



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 360 508**

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02753298 .5**

96 Fecha de presentación : **23.08.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1423361**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.06.2004**

54 Título: **Procedimiento para recuperar caprolactama a partir de un producto de caprolactama acuoso utilizando aminocaproato alcalino preparado *in situ*.**

30 Prioridad: **27.08.2001 EP 01203217**  
**27.08.2001 EP 01203215**  
**27.08.2001 EP 01203214**

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

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**06.06.2011**

72 Inventor/es: **Jetten, Arnold, Godfried, Maria;**  
**Haasen, Nicolaas, Franciscus y**  
**Hangx, Gerardus, Wilhelmus, Adrianus**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**06.06.2011**

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

**ES 2 360 508 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

Procedimiento para recuperar caprolactama a partir de un producto de caprolactama acuoso utilizando aminocaproato alcalino preparado in situ

5 La invención se refiere a un procedimiento para recuperar caprolactama a partir de un producto de caprolactama acuoso.

10 La producción de caprolactama comprende, a menudo, la preparación de un producto de caprolactama acuoso y la purificación de dicho producto de caprolactama acuoso. La purificación puede incluir la destilación a presión reducida para separar compuestos orgánicos de bajo punto de ebullición y/o de alto punto de ebullición. Es conocido que una destilación de este tipo puede efectuarse en presencia de una base. En calidad de base se utiliza generalmente hidróxido de sodio, véanse, por ejemplo, los documentos US-A-4.457.807, US-A-5.496.941, US-A-3.893.324 y US-A-3.792.045. Cuando el hidróxido penetra en la columna de destilación en la que se efectúa la destilación, puede producirse una oligomerización y/o polimerización de la caprolactama, que es desventajosa, ya que a menudo resulta en incrustaciones del equipo de destilación. El documento DD-A-202870 describe que el uso de aminocaproato alcalino en lugar de hidróxido alcalino disminuye la aparición de una polimerización y, por consiguiente, la aparición de incrustaciones en el equipo de destilación. En el procedimiento del documento DD-A-202870 se prepara una disolución que comprende aminocaproato alcalino al 37,4% en peso en un recipiente de reacción separado, haciendo reaccionar el correspondiente hidróxido de metal alcalino con caprolactama bruta a una temperatura de 80°C durante 10 horas. Después de completarse la reacción, la disolución con contenido en aminocaproato alcalino se introduce en el producto de caprolactama acuoso a purificar, después de lo cual se efectúa la destilación.

20 En el procedimiento de acuerdo con el documento DD-A-202870 se utiliza una etapa de procedimiento extra para la preparación del aminocaproato alcalino. Esto es particularmente desventajoso cuando el procedimiento se ha de llevar a cabo de forma continua.

El objetivo de la invención es resolver el problema para proporcionar un procedimiento en el que no sea necesaria una etapa adicional para la preparación del aminocaproato alcalino.

25 Este objetivo se consigue de acuerdo con la invención al proporcionar un procedimiento continuo para recuperar caprolactama a partir de un producto de caprolactama acuoso, comprendiendo dicho producto de caprolactama acuoso (i) caprolactama, (ii) impurezas y (iii) agua, comprendiendo dicho procedimiento:

- añadir hidróxido de metal alcalino al producto de caprolactama acuoso, en una cantidad menor que 20 mmol de hidróxido de metal alcalino por kg de caprolactama; y
- 30 - hacer reaccionar al menos el 50% en moles del hidróxido de metal alcalino añadido para formar aminocaproato alcalino para obtener un producto de caprolactama enriquecido en caproato antes de una subsiguiente etapa de destilación; y
- destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a presión reducida.

35 De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento sencillo, en el que se forma in situ aminocaproato alcalino.

40 De acuerdo con la invención, al menos el 50% en moles del hidróxido de metal alcalino añadido se hace reaccionar para formar aminocaproato alcalino antes de destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato. Preferiblemente, al menos 75% en moles, en particular al menos 85% en moles, más en particular al menos 90% en moles, lo más preferiblemente en esencia la totalidad del hidróxido de metal alcalino añadido se hace reaccionar para formar aminocaproato alcalino antes de destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato. En un procedimiento que comprende alimentar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a una zona de destilación, y destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato en dicha zona de destilación, se ha de entender que esto significa que al menos 50% en moles, más preferiblemente al menos 75% en moles, en particular al menos 85% en moles, más en particular al menos 90% en moles, lo más preferiblemente en esencia la totalidad del hidróxido de metal alcalino añadido se hace reaccionar para formar aminocaproato alcalino antes de alimentar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a la zona de destilación. El aumento de la conversión de la reacción tiene la ventaja de que disminuye el grado de oligomerización/polimerización durante la destilación a presión reducida.

45 La reacción del hidróxido de metal alcalino añadido para formar el aminocaproato alcalino se puede efectuar aplicando un tiempo de permanencia adecuado, dependiendo dicho tiempo de permanencia de la temperatura y de las concentraciones en el producto de caprolactama acuoso. Por parte de una persona experta puede determinarse un tiempo de permanencia adecuado. Generalmente, el tiempo de permanencia es al menos 30 minutos, de preferencia al menos 60 minutos. Tal como se utiliza en esta memoria, el tiempo de permanencia se refiere al período entre la adición del hidróxido de metal alcalino al producto de caprolactama acuoso y el comienzo de la destilación. En un procedimiento que comprende alimentar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a una zona de destilación y destilar el

producto de caprolactama enriquecido en caproato en dicha zona de destilación, se ha de entender que esto significa que el tiempo de permanencia se refiere al periodo entre la adición del hidróxido de metal alcalino al producto de caprolactama acuoso y la alimentación del producto de caprolactama enriquecido en caproato a la zona de destilación.

5 Ventajosamente, el procedimiento comprende purificar el producto de caprolactama acuoso en una o más etapas después de dicha adición y antes de la destilación a presión reducida. Preferiblemente, dicha una o más etapas incluyen la separación de agua mediante evaporación.

10 Ventajosamente, el producto de caprolactama acuoso se añade a un tanque de expansión que puede estar presente en el procedimiento, y el hidróxido de metal alcalino se añade al producto de caprolactama acuoso en un tanque de expansión o antes de alimentar el producto de caprolactama acuoso a un tanque de expansión. Esto tiene la ventaja de que aumenta el tiempo de permanencia.

15 El producto de caprolactama acuoso comprende (i) caprolactama, (ii) impurezas y (iii) agua. Típicamente, el producto de caprolactama acuoso comprende de 15 a 99,9% en peso de caprolactama, en particular al menos 50% en peso de caprolactama, más en particular al menos 75% en peso de caprolactama. Preferiblemente, el producto de caprolactama acuoso comprende al menos 3% en peso de agua, más preferiblemente al menos 5% en peso de agua. Típicamente, la cantidad suma de agua y caprolactama en el producto de caprolactama es preferiblemente de al menos 95% en peso, en particular de al menos 97% en peso, más en particular de al menos 98% en peso. Los porcentajes anteriores se dan con relación al peso del producto de caprolactama acuoso. Las impurezas pueden ser cualesquiera impurezas orgánicas, p. ej. impurezas orgánicas de bajo punto de ebullición (que tienen un punto de ebullición menor que la caprolactama) y/o impurezas orgánicas de elevado punto de ebullición (que tienen un punto de ebullición mayor que la caprolactama).

20 El producto de caprolactama enriquecido en caproato comprende caprolactama. Típicamente, el producto de caprolactama enriquecido en caproato comprende 95 a 99,9% en peso de caprolactama, en particular al menos 97% en peso de caprolactama, más en particular al menos 98% en peso de caprolactama (con relación al peso de producto de caprolactama enriquecido en caproato).

25 El producto de caprolactama enriquecido en caproato puede incluir agua. Preferiblemente, el producto de caprolactama enriquecido en caproato comprende menos de 5% en peso de agua, más preferiblemente menos de 3% en peso, en particular menos de 2% en peso, más en particular menos de 1% en peso (con relación al peso de caprolactama enriquecida en caproato). Una baja cantidad de agua tiene la ventaja de que es más fácil de crear y mantener una presión reducida durante la destilación.

30 El producto de caprolactama enriquecido en caproato tiene una mayor concentración de aminocaproato alcalino (expresada como mol de aminocaproato alcalino por kg de caprolactama) que el producto de caprolactama acuoso, de modo que al menos 50% en moles de las bases seleccionadas del grupo de consiste en hidróxido de metal alcalino y aminocaproato alcalino en el producto de caprolactama enriquecido en caproato que penetra en la zona de destilación está presente en forma de un aminocaproato alcalino, más preferiblemente al menos 75% en moles, en particular al menos 85% en moles, más en particular al menos 90% en moles, lo más preferiblemente, en esencia la totalidad de dichas bases. El aumento de las cantidades relativas de aminocaproato alcalino tiene la ventaja de que se reduce la aparición de una oligomerización/polimerización.

35 Tal como se utiliza en esta memoria, todas las concentraciones mencionadas para el producto de caprolactama enriquecido en caproato se refieren a las concentraciones en el producto de caprolactama enriquecido en caproato antes de destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato. En un procedimiento que comprende alimentar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a una zona de destilación y destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato en dicha zona de destilación, se ha de entender que esto significa que todas las concentraciones mencionadas para el producto de caprolactama enriquecido en caproato se refieren a las concentraciones en el producto de caprolactama enriquecido en caproato que penetra en la zona de destilación.

40 En una realización, el procedimiento es un procedimiento continuo para recuperar caprolactama a partir de producto de caprolactama acuoso, comprendiendo dicho producto de caprolactama acuoso (i) caprolactama, (ii) impurezas y (iii) agua, comprendiendo dicho procedimiento:

añadir continuamente hidróxido de metal alcalino a una corriente del producto de caprolactama acuoso,

45 hacer reaccionar al menos 50% en moles del hidróxido de metal alcalino añadido para formar caproato de metal alcalino para obtener una corriente de producto de caprolactama enriquecido en caproato,

alimentar continuamente la corriente del producto de caprolactama enriquecido en caproato a una zona de destilación y

en dicha zona de destilación, destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a presión reducida.

En esta realización, el hidróxido de metal alcalino se puede añadir a la corriente de producto de caprolactama acuoso en cualquier punto adecuado. Puntos adecuados incluyen puntos que se eligen de modo que el tiempo de permanencia del hidróxido de metal alcalino añadido en la corriente de caprolactama acuosa sea lo suficientemente largo como para efectuar la reacción antes de alimentar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a la zona de destilación. El tiempo de permanencia depende generalmente de las condiciones en la corriente, por ejemplo de la composición y de la temperatura.

De acuerdo con la invención, se añaden menos de 20 mmol de hidróxido de metal alcalino por kg de caprolactama. En una realización, el procedimiento comprende añadir entre 0,05 y 10 mmol del hidróxido de metal alcalino por kg de caprolactama, preferiblemente entre 0,05 y 5,0 mmol por kg, más preferiblemente entre 0,10 y 4,5 mmol por kg, en particular entre 0,15 y 3,0 mmol por kg, más en particular entre 0,20 y 2,0 mmol, lo más preferiblemente menos de 1,0 mmol de hidróxido de metal alcalino por kg de caprolactama. El disminuir la cantidad de hidróxido de metal alcalino añadido por debajo de los límites superiores preferidos tiene la ventaja de que disminuye el índice PAN. El aumentar la cantidad de hidróxido de metal alcalino añadido por encima de los límites inferiores preferidos tiene la ventaja de que disminuye la aparición de una fluctuación indeseada en la calidad, p.ej. que resulta de la oxidación de caprolactama durante la destilación.

En una realización preferida, el producto de caprolactama enriquecido en caproato es un producto de caprolactama alcalino que tiene una alcalinidad menor que 5 meq. (5 miliequivalentes) por kg de caprolactama. Esto tiene la ventaja de que se obtiene una caprolactama purificada que tiene una elevada calidad, en particular un bajo índice PAN (según se determina de acuerdo con la determinación en plásticos del índice de permanganato de caprolactama-método espectrométrico de la norma ISO DIS 8660, revisión de la primera edición (ISO 8660; 1988)). Además de ello, se obtiene un bajo valor para la extinción (según se determina de acuerdo con la norma ISO 7059 – caprolactama para uso industrial – determinación de la absorbancia a una longitud de onda de 290 nm).

Tal como se utiliza en esta memoria, alcalinidad se refiere a la alcalinidad a una temperatura de 25°C según se determina mediante titulación (después de diluir el producto de caprolactama alcalino con agua de pH = 5,7 para obtener una disolución que contiene caprolactama al 15% en peso) con una disolución de HCl 0,01 N a un pH de 5,7, en donde

$$\text{alcalinidad} = \frac{v * t}{a * 0.15} * 1000$$

en que:

v = ml de disolución de HCl añadida

t = molaridad de la disolución de HCl (= 0,01)

30 a = peso de la muestra (g)

Preferiblemente, la alcalinidad del producto de caprolactama enriquecido en caproato es menor que 4,5 meq por kg de producto de caprolactama enriquecido en caproato, más preferiblemente menor que 4,0 meq por kg, en particular menor que 3,0 meq por kg, más en particular menor que 2,0 meq por kg, lo más preferiblemente menor que 1,0 meq por kg. Esto disminuye adicionalmente el índice PAN.

35 Preferiblemente, la alcalinidad del producto de caprolactama enriquecido en caproato es mayor que 0,05 meq por kg de producto de caprolactama enriquecido en caproato, más preferiblemente mayor que 0,10 meq por kg, en particular mayor que 0,15 meq por kg. El aumento de la alcalinidad por encima de estos valores mejora la estabilidad, es decir la sensibilidad a que se produzcan fluctuaciones indeseadas en la calidad.

40 Tal como se utiliza en esta memoria, los valores mencionados para la alcalinidad y las concentraciones en el producto de caprolactama enriquecido en caproato se refieren a los valores del producto de caprolactama enriquecido en caproato antes de la destilación. En un procedimiento que comprende alimentar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a una zona de destilación y destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato en dicha zona de destilación, se ha de entender que esto significa que todos los valores mencionados para la alcalinidad para el producto de caprolactama enriquecido en caproato se refieren a las concentraciones en el producto de caprolactama enriquecido en caproato que penetra en la zona de destilación.

45 En una posible realización de la invención, el producto de caprolactama acuoso al que se añade el hidróxido de metal alcalino tiene una acidez entre 0 y 5 meq por kg de caprolactama, es neutro, o tiene una alcalinidad entre 0 y 5 meq por kg de caprolactama. En esta realización, el producto de caprolactama enriquecido en caproato que tiene la alcalinidad preferida puede prepararse utilizando sólo muy pequeñas cantidades de hidróxido de metal alcalino. Tal como se utiliza en esta memoria, la acidez se refiere a la acidez a una temperatura de 25°C según se determina mediante titulación (después de diluir el producto de caprolactama alcalino con agua de pH = 5,7 para obtener una disolución que contiene caprolactama al 15% en peso) con una disolución de NaOH 0,01 N hasta un pH de 5,7, en

donde

$$\text{alcalinidad} = \frac{v \cdot t}{a \cdot 0.15} \cdot 1000$$

en que:

v = ml de disolución de NaOH añadida

5 t = molaridad de la disolución de NaOH (= 0,01)

a = peso de la muestra (g)

Preferiblemente, el producto de caprolactama acuoso al que se añade el hidróxido de metal alcalino es neutro o tiene una alcalinidad entre 0 y 5 meq por kg de caprolactama. Preferiblemente, la cantidad de hidróxido de metal alcalino añadido disminuye cuando el producto de caprolactama tiene un carácter menos ácido/es más alcalino.

10 Preferiblemente, el hidróxido de metal alcalino se selecciona del grupo que consiste en hidróxido de sodio e hidróxido de potasio. Preferiblemente, el hidróxido de metal alcalino es hidróxido de sodio.

15 El producto de caprolactama acuoso se puede obtener de diversas maneras. Se puede efectuar una reacción de redistribución de Beckmann de ciclohexanona oxima en presencia de ácido sulfúrico u óleum, dando como resultado una mezcla de redistribución de Beckmann. A la mezcla de redistribución de Beckmann se puede añadir una base, preferiblemente amoníaco, dando como resultado una mezcla de redistribución de Beckmann neutralizada. En una realización de la invención, la preparación del producto de caprolactama incluye (a) recuperar a partir de una mezcla de redistribución de Beckmann neutralizada, mediante extracción con un disolvente orgánico, un producto orgánico que comprende el disolvente orgánico y caprolactama, (b) recuperar de dicho producto orgánico, mediante extracción con agua o mediante evaporación del disolvente orgánico en presencia de agua, un producto de caprolactama acuoso. 20 Después de su recuperación a partir del producto orgánico, el producto de caprolactama acuoso se hidrogena preferiblemente en presencia de un catalizador de hidrogenación. En el caso de que el producto de caprolactama acuoso se recupere a partir del producto orgánico mediante evaporación del disolvente orgánico en presencia de agua, el producto orgánico se lava preferiblemente con agua o con una disolución acuosa alcalina antes de dicha evaporación. 25 En el caso de que el producto de caprolactama acuoso se recupere del producto orgánico mediante extracción con agua, el producto de caprolactama acuoso se somete preferiblemente a un intercambiador de iones antes de la hidrogenación. Preferiblemente, dicho hidróxido de metal alcalino se añade al producto de caprolactama acuoso después de una etapa de hidrogenación.

30 La destilación se puede llevar a cabo en cualquier zona de destilación adecuada, por ejemplo una columna de destilación. La destilación se efectúa a presión reducida. Preferiblemente, la destilación se efectúa a una presión menor que 50 kPa, más preferiblemente menor que 20 kPa, en particular menor que 10 kPa. Preferiblemente, la temperatura oscila entre 100 y 200°C, más preferiblemente entre 110 y 180°C. Estas temperaturas se refieren a la temperatura en el fondo de la columna de destilación en la que se efectúa la destilación. Típicamente, la destilación incluye separar impurezas orgánicas de bajo punto de ebullición (que tienen un punto de ebullición menor que la caprolactama) a partir del producto de caprolactama enriquecido en caproato y/o separar impurezas orgánicas de elevado punto de ebullición 35 (que tienen un punto de ebullición mayor que la caprolactama) a partir del producto de caprolactama enriquecido en caproato. Preferiblemente, la destilación incluye, en una primera etapa, separar impurezas de bajo punto de ebullición como un producto de cabeza a partir del producto de caprolactama enriquecido en caproato alcalino, al tiempo que se deja un producto de caprolactama enriquecido en caproato que contiene impurezas de elevado punto de ebullición en calidad de un producto de cola y, en una segunda etapa, separar las impurezas de elevado punto de ebullición del producto de cola y recuperar caprolactama purificada en forma de un producto de cabeza. 40

Preferiblemente, la caprolactama es  $\epsilon$ -caprolactama.

La invención se explicará ahora con referencia al siguiente ejemplo, pero sin limitarla al mismo.

#### Experimento Comparativo y Ejemplo I

45 En un procedimiento continuo para la producción de  $\epsilon$ -caprolactama pura, se produjo de forma continua una corriente de producto de caprolactama mediante redistribución de Beckmann de ciclohexanona oxima en presencia de óleum, neutralizando la mezcla de redistribución de Beckmann con amoníaco, separando mediante técnicas de extracción caprolactama a partir de la redistribución de Beckmann neutralizada. Dicha corriente se sometió a una serie de etapas de purificación que incluían purificación con un intercambiador de iones, hidrogenación y una primera deshidratación. La corriente de producto de caprolactama acuoso resultante contenía aproximadamente 85% en peso de caprolactama, aproximadamente 15% en peso de agua e impurezas. Esta corriente se deshidrató en una serie de evaporadores, variando las temperaturas en los evaporadores entre 80 y 125°C. La permanencia total en los evaporadores (incluido el tiempo de permanencia en las tuberías entre los evaporadores) era de 3 horas. Como 50

5 resultado, se obtuvo un producto de caprolactama que contenía aproximadamente 0,5% en peso de agua. La corriente de producto de caprolactama que abandona la serie de evaporadores se destiló en dos etapas a presión reducida. En la primera etapa, se separaron impurezas de bajo punto de ebullición y agua en una columna de destilación a una temperatura (cola) de 175°C y una presión de 5,2 kPa, siendo el tiempo de permanencia de varios minutos. En la segunda etapa, se separaron impurezas de elevado punto de ebullición en una columna de destilación a una temperatura (cola) de 133°C, una presión de 1,2 kPa, siendo el tiempo de permanencia de 1 hora.

10 Se muestra ahora la forma en que una persona experta puede determinar en qué puntos puede añadirse el hidróxido de sodio a la corriente de producto de caprolactama acuoso para conseguir una formación suficiente de aminocaproato de sodio antes de alimentar dicha corriente a la primera columna de destilación de la destilación a presión reducida.

15 En un primer experimento (Experimento Comparativo), una disolución acuosa al 15% en peso de NaOH se añadió continuamente a la corriente que tenía la serie de evaporadores. Por kg de caprolactama se añadieron 5 mmol de NaOH. El análisis (p. ej. mediante titulación) de la corriente justo antes de penetrar en la primera columna de destilación revela que la corriente sigue conteniendo cantidades considerables de NaOH. En el residuo de destilación de la segunda etapa de destilación, se encuentran 8,7% en peso de sólidos (productos de polimerización).

20 En un segundo experimento (Ejemplo I) se añade una misma cantidad de NaOH a la corriente de caprolactama acuosa que se alimenta a la serie de evaporadores (que contienen 15% en peso de agua). En la corriente que penetra en la primera columna de destilación parece que al menos el 90% en peso del NaOH añadido ha reaccionado para formar aminocaproato de sodio. En el residuo de la segunda etapa de destilación a presión reducida no se encuentran oligómeros ni polímeros. Se obtiene una caprolactama purificada que cumple las especificaciones requeridas.

Este ejemplo (segundo experimento) demuestra que la polimerización se puede evitar sin preparar aminocaproato alcalino en un equipo separado.

#### Ejemplos II-IX

25 Se repitió el Ejemplo I, en donde el hidróxido de sodio se añadió a la corriente de producto de caprolactama acuoso que contenía aproximadamente 85% en peso de caprolactama, aproximadamente 15% en peso de agua e impurezas (la corriente que se alimenta a la serie de evaporadores), teniendo dicha corriente las siguientes especificaciones (PAN = 2,6, E<sub>290</sub> = 0,32, BV = 0,44 meq/kg, alcalinidad = 0,02/kg). La cantidad de NaOH añadido se varió (véase la Tabla 1). Las especificaciones de la caprolactama obtenida después de la destilación se indican en la Tabla 1.

30 Tabla 1

Ejemplo	NaOH añadido	Alimentación de alcalinidad Primera etapa de destilación (175°C)	PAN	E <sub>290</sub>	VB	Alcalinidad
Nº	Mmol de NaOH/kg de capr.	meq de OH <sup>-</sup> /kg			meq de OH <sup>-</sup> /kg	meq de OH <sup>-</sup> /kg
II	4,80	4,83	3,71	0,14	0,16	0,012
III	2,90	2,92	3,60	0,13	0,14	0,015
IV	1,25	1,29	3,54	0,13	0,11	0,017
V	0,90	0,95	2,88	0,11	0,12	0,013
VI	0,75	0,78	2,89	0,12	0,18	0,012
VII	0,60	0,65	2,59	0,12	0,12	0,011
VIII	0,50	0,55	1,15	0,06	0,11	0,024
IX	0,30	0,32	1,26	0,07	0,17	0,023

Las especificaciones dadas se determinaron como sigue:

PAN: determinación en plásticos del índice de permanganato de caprolactama-método espectrométrico de la norma ISO

DIS 8660, revisión de la primera edición ISO 8660; 1988,

$E_{290}$ : ISO 7059 - caprolactama para uso industrial – determinación de la absorbancia a una longitud de onda de 290 nm,

Bases volátiles (BV) ISO 8661 – caprolactama para uso industrial – determinación del contenido en bases volátiles – método titrimétrico después de destilación,

5 Alcalinidad: titulación con una disolución acuosa 0,01 molar de ácido clorhídrico hasta un pH de 5,73.

Estos ejemplos demuestran que el índice PAN disminuye sin afectar a las otras propiedades de la caprolactama, si disminuye la cantidad de NaOH añadido. Además de ello, la extinción disminuye con la cantidad decreciente de NaOH añadido.

## REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento continuo para recuperar caprolactama a partir de un producto de caprolactama acuoso, comprendiendo dicho producto de caprolactama acuoso (i) caprolactama, (ii) impurezas y (iii) agua, comprendiendo dicho procedimiento:

- 5           -       añadir hidróxido de metal alcalino al producto de caprolactama acuoso, en una cantidad menor que 20 mmol de hidróxido de metal alcalino por kg de caprolactama; y
- hacer reaccionar al menos el 50% en moles del hidróxido de metal alcalino añadido para formar aminocaproato alcalino para obtener un producto de caprolactama enriquecido en caproato antes de una subsiguiente etapa de destilación; y
- 10          -       destilar el producto de caprolactama enriquecido en caproato a presión reducida.

2.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el procedimiento comprende hacer reaccionar al menos 75% en moles del hidróxido de metal alcalino añadido para formar aminocaproato alcalino antes de dicha destilación.

- 15          3.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que el tiempo de permanencia del hidróxido de metal alcalino añadido es lo suficientemente largo como para efectuar dicha reacción antes de dicha destilación.

4.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que dicho tiempo de permanencia es de al menos 30 minutos.

- 20          5.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el producto de caprolactama acuoso al que se añade el hidróxido de metal alcalino comprende al menos 15% en peso de caprolactama y al menos 3% en peso de agua.

6.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el producto de caprolactama enriquecido en caproato comprende al menos 95% en peso de caprolactama.

- 25          7.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el producto de caprolactama enriquecido en caproato comprende menos de 2% en peso de agua.

8.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el procedimiento comprende purificar el producto de caprolactama acuoso en una o más etapas después de dicha adición y antes de dicha destilación.

- 30          9.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que dicha una o más etapas incluyen separar mediante evaporación agua del producto de caprolactama acuoso.

10.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que dicha destilación se efectúa a una temperatura entre 100 y 200°C.

11.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que dicha destilación se efectúa a una presión menor que 10 kPa.

- 35          12.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que dicha destilación incluye separar impurezas de bajo punto de ebullición a partir del producto de caprolactama enriquecido en caproato y/o separar impurezas de elevado punto de ebullición del producto de caprolactama enriquecido en caproato.

- 40          13.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, en el que dicha destilación incluye, en una primera etapa, separar en calidad de producto de cabeza impurezas de bajo punto de ebullición a partir del producto de caprolactama enriquecido en caproato, al tiempo que se deja producto de caprolactama que contiene impurezas de alto punto de ebullición como producto de cola y, en una segunda etapa, separar impurezas de alto punto de ebullición a partir del producto de cola y recuperar caprolactama en forma de un producto de cabeza.

14.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que el procedimiento comprende:

- 45          añadir el hidróxido de metal alcalino a una corriente del producto de caprolactama acuoso;
- alimentar una corriente del producto enriquecido en caproato a una zona de destilación en la que se efectúa la destilación a presión reducida;



en donde el hidróxido de metal alcalino se añade a la corriente en un punto que se elige de modo que el tiempo de permanencia del hidróxido de metal alcalino añadido en la corriente sea lo suficientemente largo como para efectuar dicha reacción de dicho al menos 50% en moles del hidróxido de metal alcalino añadido antes de dicha alimentación.

5 15.- Procedimiento con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que el hidróxido de metal alcalino se añade continuamente al producto de caprolactama acuoso.