

JE.

26 8998



P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S. A., de nacionalidad española,
domiciliada en Avda. José Antonio Primo de Rivera, nº 654,
BARCELONA,

por:

"Procedimiento para la extracción de constituyentes de
bajo peso molecular de la poli- ϵ -caprolactama".

=====
M e m o r i a d e s c r i p t i v a.

La presente patente de introducción se refiere
a un procedimiento mejorado para la extracción de consti-
tuyentes de bajo peso molecular de la poli- ϵ -caprolactama.

En la hilatura por fusión o en el moldeo por

27 JUN 1953



inyección de la poli- ξ -caprolactama, es ya conocida la separación, antes de ser utilizada, de los constituyentes de bajo peso molecular (p.e. monómeros y oligómeros) que la acompañan. Dicha separación se efectúa generalmente, mediante un lavado de los gránulos de poli- ξ -caprolactama con agua caliente, disponiéndolos en forma de capas. Este procedimiento presenta el inconveniente de que las aguas de lavado recogidas, solo contienen una pequeña proporción del producto extraído, debido a lo cual la recuperación resulta muy onerosa. Otro inconveniente del procedimiento de extracción por capas, es la irregularidad en el contenido residual de constituyentes de bajo peso molecular.

Según el procedimiento de la presente patente, los constituyentes de bajo peso molecular de la poli- ξ -caprolactama, se separan en forma continua, haciendo que el producto, en forma de gránulos, discurra o se deslice a través de un tubo vertical en donde se le somete a una extracción mediante un solvente en contra corriente.

Se comprenderá mejor como se lleva a cabo el procedimiento de esta patente, con ayuda del dibujo esquemático adjunto, en el que -1- es el tubo vertical mencionado, a través del cual se hacen pasar los gránulos con la ayuda de un dispositivo de carga -2- hacia la zona de tratamiento -2'. El agente de extracción se introduce a la zona antedicha, mediante una conducción -4- y un conducto circular -5-, por la parte inferior del tubo y con ayuda de una bomba, retirándose dicho agente por una conducción -6- después de haberse cargado con los constituyentes de bajo peso molecular. El producto granular extraído, se retira de la zona de extracción con ayuda de



un dispositivo de descarga -3-. Debido a que los gránulos se deslizan hacia abajo en forma de capa compacta a través de la columna de extracción, es posible regular su permanencia en la columna y por consiguiente el grado de extracción deseado. De querer obtenerse una extracción de los constituyentes de bajo peso molecular, lo más completa posible, y al mismo tiempo una solución acuosa de estos lo más concentrada posible, según una variante del procedimiento de la presente patente, se disminuye de abajo arriba, la cantidad de agente de extracción que atraviesa la columna por unidad de tiempo, en alturas determinadas de ésta. Esta disminución se consigue retirando parte del agente de extracción en dichas alturas determinadas. En el dibujo se indica esquemáticamente en -7- un punto de retirada parcial del agente de extracción introducido por -4-, mediante el conducto -8-. Al efectuar dicha retirada, debe vigilarse que el agente de extracción cubra la totalidad de la capa granular, hasta la parte superior de la zona de extracción. Puede llegarse a esta condición cuidando que, por ejemplo, se mantenga la relación necesaria entre la cantidad de agente de extracción que se introduce y la cantidad del mismo que se separa en los puntos intermedios de la columna, es decir que se procurará que la cantidad introducida sea siempre superior a la que se separe por los puntos intermedios de la columna. Debido a que disminuye en sentido ascendente la cantidad de agente de extracción que atraviesa por unidad de tiempo la zona de extracción y por tanto el producto granular, se logra, por una parte, enriquecer el contenido en extracto del agente de extracción en la parte superior de la columna



5 y, por otra parte, retirar mediante grandes cantidades de agente de extracción, en la parte inferior de la columna, las pequeñas cantidades de constituyentes de bajo peso molecular, que solo están presentes en el producto granular en esta parte de la columna.

10 La extracción también podrá efectuarse a temperatura mayor que la del ambiente. Para ello, se calienta previamente el agente de extracción, así como el aparato, con ayuda de un medio de caldeo. De querer efectuar la extracción a temperaturas superiores a la de ebullición del agente de extracción, deberá operarse bajo presión. En este caso, el producto granular se introducirá con ayuda de una esclusa resistente a la presión.

15 Para obtener una óptima extracción, es ventajoso que el agente presente en toda la altura de la columna esté a igual temperatura, o bien que la temperatura vaya aumentando de abajo arriba. Es igualmente ventajoso que la relación del diámetro del tubo respecto a su longitud, no sea inferior a 1: 5, siendo preferiblemente de 1:4. De esta forma, se evitan casi completamente las corrientes perjudiciales que se producen a consecuencia de las diferencias de temperatura y de las variaciones de densidad que pueda tener el agente de extracción. Por otra parte, la relación longitud/diámetro no debe ser nunca demasiado
20 elevada, es decir no sobrepasar la relación 100:1.

25 Se comprenderá fácilmente que el tiempo de permanencia del producto granular en la columna, es función de la solubilidad del extracto en el agente de extracción utilizado, de la temperatura de extracción y también de
30 la velocidad de difusión de los productos extraídos de la

26 8998



poliamida y por consiguiente del tamaño de los gránulos.

Mediante los ejemplos, no limitativos, que se explican a continuación, se comprenderá mejor la práctica del procedimiento de la presente patente. El ejemplo 1 se refiere a una extracción efectuada sin disminuir la cantidad de agente de extracción que circula de arriba. De esta forma se obtienen soluciones de lactama de débil concentración. El ejemplo 2 se refiere a una extracción llevada a cabo mediante retirada intermedia de agente de extracción.

Como agente de extracción, se utiliza preferiblemente el agua, ya que es barata, sin embargo pueden utilizarse todos los disolventes que disuelvan los constituyentes de bajo peso molecular sin dañar al polimerizado, como p.e. los monoalcoholes inferiores.

EJEMPLO 1.

En una columna de extracción de una altura de 4 m. y un diámetro de 150 mm. se somete a extracción, mediante agua a 95°C y en contra-corriente, poli- ϵ -caprolactama granular formada por gránulos de 2,5 mm. de diámetro y 2,5 mm. de altura. El volumen de descarga es de 6 kg. de gránulos por hora, en peso seco, correspondiendo a un tiempo de permanencia de unos 7½ horas. El contenido en constituyentes extraíbles disminuye con esta operación de 10,2 a 1,3% en peso. Se inyecta por la base agua pura a partir de un depósito de nivel constante, y en lo alto de la columna se retiran, mediante una bomba dosificadora, 9,3 litros por hora de solución de lactama, que contienen 6,2% de extracto.



20 8998

EJEMPLO 2.

En un aparato de extracción de 8 m. de longitud formado por 6 tubos paralelos de 150 mm. de diámetro, se someten a extracción con agua gránulos de poli-
5 lactama de 2,5 mm. de grueso. La columna está provista de una disposición intermedia para la retirada de la solución de lactama a una altura de 2 m. con respecto al extremo inferior. Se descarga uniformemente por la base, de todos los 6 tubos, una cantidad total de 22 kg. de gránulos por
10 hora, en peso seco. El contenido en constituyentes extraíbles se reduce, con esta operación, de 10,5 a 0,5%. Al mismo tiempo, se inyecta agua pura por la base de la columna, desde un depósito de nivel constante, y se retira de lo alto de la columna, mediante una bomba de efecto sextuplo,
15 uniformemente en cada tubo, una cantidad total de 9 litros por hora de una solución de lactama al 22%. Por la disposición intermedia se retiran, también con la ayuda de una bomba de efecto sextuplo, una cantidad total de 16 litros por hora de una solución al 2,2%.

20

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

1) Procedimiento para la extracción de constituyentes de bajo peso molecular de la poli-
25 lactama, caracterizado por deslizar el producto granular a través de un tubo vertical, sometiéndolo a extracción a contracorriente por agentes de extracción apropiados.

2) Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por disminuir, de abajo arriba, la cantidad de agente de extracción que atraviesa el tubo vertical,
30 comparativamente al avance del producto tratado.

268998



3) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por efectuar la extracción en un tubo en el que la relación entre diámetro y longitud es al menos de 1:5.

5 4) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por efectuar la extracción en un tubo, en varias fases, retirando parcialmente de este tubo, en diversos lugares y a alturas diferentes, el agente de extracción introducido por la base.

10 5) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por efectuar la extracción a una temperatura superior a la temperatura ambiente.

15 6) Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por usar agua como agente de extracción.

7) Procedimiento para la extracción de constituyentes de bajo peso molecular de la poli- ϵ -caprolactama.

Esta memoria consta de siete páginas escritas por una sola cara.

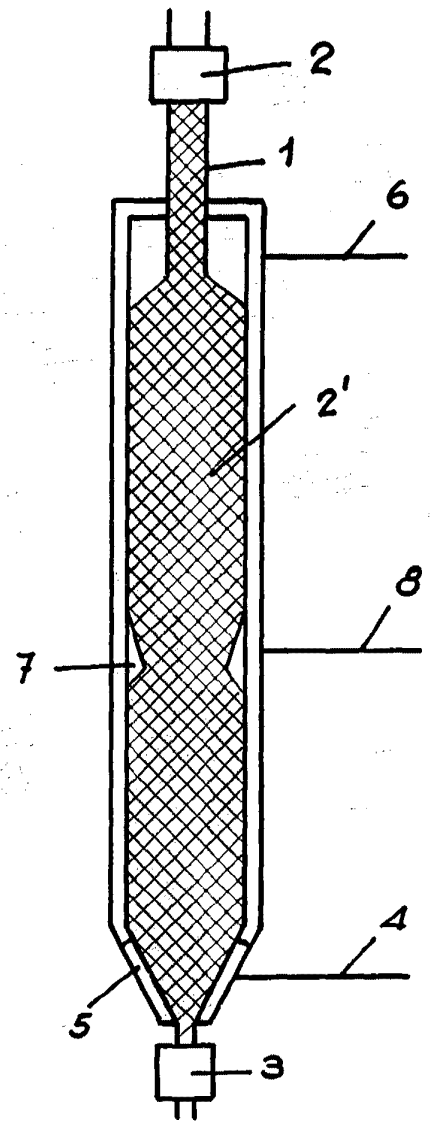
BARCELONA, 27 JUN 1951

P. A.

JOSE
P. A.



26 8998



P.A.

JOSÉ M. FOLGOSA
P.F.