

9 JUN 1964

P.- 26.553

1594 S/ ARV



298,189

298189

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

PATENTE D E INVENCION

formulada el 31 de Marzo de 1.964, con el Núm.298.189

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

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

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE EPSILON-CA
PROLACTAMA."

=====

El presente invento se refiere a la epsilon-caprolactama.

Es conocido, que se puede obtener la epsilon-caprolactama por cristalización a partir de una solución, por ejemplo una solución acuosa, en forma de cristales. En la industria es usual el solicitar la lactama a partir del estado líquido en un tambor refrigerador, y rasgar el producto sólido de la superficie de este tambor, de forma tal que la lactama se obtiene en forma de escamas. El tratamiento de tales escamas o cristales va



acompañado de importantes desventajas prácticas. Cuando el producto es cargado en sacos o bidones solo se puede desprender con dificultad, mientras tiene lugar además una desintegración de tal forma que, especialmente si se están tratando copos, la formación de polvo no solamente causa pérdidas, si no que también deñia la salud de los trabajadores. Además como resultado del bajo peso específico, (densidad aparente) los costes de embalaje y transporte son altos. También se ha de tener en cuenta el muy importante inconveniente que, incluso si el producto es conservado y transportado en bidones cerrados en una atmósfera de gas inerte, las escamas o cristales se aglomerarán para formar grandes terrones, que son difíciles de manejar y que requieren el uso de machacadores.

Por esta razón se ha recorrido a otro método, a saber, la conservación y el transporte de la caprolactama no en fase sólida, sino en estado líquido, usualmente a temperaturas de 75-90° C. Quedará claro que el transporte de esta sustancia a través de grandes distancias en cisternas calentadas supone muchas dificultades y considerables gastos, particularmente cuando la temperatura atmosférica es baja.

Se ha encontrado ahora que las desventajas anteriores no tienen lugar, o se evitan en una considerable extensión, si la caprolactama está formada como granulos redondos. Se cree que no habido ninguna previa apreciación de que tal formación produzca ventajas. Los granulos son fáciles de transportar y por ejemplo pueden ser cargados en sacos y guardados y transportados en este

298189



embalaje.

Los granulos redondos muestran poca o ninguna tendencia a aglomerarse para formar grandes terrones. Si los granulos se pegan ligeramente uno con otro, pueden ser desprendidos fácilmente.

La expresión "granulo redondo" se utiliza en esta memoria para designar a los granulos que son de forma esférica, elipsoidal u otra, que tienen una sola superficie limite que es convexa hacia afuera en todos los puntos. Se prefieren los granulos que son esféricos o substancialmente esféricos. Tales granulos tienen pequeñas areas de contacto y pueden rodar fácilmente en diferentes direcciones.

Los granulos tienen preferentemente un diametro medio de 0,5 a 5 mm. Para producir granulos de lactama de acuerdo con el invento se pueden hacer uso de aparatos de la clase utilizada usualmente para elaborar granulos de fertilizantes, por ejemplo pildoras de urea o fertilizantes inorgánicos. En tales dispositivos los fertilizantes son fundidos y a aproximadamente la temperatura de fusión, son divididos en gotas por medio de un dispositivo pulverizador, cuyas gotas son solidificadas entonces en granulos redondos por enfriamiento directo en un medio liquido o gaseoso. Debido al hecho de que estas substancias tienen un alto punto de fusión, por encima de 100° C, el enfriamiento en un medio que tenga la temperatura atmosférica es suficientemente rápido para que las gotas se enfrien a granulos separados en un corto periodo de tiempo.

Sin embargo, cuando se manipula epsilon-caprolac-

2 981 89



tama, se ha de tener en cuenta su bajo punto de fusión de 69° C, y la circunstancia de que la caprolactama fundida es altamente higroscópica. Se ha encontrado, sin embargo, posible el preparar granulos redondos de caprolactama por un camino simple.

Se ha encontrado que se pueden preparar granulos redondos de epsilon-caprolactama dividiendo epsilon-caprolactama fundida en gotas que se solidifican en granulos redondos por enfriamiento directo en un medio gaseoso, por ejemplo nitrógeno, dióxido de carbono o aire.

La forma final de los granulos puede estar influenciada por diversas condiciones, por ejemplo la forma de las aberturas en el dispositivo de pulverización, la temperatura de las gotas, el tiempo de contacto con el medio gaseoso refrigerante y la temperatura del medio ambiente gaseoso.

Se utiliza preferentemente aire como refrigerante. No es necesario que el aire esté cuidadosamente seco, ya que se puede utilizar también aire humedo, que tenga un contenido en humedad de por ejemplo 0,1-1 % en volumen, para producir buenos granulos.

Tampoco es necesario a la caprolactama de partida el estar absolutamente seca. Usualmente en granulos sin previo secado puede ser elaborada, y esta lactama contiene 0,05-0,20 % de humedad. Si se utiliza aire que tenga por ejemplo un contenido de humedad de 0,5 %, el contenido en humedad de los granulos resultantes puede ser ligeramente superior, por ejemplo 0,1 % en peso, que el producto de partida. Es también posible utilizar lactama con un mayor contenido en humedad, por ejem

2 981 89



plo 0,5-1 % en peso. Además, si se desea, se pueden secar los granulos obtenidos.

Desarrollando el proceso encontrado no es necesario hacer uso de las sustancias denominadas "de siembra" que contrarrestan el retraso de la cristalización. Si se deseease utilizar sustancias de siembra se puede emplear como tal polvo de lactama, añadiendose tal polvo a la lactama fundida utilizada como material de partida. Otras sustancias que se pueden añadir a la lactama son: estabilizadores, por ejemplo antioxidantes y/o catalizadores para la polimerización de la lactama, por ejemplo sustancias de reacción alcalina tales como carbonato de sodio, fosfato de sodio y compuestos metálicos de lactamas, tales como caprolactama de sodio, y sales de lactama, tales como clorhidrato de caprolactama, fosfato de caprolactama sulfato de caprolactama asi como poliamida todos ellos en polvo. Se ha sobreentender por ésto que los granulos de caprolactama tal como se reivindica en esta memoria pueden incorporar sustancias adicionales a la caprolactama propiamente dicha.

Se ha encontrado también que el oxigeno presente en el aire atmosférico no es perjudicial para la producción de los granulos. Sin embargo si se desea se puede añadir un antioxidante a la lactama fundida, cuyas sustancias resultan entonces incorporadas a los granulos formados.

EJEMPLO I

33189



5 Se hace pasar aire (contenido en humedad 0,5 % en volumen) a 10° C, a través de una torre refrigeradora vertical de 30 metros de altura (2 x 2 metros de sección) en dirección ascendente con caudal de 1.000 m³ por hora.

10 En la cabecera de la torre de refrigeración existe un dispositivo de pulverización, consistente en un tubo con cabeza pulverizadora perforada (diámetro de las aberturas: 0,7 mm). En este dispositivo la caprolactama fundida (contenido en humedad 0,1 % en peso) a una temperatura de 71-73° C. es pulverizada en gotas, con un caudal de 30 kg. por hora.

15 Las gotas resultantes caen dentro de la torre de refrigeración (tiempo de caída 4-5 segundos) y se solidifican durante su caída en granulos redondos substancialmente uniforme, que se descargan en el fondo de la torre de refrigeración. Por éste camino se obtienen granulos de lactama con un diámetro de 1,5-2 mm. y un contenido en humedad de 0,2 % en peso con un caudal de 30 kg. por hora.

20

EJEMPLO II

25 Se preparan granulos redondos de caprolactama por un camino similar al descrito en el ejemplo I, pero con la diferencia de que se utiliza como refrigerante aire con un contenido de humedad de 0,3 % en volumen, y de que la temperatura del aire es de 5° C. Los granulos de

30

298189



epsilon-caprolactama obtenidos por este camino, contienen 0,15 % en peso de agua.

5

EJEMPLO III

10

Se repite el experimento descrito en el ejemplo I, pero con la diferencia de que se utilizan ahora como refrigerantes aire con un contenido en humedad de 0,1 % en volumen y de que la temperatura se mantiene a 15° C.

Los granulos de caprolactama resultantes contienen 0,15 % en peso de agua.

15

EJEMPLO IV

20

Se preparan granulos redondos de caprolactama en la manera descrita en el ejemplo I, con la diferencia de que se utilizó nitrógeno en lugar de aire.

25

Los granulos redondos descargados en el fondo de la torre de refrigeración se secaron a una temperatura de 25° C en una atmósfera de nitrógeno. Los granulos redondos así obtenidos, libres de humedad con un diámetro de 1,5-2 mm, se cargaron en un espacio de almacenamiento en una atmósfera de nitrógeno exenta de humedad.

30

El nitrógeno descargado en la cabecera del espacio refrigerador se recicló continuamente y, después de haber sido enfriado a una temperatura de 10° C., se

298189



se pasó de nuevo en dirección ascendente a través de la torre de refrigeración.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda con fecha 1 de Abril de 1.963 bajo el Número 290.997 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 la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años son los siguientes:

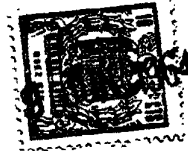
1ª.- Mejoras introducidas en la preparación de epsilon-caprolactama en forma de gránulos redondeados de la clase descrita en la memoria.

2ª.- Mejoras introducidas en la preparación de epsilon-caprolactama en forma de gránulos de acuerdo con el punto 1, siendo los gránulos sustancialmente esféricos y teniendo un diámetro o un diámetro medio de 0,5 a 5 mm.

3ª.- Mejoras introducidas en la preparación de epsilon-caprolactama en forma de gránulos de acuerdo con los puntos 1 ó 2 y que tienen un contenido de humedad de menos del 3 % en peso.

4ª.- Mejoras introducidas en la preparación de epsilon-caprolactama en forma de gránulos, que compren-

298189



den dividir la epsilon-caprolactama en gotas, y hacer que tales gotas se solidifiquen por enfriamiento directo en un medio gaseoso.

5⁺ 52.- Mejoras de acuerdo con el punto 4 en que el medio gaseoso es aire.

62.- Mejoras introducidas en la preparación de epsilon-caprolactama.

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

10 La presente Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

9 JUN 1964

P.A.

15

Alonso de Eizabur
Por Poderes

298189