

252476

- 5 NOV. 1959

P.- 16.783

CE 163



252476

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de INVENEA A.G. FÜR FORSCHUNG UND PATENTVERWERTUNG,
entidad suiza, establecida en Talacker 16, Zurich, Suiza,
por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA OBTENER CAPROLACTAMA"

En la preparación y el tratamiento de polimeriza-
dos de ϵ -caprolactama, se obtiene, en determinadas cir-
cunstancias, caprolactama monómera, que por motivos de eco-
nomía debería, a ser posible, ser empleada nuevamente como
producto de partida para la polimerización.

Así, por ejemplo, los polimerizados brutos de ϵ -
caprolactama, contienen hasta 12% de componentes de bajo pe-
so molecular, es decir, caprolactama monómera, dímera y tríme-
ra. Con el fin de obtener un producto apropiado para la hila-
tura, es necesario eliminar de la manera más completa posible

252476



los monómeros contenidos en el polimerizado bruto.

Esta purificación puede realizarse, por ejemplo, mediante extracción del material desmenuzado en agua, mediante vaporización en el vacío desde la fusión de los componentes de bajo punto de ebullición o mediante vaporización de los monómeros contenidos en el polimerizado sólido, en el vacío o en una atmósfera de gas inerte.

Un procedimiento de vaporización conveniente ha sido descrito p.e. en la patente suiza nº 265.206. Un polimerizado bruto sólido se calienta a 130 - 200°C en ausencia de oxígeno y, dado el caso, en una atmósfera de gas inerte, con lo cual destila la lactama monómera.

La condensación ulterior de la poli- ϵ -caprolactama (p.e. según la patente de EE.UU. 2.557.808 o de acuerdo con la patente belga nº 551.476) a temperatura elevada, es otra fase del procedimiento, en la que se obtiene lactama monómera como subproducto.

En ambos casos, es decir, en la purificación del polimerizado bruto para obtener un producto hilable, y en la condensación ulterior, se toman medidas, como es natural, para poder obtener el monómero de lactama nuevamente en forma pura, polimerizable. Cuando se trata el polimerizado bajo una corriente de gas inerte, se tiende además a purificar el gas inerte y a conducirlo en ciclo. El procedimiento más natural para estos fines, consiste en conducir la corriente de gas, que contiene los componentes de bajo peso molecular, a través o por encima de agua u otros disolventes de la lactama, pudiendo a este respecto elegirse fácilmente las condiciones en que la lactama arrastrada por la corriente de gas sea absorbida prácticamente por completo por el disolvente. Este procedimiento, si bien es sencillo, tiene, en



cambio, inconvenientes económicos y técnicos. Así por un lado, se obtienen soluciones de lactama bastante diluidas, cuyo tratamiento requiere considerables cantidades de energía, mientras que por otra parte, si bien se libera el gas inerte de la lactama, se satura, empero con el disolvente al mismo tiempo a la temperatura de absorción, de acuerdo con la presión de vapor del disolvente de la lactama, de modo que antes de volver a ser empleado como gas protector o de barrido en la vaporización o en la condensación ulterior, tiene que ser purificado en otra fase del procedimiento. Un inconveniente técnico estriba, en que los productos vaporizables, posiblemente existentes en el polimerizado, tales como por ejemplo, ablandadores o lubricantes, que son insolubles en el disolvente de la lactama, se obtienen en el tratamiento de la corriente de gas con disolventes, en forma sólida, pudiendo ser motivo de obturaciones en el sistema de absorción.

Se ha descubierto ahora, que pueden evitarse estos inconvenientes, si como medio de absorción para la absorción del componente de bajo peso molecular volátil a temperatura elevada, de la poli- ϵ -caprolactama desde una corriente de gas, y consistente en su mayoría en caprolactama monómera, se emplea lactama líquida en lugar de agua o de otro disolvente. La más favorable ha demostrado ser una temperatura de absorción de alrededor de 75° C, en la que la presión del vapor de la lactama es todavía muy baja (aproximadamente 0,25 mm de Hg.), no teniendo que temerse aún que la lactama se solidifique. Con ello, la lactama vaporizada es prácticamente absorbida por completo; el gas inerte pasante, puede ser empleado de nuevo sin previa purificación, ya que no se encuentra impurificado por vapores del disolvente y por que debido a la baja presión del



vapor de lactama, únicamente contiene muy poca lactama monó-
mera. De todos modos resulta posible que, cuando el polimeri-
zado sometido al proceso de vaporización contiene relativamen-
te mucha agua, aumente el contenido de agua del gas inerte, ya q
que a la temperatura de absorción, superior a 70°, el agua tie-
ne una presión de vapor tan elevada, que únicamente puede ser
absorbida en parte muy pequeña por la lactama. En este caso es
aconsejable, secar al menos una parte del gas inerte antes de
ser devuelto a la instalación vaporizadora.

El monómero de lactama vaporizado y absorbido de
la manera anteriormente expuesta en lactama líquida, funciona
después de la absorción, como es natural, como medio de absor-
ción en sí, es decir, que aumenta sencillamente la cantidad
de la lactama líquida, que sirve de medio de absorción y condu-
cida en ciclo. De esta cantidad de lactama, constantemente
creciente, se extrae el exceso de lactama correspondiente a
la cantidad absorbida, pudiendo ser devuelto directamente a
la instalación polimerizadora, ya que la lactama es pura y tie-
ne un contenido de agua inferior a 0,1%, incluso cuando el po-
limerizado bruto, sometido primeramente al proceso de vapori-
zación, contenga a la vez que componentes de bajo peso molecu-
lar, también hasta 2% de agua.

El procedimiento de acuerdo con el invento será
explicado en la descripción siguiente, a base de la figura:

En la instalación vaporizadora 1 se calienta en
una corriente de gas inerte, un polimerizado bruto, que con-
tiene componentes de bajo peso molecular y agua. El gas iner-
te es suministrado por el calentador 11 y cargado con lactama
monómera vaporizada, es conducido a través de la tubería 2 a
la columna 3. La columna 3 está cargada con una capa 4 de cuer-



SECRETARIA

1018

pos de relleno, que amplía la superficie de contacto. A través de la tobera 5 se inyecta lactama líquida en calidad de medio de absorción y al mismo tiempo como medio refrigerante, lactama que al escurrir por encima de la capa de cuerpos de relleno, refrigerará la corriente de gas que fluye en sentido contrario, absorbiendo la lactama monómera contenida en él.

En el sumidero 6 es recogida toda la lactama, es decir, la suministrada originalmente a través de la tobera 5, junto con la absorbida de la corriente de gas inerte, siendo conducida a través de la tubería 15, la bomba 7 y el refrigerador 8, nuevamente a la tobera inyectora 5. Al mismo tiempo se extrae continuamente o intermitentemente, del sumidero 6, a través de un tubo de rebose 16 que está provisto del grifo 14, tal cantidad de lactama, que la cantidad de lactama circulante en ciclo en calidad de líquido de absorción y refrigeración, permanezca constante. La lactama retirada corresponde en cantidad a la absorbida desde el gas inerte. El gas inerte, liberado en gran parte de lactama, abandona la columna 3 a través de la tubería 9, e impulsado por la bomba 10, es devuelto a la instalación vaporizadora 1 a través del calentador 11.

Para el lavado de la instalación se hace pasar constantemente a través de la tubería 12, una pequeña corriente de gas nuevo, mientras que a través de la tubería 13 se extrae la correspondiente cantidad de gas circulante, que contiene vapor de agua y un poco de lactama.

Este lavado puede sustituirse, al menos en parte, por el hecho de que por lo menos parte del gas circulante, antes de ser devuelto a la instalación vaporizadora 1 después de abandonar la columna de absorción, es impulsado por la bomba 17, que lo hace pasar a través del grupo de secado 18, donde se le libera de agua.

252476



Ejemplo:

1000 kg. de poli- ϵ -caprolactama en forma de recor-
tes con un diámetro medio de 2,5 mm, un contenido de lactama
monómera de 10,5% y un contenido de agua de 1,8%, se calien-
tan en la instalación vaporizadora 1 durante 12 horas a
185°. A la hora se hacen pasar 250 m³ de nitrógeno precalen-
tado por el calentador 11 a 180°, en calidad de gas circulan-
te. El gas circulante, cargado con lactama, es conducido a
través de la tubería 2, a la columna de absorción 3. La co-
luna vertical, tiene un diámetro de 60 cm y, en una longitud
de 400 cm, está cargada con anillos Raschig de 15 mm, en ca-
lidad de cuerpos de relleno.

A la hora se rocían a través de la tobera 7 m³ de lac-
tama sobre los cuerpos de relleno, en calidad de medio de ab-
sorción y de refrigeración para la lactama. El nitrógeno ascen-
dente, liberado en su mayoría de lactama y enfriado a 76°C en
la columna, es conducido nuevamente a la instalación vaporiza-
dora a través de la tubería 9 y de la bomba 10, pasando por
el calentador 11.

La lactama rociada se acumula, junto con el monómero
absorbida por ella de la corriente de gas inerte, en el sumi-
nero 6, siendo conducida nuevamente, a través de la bomba 7 y
del refrigerador de agua 8, en el que es refrigerada a 75°C,
a la tobera 5, a través de la cual es rociada de nuevo. A tra-
vés del tubo de rebose 16 se extraen durante la vaporización
y absorción, 88 kg de lactama pura. A través de la tubería 12
se suministran cada hora 15 m³ de nitrógeno nuevo, y durante
el mismo tiempo se extrae una cantidad igual de gas circulan-
te a través de la tubería 13. De la instalación vaporizadora
pueden extraerse, una vez terminada la vaporización de los mo-



200.000

números, 907 kg. de recortes de poli- ϵ -caprolactama con un contenido de extracto de 1,2%.

Esta Solicitud, que corresponde a la presentada en Suiza el 20 de noviembre de 1.958, bajo el número 66.432, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

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

1ª.- Un procedimiento para obtener caprolactama a partir de una corriente de gas que la contenga, caracterizado por ponerse dicha corriente en contacto con lactama líquida.

2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el gas, purificado de los componentes volátiles arrastrados, es conducido en ciclo.

3ª.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por sustituirse continuamente parte del gas circulante por gas nuevo.

4ª.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado por que al menos parte del gas circulante es liberado de humedad antes de su retorno.

5ª.- Un procedimiento para obtener caprolactama.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en dibujo que se acompaña, y con los fines

252476



que se han especificado.

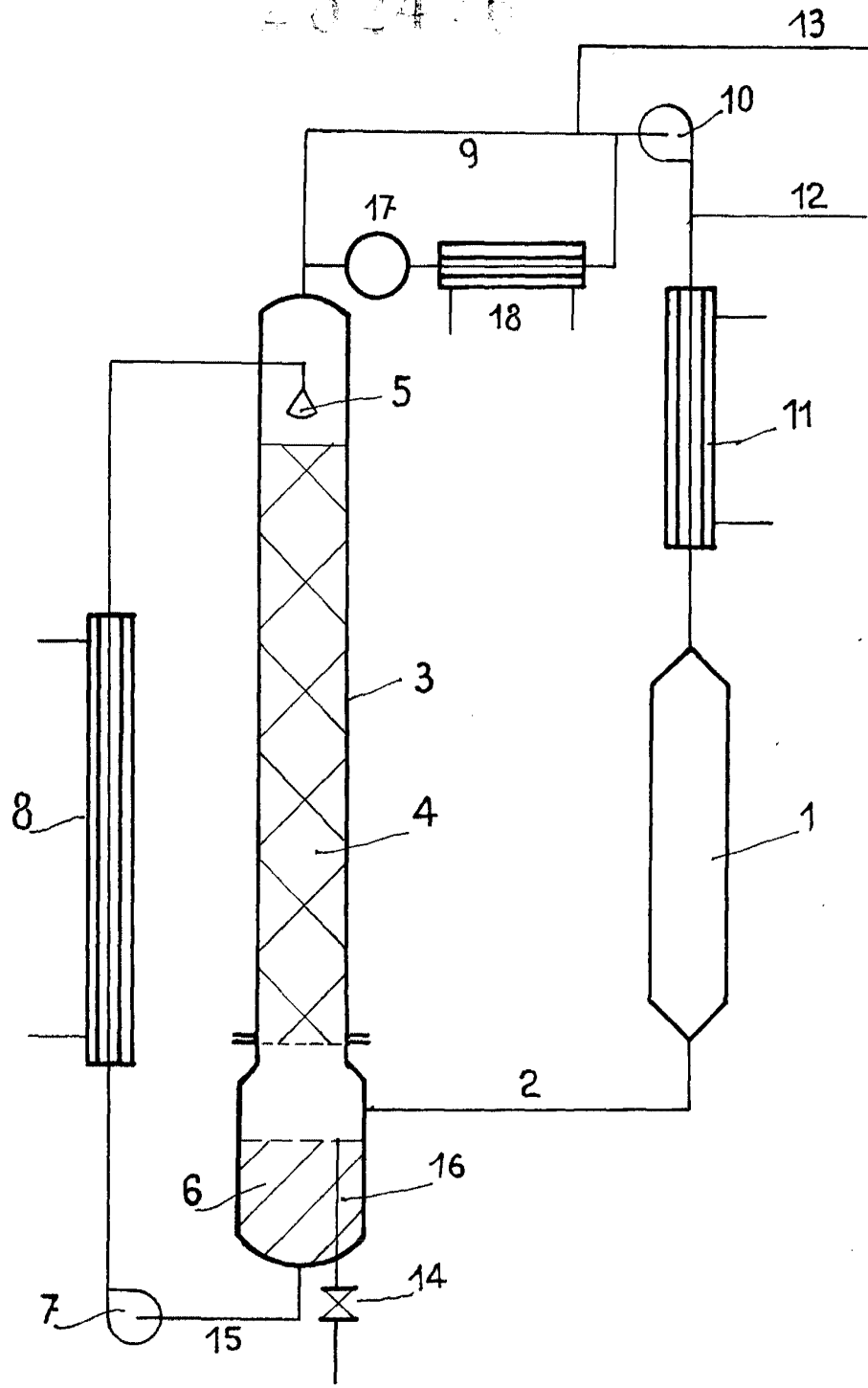
Este Memoria consta de siete hojas y la presente escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, - 5 NOV. 1950

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder,

252476



Alberto de Elizaburu
Por Potar