

P-34.825

1881 S/RAP



338664

**Memoria descriptiva**

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de , STAMICARBON N.V.

entidad ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en van der Maesenstraat 2, Heerlen, Holanda.

por: " UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA SAL  
OPTICAMENTE ACTIVA DE ALFA-AMINOLACTAMA".



Este invento se refiere a la preparación en gran escala de una alfa-aminolactama ópticamente activa.

5 Un método conocido de preparar alfa-amino-lactama ópticamente activa consiste en formar un precipitado en un medio líquido de uno de los antípodas ópticos de una mezcla de las formas D- y L- de la alfa-amino-lactama, como sal de ácido pirrolidona-carboxílico, siendo el precipitado separado del medio líquido, obteniéndose una fase rica en L- alfa-amino-lactama y una fase rica en D-  
10 alfa-amino-lactama, siendo luego la forma L- y/o la forma D- de la alfa-amino-lactama separadas de las fases respectivas. En tal método se usa una solución de la D- y la L- alfa-amino-lactama y el ácido pirrolidona-carboxílico ópticamente activo o un compuesto del mismo, y un medio líquido que es inmiscible con dicha solución es puesto en  
15 contacto con dicha solución en condiciones que dan como resultado la evaporación del disolvente de la solución.

Para operaciones en pequeña escala, dicho líquido y el medio líquido inmiscible pueden reunirse en un  
20 recipiente provisto de un agitador, con lo cual se obtiene después de evaporación del disolvente, una suspensión fácilmente bombeable de la sal precipitada efectuándose la subsiguiente separación de sólido y líquido en una forma sencilla, por ejemplo por filtración, Sin embargo, si  
25 esta operación se intenta en gran escala en un recipiente provisto de agitador, se tropieza con dificultades considerables.

Así la sal sólida aislada se aglomerará y una gran parte de ella se depositará sobre la pared del recipiente y sobre el agitador. Además, el movimiento de la  
30



mezcla de sal y líquido aglomerada, y su separación subsiguiente, resulta muy difícil.

5 Se ha descubierto ahora sorprendentemente que tal operación puede llevarse a cabo fácilmente en gran escala usando un evaporador de película rotativo con anchura de ranura constante para la evaporación y la precipitación. Así, el invento comprende introducir la solución de D- y L-alfa-amino-lactama y el ácido pirrolidona-carboxílico ópticamente activo ( o un compuesto del mismo) junto con el medio líquido inmiscible con ella, en un evaporador rotativo con anchura de ranura constante, siendo evaporado el disolvente de dicha solución en el evaporador de película y la sal precipitada como resultado de ello es descargada del evaporador junto con el líquido residual.

10 El disolvente puede ser cualquier disolvente polar que sea inmiscible con el medio líquido por ejemplo, agua o un alcohol. Medios líquidos adecuados son, por ejemplo, dioxano, gasolina, gueroseno, hexano, heptano, benceno, tolueno, xileno, meritileno, ciclohexano y alcoholciclohexano.

15 El evaporador de película usado en el método del invento es conocido en sí. Alternativamente, puede describirse como evaporador de película rotativo cuyas paletas no se mueven con respecto al eje del rotor cuando el evaporador está funcionando.

20 El hecho de que la operación arriba mencionada pueda realizarse en gran escala en este tipo de evaporador de película sin que se tropiece con dificultades, es contrario a todo lo que habría de esperarse, ya que anteriormente se ha considerado que el uso de un evaporador de película rotativo con hendidura constante no es adecuado pa-

25

30

338664



ra un procedimiento en el cual se forma una sustancia sólida durante una operación de evaporación, pero que si se desea usar un evaporador rotativo, entonces debe usarse uno con anchura variable de la hendidura. En este último tipo de evaporador de película, las paletas del rotor son movibles con respecto al eje del rotor, de modo que, si se forma un sólido durante la evaporación, la anchura de la hendidura puede adaptarse por si misma al grueso de la película que contiene el sólido que se ha formado sobre la pared del evaporador. El uso de tal evaporador de película rotativo con anchura variable de la hendidura, sin embargo, no es satisfactorio en modo alguno en el procedimiento a que antes se ha hecho referencia.

Para uso en el método del invento se emplean de preferencia evaporadores de película rotativos con anchura de ranura constante de entre 0,5 y 2,5 mm. La anchura óptima de la ranura, sin embargo, depende de diversos factores, tales como concentración de la solución, la capacidad del evaporador, y la cantidad y naturaleza del medio líquido, y puede determinarse fácilmente por tanteo. Esto puede hacerse de un modo sencillo, por ejemplo empleando un evaporador de película rotativo con anchura de hendidura constante que pueda ajustarse a diversos valores dentro de límites prescritos. Esto puede lograrse fácilmente en un evaporador de película que sea ligeramente cónico en todo o en parte, en el cual, moviendo el rotor paralelamente al eje del rotor, la anchura de la hendidura pueda ajustarse a diversos valores.

No existe objeción ninguna en cuanto al hecho de que en el procedimiento de acuerdo con el invento parte del medio líquido suministrado al evaporador no sea

338664

25 APR 1967

descargado de él en forma líquida, sino en estado de vapor. Sin embargo, para que el funcionamiento del evaporador prosiga satisfactoriamente, la cantidad de medio líquido que es descargado del evaporador en estado líquido no debe ser demasiado pequeña. Por consiguiente, es importante que la cantidad de calor suministrado al evaporador sea controlada, cuidándose sin embargo, de que la cantidad de calor suministrado no sea tan pequeña que la cantidad del disolvente evaporado sea insuficiente de modo que la sal a aislar permanezca completa o parcialmente en solución.

Se ha descubierto que este problema de la alimentación correcta de calor puede resolverse condensando el vapor descargado del evaporador, separando el condensado en disolvente y medio líquido y disolviendo el medio líquido aislado directamente al evaporador. Como resultado de ello, la cantidad de medio líquido que es descargada del evaporador en estado líquido no viene determinada por la cantidad de calor suministrado al evaporador, al paso que la alimentación de calor al evaporador, puede regularse sin dificultades de modo que la cantidad de calor suministrado sea ampliamente suficiente para efectuar la evaporación del disolvente.

Se da el siguiente ejemplo del invento:  
Una solución acuosa de alfa-amino-epsilon-caprolactama racémica y ácido L-pirrolidona carboxílico fué suministrada a un evaporador de película rotativo con anchura de hendidura constante, junto con tolueno, en proporción de 30 Kgs. de alfa-amino-epsilon-caprolactama, 12 Kgs, de ácido pirrolidona carboxílico, 28 Kgs, de agua y 560 Kgs. de tolueno por hora.

338664



El evaporador de película tenía una superficie de evaporación de 1 metro cuadrado y un diámetro interior de 30 centímetros y estaba provisto de un rotor de cuatro paletas que operaba a una velocidad de 300 revoluciones por minuto. La anchura de la hendidura era de 1,2 milímetros. El calor requerido fué suministrado por medio de una camisa de caldeo a través de la cual se introdujo vapor de agua de 180°. Se descargaron agua y tolueno a una temperatura de 99° desde el evaporador de película en estado de vapor, en caudales de 27 y aproximadamente 390 Kgs, por hora, respectivamente. El vapor descargado se condensó y el condensado resultante se separó en tolueno y agua, y el tolueno aislado fué alimentado directamente de nuevo al evaporador de película. En el evaporador se formó la sal sólida de L-alfa-amino-epsilon-caprolactma y ácido L-pirrolidona carboxílico. Junto con el líquido no evaporado, la sal sólida citada fué descargada desde el evaporador en estado finalmente dividido. Los caudales de descarga fueron de 579 y 24 Kgs. por hora, respectivamente. Dicho líquido consistía en 560 Kgs, de tolueno, 18 Kgs, de alfa-amino-epsilon-caprolactma y 1 Kgs. de agua.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 31 de Marzo de 1.966, bajo el núm. 66-04321, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

338664



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:

5

1.- Un procedimiento para la preparación de una sal ópticamente activa de alfa-aminolactama en el cual una solución de una mezcla de D- y L-alfa-aminolactama junto con ácido pirrolidona carboxílico ópticamente activo (o un derivado del mismo) y un medio líquido inmiscible con dicha solución son introducidas en un evaporador de película rotativo que tiene una anchura de hendiduras constante, y la solución es evaporada en él en condiciones en las cuales precipita una sal ópticamente activa de alfa-aminolactama y el ácido pirrolidona carboxílico y el líquido residual y dicho precipitado son descargados de dicho evaporador de película rotativo.

10

15

20

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual el vapor descargado del evaporador rotativo es condensado, y el condensado es separado en disolvente y medio líquido, y el medio líquido aislado es devuelto a dicho evaporador rotativo.

25

3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 2ª, en el cual la anchura de hendidura constante del evaporador rotativo es de entre 0,5 y 2,5 milímetros.

4.- Un procedimiento para la preparación de una sal ópticamente activa de alfa-aminolactama.

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

336064

25 ABR



Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a  
máquina por una sola cara,

Madrid,

25 ABR 1967

P.A.

Alfredo de Elzaburu

Por Fdo.

338664

AST/

18-4-67