

334.279

P. 33.866.-

1851 S/ARV



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 7 de Diciembre de 1966, con el nº 334.279

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

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

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION DE SULFATO AMONICO A PARTIR DE UNA SOLUCION ACUOSA DE SULFATO AMONICO"

Esta invención se refiere a la recuperación de sulfato de amonio a partir de disoluciones acuosas de sulfato de amonio que contienen componentes orgánicos, particularmente a partir de estas disoluciones obtenidas durante la fabricación de caprolactama.

5

En la preparación de caprolactama en un medio que contiene ácido sulfúrico se obtienen productos de reacción que, después de su neutralización con amoníaco, contienen sulfato de amonio. Después de la operación de neutralización, la caprolactama puede separarse, en forma de una fase de aceite, de una

10



disolución acuosa de sulfato de amonio, después de lo cual puede recuperarse sulfato de amonio a partir de la disolución acuosa, por ejemplo en una serie de cristalizadores.

5 El aceite de caprolactama crudo así recuperado contiene, además de agua, sulfato de amonio y subproductos orgánicos. Por extracción con disolventes orgánicos, por ej. con benceno, una disolución de aceite de caprolactama crudo se separa de una disolución acuosa de sulfato de amonio, que contiene más de 25% en peso de componentes orgánicos, con respecto al peso
10 del sulfato.

La presencia de grandes cantidades de componentes orgánicos que solidifican a la temperatura ambiente y que con frecuencia se consideran como productos de desecho, hace que surjan dificultades en el tratamiento posterior del mismo. La simple
15 evacuación de estas disoluciones como aguas residuales está normalmente prohibida por la ley, y la recuperación de sulfato de amonio a partir de estas disoluciones por cristalización está dificultada por la presencia de componentes orgánicos, de tal modo que se obtienen productos muy impuros, que implican unos costes de purificación considerablemente superiores
20 al valor del sulfato de amonio deseado.

Estos problemas se resuelven por medio del procedimiento de la invención, que comprende un procedimiento para la recuperación de sulfato de amonio a partir de una disolución acuosa
25 de sulfato de amonio que contiene más de 25% en peso, basado en el sulfato, de componentes orgánicos, que son sólidos a temperatura ambiente, que comprende evaporar agua de la disolución acuosa en cantidad suficiente para formar una fase orgánica a partir de la disolución acuosa, separar dicha fase orgánica, y recuperar por cristalización el sulfato de amonio de
30



la disolución acuosa resultante.

5 Por evaporación de agua a partir de la disolución acuosa de sulfato de amonio se produce una fase orgánica separada, que por separación da como resultado que una gran proporción de los componentes orgánicos, por ej. de 50 a 75% en peso, sea separada de una forma simple. La fase orgánica separada puede, por ejemplo, quemarse o mezclarse con fuel oil crudo.

10 A partir de la fase acuosa restante se recupera sulfato de amonio por cristalización, operación en la que los componentes orgánicos que todavía hay presentes permanecen en las aguas madres. Dichas aguas madres pueden evaporarse subsiguientemente, y el residuo puede ser, por ejemplo, quemado o añadido a fuel oil.

15 La cristalización de la fase acuosa restante puede llevarse a cabo, por ejemplo, introduciendo la disolución acuosa restante en una serie de cristalizadores, en los que también se introducen una o más disolución(es) distintas de sulfato de amonio, de modo que no se necesita una unidad especial de cristalización.

20 La invención es particularmente útil para el tratamiento de disoluciones acuosas de sulfato de amonio obtenidas en la preparación de caprolactama, como se ha indicado antes en la Memoria. Este tratamiento se lleva a cabo, preferiblemente, de tal modo que el aceite de lactama crudo procedente del producto de reacción neutralizado se separa de la disolución acuosa, introduciéndose subsiguientemente ésta última en una serie de cristalizadores, a partir de los cuales se obtiene sulfato de amonio. El aceite de lactama crudo, al que si se desea puede añadirse sulfato de amonio, se somete a extracción con un
25
30 disolvente orgánico, por ejemplo con benceno, y se separa de la



disolución acuosa de sulfato de amonio que contiene compo-
nentes orgánicos. Después se evapora agua de dicha disolu-
ción, produciendo así una fase orgánica que se separa. La di-
solución acuosa restante se introduce en la serie de crista-
5 lizadores antes mencionados. Se prefiere que dicha disolución
sea introducida en un cristalizador distinto del primero en
la serie que comprende dos o más cristalizadores, de modo que
se favorezca una cristalización uniforme.

10 Se describe a continuación el siguiente ejemplo de la
invención:

Durante la preparación de epsilon-caprolactama, se con-
virtió oxima de ciclohexanona en caprolactama empleando áci-
do sulfúrico y ácido sulfúrico fumante, después de lo cual el
producto de reacción se neutralizó con amoníaco acuoso. El
15 aceite de lactama crudo se separó de la fase acuosa y después
se sometió a extracción con benceno, dejando una disolución
acuosa de sulfato de amonio y componentes orgánicos que son
sólidos a temperatura ambiente.

A partir de 1000 kgs. de esta disolución acuosa, que
20 contenía 99,3 kg. de sulfato de amonio y 32 kg. de componen-
tes orgánicos, se evaporaron 700 kg. de agua por ebullición,
haciendo que el líquido se dividiese en dos capas, o sea una
fase orgánica y una fase acuosa. La fase orgánica, que conte-
nía 24,5 kg. de componentes orgánicos, 1,2 kg. de sulfato de
25 amonio y 9,3 kg. de agua, se separó de la fase acuosa. La fase
acuosa citada contenía 98,1 kg. de sulfato de amonio y 7,5 kg.
de componentes orgánicos, y fué evaporada posteriormente en
un cristalizador, dando 96 kg. de sulfato de amonio. El líqui-
do residual contenía 7,5 kg. de componentes orgánicos y 2,1 kg.
30 de sulfato de amonio.



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 9 de Diciembre de 1965, bajo el núm. 65-16059, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- 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:

10 1ª.- Un procedimiento para la recuperación de sulfato de amonio a partir de una disolución acuosa de sulfato de amonio que contiene más de 25% en peso, basado en el sulfato, de componentes orgánicos, que son sólidos a temperatura ambiente, que comprende evaporar agua de la disolución acuosa en cantidad suficiente para formar una fase orgánica a partir de la
15 disolución acuosa, separar dicha fase orgánica, y recuperar sulfato de amonio a partir de la disolución acuosa restante, por cristalización.

20 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la disolución acuosa de sulfato de amonio se obtiene preparando caprolactama en el medio de ácido sulfúrico, neutralizando con amoníaco la disolución de producto crudo, extrayendo de la disolución neutralizada el aceite de caprolactama crudo con un disolvente orgánico, y separando el extracto, para dejar dicha disolución acuosa de sulfato de amonio que
25 tiene componentes orgánicos.

- 5 -



3ª.- Un procedimiento para la recuperación de sulfato amónico a partir de una solución acuosa de sulfato amónico.

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

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

Madrid,

P.A.