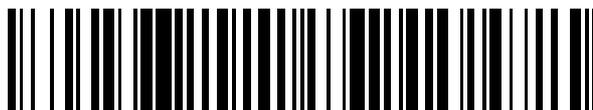


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 429 363**

51 Int. Cl.:

C07D 223/10 (2006.01)

C07D 201/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.08.2002 E 02753297 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.07.2013 EP 1423369**

54 Título: **Procedimiento para destilar un producto alcalino de caprolactama a presión reducida**

30 Prioridad:

27.08.2001 EP 01203217

27.08.2001 EP 01203215

27.08.2001 EP 01203214

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

14.11.2013

73 Titular/es:

DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)

HET OVERLOON 1

6411 TE HEERLEN, NL

72 Inventor/es:

GROOT ZEVERT, LOUISE ANNEMARIE;

BINDELS, JOSEPH JOHANNES GERARDUS;

JOOSTEN, RITA DIMPHINA;

LEMMENS, JOANNES ALBERTUS WILHELMUS y

MOSTERT, EELCO

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 429 363 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 destilar un producto alcalino de caprolactama a presión reducida

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para purificar caprolactama, procedimiento que implica destilar un producto alcalino de caprolactama a presión reducida.

La producción de caprolactama implica generalmente la preparación de producto de caprolactama, p. ej. mediante redispersión de Beckmann, seguido de purificación del producto de caprolactama para obtener un producto de caprolactama de calidad polimerizable. La purificación puede incluir la destilación del producto de caprolactama a presión reducida en presencia de una base, p. ej. hidróxido de metal alcalino o aminocaproato de metal alcalino. Para la cantidad de base añadida se mencionan grandes intervalos. El documento DD-A-202870 describe un procedimiento en el que producto de caprolactama se purifica mediante destilación a presión reducida después de la adición de 0,05 a 1,0% de la sal alcalina del ácido caproico al producto de caprolactama a purificar. El documento US-A-3.839.324 describe un procedimiento en el que caprolactama se somete a una destilación alcalina en vacío, en el que hidróxido de sodio está presente al 0,05-0,5 por ciento en peso. El documento US-A-5.496.941 describe un procedimiento en el que caprolactama se destila en presencia de una base, eligiéndose la cantidad de base añadida, por norma general, de 0,05 a 0,9% en moles basada en la caprolactama. El documento US-A-4.457.807 describe un procedimiento en el que caprolactama no tratada que contiene 0,2 mg de NaOH sólido por gramo de caprolactama (5 mmol de NaOH por kg de caprolactama) se suministra a una columna de rectificación, en donde la rectificación se efectúa a presión reducida.

Se ha encontrado ahora que la calidad de la caprolactama purificada, p. ej. según se expresa por índice PAN, se ve influenciada por la alcalinidad del producto de caprolactama a destilar. En particular, se observa que el índice PAN disminuye cuando la alcalinidad del producto alcalino de caprolactama disminuye por debajo de 5 meq. por kg de caprolactama. Se encuentra que la aparición de una fluctuación indeseada en la calidad, que resulta, p. ej., de la oxidación de caprolactama durante la destilación, disminuye cuando la alcalinidad aumenta hasta por encima de 0 meq. por kg de caprolactama.

30 Por consiguiente, la invención proporciona un procedimiento para purificar caprolactama, procedimiento que implica destilar producto alcalino de caprolactama a presión reducida, comprendiendo dicho producto alcalino de caprolactama (i) caprolactama, (ii) impurezas y (iii) una o más bases seleccionadas del grupo que consiste en hidróxido de metal alcalino y aminocaproato de metal alcalino, caracterizado por que la alcalinidad del producto alcalino de caprolactama es menor que 5 meq. (5 miliequivalentes) por kg de caprolactama.

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 alcalino de caprolactama con agua de pH = 5,7 para obtener una disolución que contenga 15% en peso de caprolactama) con una disolución de HCl 0,01 N hasta un pH de 5,7, en donde

$$40 \quad \text{alcalinidad} = \frac{v * t}{a * 0,15} * 1000$$

en que:

- 45 v = ml de disolución de HCl añadida
 t = molaridad de la disolución de HCl (= 0,01)
 a = peso de la muestra (g)

El procedimiento de acuerdo con la invención resulta en 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 valor bajo 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).

55 Preferiblemente, la alcalinidad del producto alcalino de caprolactama es menor que 4,5 meq. por kg de producto alcalino de caprolactama, 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. Esto disminuye adicionalmente el índice PAN.

5 Preferiblemente, la alcalinidad del producto alcalino de caprolactama es mayor que 0,05 meq. por kg de producto alcalino de caprolactama, 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 la aparición de fluctuaciones indeseadas en la calidad.

10 Tal como se utiliza en esta memoria, los valores mencionados para la alcalinidad y las concentraciones en el producto alcalino de caprolactama se refieren a los valores del producto alcalino de caprolactama a destilar. A saber, cuando el producto alcalino de caprolactama es alimentado a una zona de destilación, es decir, la zona en la que se efectúa la destilación, los valores mencionados para la alcalinidad y otras concentraciones en el producto alcalino de caprolactama se refieren a los valores en el producto alcalino de caprolactama que penetran en la zona de destilación.

15 El producto alcalino de caprolactama comprende caprolactama. Típicamente, el producto alcalino de caprolactama 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 del producto alcalino de caprolactama).

20 Las impurezas pueden ser cualesquiera impurezas orgánicas, p. ej. impurezas orgánicas de bajo punto de ebullición (con un punto de ebullición menor que la caprolactama) y/o impurezas orgánicas de elevado punto de ebullición (con un punto de ebullición superior al de caprolactama).

25 El producto alcalino de caprolactama puede incluir agua. Preferiblemente, el producto alcalino de caprolactama comprende menos de 5% en peso, 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 del producto alcalino de caprolactama). Una cantidad menor de agua tiene la ventaja de que es más fácil de crear y mantener durante la destilación una presión reducida.

30 El producto alcalino de caprolactama comprende una o más bases seleccionadas del grupo que consiste en hidróxido de metal alcalino y aminocaproato de metal alcalino. Preferiblemente, la una o más bases se seleccionan del grupo que consiste en hidróxido de sodio, aminocaproato de sodio, hidróxido de potasio y aminocaproato de potasio, más preferiblemente se seleccionan del grupo que consiste en hidróxido de sodio y aminocaproato de sodio. Preferiblemente, al menos 75% en moles, más preferiblemente al menos 85% en moles, en particular al menos 95% en moles, más en particular esencialmente la totalidad de dichas una o más bases es aminocaproato de metal alcalino. El aumento de las cantidades relativas de aminocaproato de metal alcalino tiene la ventaja de que se reduce la aparición de la polimerización durante la destilación. La formación de oligómeros y polímeros es desventajosa, ya que puede resultar en incrustaciones en el equipo de destilación. Además de ello, se pierde caprolactama. Los porcentajes anteriores se dan con relación a la cantidad molar total de dicha una o más bases.

40 El procedimiento de acuerdo con la invención es preferiblemente un procedimiento para la purificación de producto de caprolactama, comprendiendo dicho producto de caprolactama (i) caprolactama y (ii) impurezas, en donde dicho procedimiento comprende añadir una o más de las bases a dicho producto de caprolactama para proporcionar el producto alcalino de caprolactama. Preferiblemente, el hidróxido de metal alcalino se añade en forma de una disolución acuosa de hidróxido de metal alcalino.

45 Típicamente, el producto de caprolactama comprende 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. Típicamente, el producto de caprolactama es un producto acuoso de caprolactama que comprende agua. Típicamente, la cantidad total de agua y caprolactama y agua 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. Estos porcentajes se dan con relación al peso del producto de caprolactama. En una realización de la invención, el producto de caprolactama 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 alcalino de caprolactama se puede preparar añadiendo cantidades muy pequeñas de dicha una o más bases. Esto resulta en una caprolactama purificada que tiene una buena calidad, según se expresa por el índice PAN y una buena estabilidad. 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 alcalino de caprolactama con agua de pH = 5,7 para obtener una disolución que contenga 15% en peso de caprolactama) con una disolución de NaOH 0,01 N hasta un pH de 5,7, en donde

$$\text{acidez} = \frac{v * t}{a * 0,15} * 1000$$

en que:

- 5 v = ml de disolución de NaOH añadida
 t = molaridad de la disolución de NaOH (= 0,01)
 a = peso de la muestra (g)

Preferiblemente, el producto de caprolactama es neutro o tiene una alcalinidad entre 0 y 5 meq. por kg de caprolactama. En una realización, el procedimiento comprende añadir entre 0,05 y 10 mmol de la una o más bases 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, lo más preferiblemente menos de 1,0 mmol por kg de caprolactama. Preferiblemente, la cantidad de base añadida disminuye cuando el producto de caprolactama es de un carácter menos ácido/más alcalino. En una realización, el producto alcalino de caprolactama se obtiene directamente después de la adición de la una o más bases, y el producto alcalino de caprolactama se puede destilar sin etapas adicionales antes de dicha destilación. En otra realización, el producto alcalino obtenido después de la adición se somete a una o más etapas de purificación, p. ej. a una etapa en la que se separa agua del producto alcalino, para obtener el producto alcalino de caprolactama a destilar.

En una realización preferida, el procedimiento implica añadir hidróxido de metal alcalino al producto de caprolactama, proporcionando un producto alcalino, y hacer reaccionar al menos parte de dicho hidróxido de metal alcalino en el producto alcalino para formar aminocaproato de metal alcalino antes de la destilación. Esto tiene la ventaja de que el aminocaproato de metal alcalino se puede formar sin necesidad de un equipo separado para preparar dicho aminocaproato de metal alcalino. En esta realización, el hidróxido de metal alcalino se añade preferiblemente al producto de caprolactama que comprende al menos 3% en peso de agua, más preferiblemente al menos 5% en peso de agua (con relación al peso total del producto de caprolactama). Hidróxido de metal alcalino se puede convertir ventajosamente para formar aminocaproato de metal alcalino durante una etapa de separación de agua.

El procedimiento de acuerdo con la invención puede ser un procedimiento discontinuo o un procedimiento continuo. Preferiblemente, el procedimiento es un procedimiento continuo.

El producto de caprolactama al que se pueden añadir dichas una o más bases se puede obtener de diversas maneras, p. ej. mediante redisposición de Beckmann. Se puede efectuar una redisposición de Beckmann de ciclohexanona-oxima en presencia de ácido sulfúrico u óleo, resultando una mezcla de redisposición de Beckmann. A la mezcla de redisposición de Beckmann se la puede añadir una base, preferiblemente amoníaco, dando como resultado una mezcla de redisposición de Beckmann neutralizada. En una realización de la invención, la preparación del producto de caprolactama incluye (a) recuperar a partir de una mezcla de redisposición de Beckmann neutralizada, mediante extracción con un disolvente orgánico, un producto orgánico que comprenda 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 acuoso de caprolactama. Después de su recuperación a partir del producto orgánico, el producto acuoso de caprolactama se hidrogena preferiblemente en presencia de un catalizador de hidrogenación. En el caso de que el producto acuoso de caprolactama se recupere del producto orgánico mediante evaporación del disolvente orgánico en presencia de agua, el producto orgánico se lava preferiblemente con agua o con una disolución alcalina acuosa antes de dicha evaporación. En el caso de que el producto acuoso de caprolactama se recupere del producto orgánico mediante extracción con agua, el producto acuoso de caprolactama se somete preferiblemente a un intercambiador de iones antes de la hidrogenación. Preferiblemente, dichas una o más bases se añaden al producto acuoso de caprolactama después de una etapa de hidrogenación.

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 (con un punto de ebullición menor que la caprolactama) a partir del producto alcalino de caprolactama y/o separar impurezas orgánicas de elevado punto de ebullición (con un punto de ebullición mayor que la caprolactama) a partir del producto alcalino de

caprolactama. Preferiblemente, la destilación incluye, en una primera etapa, separar como producto de la parte superior impurezas de bajo punto de ebullición a partir del producto alcalino de caprolactama, al tiempo que se deja como producto del fondo producto alcalino de caprolactama que contiene las impurezas de elevado punto de ebullición, y en una segunda etapa, separar estas impurezas de elevado punto de ebullición del producto del fondo y recuperar caprolactama purificada como un producto de la parte superior.

Preferiblemente, la caprolactama es ϵ -caprolactama.

La invención se elucida con referencia a los siguientes Ejemplos sin estar, sin embargo, limitada a ellos.

En todos los ejemplos, 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} : Norma ISO 7059 – caprolactama para uso industrial – determinación de la absorbancia a una longitud de onda de 290 nm,

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

Alcalinidad: titulación con una disolución acuosa de ácido clorhídrico 0,01 M.

Ejemplo I

En un procedimiento continuo para la producción de caprolactama pura, una corriente de producto de caprolactama se produjo de forma continua mediante redistribución de Beckmann de ciclohexanona-oxima en presencia de óleo, neutralizando la mezcla de la redistribución de Beckmann con amoníaco, separando caprolactama de la redistribución de Beckmann neutralizada mediante técnicas de extracción. Dicha corriente se sometió a una serie de etapas de purificación que incluyen la purificación con un intercambiador de iones, hidrogenación y una primera deshidratación. La corriente resultante de producto de caprolactama contenía aproximadamente 85% en peso de caprolactama, aproximadamente 15% en peso de agua e impurezas, y tenía las siguientes especificaciones (PAN = 2,6, E_{290} = 0,32, BV = 0,44 meq./kg, alcalinidad = 0,02 meq./kg). A esta corriente se añadieron continuamente 4,80 mmol de NaOH por kg de caprolactama (en forma de una disolución acuosa al 15%). La corriente resultante de producto alcalino de caprolactama se deshidrató en una serie de evaporadores, variando las temperaturas en los evaporadores entre 80 y 125°C. El tiempo de permanencia total en y entre los evaporadores era de 3 horas. Como resultado, se obtuvo un producto alcalino de caprolactama que contenía aproximadamente 0,5% en peso de agua. En dicho producto alcalino de caprolactama, al menos el 90% de base añadida parecía haber reaccionado para formar aminocaproato de sodio. El producto alcalino de caprolactama (alcalinidad 4,83 meq./kg) 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 (del fondo) 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 (del fondo) de 133°C, una presión de 1,2 kPa, siendo el tiempo de permanencia de 1 hora. Las especificaciones de la caprolactama purificada resultante se indican en la Tabla 1.

Ejemplos II-VIII

Se repitió el Ejemplo I, con la diferencia de que se añadieron cantidades diferentes de NaOH, dando como resultado valores diferentes para la alcalinidad de la alimentación de la primera etapa de destilación (destilación a 175°C). Las especificaciones de la caprolactama obtenida después de la destilación se indican en la Tabla 1.

Tabla 1

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

- 5 Estos Ejemplos demuestran que el índice PAN disminuye sin perjudicar a las otras propiedades de la caprolactama si disminuye la cantidad de NaOH añadida y, por consiguiente, la alcalinidad del producto alcalino de caprolactama. Además de ello, la extinción disminuye con la cantidad decreciente de NaOH añadida.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para destilar producto alcalino de caprolactama a presión reducida, comprendiendo dicho producto alcalino de caprolactama (i) caprolactama, (ii) impurezas orgánicas y (iii) una o más bases seleccionadas del grupo que consiste en hidróxido de metal alcalino y aminocaproato de metal alcalino, caracterizado por que la alcalinidad del producto alcalino de caprolactama es menor que 5 meq. por kg de caprolactama.
- 10 2.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la alcalinidad del producto alcalino de caprolactama oscila entre 0,10 y 3 meq. por kg de caprolactama.
- 3.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la alcalinidad del producto alcalino de caprolactama oscila entre 0,15 y 2 meq. por kg de caprolactama.
- 15 4.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicha una o más bases se seleccionan del grupo que consiste en hidróxido de sodio, aminocaproato de sodio, hidróxido de potasio, aminocaproato de potasio.
- 20 5.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que al menos 75% en moles de dicha una o más bases es aminocaproato de metal alcalino.
- 6.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicho producto alcalino de caprolactama comprende al menos 95% en peso de caprolactama.
- 25 7.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, para la purificación de caprolactama, comprendiendo dicho producto de caprolactama (i) caprolactama y (ii) impurezas, en el que dicho procedimiento comprende añadir una o más bases seleccionadas del grupo que consiste en hidróxido de metal alcalino y aminocaproato de metal alcalino a dicho producto de caprolactama en una cantidad como para proporcionar el producto alcalino de caprolactama.
- 30 8.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el producto de caprolactama 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.
- 35 9.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7 o la reivindicación 8, en el que el procedimiento implica añadir dicha una o más bases a dicho producto de caprolactama en una cantidad menor que 10 mmol por kg de caprolactama.
- 10.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el procedimiento implica añadir a dicho producto de caprolactama entre 0,10 y 5 mmol de dicha una o más bases por kg de caprolactama.
- 40 11.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el procedimiento implica añadir a dicho producto de caprolactama entre 0,15 y 3 mmol de dicha una o más bases por kg de caprolactama.
- 45 12.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, en el que el producto de caprolactama comprende al menos 15% en peso de caprolactama.
- 13.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, en el que el producto de caprolactama comprende agua y la cantidad total de agua y caprolactama en el producto de caprolactama es de al menos 95% en peso.
- 50 14.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 13, en el que el procedimiento implica añadir hidróxido de metal alcalino a dicho producto de caprolactama para proporcionar un producto alcalino, y convertir al menos parte de dicho hidróxido de metal alcalino en el producto alcalino para formar aminocaproato de metal alcalino antes de dicha destilación.
- 55 15.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que la caprolactama se obtiene mediante una redistribución de Beckmann.
- 16.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que el procedimiento implica destilar el producto alcalino de caprolactama a una temperatura entre 100 y 200°C.
- 60 17.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, en el que el procedimiento

implica destilar el producto alcalino de caprolactama a una presión menor que 10 kPa.

5 18.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, en el que dicha destilación incluye separar impurezas de bajo punto de ebullición del producto alcalino de caprolactama y/o separar impurezas de alto punto de ebullición del producto alcalino de caprolactama.

10 19.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 18, en el que dicha destilación incluye, en una primera etapa, separar como un producto de la parte superior impurezas de bajo punto de ebullición del producto alcalino de caprolactama al tiempo que se deja producto alcalino de caprolactama que contiene impurezas de alto punto de ebullición como un producto del fondo y, en una segunda etapa, separar impurezas de alto punto de ebullición del producto del fondo y recuperar caprolactama en forma de un producto de la parte superior.

20.- Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19, en el que el procedimiento es un procedimiento continuo.