

P.- 44.027

Dr. HT/hu  
OZ 372

378671

378671



Memoria descriptiva

16 ABR 1970

REGISTRO DE PATENTES

CLASIFICACION: B-01

SERIE: D

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de INVENTA A.G. FUR FORSCHUNG UND PATENTVER-  
WERTUNG

entidad ~~de nacionalidad~~ suiza

con domicilio en Stampfenbachstrasse 38, Zürich, Suiza

por: "PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA SEPARACION DE  
CRISTALES DE SUSTANCIAS ORGANICAS QUE FUNDEN  
SIN DESCOMPOSICION" (Clase Internacional Bold)



Es sabido que las sustancias orgánicas que forman cristales, funden sin descomposición y no forman ningún cristal mixto con impurezas, pueden ser llevadas, por cristalización desde la masa fundida, a un elevado grado de pureza. Un interesante procedimiento de purificación lo constituye por ejemplo la variante en la cual a una masa fundida de tal sustancia mantenida adiabáticamente se añade material sólido de la misma sustancia orgánica en forma cristalina, y después de ajustar el equilibrio de masa fundida se separa la pasta cristalina en cristales y en masa fundida (véase para ello por ejemplo la patente suiza 450.433 (OZ 274) y la patente suiza 458.284 (OZ 282).

Las impurezas originalmente repartidas de modo homogéneo en la sustancia global, en el procedimiento arriba indicado para la purificación de sustancias orgánicas, se encuentran enriquecidas en la masa fundida, después de la separación de cristales y de masa fundida restante. Para la pureza que se puede lograr de los cristales separados es por consiguiente de gran importancia el cuidado con el que tiene lugar la separación o la cantidad de la masa fundida restante que queda como envolvente sobre los cristales. Esto significa que el grado de pureza de los cristales obtenidos depende de la eficacia del dispositivo separador utilizado.

Usualmente se emplean centrífugas en calidad de dispositivos separadores o de división, y en el caso de cristalización continua se emplean centrífugas de desplazamiento o centrífugas de exfoliación o rascado.

Según el material que ha de ser cristalizado y separado por centrifugación, las centrífugas deben ser ca-



lentadas o enfriadas. A pesar de hacer crecer cristales lo más grandes que sean posibles y de hacer funcionar las centrífugas con elevado número de vueltas, a causa del pequeño margen de temperaturas disponible y de la viscosidad la mayor parte de las veces relativamente elevada de la masa fundida en el punto de fusión de la sustancia, es inevitable que hasta 10% de la masa cristalina separada por centrifugación consista en masa fundida restante que ha permanecido adherida. Esta masa fundida restante es todavía líquida en el momento de la salida de los cristales desde la centrífuga, dado que los cristales están a la temperatura de fusión.

La velocidad de salida de los cristales desde centrífugas de desplazamiento o de rascado de funcionamiento rápido es muy elevada (20-40 m/ segundo). Con el fin de impedir que los cristales se desparramen en todas las direcciones, las centrífugas usuales en el comercio están provistas con una pista circular o canal de forma anular abierto hacia el centro del anillo, en la que son recogidos los cristales que abandonan la centrífuga propiamente dicha, y son extraídos de forma hermética a través de un orificio. En este canal o en el orificio de salida que se encuentra en él quedan adheridos cristales en el transcurso del tiempo, a pesar de la elevada velocidad. A causa del calor arrastrado por los cristales así como por razón de la masa fundida restante adherida se forman, por adherencia y sinterización conjunta incrustaciones sólidas, que finalmente conducen a la obstrucción del canal y fuerzan a la limpieza de la centrífuga. Tales interrupciones son muy perturbadoras para el funcionamiento continuo.



Este fenómeno aparece también al separar por centrifugación los cristales desde soluciones. Dado que la mayor parte de las veces se trata de soluciones acuosas (por ejemplo de azúcares, sales, etc.), en este caso la limpieza puede tener lugar por lavado con agua o por insuflación o inyección de vapor dentro de la centrífuga. La solución acuosa resultante sale a través de la salida para líquido, y la mayor parte de las veces puede ser reunida con las aguas madres de cristalización y puede ser conducida al tratamiento posterior. No existe la necesidad de secar la centrífuga.

En la cristalización desde masa fundida está prohibido este modo de procedimiento. El agua es en cualquier caso un cuerpo extraño, y la solución acuosa que se forma al lavar, siempre que la sustancia orgánica sea sustancialmente soluble en agua o miscible con ella, no puede ser añadida a las aguas madres de cristalización, es decir a la masa fundida. Una salida separada para el líquido de lavado acuoso sería necesaria, además la centrífuga debería ser secada antes de la puesta en marcha. Ambas cosas significan una complicación del procedimiento anti-económica e indeseable. La fusión de las incrustaciones mediante un gas caliente introducido desde fuera de la centrífuga también es difícilmente realizable a escala técnica y es larga, dado que es mala la transmisión de calor del gas a un cuerpo sólido. Además, después de la fusión, el interior de la centrífuga debería ser enfriado de nuevo a la temperatura de trabajo.

Sorprendentemente, se ha encontrado ahora que se puede evitar la citada deposición de incrustaciones y las



dificultades que resultan de ella, si se calienta el canal de salida circular durante la centrifugación de tal modo que su temperatura se encuentre por encima del punto de fusión de los cristales separados por centrifugación.

5 En este caso los cristales funden en el canal y lo abandonan en forma de masa fundida. Esto, a causa de la elevada velocidad de los cristales, constituía una comprobación que no se podía esperar de ninguna manera, dado que el tiempo de permanencia de los cristales en el canal asciende -  
10 solo a fracciones de segundo. El calentamiento puede tener lugar a través de una doble envolvente mediante un líquido de transmisión de calor, tal como por ejemplo agua o aceite, o también con vapor de agua. Para las sustancias cuyo punto de fusión se encuentra entre 50 y 75°C, es suficiente el calentamiento con vapor de agua a 100°C. Usualmente es suficiente que el canal de salida sea mantenido  
15 a una temperatura de 5 a 50°C, ventajosamente de 10 a 30°C, por encima del punto de fusión de los cristales considerados. Este margen de temperaturas no puede ser delimitado de modo nítido, dado que puede depender de diferentes factores tales como por ejemplo la carga de la centrífuga, el tamaño de los cristales y el calor de fusión. La realización detallada del canal susceptible de ser calentado  
20 y del orificio de salida que se encuentra en él será diferente para cada caso. Se ajusta al tipo de la sustancia, a la temperatura de fusión y al calor de fusión, a la tensión superficial y a la viscosidad de la masa fundida así como a la carga del canal, es decir a la cantidad de sustancia extraída por centrifugación por unidad de tiempo.

30 El presente invento consiste por consiguientemente



te en un procedimiento para la separación de cristales de sustancias orgánicas, que funden sin descomposición, desde la masa fundida, mediante centrífugas, el cual está - caracterizado porque se calientan los canales de salida de las centrífugas a una temperatura por encima del punto de fusión de los cristales separados por centrifugación; o en una centrífuga para la realización de este procedimiento.

En calidad de sustancias orgánicas formadoras de cristales, que funden sin descomposición, se consideran por ejemplo benceno, ciclohexano, ciclododecano, ciclodecanona, ciclododecanona, ciclohexanonoxima, ácido acético, hexametildiamina, ácido ciclohexancarboxílico, ácido omega-cianundecanoico, ácido ciclododecancarboxílico, ácido adípico, ácido sebácico, para-xileno, fenol, éster metílico de ácido para-hidroxibenzoico, tereftalato de dimetilo, y especialmente también lactamas tales como por ejemplo caprolactama y laurilactama.

Con ayuda del procedimiento según el invento es posible prolongar esencialmente, a saber en un valor varias veces mayor, el tiempo de funcionamiento de la centrífuga utilizada. Se hace innecesaria la fusión frecuente de las incrustaciones que se forman, que hasta ahora era necesaria. La recogida separada de la masa fundida resultante por fusión de las incrustaciones exige, al equipar la centrífuga con una salida para sustancias sólidas, dispositivos adicionales, que pueden dar lugar a perturbaciones. Con la salida para líquido de acuerdo con el presente invento desaparecen tales dispositivos especiales.

Una ventaja del procedimiento según el invento

378671



to consiste también en que las sustancias, que se descomponen con facilidad a temperaturas por encima del punto de fusión, no experimentan ninguna modificación cualitativa desventajosa a causa del corto tiempo de contacto con el canal caliente. De esta manera se garantiza en cualquier caso que el grado de pureza de los cristales nuevamente licuados de esta manera no experimente ninguna disminución en comparación con los cristales extraídos no licuados.

5  
10 Ejemplo 1. Mediante una bomba dosificadora se alimentan por hora 70 kg de una pasta que consta de aproximadamente 50% en peso de cristales de caprolactama (tamaño medio de granos 0,5 mm) y 50% en peso de masa fundida de caprolactama, dentro de una centrífuga de desplazamiento de dos etapas usual en el comercio (1)

15 La centrífuga (número de revoluciones 2.150 vueltas por minuto, número de desplazamientos 96 por minuto), cuyo espacio interno es calentado por aire (2) a 70°C (5 m<sup>3</sup>/hora) introducido por el lado delantero de la centrífuga, es calentada también desde fuera. La temperatura de la pasta, según la pureza del producto, se encuentra entre 20 67 y 69,2°C.

25 La pasta cristalina llega (vease figura 1) a través de la primera etapa de centrifugación (3) a la segunda etapa de centrifugación (4). Los cristales, que ahora está ampliamente liberados de la masa fundida, pero tienden a pegarse, abandonan la segunda etapa de centrifugación y son recogidos en el canal (6) de forma circular provisto con una doble envolvente (5) y calentado con vapor de agua a 100°C. Funden en la pista circular, y la masa fundida así resultante abandona el canal a través de 30

378671



un escalón de salida (7) calentado. La masa fundida restante es retirada del modo usual (8).

15 horas después de la puesta en marcha la centrífuga funciona todavía de modo irreprochable. Si la centrífuga es hecha funcionar bajo las mismas condiciones, pero utilizando el usual canal de forma circular no calentado, en este último, en el transcurso de 3 a 5 horas, se depositan o sedimentan cantidades tales de incrustaciones de cristales, que se hace necesaria una interrupción de la introducción de pasta y el lavado de la centrífuga.

Ejemplo 2. 70 kg por hora de una pasta consistente en aproximadamente 30% en peso de cristales de laurilactama y aproximadamente 70% en peso de masa fundida de lactama, a 151°C, son tratados análogamente al procedimiento descrito en el Ejemplo 1. El canal de salida es calentado a 185°C con ayuda de aceite de transmisión de calor.

9 horas después de la puesta en marcha la centrífuga se mueve todavía de modo irreprochable. Si la centrífuga es hecha funcionar bajo las mismas condiciones, pero utilizando un canal de salida no calentado, la centrífuga debe ser limpiada en promedio cada una o dos horas.

Se obtiene un resultado análogo si se trata una pasta con 55% en peso de cristales de caprinolactama y 45% en peso de masa fundida de caprinolactama.

Ejemplo 3.- 60 kg por hora de una pasta de cristales de ciclododecanona que contiene 46% de cristales y 54% de masa fundida, a una temperatura de pasta de 55,7°C, son tratados mediante una centrífuga calentada. En el caso de un canal de salida no calentado, el tiempo de funciona-



10



fusión de los cristales separados por centrifugación.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los canales de salida son calentados a una temperatura que se encuentra de 5 a 50°C, y preferiblemente de 10 a 30°C, por encima del punto de fusión de los cristales separados por centrifugación.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se separan cristales con un punto de fusión de 50 a 75°C y el canal de salida es calentado con vapor de agua.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se separan cristales de lactama desde la masa fundida.

5.- Aparato para llevar a cabo el procedimiento de las reivindicaciones precedentes y que es una centrífuga con canal de salida de forma circular, caracterizada porque el canal de salida es susceptible de ser calentado.

6.- Aparato según la reivindicación 5, caracterizado porque el canal de salida está rodeado por una doble envolvente que es recorrida por un líquido de transmisión de calor o por vapor.

7.- Procedimiento y aparato para la separación de cristales de sustancias orgánicas que funden sin descomposición.

23.2.70

378671

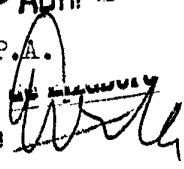


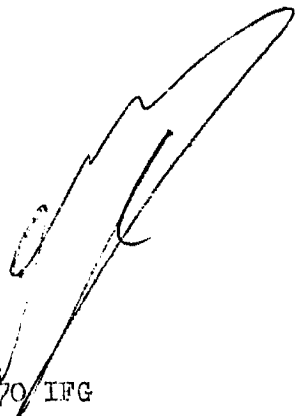
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 16 ABR. 1970

P.A.

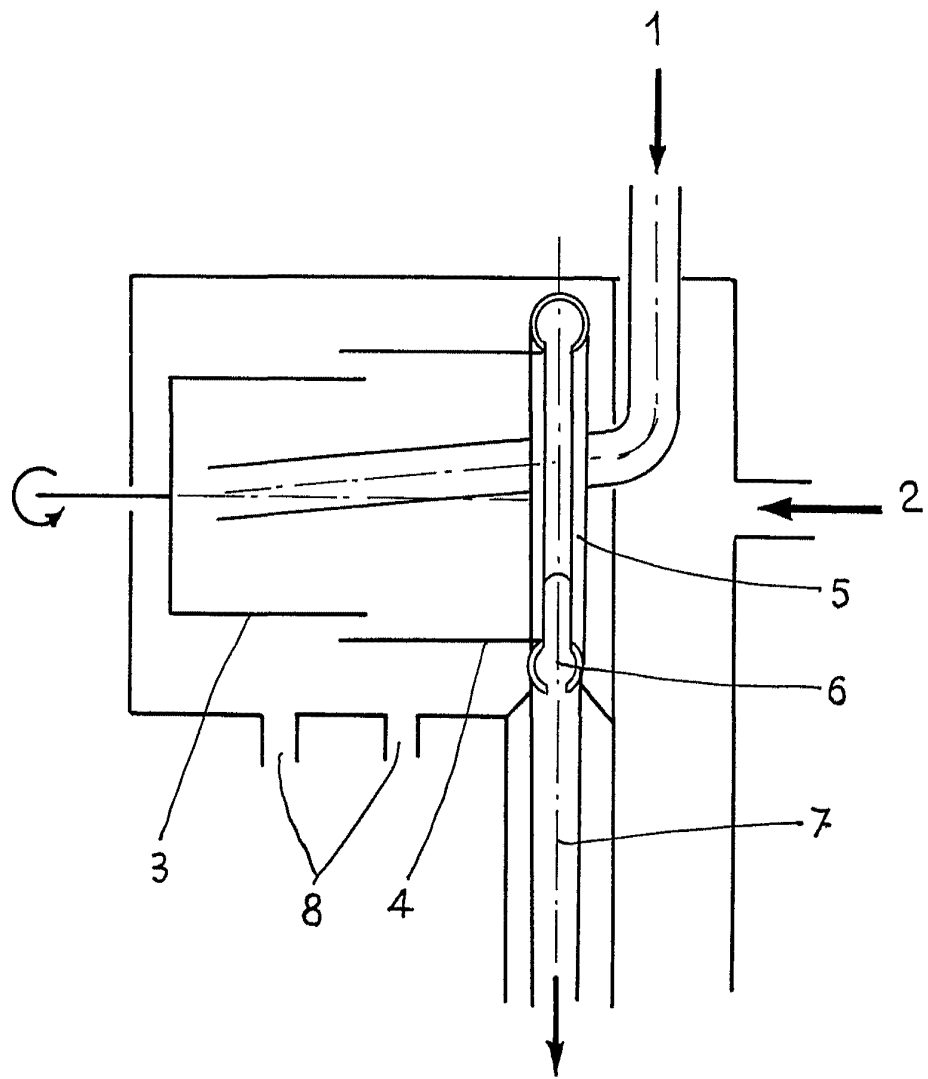
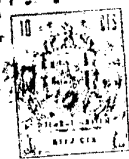
ALBERTO DE ALBUQUERQUE  
Por Poderes 



23.2.70 IFG

378671

378671 HOJA UN



ESCALA VARIABLE

PROF. JOSÉ MARÍA COSTA  
RUIZ POMA  
*[Signature]*