



17 ABR 1978
CONGREGADA

ES 462353 A1
FECHA DE PRESENTACION
14 SET 1977

PATENTE DE INVENCION

462353

30 PRIORIDADES:	31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
	P. 26 41 468.8	15 de Septiembre del 1976	República Federal Alemana

47 FECHA DE PUBLICACION	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D	

64 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE ϵ -CAPROLACTAMA

71 SOLICITANTE (ES)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk República Federal Alemana

72 INVENTOR (ES)
Harry Danziger, Otto Immel, Bernd. Ulrich Kaiser, Guido Rampart, Hans-Helmut Schwarz

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
Gomez-Acebo

Para la purificación y mejora del color, la ϵ -caprolactama ha sido tratada con permanganato potásico. Por lo general se agrega el permanganato como solución acuosa a una solución acuosa de la caprolactama, de manera que durante la purificación oxidativa se presenta una solución acuosa, diluida. Se le da considerable importancia a la presencia de agua en cantidad adecuada. Hasta se han agregado lactamas hidrosolubles durante el tratamiento de lactamas insolubles en agua con objeto de obtener un medio acuoso.

Sin embargo, el tratamiento de las soluciones acuosas diluidas de caprolactama con permanganato potásico va acompañado de un coloreamiento amarillo que ya no se puede eliminar por la cristalización de los disolventes mencionados. Por lo general se obtienen índices de color generales del orden de 250. El coloreamiento amarillo se evita mediante el procedimiento de la presente invención. Se trata de un procedimiento para la purificación de ϵ -caprolactama mediante tratamiento con permanganato potásico y cristalización, que se caracteriza porque la ϵ -caprolactama se trata en presencia de un 0,01 hasta 5 % en peso de agua, referido a la caprolactama, con permanganato potásico y a continuación se cristaliza en tolueno, benceno, etilbenceno o xileno. Por lo general, la caprolactama a purificar, que se puede haber sometido a una extracción y/o cristalización, primeramente se deshidrata, después se agrega permanganato potásico, preferentemente como solución acuosa concentrada, siendo el contenido en agua de la mezcla de un 0,01 hasta 5 % en peso y ajustando la cantidad del permanganato potásico de manera que esté a 80°C totalmente reducido en 5 minutos. Por lo general se precisan para ello cantidades de un 0,05 hasta 0,1 % en peso, referido a la caprolactama. Terminada la reacción se agrega benceno, etilbenceno o xileno, preferentemente, sin embargo, tolueno, la ϵ -caprolactama se disuelve en éste y se cristaliza. El producto cristalizado está, después de lavar y secar, por lo

5 general suficientemente limpio para la polimerización a continuación. Tiene un punto de solidificación superior a 69° , un índice de color alrededor de 5, un contenido en bases volátiles de 0,3 miliequivalentes por kilogramo (mEq/kg) o menos, un índice UV de 95 y un índice de permanganato de >40.000 . En particular es completamente incolora como queda indicado por el índice de color.

Ejemplo 1

10 200 g de cristales de caprolactama, obtenidos de caprolactama cruda de la transposición en fase gaseosa de ciclohexanonoxima por extracción con tolueno y cristalización en tolueno, se funden y a continuación se agita durante 30 minutos a 80°C con 2 g de una solución acuosa al 10 % de permanganato potásico. Después se agregan 86 g de tolueno, se filtra y enfriando lentamente a 20°C se cristaliza. La pasta cristalina obtenida se filtra, se hace una pulpa con
15 tolueno y se centrifuga. Las características de la ζ -caprolactama obtenida después de secar son las siguientes:

Punto de solidificación	69,10 $^{\circ}\text{C}$
Indice de color seg. Hazen	5
20 Contenido en bases volátiles (expulsables con NaOH; aminas)	0,15 mEq/kg
Indice UV	95
Indice permanganato	>40.000

Ejemplo 2

25 200 g de cristales de caprolactama, obtenidos por cristalización de ζ -caprolactama obtenida por descomposición de poli- amida, con las siguientes características:

Punto de solidificación	69,00 $^{\circ}\text{C}$
Indice de color	200

Bases volátiles	2,0 mEq/kg
Indice UV	10
Indice permanganato	600

se tratan según el ejemplo 1 y se elabora. Las características de la

5 Σ -caprolactama resultante eran como sigue:

Punto de solidificación	69,10°C
Indice de color	5
Bases volátiles	0,25 mEq/kg
Indice UV	95
10 Indice permanganato	>40.000

Ejemplo 3

Caprolactama producida por transposición según Beckmann se extrajo con tolueno. 2000 g de tolueno/extracto de caprolactama (80 % en peso de tolueno) se concentraron a 600 g. Esta solución se agitó durante 30 minutos a 80°C con 1 g de solución acuosa al 10 % de permanganato potásico. La ulterior elaboración según el ejemplo 1 dio una caprolactama de las siguientes características

Punto de solidificación	69,10°C
Indice de color	5
20 Bases volátiles	0,10 mEq/kg
Indice UV	98
Indice permanganato	>40.000

Ejemplo 4

25 200 g de caprolactama pura se mezcló con 100 ppm de caprolactama deshidratada. La mezcla tenía un índice permanganato de 1000. Se trató según el ejemplo 1 y se elaboró. Se obtuvieron en la Σ -caprolactama las siguientes características:

Punto de solidificación	69,10°
-------------------------	--------

Indice de color	5
Bases volátiles	0,15 mEq/kg
Indice UV	98
Indice permanganato	> 40.000

5 Ejemplo comparativo 1

Como ejemplo comparativo, 200 g de caprolactama de la etapa de cristalización en bruto de la transposición catalítica se disolvieron en agua y a continuación se agitó con 2 g de solución acuosa al 10 % de permanganato potásico durante 30 minutos a 80°C. La solución de caprolactama se filtró y se destiló hasta estar libre de agua. La caprolactama así aislada se mezcló con 86 g de tolueno y lentamente se enfrió de 60°C a 20°C. La pulpa de cristal se siguió entonces elaborando como en el ejemplo 1. Se obtuvo una caprolactama de las siguientes características:

15	Punto de solidificación	69,00°C
	Indice de color	250

Ejemplo comparativo 2

Hasta la deshidratación de la caprolactama se procedió según el ejemplo comparativo 1. La caprolactama anhidro se mezcló con 86 g de tolueno y 2 g de carbón activo y se agitó durante 10 minutos a 60°C. Después, el carbón activo se separó por filtración y la caprolactama se cristalizó del filtrado. La pulpa de cristal se elaboró como en el ejemplo 1. Se obtuvo una caprolactama con las siguientes características:

25	Punto de solidificación	69,10°C
	Indice de color	50

Ejemplo comparativo 3

200 g de caprolactama pura se mezcló con 100 ppm de lactama deshidratada y como comparación con el ejemplo 4 se oxidó según el ejemplo comparativo 1 y se purificó. Se obtuvo una caprolactama de las siguientes características:

5	Punto de solidificación	69,06°C
	Indice de color	10
	Bases volátiles	0,3 mEq/kg
	Indice UV	86
	Indice permanganato	30.000

10

Descrita 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.

15

Reivindicaciones

1.- Procedimiento para la purificación de ξ -caprolactama, caracterizado porque la ξ -caprolactama impura se trata con permanganato potásico en presencia de 0,01 hasta 5 % en peso de agua, calculado sobre la ξ -caprolactama, y a continuación se cristaliza en tolueno, benceno, etilbenceno o xileno.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la ξ -caprolactama se cristaliza en tolueno.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque está presente de un 0,05 hasta 0,1 % en peso de agua, calculado sobre la ξ -caprolactama presente.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la cantidad de permanganato potásico se controla de manera que quede totalmente reducida en 5 minutos a una temperatura de 80°C.

5.- Procedimiento para la purificación de ξ -caprolactama tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

La presente Memoria consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 SET. 1977

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO

por el Firmado: J. Suarez Diaz