. Un procedimiento para recuperar lactama que contenga oligómeros tal como se ha descrito aquí esencialmente con referencia al dibujo adjunto.

6º. Un procedimiento para recuperar lactama que contiene oligómeros de lactama a partir de soluciones.

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

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

Madrid

28 NOV. 1938

P. A.

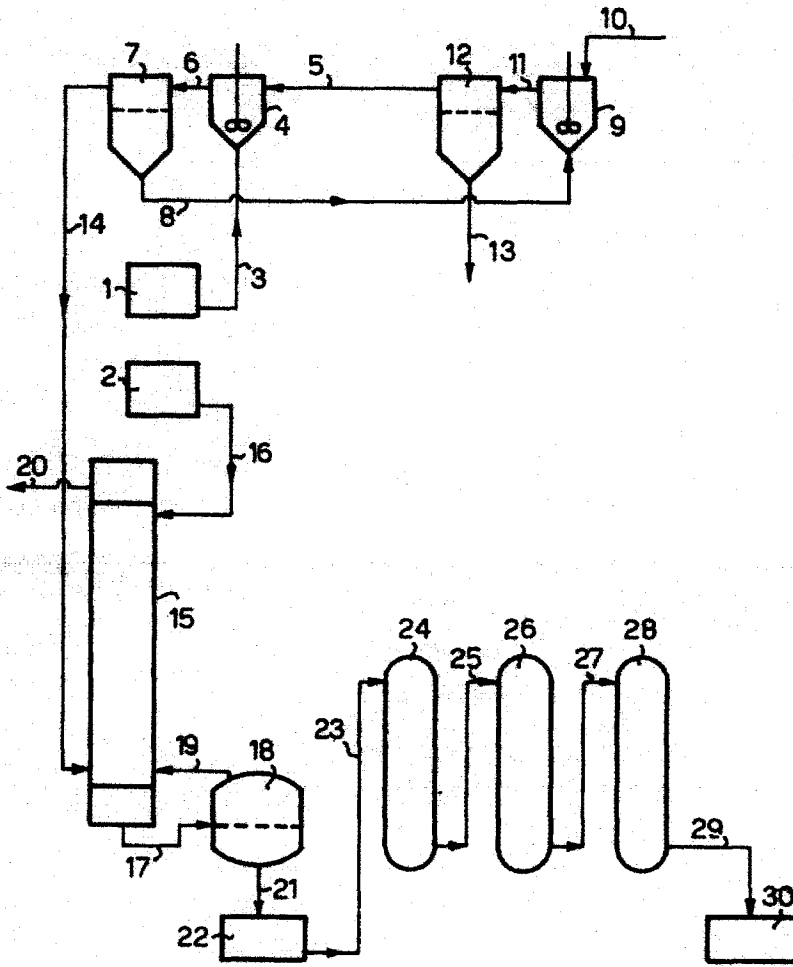
Alberto de Ezpeleta

21/1
P17416



21 NOV

244884



[Handwritten signature]