



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 359 791**

51 Int. Cl.:
C07D 201/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02712538 .4**

96 Fecha de presentación : **27.02.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1373201**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.01.2004**

54 Título: **Proceso para recuperar y purificar caprolactama a partir de un disolvente orgánico.**

30 Prioridad: **01.03.2001 NL 1017471**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
26.05.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
26.05.2011

73 Titular/es: **DSM IP ASSETS B.V.**
Het Overloon 1
6411 TE Heerlen, NL

72 Inventor/es:
Dsinter-De Hondt, Maria, Louisa, Christina;
Groot Zevert, Louise, Annemarie y
Lemmens, Joannes, Albertus, Wilhelmus

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 359 791 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para recuperar y purificar caprolactama a partir de un disolvente orgánico

La invención se refiere a un proceso para recuperar caprolactama a partir de una solución de caprolactama disuelta en un disolvente orgánico.

5 Un proceso de este tipo se describe por ejemplo en WO-A-9849140. Esta publicación de patente describe que la fase orgánica, que se obtiene sometiendo una mezcla de reordenación neutralizada de una solución de caprolactama en agua y una solución de sulfato de amonio en agua a extracción con benceno, se lava con agua (alcalina). El benceno se evapora subsiguientemente de la solución bencénica lavada mientras se añade el agua. Después de ello la solución de caprolactama en agua se trata ulteriormente. El último paso es la separación por destilación de caprolactama del agua. Una desventaja del proceso que se describe en WO-A-9849140 es que están implicadas pérdidas de caprolactama.

10 Soluciones que comprenden caprolactama disuelta en un disolvente orgánico del que debe recuperarse la caprolactama se encuentra generalmente en procesos para la preparación de caprolactama en los cuales ciclohexanona-oxima se convierte en caprolactama con ayuda de un ácido. Esta conversión se conoce como la transposición de Beckmann. Una base, preferiblemente amoníaco, puede añadirse a la mezcla de transposición de Beckmann, dando como resultado una mezcla de transposición de Beckmann neutralizada. La invención es lograr la conversión más completa posible de ciclohexanona-oxima en caprolactama en la transposición de la ciclohexanona-oxima así como aislar la caprolactama formada por la conversión de ciclohexanona-oxima tan completamente y con tanta pureza como sea posible de los productos de reacción de la conversión de una manera ambiental y económicamente razonable.

15 En la recuperación de la caprolactama a partir de soluciones de caprolactama en un disolvente orgánico, pueden producirse pérdidas de caprolactama en muchos puntos. Una primera causa principal de pérdidas importantes de caprolactama es la existencia de reacciones secundarias indeseables de los materiales de partida y materiales auxiliares y la caprolactama consigo mismos o unos con otros, tales como degradación u oligomerización. Una segunda causa de pérdidas de caprolactama es la pérdida que se produce durante la eliminación de las impurezas formadas por las reacciones secundarias e introducidas en el proceso por los materiales de partida y materias auxiliares. Compuestos inestables que pueden causar alteración del color pueden encontrarse entre tales impurezas. Ejemplos de impurezas conocidas son aldehídos o cetonas libres y sales de metales que catalizan la degradación y formación de color. También son importantes las impurezas que actúan como terminadores de cadenas, tales como ácidos o aminas monofuncionales o compuestos que forman tales sustancias en condiciones de polimerización.

20 El objeto de la presente invención es proporcionar un proceso en el cual la pérdida de caprolactama se reduce.

Este objeto se consigue de tal modo que el proceso comprende

- 25 a) lavar la solución con agua o una solución acuosa alcalina, dando como resultado una solución lavada que comprende caprolactama y disolvente orgánico y un residuo de lavado,
- 35 b) evaporar el disolvente orgánico de la solución lavada, dando como resultado el producto caprolactama,
- c) opcionalmente, hidrogenar el producto caprolactama,
- d) opcionalmente, evaporar agua del producto caprolactama,
- e) destilar el producto caprolactama para recuperar caprolactama y un residuo de destilación,
- 40 f) extraer el residuo de destilación con un disolvente orgánico en presencia de agua para obtener (i) un extracto que comprende caprolactama disuelta en disolvente orgánico y (ii) un efluente acuoso, y
- g) reciclar el extracto al paso a) o b).

45 Se ha encontrado que con el proceso de la invención se reduce la pérdida de caprolactama. La invención proporciona un proceso que hace posible tratar soluciones que comprenden caprolactama disuelta en un disolvente orgánico de tal modo que la caprolactama puede recuperarse eficientemente de la solución. Con el proceso de la invención, la caprolactama puede recuperarse de una solución de este tipo con pureza suficiente y sin pérdidas significativas de caprolactama utilizando un mínimo de energía y equipo.

Debe resaltarse que entre los pasos reivindicados a)-f) pueden estar presentes otros pasos de proceso.

50 Aunque la concentración de caprolactama en la solución que comprende caprolactama disuelta en un disolvente orgánico no es crítica, la solución comprende generalmente entre 15 y 35% en peso de caprolactama (con relación a la solución total). Usualmente, la solución comprende entre 22 y 28% en peso de caprolactama.

El disolvente orgánico en el que se disuelve la caprolactama es usualmente un hidrocarburo aromático, un hidrocarburo halogenado y/o un alcohol alifático o cicloalifático C₄-C₁₀. Ejemplos son benceno, tolueno, cloroformo, tricloroetano y 4-metil-2-pentanol. Se prefiere benceno.

En el paso a) del proceso de la invención, la solución que comprende caprolactama disuelta en el disolvente orgánico se lava con agua o con una solución acuosa alcalina.

Si se aplica un lavado alcalino acuoso, como solución alcalina puede hacerse uso ventajosamente de una solución que comprende un hidróxido de metal alcalino y/o carbonato de metal alcalino en agua, preferiblemente hidróxido de sodio o potasio con una concentración de 0,5-2,0% en peso. Un experto en la técnica puede determinar la cantidad de agua o solución alcalina con la cual puede lavarse la solución original. Como regla general, esta cantidad está comprendida entre 0,1 y 5% en peso con relación a la solución de caprolactama disuelta en el disolvente orgánico.

El lavado con agua o solución alcalina acuosa puede realizarse ventajosamente en una columna de lavado rellena y pulsante, introduciéndose la solución a purificar (que comprende caprolactama disuelta en un disolvente orgánico) por el fondo y el agua o solución acuosa alcalina por el extremo superior de la columna. El lavado acuoso (alcalino) da como resultado una solución lavada que comprende disolvente orgánico y caprolactama y da como resultado un residuo de lavado. Usualmente el residuo de lavado comprende agua y caprolactama. La solución lavada se transporta subsiguientemente al paso b) de la invención.

En el paso b) del proceso de la invención, se evapora el disolvente orgánico de la solución lavada. Puede utilizarse cualquier vasija de evaporación adecuada, por ejemplo una columna. Preferiblemente, la evaporación se realiza en presencia de agua. Más preferiblemente, la evaporación se realiza como una destilación azeotrópica, en cuyo caso el disolvente orgánico se evapora como una mezcla azeotrópica. La evaporación da como resultado el producto caprolactama. Típicamente, el producto caprolactama es una mezcla acuosa de caprolactama. El contenido de caprolactama de esta mezcla está comprendido usualmente entre 85 y 99,9% con relación a la corriente total.

El producto caprolactama obtenido en el paso b) se hidrogena, opcional pero preferiblemente, en presencia de un catalizador de hidrogenación conocido per se. La hidrogenación puede llevarse a cabo ventajosamente como se describe por ejemplo en EP-A-635487.

Opcionalmente, se evapora el agua del producto caprolactama, opcionalmente hidrogenado. Preferiblemente, se evapora el agua del producto caprolactama opcionalmente hidrogenado. Después de la hidrogenación y/o evaporación del agua, el producto caprolactama se destila para recuperar el producto caprolactama y un residuo de destilación. Preferiblemente, la destilación se lleva a cabo a presión reducida. Preferiblemente la destilación se efectúa a una presión inferior a 50 kPa, más preferiblemente menor que 20 kPa, en particular menor que 10 kPa. Preferiblemente, la temperatura está comprendida entre 100 y 200°C, más preferiblemente entre 110 y 180°C. Estas temperaturas hacen referencia a la temperatura en el fondo de la columna de destilación en la cual se efectúa la destilación. Típicamente, la destilación incluye separar impurezas orgánicas de punto de ebullición bajo (que tienen un punto de ebullición inferior al de la caprolactama) del producto caprolactama y/o separar del producto caprolactama las impurezas orgánicas de punto de ebullición alto (que tienen un punto de ebullición superior al de la caprolactama). Usualmente, la destilación incluye, en un primer paso, separar como producto de cabezas las impurezas de punto de ebullición bajo del producto caprolactama, dejando el producto caprolactama que contiene impurezas de punto de ebullición alto como producto de fondo, y, en un segundo paso, separar como producto de cabezas caprolactama purificada, dejando como producto de fondo un residuo de destilación que comprende caprolactama e impurezas de punto de ebullición alto.

El residuo de destilación se extrae en el paso f) del proceso de la invención con un disolvente orgánico en presencia de agua para obtener (i) un extracto que comprende caprolactama disuelta en un disolvente orgánico y (ii) un efluente acuoso que contiene impurezas. Aunque la concentración de caprolactama y de las impurezas no es crítica, el residuo de destilación comprende generalmente entre 80 y 99,5% en peso de caprolactama y entre 0,5 y 20% en peso de impurezas. Usualmente la concentración de impurezas está comprendida entre 1 y 5% en peso (con relación a la cantidad de caprolactama).

La extracción f) se realiza usualmente a una temperatura moderada, comprendida generalmente entre 20 y 60°C. Se ha encontrado que el uso de extracción en lugar de una purificación fina por destilación a vacío a una temperatura que es relativamente alta, como regla mayor que 100°C, hace posible de modo muy sorprendente una recuperación satisfactoria y sencilla de la caprolactama desde el punto de vista del equipo. Una ventaja adicional de una extracción sobre una destilación es que se evitan la formación de subproductos y las pérdidas de caprolactama, tal como sucede en las condiciones de una destilación de residuos. Esto da como resultado una mejora en la calidad de la caprolactama, al tiempo que puede incrementarse adicionalmente el rendimiento de caprolactama.

La presión de la extracción f) no es crítica y puede estar comprendida entre 0,1 y 1 MPa.

La extracción f) se realiza utilizando un disolvente orgánico en presencia de agua. Como disolventes orgánicos puede hacerse uso de hidrocarburos aromáticos, hidrocarburos halogenados y/o alcoholes C₄-C₁₀ alifáticos o cicloalifáticos. Ejemplos son benceno, tolueno, cloroformo, tricloroetano y 4-metil-2-pentanol. Se prefiere benceno. Preferiblemente, el disolvente orgánico de la solución original y el disolvente orgánico de la extracción son el mismo. Un experto en la técnica puede determinar fácilmente la cantidad óptima de disolvente orgánico y de agua. Se ha encontrado que realizando la extracción en presencia de álcali, se mejora adicionalmente la eficiencia de extracción. Por ejemplo, puede utilizarse un equipo de extracción menor y/o puede reducirse la cantidad de impurezas en el extracto cuando la extracción se realiza en presencia de álcali. Se prefiere que la cantidad de álcali no sea demasiado alta, dado que se ha encontrado que la presencia de álcali puede dar como resultado degradación de la caprolactama. Las personas expertas pueden determinar la cantidad óptima de álcali. Preferiblemente, la extracción f) se realiza en

presencia de una cantidad comprendida entre 0,001 y 5% en peso de álcali, más preferiblemente entre 0,001 y 2% en peso (con relación a la solución original que comprende caprolactama disuelta en disolvente orgánico). Preferiblemente se utiliza como álcali hidróxido de sodio o potasio.

5 La extracción f) da como resultado un extracto que comprende caprolactama disuelta en disolvente orgánico y un efluente acuoso que contiene principalmente impurezas y sólo una pequeña cantidad de caprolactama. El efluente acuoso puede someterse por ejemplo a una biopurificación.

10 La extracción f) puede llevarse a cabo en las vasijas de contacto líquido-líquido usuales, por ejemplo mezcladores-decantadores, columnas de relleno pulsantes o columnas rotativas de discos. La extracción se lleva a cabo preferiblemente en una vasija dispuesta verticalmente que funciona en contracorriente, alimentándose al extremo superior de la vasija el residuo de destilación a extraer, mientras que por el fondo se alimenta el disolvente orgánico y opcionalmente agua. En este caso, el extracto y el efluente acuoso se obtienen en el extremo superior y el fondo de la columna, respectivamente.

En el proceso de la invención, el extracto se recicla al paso a) o b). En una realización preferida de la invención, el extracto se recicla en a), dado que esto mejora la purificación.

15 En una realización más preferida de la invención, el residuo de lavado y el residuo de destilación se extraen juntos en f). Se ha encontrado que en esta realización de la invención la pérdida de caprolactama se reduce aún más. Ventajosamente, el lavado y el residuo de destilación se mezclan primeramente y la mixtura así obtenida se extrae. Esta realización de la invención es ventajosa dado que no se requieren dos postratamientos separados, con lo que los costes de equipo pueden reducirse notablemente y el proceso resulta además menos susceptible de desajustes.

20 En una realización aún más preferida de la invención, el residuo de lavado y el residuo de destilación se extraen juntos en f) y el extracto así obtenido se recicla al paso a). Sorprendentemente, se ha encontrado que esta realización de la invención produce un extracto que puede alimentarse a la columna de lavado con agua o con álcali sin pérdida o sin pérdida sustancial de la calidad de la caprolactama obtenida finalmente. Esto es especialmente sorprendente, dado que la extracción f) se realiza con el mismo disolvente que el lavado a). Esto significa que las impurezas que entran en la solución que comprende caprolactama y disolvente orgánico durante el lavado (la solución de lavado) no entran en la solución que comprende caprolactama disuelta en el disolvente orgánico (el extracto) durante la extracción, aunque las condiciones en el equipo de lavado y el de extracción (concentración y disolvente) son comparables. Una acumulación de impurezas, que podría dar como resultado formación de espuma durante la operación de lavado, no se ha observado de hecho en ningún caso.

30 El proceso de acuerdo con la invención es especialmente adecuado para realización en combinación con una preparación conocida de ciclohexanona-oxima en la cual no se forma impureza alguna o se forman relativamente pocas impurezas y/o en general en aquellos casos en los cuales se han tomado medidas suplementarias que dan como resultado un menor contenido de impurezas de las soluciones a purificar. Así, el proceso de acuerdo con la invención puede utilizarse ventajosamente en combinación con la preparación de ciclohexanona-oxima de acuerdo con el proceso HPO (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 1986, vol. A5, p. 35).

35 La invención se ilustrará a continuación con referencia al dibujo esquemático que se muestra en la Figura y por medio de un ejemplo, sin limitarse a los mismos.

40 En la Figura, una solución de caprolactama disuelta en benceno con un contenido de caprolactama de 15-30% en peso se alimenta a través de la tubería de alimentación 1 al fondo de una columna de lavado alcalina 2, que puede estar diseñada por ejemplo como una columna pulsante. En el extremo superior de la columna alcalina de lavado 2 se introduce una solución acuosa con 0,5-2,0% en peso de solución alcalina en la columna de lavado por la tubería 3, solución que, en términos de peso, corresponde a 0,1-5,0% en peso de la alimentación de benceno. La tubería 4 transporta la solución lavada que comprende caprolactama y benceno al equipo de evaporación de benceno 5. La evaporación de benceno se efectúa por medio de una destilación azeotrópica con agua que se suministra por la tubería 6. El benceno sale del evaporador por la tubería 7. La caprolactama transferida al agua, denominada producto caprolactama, con una concentración de caprolactama de aproximadamente 93-99% en peso se transporta, en caso deseado, por una tubería 8 a una columna de hidrogenación 9, a la cual se suministra hidrógeno por la tubería 10. La hidrogenación es opcional. Después de esto, el producto caprolactama (opcionalmente hidrogenado) se alimenta por la tubería 11 a un evaporador de agua final 12 para su deshidratación. El agua evaporada escapa por la tubería 13 mientras que el producto caprolactama, evaporado ahora hasta aproximadamente 99,5% de caprolactama, se alimenta por la tubería 14 al equipo de destilación fraccionada a vacío 15. La caprolactama purificada se descarga por la tubería 16 para su almacenamiento. Por la tubería 17, el residuo de destilación del equipo de destilación 15 se alimenta a una columna de extracción 18, que recibe también el residuo de lavado de la columna de lavado alcalino 2 por la tubería 19. Estas dos corrientes de proceso se someten a una extracción con benceno en la columna 18. El benceno se suministra por la tubería 20. La caprolactama extraída de las dos corrientes de proceso por el benceno, el denominado extracto, se devuelve por la tubería 21 como una corriente de benceno que contiene aproximadamente 10-25% en peso de caprolactama a la tubería de alimentación 1 en el fondo de la columna de lavado alcalino 2. Un efluente que contiene muchas impurezas y todavía sólo una cantidad muy pequeña de caprolactama, se somete por ejemplo a biopurificación por la tubería 22. Si ello es ventajoso, el agua descargada por la tubería 13 puede alimentarse a la extracción. Las

impurezas de punto de ebullición bajo del equipo de destilación 15 se descargan por la tubería 23. En la práctica, el equipo de destilación designado por 15 está constituido a menudo por dos o tres columnas.

En todos los ejemplos, las especificaciones dadas se determinaron utilizando las normas ISO siguientes:

5 PAN: ISO DIS 8660 - Plásticos - Determinación del índice de permanganato de la caprolactama - Método espectrométrico, revisión de la primera edición (ISO 8660:1988). La votación comenzó en fecha 2000-04-20, terminando la votación en 2000-09-20.

E290: ISO 7059 - Caprolactama para uso industrial - Determinación de la absorbancia a una longitud de onda de 290 nm. Primera edición - 1982-12-01 (Ref. No. ISO 7059-1982(E)).

10 Bases volátiles (VB) ISO 8112 - Caprolactama para uso industrial - Determinación del color de una solución acuosa con 50% de caprolactama, expresado en unidades Hazen (escala platino-cobalto) - Método espectrométrico. Primera edición - 1984-11-15 (Ref. No. ISO 8112-1984(E)).

Ejemplo I

15 La caprolactama bruta obtenida en una transposición de Beckmann se extrae, después de neutralización, con benceno de la manera habitual, con lo que se forma una solución de caprolactama al 20% en peso disuelta en benceno. De esta solución, la denominada caprolactama bencénica, se alimentan 310 l/h al fondo de una columna de lavado pulsante. La columna de lavado tiene un diámetro de 10 cm, una altura de 5 m y está cargada con anillos de relleno de 2,5 cm. Por el extremo superior de la columna de lavado se suministran 3,4 l/h de agua con 1,0% en peso de NaOH. La temperatura en la columna de lavado es 40°C. Por el extremo superior de la columna de lavado se retira la caprolactama bencénica lavada, mientras que una mezcla agua/caprolactama con 46% en peso de caprolactama y 20 0,06% en peso de NaOH sale por el fondo de la columna de lavado como el residuo de lavado.

25 La caprolactama bencénica lavada arriba mencionada se libera de benceno por medio de una destilación azeotrópica con adición de agua y se hidrogena a continuación. La corriente de proceso que sale de la hidrogenación, que contiene todavía agua, se libera subsiguientemente en gran proporción del agua, como corriente principal, y se alimenta a una destilación continua final a una presión de 1-1,5 kPa en una columna de destilación con una altura de relleno estructurada de 1 m. La división o separación se ajusta de tal modo que 10% en peso de la alimentación sale de la columna de destilación como corriente de fondo, el residuo de destilación. La caprolactama purificada que sale de la columna de destilación, a la que se hace referencia en lo sucesivo como producto caprolactama final, tiene las propiedades siguientes: PAN = 2,2; E290 = 0,06; color = 1.

30 Cantidades iguales en peso del residuo de lavado y residuo de destilación se combinan en una mezcla acuosa de caprolactama que contiene 72,1% en peso de caprolactama, agua y todavía 2,2% en peso de impurezas tales como por ejemplo ácidos aminocaproicos, ácidos carboxílicos y ácidos sulfónicos. Esta mezcla, a la que se hace referencia en lo sucesivo como residuo final, sufre un tratamiento ulterior para la recuperación de la caprolactama contenida en ella.

35 Del residuo final se alimentan 40 l/h al extremo superior de una columna pulsante de extracción de 5 m de altura con un diámetro de 10 cm y provista de anillos de relleno de 2,5 cm. Se alimentan al fondo 140 l/h de benceno. La temperatura de extracción es 40°C. La corriente de benceno/caprolactama que sale por el extremo superior de la columna contiene 19,1% en peso de caprolactama. Esta corriente de proceso se utiliza como aproximadamente 15% en peso de reemplazamiento de la caprolactama bencénica alimentada a la columna de lavado alcalino y pasa luego a través de todas las operaciones descritas previamente. La caprolactama purificada que sale de la columna de destilación, el producto caprolactama final, tiene ahora las propiedades siguientes:

40 PAN = 2,2; E290 = 0,06; color = 1.

Ejemplo Comparativo A

45 En lugar de la recuperación de la caprolactama del residuo final utilizando extracción como se describe en el Ejemplo 1, el residuo final se trata ahora ulteriormente utilizando técnicas de destilación. En una destilación por lotes, se elimina primeramente el agua, reduciéndose constantemente la presión de tal modo que la temperatura en el fondo no se eleva por encima de 130°C. A 1,5 kPa, cuando la temperatura en el fondo amenaza elevarse por encima de 130°C, se para la destilación por lotes; la caprolactama resultante se enfría a continuación a 80°C y se alimenta a una columna de destilación continua provista de 1 relleno estructurado de 1 m de altura. La columna opera a una presión de 1,54 kPa. Para el suministro de calor, se hace uso de un evaporador de película. La temperatura en el fondo es 130°C. Se ha encontrado que, debido al aumento de viscosidad, como resultado del cual el suministro de calor a la masa llega a ser 50 insuficiente, el destilado asciende hasta como máximo 66% en peso de la alimentación. En línea con la relación en operaciones industriales en gran escala, 15 partes en peso de este destilado de caprolactama se mezclan con 85% en peso de la caprolactama purificada de la corriente principal, como se ha descrito arriba en el Ejemplo I. El producto caprolactama final tiene entonces las propiedades siguientes:

PAN = 5; E290 = 0,25; color = 2.

El examen de las propiedades de los productos de caprolactama final del Ejemplo I y las del Ejemplo Comparativo A muestra que el producto caprolactama final obtenido con el proceso de acuerdo con la invención proporciona propiedades que son superiores a las que se obtienen en el Ejemplo Comparativo A.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para recuperación de caprolactama de una solución que comprende caprolactama disuelta en un disolvente orgánico, comprendiendo dicho proceso:
 - 5 a) lavar la solución con agua o una solución acuosa alcalina, dando como resultado una solución lavada que comprende caprolactama y disolvente orgánico y un residuo de lavado,
 - b) evaporar el disolvente orgánico de la solución lavada, dando como resultado el producto caprolactama,
 - c) opcionalmente, hidrogenar el producto caprolactama,
 - d) opcionalmente, evaporar agua del producto caprolactama,
 - 10 e) destilar el producto caprolactama para recuperar caprolactama y un residuo de destilación,
 - f) extraer el residuo de destilación con un disolvente orgánico en presencia de agua para obtener (i) un extracto que comprende caprolactama disuelta en disolvente orgánico y (ii) un efluente acuoso, y
 - g) reciclar el extracto al paso a) o b).
2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicha extracción se realiza en presencia de álcali.
- 15 3. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el cual el extracto se recicla al paso a).
4. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual en el paso f) el residuo de destilación y el residuo de lavado se extraen juntos.
5. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el cual el disolvente orgánico para la caprolactama es el mismo que el disolvente orgánico para la extracción del o de los residuos.
- 20 6. Proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el cual el disolvente orgánico es benceno.
7. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el cual el lavado tiene lugar en una columna pulsante de lavado provista de relleno.
8. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el cual en el paso b) el disolvente orgánico se evapora como una mezcla azeotrópica.
- 25 9. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el cual la caprolactama se ha obtenido por una transposición de Beckmann de ciclohexanona-oxima.

Sigue una hoja de dibujos numerada correlativamente

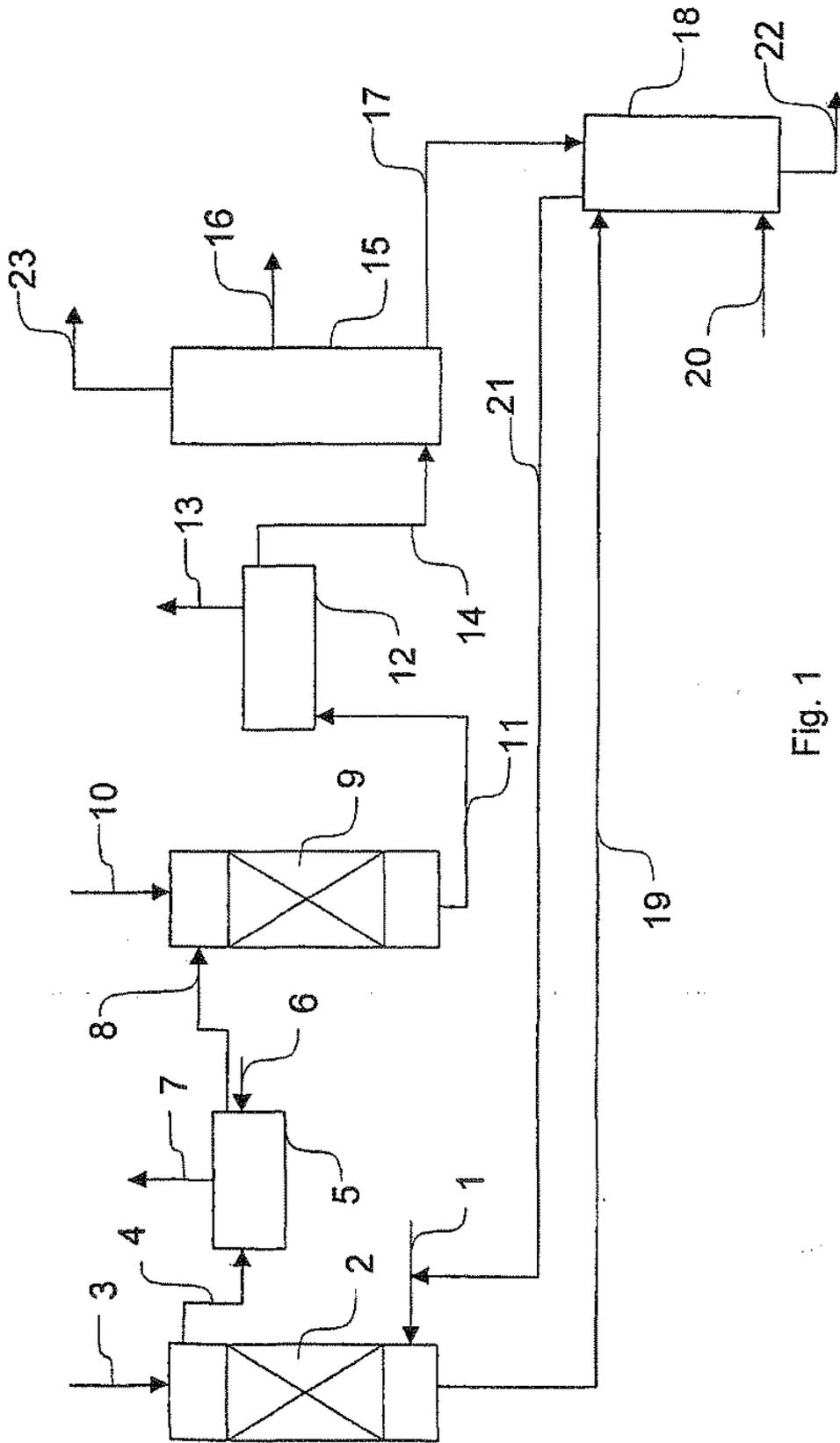


Fig. 1