



ESPAÑA

7 JUN 1979
COMERCIAL

10 ES	11 402352	10 AI
21	FECHA DE PRESENTACION	
22	14 SET. 1977	

PATENTE DE INVENCION

19 PRIORIDADES:	22 FECHA	23 PAIS
21 NUMERO		
P 26 41 414.2	15 de Septiembre de 1976	República Federal Alemana

47 FECHA DE PUBLICACION	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C 07 C / 1 / 07 D	

64 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA EVAPORACION DE CICLOHEXANONOXIMAS

71 SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk República Federal Alemana

72 INVENTOR (ES)
Otto Immel, Bernd-Ulrich Kaiser, Hans-Helmut Schwarz, Klaus Starke

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
Gomez-Acebo

La ϵ -caprolactama se puede obtener a partir de ciclohexanonoximas por transposición de la ciclohexanonoxima en fase gaseosa en catalizadores sólidos, por ejemplo, catalizadores de óxido de boro. Para este procedimiento la ciclohexanonoxima ha de estar en fase gaseosa. Sin embargo es imposible evaporar las ciclohexanonoximas sin descomposición parcial. El vapor de ciclohexanonoxima contiene por regla general productos de descomposición en una cantidad que influencian perjudicialmente la calidad de la ϵ -caprolactama obtenida por transposición y se forman incrustaciones en los evaporadores.

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la evaporación de ciclohexanonoximas que se caracteriza porque las ciclohexanonoximas se evaporan en presencia de un gas inerte a una presión superior a la atmosférica de como mínimo 300 Torr y a 110° hasta 160°C, preferentemente 120° hasta 140°, gobernándose la temperatura de evaporación por la presión del gas inerte o bien por la proporción en peso entre la ciclohexanonoxima y el gas inerte.

Si se observan estas condiciones la ciclohexanonoxima se evapora casi totalmente, no se forman incrustaciones en el evaporador ni prácticamente descomposición alguna. Las condiciones indicadas son críticas ya que las ciclohexanonoximas se descomponen a una presión superior a la atmosférica inferior a 300 Torr, a una temperatura inferior a 110°C se presentan incrustaciones y a una temperatura superior a 160° se presenta asimismo descomposición y un destacado descoloreamiento.

Como gas inerte tiene preferencia el nitrógeno. Para la evaporación se le puede agregar agua a la ciclohexanonoxima en una cantidad hasta un 10 % en peso, basado en la oxima y como dispositivo evaporador se emplean preferentemente evaporadores de película descendente con circulación forzada o aparatos similares.

El dibujo acompañante (Figura 1) muestra un gráfico del

que se desprenden las condiciones preferentes para el procedimiento. En la absisa se ha registrado la sobrepresión en Torr (= mm Hg) y en la ordenada la proporción de la cantidad de gas inerte N_2 en metros cúbicos normales (Nm^3) con relación a la cantidad de ciclohexanonoxima en kilogramos. Las líneas 1 a 4 dibujadas en el diagramas significan las temperaturas de evaporación. La línea 1 corresponde a una temperatura de $160^{\circ}C$, la línea 2 a $140^{\circ}C$, la línea 3 a $120^{\circ}C$ y la línea 4 a $110^{\circ}C$. El margen operacional del procedimiento está situado entre las líneas 1 y 4, el margen preferente entra las líneas 2 y 3. El gráfico muestra la cantidad de gas inerte necesario por unidad en peso de ciclohexanonoxima para cualquier sobrepresión y temperatura dadas.

Ejemplo 1

200 kg/h de ciclohexanonoxima con un contenido en agua de un 7,6 % en peso se introducen en un evaporador de película de caída. El evaporador tiene circulación forzada y se circulan en total unos 2000 kg/h. A través del evaporador de película descendente se conducen por kg de ciclohexanonoxima $6 m^3$ de nitrógeno. La sobrepresión es de 450 mm Hg y la temperatura al pié del evaporador de $130^{\circ}C$.

La ciclohexanonoxima evaporada se transpone en fase gaseosa en un catalizador de ácido bórico a caprolactama. Del circuito forzado del evaporador de película descendente se extraen por hora 1,5 kg de ciclohexanonoxima. El ensayo se continuó durante varias semanas sin interrupción alguna y sin que en el evaporador se apreciaran incrustaciones.

Ensayos comparativos

1. Se repite el ensayo según el ejemplo 1 excepto que por kg de ciclohexanonoxima se alimentan $18 m^3$ de nitrógeno. La sobrepresión es de 450 mm Hg, pero la temperatura solo de $105^{\circ}C$. La instalación

se llena de incrustaciones después de pocos días.

5 2. Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que por kg de ciclohexanonoxima solo se agrega 1 m³ de nitrógeno. La temperatura subió a 165°C, se presentó fuerte descoloreación en la ciclohexanonoxima evaporada y la caprolactama obtenida de esta por transposición era de mala calidad, bajando el rendimiento en aproximadamente un 5 %.

10 3. Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que la sobrepresión se reduce a 50 mm Hg y por kg de ciclohexanonoxima se introducen 4 m³ de nitrógeno. La ciclohexanonoxima evaporada estaba fuertemente descoloreada así como también la caprolactama obtenida de ésta por transposición.

15 Descarta suficientemente la naturaleza del invento, así como la forma de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

Reivindicaciones

15 1.- Procedimiento para la evaporación de ciclohexanonoximas, caracterizado porque las ciclohexanonoximas se evaporan en presencia de un gas inerte a una presión superior a la atmosférica de como mínimo 300 Torr y la temperatura de evaporación se mantiene en la zona entre 110° y 160° C mediante ajuste de la presión del gas inerte y/o mediante ajuste de la proporción entre la ciclohexanonoxima y el gas inerte.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la presión se mantiene en la zona de 120 hasta 140° C.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la ciclohexanonoxima contiene hasta un 10 % en peso de agua, basado en la oxima.

15 3.- Procedimiento para la evaporación de ciclohexanonoxinas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria. Y en los dibujos adjuntos.

La presente memoria consta de 5 hojas escritas a máquina por una sola cara.

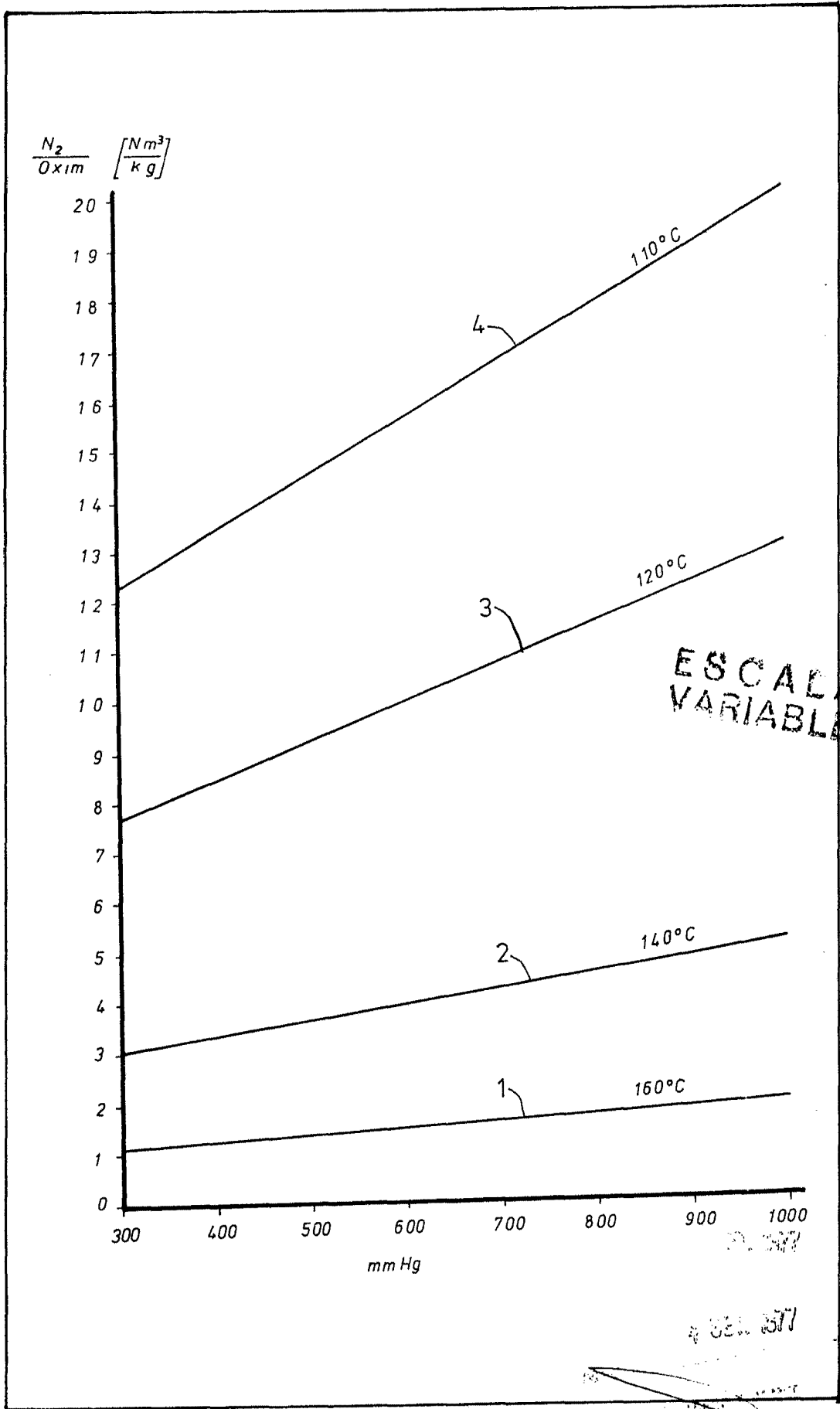
Madrid,

14 SET. 1977

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMEU
p. p. Firmados J. Suarez Diaz





23. 1977
 23. 1977