

- 5 DIC. 1978



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la Memoria adjunta.

NUMERO	470183 ^{A1}
FECHA DE PRESENTACION	24 MAYO 1978

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 27 24 361.4	28 de mayo de 1.977	República Federal Alemana.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D	
64 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE CAPROLACTAMA EN BRUTO.		
71 SOLICITANTE (S)		
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.		
72 INVENTOR (ES)		
Harry Danziger, Bernd-Ulrich Kaiser.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
GOMEZ ACEBO.		

El objeto de la invención es un procedimiento para la purificación de caprolactama en bruto, que contiene ácido, obtenida por transposición de oxima de ciclohexanona, que se caracteriza porque la caprolactama en bruto se mezcla con 0,8 hasta 2,0 equivalentes de una base, con lo que se ajusta un pH entre 4 y 11, 3 a 6 partes en peso de tolueno, referido a la caprolactama, y 2 hasta 10 partes en peso de agua, referido a los compuestos inorgánicos, con lo que en la fase acuosa se forman dos capas cuya capa superior contiene prácticamente todas las impurezas orgánicas, y esta capa superior se separa.

La transposición de la oxima de ciclohexanona a caprolactama ya es conocida. Aquí se trabaja bien en fase líquida con oleum como catalizador de transposición, o en fase gaseosa con catalizadores que contengan ácido bórico. La mezcla de la transposición con oleum contiene en la mayoría de los casos 1 a 2 moles de ácido sulfúrico por mol de caprolactama. Debido a la volabilidad del ácido bórico contiene el producto obtenido en la fase gaseosa en la mayoría de los casos 0,05 hasta 5 moles-% de ácido bórico.

En la publicación alemana DAS 1.031.308 se describe un procedimiento para la purificación de caprolactama a partir de la transposición en oleum. A la mezcla de reacción neutralizada de la transposición se le agregan 1 a 10 partes en peso de benceno, referido a la lactama, de esta manera se extrae la caprolactama y se obtiene una solución bencénica de lactama que se puede separar destilativamente. Todas las impurezas se quedan en la fase acuosa, presentándose el problema de seguir elaborando esta fase acuosa.

Esta dificultad se evita mediante el procedimiento de la presente invención. A la caprolactama en bruto que con-

tiene ácido se le agrega primeramente una base, especialmente hidróxido hidróxido alcali ó amoniaco, especialmente hidróxido sódico o hidróxido potásico. Los hidróxidos de alcali se pueden emplear sólidos o como solución acuosa. El amoniaco se emplea por lo general como solución acuosa. Aquí se emplea una cantidad de manera que el pH se ajuste entre 4 a 11, precisandose para ello 0,8 hasta 2,0 equivalentes de base, referido al ácido en la caprolactama en bruto. Después se agregan 3 a 6 partes en peso de tolueno, referido a la cantidad de caprolactama y 2 a 10 partes en peso de agua, referido a los compuestos inorgánicos, se mezcla y se espera hasta que se separen la fase toluénica y la fase acuosa. Se observa primeramente que se forman dos fases, una fase de tolueno y una fase de agua, pero la fase acuosa se compone de dos capas. La capa superior se compone hasta en un 50% en peso de impurezas orgánicas, el resto es agua, lactama y tolueno en huellas. La presencia de esta capa es totalmente inexplicable, desde luego no se trata de una verdadera tercera fase. Esta capa es líquida y se puede separar fácilmente, por ejemplo, por un sifón. Por lo tanto se separar primeramente la capa toluénica y la fase acuosa se separa en las dos capas obteniendose una fase toluénica de la que se puede aislar la caprolactama pura por destilación o cristalización, una capa acuosa, que contiene las impurezas orgánicas y que se puede destruir o reciclar, y una capa acuosa que, según el procedimiento de partida, contiene ácido sulfúrico o ácido bórico, o bien sus sales, y que asimismo se puede procesar por cristalización o bien destilación.

Para la realización del procedimiento es importante mantener las cantidades de alcali, las cantidades de agua y las cantidades de tolueno indicadas, ya que estas cantidades

son críticas.

EJEMPLO 1.-

5 1000 kg de lactama en bruto filtrada obtenida de la transposición en fase gaseosa de oxima de ciclohexanona en un catalizador que contiene ácido bórico, con un contenido de 6 kg de ácido bórico, se bombea con 4000 kg de tolueno, 4 kg de NaOH y 50 kg de agua a través de un mezclador estático y se separa en un recipiente separador. Se forman 4 kg de una capa central líquida que se extrae.

10 Esta capa central se compone de
2,0 kg de impurezas orgánicas,
1,8 kg de agua
0,2 kg de lactama y huellas de tolueno y componentes inorgánicos.

15 Los productos secundarios son compuestos teñidos muy oscuros, como alquitrán en forma anhídrido, de mal olor, que se pueden quemar.

20 De la fase orgánica se puede obtener, en caso dado después de un lavado con agua, por doble cristalización en solución toluénica una lactama con excelentes características.

De la fase acuosa cristaliza después de una concentración en borato sódico en cristales claros e incoloros.

EJEMPLO 2.-

25 A 1000 kg de producto de reacción de oxima de ciclohexanona y ácido sulfúrico, que contiene aproximadamente 570 kg de ácido sulfúrico y unos 430 kg de lactama se agregan 659 kg de una solución acuosa al 30% de NH_3 , 691 kg de agua y 1720 kg de tolueno, y se mezcla. Después de la separación se aíslan 0,2 kg de una capa central que contiene
30 44% de compuestos inorgánicos,

48% de agua

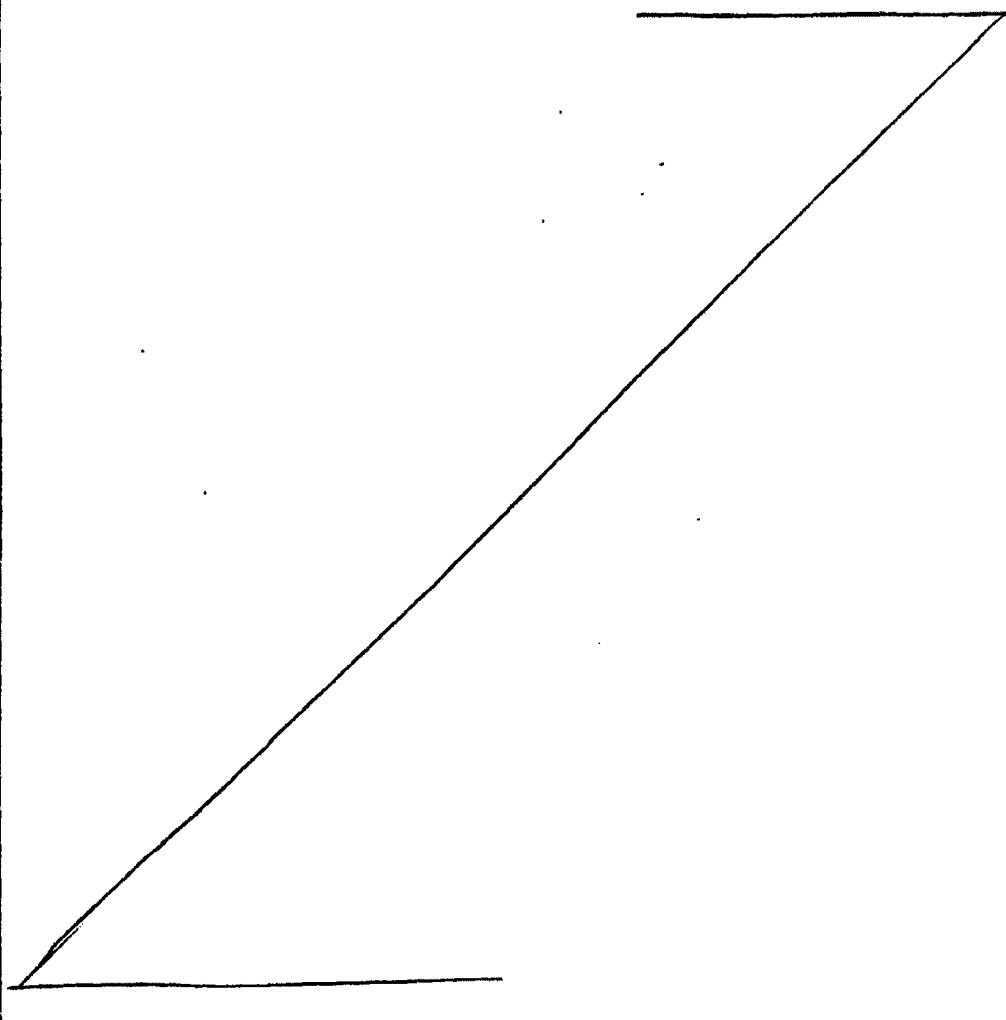
4% de lactama

2% de tolueno

2% de sulfato amónico.

5 De esta capa central se pueden recuperar destilativamente el tolueno y la lactama.

10 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 caprolactama en bruto que contiene ácido, obtenida de la transposición de oxima de ciclohexanona, caracterizado porque la caprolactama en bruto se combina con 0,8 hasta 2,0 equivalentes de una base, ajustándose un pH entre 4 y 11, 3 a 6 partes en peso de tolueno, referido a la caprolactama, y 2 a 10 partes en peso de agua, referido a los compuestos inorgánicos, formándose en la fase acuosa dos capas, de las cuales la superior contiene 10 prácticamente todas las impurezas orgánicas, y esta capa se separa.

2.- Procedimiento para la purificación de caprolactama en bruto, tal y como se describe en la presente Memoria.

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

Madrid, 24 MAYO 1978

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. M. GOMEZ AGELO Y POMBO
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz

