

rb.

NS 354 N

14



416205

416205

Int. Cl.:

B03B

F. E. 6-6-75

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 c/. Via Augusta, 197-199, Barcelona.

por:

"Procedimiento de extracción de sustancias solubles en agua: de gránulos de poliamida-6".

-----oOo-----

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

La presente patente se refiere a un procedimiento de extracción de sustancias solubles en agua de gránulos de poliamida-6.

- 2 - 416205



Los procedimientos conocidos hasta ahora para la eliminación de los compuestos de bajo peso molecular de los gránulos de poliamida-6 en bruto, consisten en hacer actuar el agua caliente sobre estos últimos.

5 Otros procedimientos más antiguos consisten en lavados sucesivos de la poliamida introducida en el reactor, con ayuda de soluciones de concentraciones cada vez más débiles, resultantes de la extracción de partes de poliamida-6 sometidas previamente a un tratamiento.

10 El cambio de las soluciones de extracciones se efectúa de forma que se deja salir del extractor la solución precedente, para llenarlo seguidamente con otra solución de concentración más débil y, finalmente, con agua pura.

15 Según los nuevos procedimientos, se recomienda la utilización de extractores que trabajan de forma continua. Se hace pasar la poliamida-6 granular, utilizando dispositivos mecánicos (agitadores, transportadores) a través de un extractor de tubos, en el que se mantiene
20 el flujo del agua en sentido contrario al movimiento de los gránulos de poliamida.

Estos dos procedimientos presentan inconvenientes teniendo en cuenta que la concentración de la solución obtenida después de la extracción, es relativamente débil (6-8%); además, si se emplean los procedimientos más
25 antiguos, la poliamida se expone a la influencia nociva del aire que entra en el extractor en el momento de la evacuación de la solución del extractor. Ello da lugar a una oxidación que rebaja la calidad de la poliamida-6 obteni-



da. Utilizando procedimientos más antiguos, particularmen
te aquellos que emplean agitadores, la calidad de la polia
mida desciende a consecuencia de la deterioración de la su
perficie de los gránulos,. Contrariamente, la utilización
5 de transportadores mecánicos conduce a una contaminación
de la poliamida por substancias extrañas (trazas de meta
les, lubricantes, etc.).

El procedimiento de la presente patente compren
de la utilización de cinco o más extractores, y preferible
10 mente de seis a doce, asociados en batería; la llegada deñ
agua pura a cada extractor así como la separación son fá
ciles de realizar. Además, la introducción del líquido en
el extractor y su separación pueden efectuarse tanto por
debajo como por arriba. De esta forma se obtiene un flu
15 jo del líquido a través del producto granular colocado en
el extractor, de abajo hacia arriba, o viceversa. Una no
vedad del procedimiento de la presente patente consiste
en hacer volver al extractor cargado de poliamida-6, que
no ha sufrido extracción, una cierta parte de la solución
20 que abandona la batería.

Como resultado de esta operación, se obtiene con
centraciones mucho más elevadas (10-13%) de la solución
después de la extracción, que en los procedimientos cono
cidos hasta ahora. Al mismo tiempo sólo queda una canti
25 dad débil y estable del extracto en el producto granular
separado de los extractores individuales.

A diferencia de los procedimientos de extracción
continuos, el procedimiento de la presente patente hace po
sible la extracción de porciones de poliamida en un sólo



ciclo, por medio de una batería; las porciones diferirán considerablemente una de otra, desde el punto de vista de la viscosidad, de los aditivos de mateado. Sin embargo no hay por que temer que lleguen a mezclarse.

5

EJEMPLO

En la figura 1 se representa como ejemplo una batería formada por ocho extractores 1, 2, 3, ..., 8, conectados entre sí mediante tuberías para formar un circuito en anillo, que comprende otros tantos recalentadores a diagrama 1a, 2a, 3a, ... 8a, intercalados entre dichos extractores, y las correspondientes válvulas 10 que permiten poner estos elementos en comunicación unos con otros y con un depósito 9, así como invertir el sentido de la circulación en cada uno de ellos.

10

15

Preferiblemente, dichos extractores, según se representa esquemáticamente en la figura 2, presentan una relación entre su altura y su diámetro de 1,5 a 4,5 y están provistos en la parte superior y en la inferior de fondos perforados, representados por 11 en la figura 3, así como, en su parte inferior, de un colector de tejido de poliamida, indicado por 12, destinado a facilitar la descarga del producto granular.

20

25

Los extractores se llenan de poliamida-6 granular, por ejemplo 1.200 Kg. cada extractor, y por la parte inferior del extractor que contiene poliamida con el más bajo contenido de extracto, alrededor de 1,3, que su pondremos que es el extractor 1, se introduce agua pura a una temperatura comprendida entre 10 y 30°C, de manera que el agua pase a través del producto de abajo arriba,



enfriandolo hasta unos 40°C.

El agua que sale por la parte superior de este extractor 1 se hace pasar a través del recalentador la, donde se calienta a 95-98°C, y en general de 60 a 120°C, penetrando a continuación por la parte superior del extractor siguiente 2, pasando sucesivamente la solución resultante de la extracción, de la parte inferior de cada extractor a la parte superior del siguiente, a través de los respectivos recalentadores, hasta llegar al penúltimo extractor, o sea el 7 en el ejemplo, el cual, por no haber sido objeto todavía de extracción, se encuentra cargado con poliamida que contiene la mayor proporción de extracto, del orden del 9%, y en el que se habrá introducido anteriormente una parte, de 30 a 80% del total, de la solución resultante de la extracción en ciclos anteriores de trabajo y que ha sido previamente recogida en el depósito 9. Por último, de este extractor 7 se separa la solución con un contenido de 16% de extracto, la cual se lleva a su vez al depósito 9.

Mientras se llevan a cabo estas operaciones, se procede a descargar el extractor 8 del producto que se habrá obtenido en el ciclo anterior de extracción, y se vuelve a cargar con 1.200 Kg. de poliamida-6 granular, así como con 600 Kg de la solución del depósito 9.

Una vez terminada la extracción, en la que, para la cantidad citada de producto, se habrán introducido en el primer extractor 1.600 Kg de agua pura, se pone fuera de circuito el extractor 1, para proceder a su vez a su descarga y nuevo llenado, y se pone en circuito el ex

416205 14 1973



5

tractor 8, lleno ya con la nueva carga, pasando entonces a efectuar la alimentación de agua fría al extractor 2 en la forma indicada anteriormente con referencia al extractor 1, para efectuar un nuevo ciclo, y así sucesivamente.

10

Para cada batería, y con una duración del ciclo de extracción de una hora y media se obtendrán en el caso descrito, unos 1.200 Kg de producto granular con un contenido en productos solubles que no sobrepasará a un 1,3%, y al mismo tiempo se obtendrán 600 Kg de solución de caprolactama al 16%.

15

Por supuesto, la presente patente no se limita al procedimiento tal como se ha descrito anteriormente, sino que comprende también las variantes que puedan ser introducidas en el mismo por cualquier persona entendida en la materia.

N. O T A

20

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención.

25

1.-Procedimiento de extracción de sustancias solubles en agua de gránulos de poliamida-6, caracterizado en que se hace actuar sobre estos productos soluciones que ya han intervenido en la extracción, así como agua en un sistema de extractores en batería constituido por cinco extractores o más; introduciendo en el agua al circuito por el extractor que contiene la poliamida con el contenido más bajo de extracto, mientras que la solución,



despues de la extracción, se evacua del extractor carga-
do de poliamida que no ha sufrido extracción.

5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado en que la circulación del agua en el extra-
tor alimentado por el agua del circuito, se hace de aba-
jo a arriba, mientras que en los otros extractores de la
batería, tiene lugar en sentido de arriba a abajo.

10 3.- Procedimiento según las reivindicaciones pre-
cedentes, caracterizado en que la utilización del agua del
circuito se hace a una temperatura de 10 a 30°C, manteni-
dose la temperatura de extracción de los extractores siguien-
tes dentro los límites de 60 a 120°C por medio de recal-
tadores a diafragma situados entre los extractores de la
batería.

15 4.- Procedimiento según las reivindicaciones pre-
cedentes caracterizado en que en el extractor que contie-
ne la poliamida que no ha sufrido extracción, se utiliza
una parte de la solución que ya ha intervenido en la ex-
tracción cuya cantidad consumida es igual a 30-80% en re-
20 lación con la cantidad separada de la batería, cifras que
corresponden a la utilización de soluciones con un conte-
nido en extracto del orden de 10 a 30% para la primera ex-
tracción.

25 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1
y 2, caracterizado en que se utilizan de seis a doce ex-
tractores conectados mediante un sistema de tubería, y
provistos de válvulas y de recalentadores a diafragma, al
objeto de hacer posible la circulación en el sentido con-
veniente así como obtener las temperaturas apropiadas.

pey



5 6.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes caracterizado en que la relación entre la altura y el diámetro de los extractores constituyentes de la batería, es de 1,5 a 4,5 estando provistos en sus partes superior e inferior de fondos perforados cuyas mallas son más pequeñas que los gránulos de poliamida sometidos a extracción.

10 7.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes caracterizado por emplear colectores de tejido de poliamida fijados en la parte inferior del extractor, que sirven para facilitar la descarga del producto granular.

15 8.- Procedimiento de extracción de substancias solubles en agua de gránulos de poliamida-6.

Esta memoria consta de ocho hojas escritas por una sola cara.

BARCELONA, 14 JUN. 1973

P. A.

bes

416205

NS 354 N

14 JUN 1973

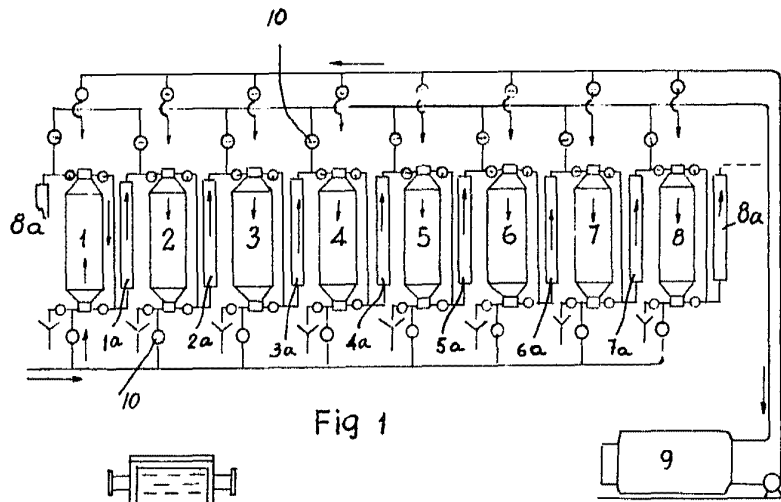


Fig 1

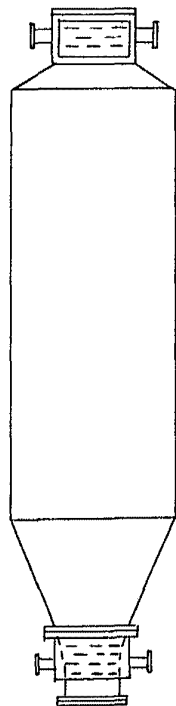


Fig 2

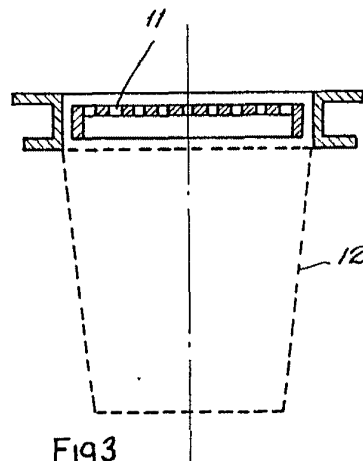


Fig 3

FOR AUTHORIZATION