



⑩ ES	⑪	NUMERO	⑩ A 1
	⑫	453782	
	⑬	FECHA DE PRESENTACION	
		30.11.76	

P.- 64.524

PATENTE DE INVENCION

③① PRIORIDADES:		
③② NUMERO	③③ FECHA	③④ PAIS
④⑦ FECHA DE PUBLICIDAD	④⑧ CLASIFICACION INTERNACIONAL	④⑨ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C08F	
④④ TITULO DE LA INVENCION		
"UN PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR UN DISOLVENTE DE FIBRAS ACRILICAS"		
④⑤ SOLICITANTE (S)		
JAPAN EXLAN COMPANY LIMITED		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
25-1, Dojima Hamadori 1-chome, Kita-ku, Osaka, Japón		
④⑥ INVENTOR (ES)		
Masahiko Ozaki y Shigeru Nakajima		
④⑩ TITULAR (ES)		
④⑪ REPRESENTANTE		
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		

La presente invención se refiere a un procedimiento para purificar un disolvente de fibras acrílicas que contiene impurezas o una solución acuosa de aquél. Más particularmente, la invención se refiere a un procedimiento para purificar una solución de un disolvente de fibras acrílicas que comprende alimentar un disolvente de fibras acrílicas que contiene impurezas o una solución acuosa del mismo a una capa compactada de un polímero constituido por una o más clases de monómeros de tipo éster que contienen al menos un doble enlace polimerizable y al menos una unidad de óxido de etileno esencialmente por cada molécula o un polímero constituido por tal o tales monómeros y una o más clases de monómeros que contienen al menos un doble enlace polimerizable por cada molécula, para hacer que dicha capa retenga las impurezas y el disolvente de las fibras, hacer pasar un eluyente a través de dicha capa compactada eluyendo así las impurezas junto con el aluyente, y hacer pasar una cantidad adicional del eluyente para separar así un producto eluido que contiene el disolvente de las fibras.

En el procedimiento de producción de fibras acrílicas que incluye etapas de polimerización, disolución e hilado, se utilizan generalmente diversas clases de compuestos orgánicos e inorgánicos como catalizadores de polimerización, agentes anti-colorantes, agentes mejoradores de la susceptibilidad de tinción, pigmentos, tintes, agentes de quelación de metales, agentes dispersantes, plastificantes, agentes absorbentes de los rayos ultravioleta, agentes de transferencia de cadena, retardadores de la llama, agentes sinérgicos con los retardadores de la llama, agen

tes antiestáticos, agentes suavizantes, agentes de prevención del deterioro, etc. La totalidad o una parte de estos compuestos, como tales o después de haberse descompuesto o transformado en otros compuestos por reacción con compuestos coexistentes, se disuelven o se separan junto con el disolvente de las fibras, contaminando así el disolvente. Además, entre los polímeros formadores de fibras, los polímeros de peso molecular bajo constituyen una causa de la contaminación del disolvente. Con objeto de que el disolvente de las fibras así contaminado por diversas impurezas pueda volver a ser utilizado en el procedimiento de producción de fibras, ha sido necesario someter el disolvente de las fibras que contiene impurezas a un procedimiento de purificación adecuado después de su recuperación.

Entre los disolventes de fibras acrílicas, los disolventes inorgánicos no pueden purificarse por destilación, en oposición a los disolventes orgánicos, por lo que se emplean exclusivamente procedimientos de purificación complicados tales como adsorción-filtración, precipitación-filtración, recristalización, etc. Por el procedimiento de adsorción-filtración con empleo de carbono activado como se describe en la Patente de los Estados Unidos 2.871.093, las impurezas ionizables no pueden separarse en modo alguno. Asimismo, el proceso de precipitación-filtración que utiliza una diferencia de solubilidad puede separar sólo impurezas que tengan un grado de solubilidad bajo. Adicionalmente, el procedimiento de recristalización presenta diversos inconvenientes tales como que la separación de las impurezas es imperfecta, que queda una gran cantidad de disolvente inorgánico en las aguas madres

y que la proporción de recuperación es baja, y dichos defectos hacen que este procedimiento sea impracticable.

En la purificación de disolventes orgánicos, se emplea usualmente la destilación. En este procedimiento, sin embargo, puede producirse una pérdida de disolvente por la descomposición del disolvente per se. Adicionalmente, el procedimiento presenta un defecto en el sentido de que puede consumirse una cantidad grande de energía debido a un punto de ebullición elevado del disolvente o a la contaminación con compuestos azeotrópicos. Por esta razón, se ha hecho preciso un procedimiento de purificación menos costoso y más eficiente.

Teniendo presente tal situación, los autores de la invención realizaron un estudio intensivo a fin de eliminar tales inconvenientes. Como resultado, se ha encontrado que, en la cromatografía en fase líquida en la que se utiliza un agente de relleno de un polímero constituido por una o más clases de monómeros de tipo éster que contienen al menos un doble enlace polimerizable y al menos una unidad de óxido de etileno esencialmente por cada molécula o un polímero constituido por tales monómeros y una o más clases de monómeros que contienen al menos un doble enlace polimerizable por cada molécula, los disolventes de las fibras exhiben un comportamiento particular frente a dicho agente de relleno en comparación con los compuestos orgánicos, los compuestos inorgánicos y los polímeros de peso molecular bajo. Al aplicar este descubrimiento a la purificación de disolventes de fibras que contienen impurezas orgánicas o inorgánicas, se ha encontrado que las impurezas orgánicas o inorgánicas que coexisten en el disol

vente de las fibras se pueden separar con alta eficiencia. La presente invención se ha desarrollado sobre la base de este descubrimiento.

5 El objeto principal de la presente invención, por consiguiente, es proporcionar un procedimiento excelente para la purificación de un disolvente de fibras acrílicas que contiene impurezas.

10 Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento que permitirá la eliminación fácil y perfecta de las impurezas de un disolvente de fibras que contiene dichas impurezas, sin basarse en operaciones tales como recristalización, filtración, destilación, etc.

15 Otro objeto de la presente invención es restringir diversas reacciones secundarias que pueden tener lugar en el procedimiento de purificación a un mínimo y evitar la descomposición y desnaturalización del disolvente de las fibras, purificando así el disolvente con una eficiencia elevada.

20 Otros objetos de la presente invención resultarán evidentes a partir de la siguiente exposición concreta de la misma.

25 Los objetos arriba mencionados de la presente invención pueden conseguirse alimentando un disolvente de fibras acrílicas que contiene impurezas o una solución acuosa del mismo a una capa compactada de un polímero constituido por una o más clases de monómeros de tipo éster que contienen al menos un doble enlace polimerizable y al menos una unidad de óxido de etileno esencialmente por cada molécula, o un polímero constituido por tales monómeros y una
30 o más clases de monómeros que contienen al menos un doble

enlace polimerizable por cada molécula para hacer que dicha capa retenga las impurezas y el disolvente de las fibras, hacer pasar un eluyente a través de dicha capa compactada eluyendo así las impurezas junto con el eluyente y hacer pasar una cantidad adicional del eluyente para separar así un producto eluido que contiene el disolvente de las fibras.

En la presente invención, cuando un disolvente de las fibras que contiene impurezas tales como compuestos de peso molecular bajo de los polímeros formadores de fibras y compuestos orgánicos o inorgánicos incorporados en el disolvente por mezclado se lleva como alimentación a dicha capa compactada para hacer que dicha capa retenga las impurezas y el disolvente de las fibras y después de ello se hace pasar un eluyente a través de dicha capa compactada, en primer lugar se eluyen las impurezas que incluyen los polímeros de peso molecular bajo, etc., y posteriormente se eluye el disolvente de las fibras. Por esta razón, después que se han eluido las impurezas junto con el eluyente, se separa y recoge el producto eluido que contiene el disolvente de las fibras. De este modo, el disolvente de las fibras puede purificarse fácilmente con una eficiencia alta.

El fenómeno de la elución posterior del disolvente de las fibras con respecto a la de las impurezas coexistentes, se supone que es debido no sólo a la diferencia entre los tamaños de las moléculas del soluto, sino que también es el resultado de interacciones complicadas entre dicha diferencia y el poder adsorbente ejercido por el agente de relleno.

En la práctica de la presente invención, como un procedimiento mas concreto, se emplea (1) un procedimiento en el que la curva de elución de una columna rellena con el agente de relleno constituido por el polímero especificado arriba mencionado se obtiene previamente y el producto eluido se separa sobre la base de la curva así obtenida de acuerdo con el tiempo de elución o con la cantidad de producto eluido, o bien (2) un procedimiento en el que los solutos contenidos en el producto eluido se analizan consecutivamente por un método de análisis adecuado y el producto eluido que contiene el soluto deseado se separa directamente con referencia a los resultados analíticos. Como medio para analizar las concentraciones de los componentes respectivos contenidos en el producto eluido, son adecuados análisis no destructivos tales como la determinación de la intensidad de absorción de los rayos ultravioleta, la conductividad eléctrica, el índice de refracción, el calor diferencial, la concentración de ion hidrógeno, el grado de coloración, etc. Cuando las circunstancias lo requieren, se pueden utilizar dos o más métodos analíticos en combinación. Para la realización de estos análisis, puede emplearse de modo particularmente ventajoso el análisis en línea.

Los polímeros específicos utilizados como agentes de relleno en la presente invención son polímeros constituidos por una o más clases de monómeros de tipo éster que contienen al menos un doble enlace polimerizable y al menos una unidad de óxido de etileno ($-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$) esencialmente por cada molécula o polímeros constituidos por tales monómeros y una o más clases de monómeros que contienen al

menos un doble enlace polimerizable por cada molécula, y los polímeros son hidrofílicos e insolubles en los disolventes de las fibras y en los eluyentes, y pueden tener reticulaciones introducidas, si se requiere. Como los monómeros de tipo éster que constituyen tales polímeros, se utilizan preferiblemente productos de adición con óxido de etileno de ácidos monocarboxílicos insaturados alifáticos tales como ácido acrílico, ácido metacrílico, etc.; y ácidos dicarboxílicos insaturados alifáticos tales como ácido itacónico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido citracónico, ácido mesacónico, ácido glutacónico, etc. o ésteres de estos ácidos con etilenglicol. Como ejemplos concretos de tales polímeros pueden mencionarse un polímero constituido por (met)acrilato de etilenglicol y di(met)acrilato de etilenglicol, un polímero constituido por poli(met)acrilato de etilenglicol y di(met)acrilato de etilenglicol, un polímero constituido por (met)acrilato de etilenglicol y poli(di(met)acrilato de etilenglicol), un polímero constituido por di(met)acrilato de etilenglicol y éster del ácido (met)acrílico, un polímero constituido por poli(di(met)acrilato de etilenglicol) y éster del ácido (met)acrílico, un polímero constituido por poli((met)acrilato de etilenglicol) y divinilbenceno, un polímero constituido por poli((met)acrilato de etilenglicol), nitrilo acrílico y poli((met)acrilato de etilenglicol), etc.

Los disolventes de las fibras que pueden purificarse de acuerdo con el procedimiento de la presente invención incluyen disolventes bien conocidos para fibras acrílicas tales como dimetilformamida, dimetilacetamida, sulfóxido de dimetilo, carbonato de etileno, γ -butirolactona, solu-

ciones acuosas de cloruro de zinc, soluciones acuosas de ácido nítrico, soluciones acuosas de tiocianatos, etc. Entre estos disolventes, los disolventes orgánicos pueden purificarse en una extensa gama de formas, es decir, desde estado anhidro hasta soluciones acuosas. En el caso de sales inorgánicas tales como tiocianatos, o mezclas de los mismos, se utiliza una solución acuosa de concentración generalmente superior a 0,1%, preferiblemente superior a 10% y lo más adecuadamente superior a 30%. En el caso de ácidos inorgánicos tales como ácido nítrico, se utiliza excepcionalmente una solución acuosa de pH superior a 1 para evitar la desnaturalización de la capa de relleno.

La cantidad de un disolvente de fibras o de su solución acuosa que contiene impurezas que se introducirá como alimentación en una columna rellena con el polímero especificado de acuerdo con la presente invención debe ser de 1 a 30%, preferiblemente de 3 a 15% basada en el volumen de la columna, en cada vez. Adicionalmente, cuando dicho disolvente de las fibras y un eluyente se introducen como alimentación en la columna alternativamente a intervalos de tiempo prescritos de un modo continuo, un producto eluido que contiene las impurezas y un producto eluido que contiene el disolvente de las fibras purificado fluirán alternativamente al exterior por la salida de la columna a intervalos de tiempo prescritos de un modo continuo. Por esta razón, dividiendo el producto eluido de acuerdo con cada sección, puede lograrse fácilmente la separación de las impurezas.

Como los eluyentes a utilizar en la presente in-

vención, se pueden mencionar el agua o disolventes polares que tengan un punto de ebullición bajo, tales como alcohol y acetona. Sin embargo, de acuerdo con el punto de vista de la eliminación de los vertidos residuales y de la economía, normalmente se utiliza agua como eluyente. Tales eluyentes pueden ajustarse en cuanto a su valor de pH cuando lo exija la ocasión. Asimismo, en algunos casos puede utilizarse una mezcla de dos o más eluyentes.

La cantidad del eluyente necesaria para la elución de las impurezas retenidas por la columna depende del tipo del agente de relleno compactado en la columna, de su densidad de compactación, del volumen de la columna, de la cantidad del disolvente de las fibras que contiene impurezas que ha de verse en la columna, de la clase de las impurezas y la temperatura del eluyente, y por consiguiente es difícil limitarla definitivamente. De todos modos, la cantidad a utilizar viene fijada por los medios analíticos empleados en cada caso. El caudal del eluyente debe variar dependiendo del tipo del agente de relleno a utilizar, de su densidad de compactación, de la temperatura del eluyente y las propiedades del disolvente de las fibras que contiene las impurezas, y es también difícil limitarlo definitivamente. En general, sin embargo, se emplea un valor comprendido dentro del intervalo de 0,1 a 10 ml/cm².min., preferiblemente de 0,5 a 5 ml/cm².min. Asimismo, la temperatura del eluyente o la temperatura del líquido en la columna depende de las propiedades de la solución del disolvente de las fibras que contiene las impurezas, las características de la columna, etc., y es difícil limitarla definitivamente, aunque generalmente se emplea una temperatura

comprendida entre 0° y 100°C, y preferiblemente entre 15° y 70°C.

5 Un tal procedimiento de purificación de acuerdo con la presente invención puede aplicarse ampliamente a la purificación de disolventes de fibras que contienen impurezas generadas o recuperadas o resultantes como subproductos en la síntesis de los disolventes de las fibras y en el procedimiento de producción de fibras, filamentos, películas, pasta de papel sintética, etc.

10 Los disolventes de fibras a recuperar contienen impurezas tales como polímeros de peso molecular bajo, polímeros solubles en agua, sales inorgánicas (cloruro de sodio, cloruro de calcio, nitrato de sodio, compuestos inorgánicos de tipo sulfóxido tales como sulfato sódico, etc.)
15 acrilonitrilo o sus derivados (sodio- β -sulfopropionitrilo, succinonitrilo, adiponitrilo, β, β' -oxidipropionitrilo, etc.), ácido acrílico, ácido metacrílico, ésteres de estos ácidos, acrilamida, N-metilolacrilamida, otros monómeros vinílicos, compuestos orgánicos de azufre, compuestos orgánicos de fósforo, compuestos orgánicos de tipo amina y sus sales, agentes dispersantes, plastificantes, óxidos metálicos blancos, agentes antiestáticos, agentes mejoradores de la susceptibilidad de tinción, agentes absorbedores de los rayos ultravioleta, tintes, pigmentos, compuestos
20 de quelación de metales, etc. Estas impurezas son responsables de diversas perturbaciones tales como disminución de la solubilidad del polímero, aumento de la viscosidad de la solución de hilado, obstrucción de filtros e hileras, rotura de los filamentos, empeoramiento de la calidad de los artículos textiles u otras (disminución de la blancura
30

o transparencia, variación de la susceptibilidad de tinción, etc.). Por la aplicación de la operación de purificación de acuerdo con la presente invención, tales impurezas pueden separarse y de este modo se pueden eliminar por completo los inconvenientes arriba mencionados.

Para la práctica del procedimiento de la presente invención industrialmente, es necesario tomar en consideración su economía. Por esta razón, las condiciones de operación prácticas deben establecerse con vistas principalmente a disminuir la cantidad del disolvente de las fibras que pase junto con el eluyente que contiene las impurezas. Así, no siempre es necesario reducir la cantidad de las impurezas en el disolvente de las fibras a cero, sino que es suficiente mantener las impurezas en una cantidad comprendida dentro del intervalo que no interfiera con el objeto de uso de dicho disolvente.

Como el disolvente de las fibras así purificado se ha diluido a aproximadamente 1/5 hasta 1/10 con el eluyente durante la operación de purificación, aquél está dispuesto para su reutilización después de hacerlo pasar a través de un procedimiento para separar el eluyente del disolvente o un procedimiento para concentrar el disolvente (usualmente se emplea destilación, pero en ciertas condiciones se puede utilizar la ósmosis inversa).

Los ejemplos siguientes se dan para una mejor comprensión de la presente invención, y en modo alguno limitan el alcance de la invención. Todas las partes y los porcentajes en el texto presente y en los ejemplos que siguen están expresadas en peso a no ser que se especifique otra cosa.

Ejemplo 1

Un polímero reticulado de dimetacrilato de etilenglicol y poli(dimetacrilato de etilenglicol) (Merckogel PGM-2000, diámetro de partícula 65-100 micras, E. Merck & Co. Inc.) que se había hinchado con agua, se introdujo como relleno en una columna que tenía un diámetro interior de 15 mm y una longitud de 26 cm de tal modo que el volumen vacío entre las partículas del gel resultó ser de 12 ml. Mientras que se mantenía la columna a 30°C, se introdujeron como alimentación en la columna 2 partes de una solución acuosa de sulfato sódico en concentración de 5% desde su extremo superior para hacer que la capa compactada del relleno retuviese el sulfato sódico. Después de ello, se hizo pasar agua pura a 30°C como eluyente a través de la columna a un caudal de 0,59 ml/cm². min. El producto eluido procedente de la columna se condujo a un refractómetro diferencial para construir la curva de elución que se muestra en la Fig. 1. En dicha figura se representa en ordenadas la concentración, y en abscisas el tiempo en minutos. Ulteriormente, de una manera similar, se construyeron las curvas de elución que se muestran en la Fig. 1 para soluciones acuosas al 5% de cloruro sódico y nitrato sódico y para una solución acuosa al 45% de tiocianato sódico, respectivamente. De la Figura 1, se dedujo claramente que eran necesarios 33 minutos para eluir las diversas impurezas con inclusión del sulfato sódico contenidas en 2 partes de la solución acuosa de tiocianato.

Sobre la base de la información así obtenida, 2 partes de una solución acuosa al 45% de tiocianato sódico que contenía como impurezas 5% de sulfato sódico, cloruro sódico y nitrato sódico, respectivamente, se introdujeron

5 como alimentación en la columna arriba mencionada para hacer que la capa de relleno retuviese las impurezas y el tiocianato sódico. Se introdujo luego agua pura a 30°C en la columna al caudal de 0,59 ml/cm².min. durante un período de 33 minutos para eluir todas las impurezas. Después de ello, se hizo pasar una cantidad adicional de agua pura al mismo caudal, y se separó y recogió un producto eluido que contenía tiocianato sódico. De este modo, se obtuvo una solución acuosa de tiocianato sódico que no contenía impurezas en absoluto.

Ejemplos 2 a 6

15 Después de introducir como alimentación 2 partes de las soluciones del disolvente de fibras que contenían impurezas que se muestran en la Tabla 1 en la misma columna del Ejemplo 1 desde su extremo superior, se siguió el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1 excepto que el caudal fue de 0,6 ml/cm².min, para preparar las respectivas curvas de elución. Por las curvas de elución así obtenidas, se encontró que se requerían respectivamente 33, 32, 20 21, 23 y 23 minutos para eluir las impurezas contenidas en las soluciones del disolvente de fibras.

25 Sobre la base de la información así obtenida, las soluciones del disolvente de fibras que contenían impurezas que se muestran en la Tabla 1 se sometieron al tratamiento de purificación del mismo modo que en el Ejemplo 1. En todos los casos, se obtuvo una solución del disolvente de fibras que no contenía impurezas en absoluto.

Tabla I

<u>Ejem</u> <u>plo</u>	<u>Solución del disol</u> <u>vente de fibras</u>	<u>Impurezas</u>
5	2 Solución acuosa de tiocianato sódico al 5%	Polietilenglicol 600, polietilenglicol 6000 y etilenglicol, en concentración de 0,1, respectivamente
	3 Solución acuosa 1 N de ácido nítrico	Sulfato sódico y sodio- β -sulfopropionitrilo, en concentración de 1%, respectivamente.
10	4 Solución acuosa de cloruro de zinc al 5%	Sulfato sódico en concentración de 1%
	5 Solución acuosa de dimetilformamida al 40%	Sulfato sódico en concentración de 1%
15	6 Solución acuosa de sulfóxido de dimetilo al 43%	Sulfito sódico en concentración de 1%

Ejemplo 7

20 Partículas (50-200 micras) de un polímero constituido por poli(metacrilato de etilenglicol) (23 moles), poli(dimetacrilato de etilenglicol) (14 moles) y nitrilo acrílico en la relación de 30:2:68 se hincharon con agua y se compactaron en una columna de 15 mm de diámetro interior y 30 cm de longitud, de tal modo que el volumen vacío

25 entre las partículas de gel resultó ser 27 ml. Luego, del mismo modo que en el Ejemplo 1, se introdujeron como alimentación en la columna una solución acuosa mezclada de sulfato sódico, cloruro sódico y nitrato sódico en concentración de 0,5% respectivamente y una solución acuosa de

30 tiocianato sódico en concentración de 20%, y se obtuvieron

las curvas de elución. Se encontró que eran necesarios 41 minutos para separar las impurezas arriba mencionadas contenidas en la solución acuosa de tiocianato sódico.

5 Sobre la base de la información así obtenida, se sometió al tratamiento de purificación la solución acuosa de tiocianato sódico que contenía las impurezas en las concentraciones arriba mencionadas, y se obtuvo una solución acuosa de tiocianato sódico que no contenía impurezas en absoluto.

10

15

REIVINDICACIONES

20 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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

25 1ª.- Un procedimiento para purificar un disolvente de fibras acrílicas que contiene impurezas caracterizado por introducir como alimentación un disolvente de fibras acrílicas que contiene impurezas o una solución acuosa del mismo en una capa compactada de un polímero constituido por una o más clases de monómeros de tipo éster que contienen al menos un doble enlace polimerizable y al menos una 30 unidad de óxido de etileno esencialmente por cada molécula

o un polímero constituido por tales monómeros y una o más clases de monómeros que contienen al menos un doble enlace polimerizable por cada molécula para hacer que dicha capa retenga las impurezas y el disolvente de las fibras, hacer
5 pasar un eluyente a través de dicha capa compactada eluyendo así las impurezas junto con el eluyente, y hacer pasar una cantidad adicional del eluyente para separar así un producto eluido que contiene el disolvente de las fibras.

2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª en el que la cantidad de un disolvente de fibras acrílicas o de su solución acuosa que contiene impurezas a introducir como alimentación en la capa compactada cada vez es de 1 a 30% basada en el volumen de la capa compactada.

3ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2ª, en el que dicha cantidad es de 3 a 15% basada en el volumen de la capa compactada.

4ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª en el que el monómero de tipo éster es un aducto con óxido de etileno de un ácido monocarboxílico insaturado alifático o un éster del ácido con etilenglicol.

5ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4ª en el que el ácido monocarboxílico es ácido acrílico.

6ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4ª en el que el ácido monocarboxílico es ácido metacrílico.

7ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª en el que el monómero de tipo éster es un aducto con óxido de etileno de un ácido dicarboxílico insaturado alifático o un éster de dicho ácido con etilenglicol.

5 8ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7ª en el que el ácido dicarboxílico se selecciona del grupo constituido por ácido itacónico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido citracónico, ácido mesacónico y ácido glutacónico.

9ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª en el que el eluyente es agua.

10 10ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª en el que el eluyente se hace pasar a través de la capa compactada a un caudal de 0,1 a 10 ml/cm².min. por unidad de área de la sección transversal de la capa.

11ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10ª en el que el caudal es de 0,5 a 5 ml/cm².min.

15 12ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª en el que el eluyente tiene una temperatura de 0 a 100°C cuando pasa a través de la capa.

13ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12ª en el que dicha temperatura es de 15 a 70°C.

20 14ª.- "UN PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR UN DISOLVENTE DE FIBRAS ACRILICAS".

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

25

30

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

Madrid, 30. NOV. 1976

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder

5

10

15

20

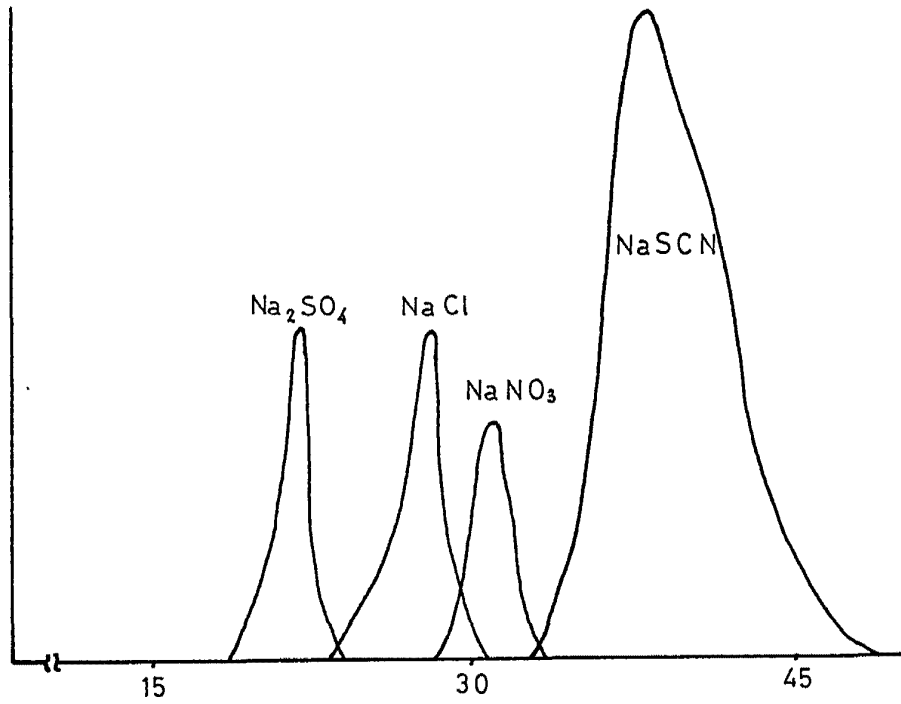
25

30

MEB.-



FIG.-1



Alberto de Elizaburu
Por Poder,
[Signature]