



ESPAÑA

10 ES	11 21	NUMERO <b>462355</b>	10 AI
	22	FECHA DE PRESENTACION <b>14 SET. 1977</b>	

462,355.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO P 26 41 454.0	15 de Septiembre de 1976	República Federal Alemana

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07D	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE $\epsilon$ -CAPROLACTAMA
---

71 SOLICITANTE (S) BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Leverkusen-Bayerwerk República Federal Alemana
---

72 INVENTOR (ES) Harry Danziger, Ludwig Deibele Bernd-Ulrich Kaiser
--

73 TITULAR (ES)
-----------------

74 REPRESENTANTE Gomez-Acebo
---------------------------------

20 JUL. 1978

UNE A-4 MOD. 3106

UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

*Q*

Ya es conocido que la caprolactama en bruto se puede purificar por cristalización en tolueno. Esto se realiza con  $\epsilon$ -caprolactama de distintos orígenes, por ejemplo, por la transposición según Beckmann de ciclohexanonoximas con oleum, por la transposición de ciclohexanonoximas en fase gaseosa en presencia de catalizadores de ácido bórico, por la descomposición de poliamidas o por otros procesos de obtención. Después de cristalizar en tolueno, la caprolactama se puede purificar ulteriormente por destilación si es que se desea un grado excepcionalmente alto de pureza.

La destilación de la  $\epsilon$ -caprolactama es muy difícil y en la mayoría de los casos exige un alto vacío y aditivos tales como hidróxido sódico. La adición de hidróxido sódico implica unos residuos que no se pueden seguir procesando y que constituyen una pérdida de material. Existe por lo tanto una necesidad urgente para evitar la destilación de la caprolactama.

Si la  $\epsilon$ -caprolactama se cristaliza en un disolvente y se intenta destilar los residuos del disolvente (tal como tolueno) de la caprolactama, se obtiene un producto de baja calidad. Por ejemplo se enturbia al mezclar con agua y tampoco la adición de agua durante la destilación del disolvente orgánico aporta mejora alguna.

Tampoco han tenido éxito los intentos de retirar los residuos de disolventes orgánico mediante secado de los cristales de la caprolactama en una corriente de nitrógeno o de aire (20 - 60°C, 10 - 760 mm Hg de presión). La caprolactama obtenida de esta manera tenía un olor desagradable.

La presente invención pone a disposición un procedimiento para retirar los residuos de disolventes orgánicos de  $\epsilon$ -caprolactama cristalizada en dos etapas. En la primera etapa se retira la mayor parte del disolvente por destilación en presencia de agua (que se añade o que ya está contenida en la caprolactama) en una cantidad

de manera que el residuo obtenido en la primera etapa contenga de un 0,5 hasta 6 % en peso y en la segunda etapa el agua y los residuos que aún quedan se retiran entonces por destilación.

5 Mediante este procedimiento se evita la destilación de la  $\epsilon$ -caprolactama. La caprolactama finalmente obtenida tiene excelentes características. El procedimiento se puede aplicar a  $\epsilon$ -caprolactama de origen arbitrario, siempre que contenga un disolvente orgánico en cantidades de preferentemente un 0,1 hasta 10 % en peso. Los disolventes empleados son generalmente benceno, xileno o etilbenceno, 10 teniendo sin embargo preferencia el tolueno.

Las cantidades de agua agregada ascienden aproximadamente a un 0,5 hasta 3 partes en peso, calculado sobre el peso del disolvente orgánico. En la primera etapa el procedimiento se realiza preferentemente de manera que la concentración de disolvente en el 15 producto de pie obtenido en la primera etapa sea inferior a un 0,1 %.

La primera etapa del procedimiento exige generalmente una presión de 100 a 760 Torr y la segunda etapa una presión de 10 hasta unos 100 Torr.

20 En los ejemplos a continuación los porciendos son % en peso.

#### Ejemplo 1

4 partes en peso de agua se agregan a 100 partes en peso de una mezcla de un 98 % de lactama y 2 % de tolueno, obtenida por purificación de caprolactama en bruto por extracción con tolueno 25 y cristalizar dos veces en tolueno. Esta caprolactama en bruto se obtuvo por transposición en fase gaseosa de ciclohexanonóximas en presencia de un catalizador conteniendo ácido bórico. Después de la adición anteriormente indicada de 4 partes en peso de agua a la mezcla de lactama y tolueno, la mezcla se pasa a través de un evaporador horizontal

de trabajo continuo (primera etapa).

A una presión de 300 Torr y a una temperatura en el pié de 135°C el producto del pié del evaporador contenía un 1,8 % de agua y restos de tolueno (menos de 100 ppm).

5 El producto del pié se traslada a un segundo evaporador horizontal (segunda etapa) que se opera a 12 Torr y a una temperatura en el pié de 150°C.

El producto del pié obtenido era lactama pura que presentaba las siguientes características:

10 p.f. 69,10°C Índice UV 95

#### Ejemplo 2

15 100 partes en peso de una mezcla de un 90 % de lactama y 10 % de tolueno, obtenida por realización de la transposición según Beckmann de ciclohexanonoxima en oleum seguido de neutralización con  $\text{NH}_3$ , extracción con tolueno y concentración preliminar se secan en dos etapas bajo las condiciones indicadas en el ejemplo 1, después de agregar 10 partes en peso de agua.

El producto del pié de la primera etapa contenía un 1,6 % de agua.

20 El producto secado se destiló en alto vacío bajo adición de un 2 % de NaOH.

Características: p.f. 69,10°C, Índice UV 94

#### Ejemplo 3

25 100 partes en peso de una mezcla de lactama análoga a la del ejemplo 2, pero conteniendo benceno en lugar de tolueno, se deshidrata como indicado en el ejemplo 1 después de la adición de 6 partes en peso de agua, pero con la diferencia de que en la primera etapa la presión fué de 360 Torr y la temperatura del pié de 130°C.

El contenido en agua en la primera etapa era de un 2 %.

El producto deshidratado se destiló como en el ejemplo 2.

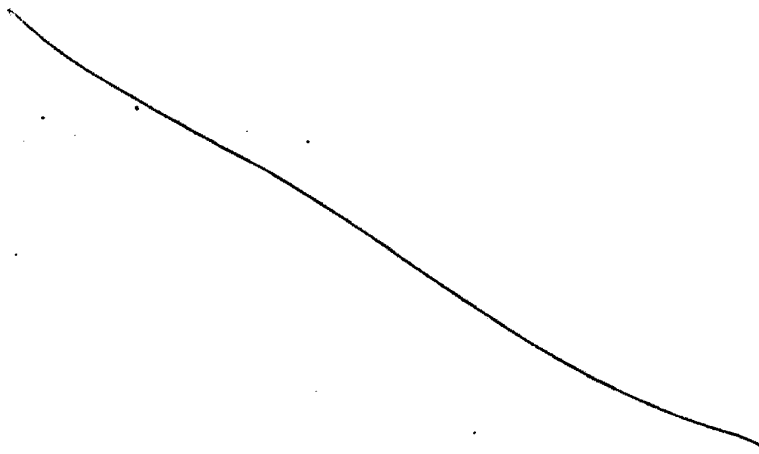
5 Características: P.f.  $69,10^{\circ}\text{C}$ . Índice UV 95

#### Ejemplo 4

10 100 partes en peso de una mezcla de un 98 % de lactama y un 2 % de tolueno, obtenida de la lactama en bruto resultante de la transposición según Beckmann de ciclohexanonoxima en oleúm seguido de neutralización con  $\text{NH}_3$ , extracción con tolueno y cristalización en tolueno, se deshidrató en manera análoga al ejemplo 1.

Características: P.f.  $69,10^{\circ}\text{C}$  Índice UV 98

15 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera 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

5 1.- Procedimiento para la purificación de  $\epsilon$ -caprolactama por eliminación de los residuos de disolvente de la  $\epsilon$ -caprolactama cristalizada, caracterizado porque en una primera etapa se retira la mayor cantidad de disolvente en presencia de suficiente agua para que el contenido de agua en el residuo de la primera etapa se encuentre dentro del margen de 0,5 hasta 6 % en peso, y en una segunda etapa se retiran el agua y los residuos del disolvente que quedan.


10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la primera etapa se realiza a una presión de 100 a 700 Torr, la segunda etapa a una presión de 10 a 100 Torr.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la  $\epsilon$ -caprolactama contiene inicialmente de un 0,1 hasta 10 % en peso de disolvente orgánico.

15 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la concentración del disolvente en el residuo de la primera etapa asciende a menos de un 0,1 % en peso.

20 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque de un 0,5 hasta 3 partes en peso de agua, calculado sobre cada parte en peso de disolvente, se agregan a la  $\epsilon$ -caprolactama antes de la primera etapa.

6.- Procedimiento para la purificación de  $\epsilon$ -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. GÓMEZ AGUDO Y POMBO

p. p. Firmador J. Suarez Diaz



pe