

Настоящее изобретение относится к способу выделения капролактама из водного капролактамового продукта.

Производство капролактама часто включает в себя получение водного капролактамового продукта и очистку такого водного капролактамового продукта. Очистка может включать дистилляцию при пониженном давлении для отделения низкокипящих и/или высококипящих органических соединений. Известно, что такая дистилляция может быть осуществлена в присутствии основания. В качестве основания обычно используется гидроксид натрия, см., например, US-A-4457807, US-A-5496941, US-A-3893324 и US-A-3792045. При введении гидроксида в дистилляционную колонну, в которой осуществляют дистилляцию, может происходить олигомеризация и/или полимеризация капролактама, что является нежелательным, поскольку это часто приводит к засорению оборудования для дистилляции. В DD-A-202870 указано, что использование аминокaproата щелочного металла вместо гидроксида щелочного металла снижает вероятность полимеризации, а, следовательно, и возможность загрязнения дистилляционной установки. В способе, описанном в DD-A-202870, раствор, содержащий 37,4 мас.% аминокaproата щелочного металла, получают в отдельном реакционном сосуде посредством реакции соответствующего гидроксида щелочного металла с сырым капролактамом при температуре 80°C в течение 10 ч. После завершения реакции раствор, содержащий аминокaproат щелочного металла, вводят в водный капролактамовый продукт, подвергаемый очистке, после чего осуществляют дистилляцию.

В способе, описанном в DD-A-202870, для получения аминокaproата щелочного металла проводят дополнительную стадию. Это, в частности, является недостатком в случае осуществления непрерывного процесса.

Целью настоящего изобретения является разработка способа, который не требует проведения дополнительной стадии для получения аминокaproата щелочного металла.

Эта цель настоящего изобретения достигается обеспечением непрерывного способа выделения (извлечения) капролактама из водного капролактамового продукта, где указанный водный капролактамовый продукт содержит (i) капролактама, (ii) примеси и (iii) воду и где указанный способ включает

добавление гидроксида щелочного металла в водный капролактамовый продукт в количестве не более чем 100 ммоль гидроксида щелочного металла на кг капролактама;

взаимодействие, по крайней мере, части добавленного гидроксида щелочного металла с образованием аминокaproата щелочного металла и с получением обогащенного капроатом капролактамового продукта; и

дистилляцию обогащенного капроатом капролактамового продукта при пониженном давлении.

Настоящее изобретение предлагает простой способ, в котором аминокaproат щелочного металла образуется *in situ*.

В соответствии с настоящим изобретением по крайней мере часть добавленного гидроксида щелочного металла подвергают реакции с образованием аминокaproата щелочного металла перед проведением дистилляции обогащенного капроатом капролактамового продукта. Предпочтительно по крайней мере 50 мол.%, более предпочтительно по крайней мере 75 мол.%, в частности по крайней мере 85 мол.%, более конкретно по крайней мере 90 мол.% и наиболее предпочтительно, по существу, весь добавленный гидроксид щелочного металла подвергают реакции с образованием аминокaproата щелочного металла перед осуществлением дистилляции обогащенного капроатом капролактамового продукта. Следует отметить, что в способе, который включает подачу обогащенного капроатом капролактамового продукта в зону дистилляции и дистилляцию обогащенного капроатом капролактамового продукта в указанной зоне дистилляции по крайней мере часть, предпочтительно по крайней мере 50 мол.%, более предпочтительно по крайней мере 75 мол.%, в частности по крайней мере 85 мол.%, более конкретно по крайней мере 90 мол.% и наиболее предпочтительно, по существу, весь добавленный гидроксид щелочного металла подвергают реакции с образованием аминокaproата щелочного металла, до подачи обогащенного капроатом капролактамового продукта в зону дистилляции. Увеличение степени превращения в данной реакции имеет то преимущество, что оно приводит к уменьшению степени олигомеризации/полимеризации в процессе дистилляции при пониженном давлении.

Реакция добавленного гидроксида щелочного металла с образованием аминокaproата щелочного металла может быть осуществлена при использовании подходящего времени пребывания, где указанное время пребывания зависит от температуры и концентраций в водном капролактамовом продукте. Подходящее время пребывания может быть определено специалистом в данной области. Обычно время пребывания составляет, по крайней мере, 30 мин, предпочтительно, по крайней мере, 60 мин. Используемый здесь термин «время пребывания» означает период времени между добавлением гидроксида щелочного металла в водный капролактамовый продукт и началом дистилляции. Следует отметить, что в способе, который включает подачу обогащенного капроатом капролактамового продукта в зону дистилляции и осуществление дистилляции обогащенного капроатом капролактамового продукта в указанной зоне дистилляции, термин «время пребывания» означает период времени между добавлением гидроксида щелочного металла в водный капролактамовый продукт и подачей обогащенного капроатом капролактамового продукта в зону дистилляции.

Преимущественно способ включает очистку водного капролактамового продукта за одну или несколько стадий, проводимых после указанного добавления и перед дистилляцией при пониженном давлении. Предпочтительно одна или несколько указанных стадий включают удаление воды путем выпаривания.

Преимущественно водный капролактамовый продукт добавляют в буферный резервуар, который может быть использован в данном процессе, и указанный гидроксид щелочного металла добавляют в водный капролактамовый продукт в буферном резервуаре или перед подачей указанного водного капролактамового продукта в буферном резервуаре. Этот способ имеет то преимущество, что время пребывания увеличивается.

Водный капролактамовый продукт содержит (i) капролактамы, (ii) примеси и (iii) воду. Обычно водный капролактамовый продукт содержит 15-99,9 мас.% капролактама, в частности по крайней мере 50 мас.% капролактама, более конкретно по крайней мере 75 мас.% капролактама. Предпочтительно водный капролактамовый продукт содержит по крайней мере 3 мас.% воды, более предпочтительно по крайней мере 5 мас.% воды. Обычно суммарное количество воды и капролактама в капролактамовом продукте составляет предпочтительно по крайней мере 95 мас.%, в частности по крайней мере 97 мас.%, более конкретно по крайней мере 98 мас.%. Вышеуказанное процентное содержание приводится по массе водного капролактамового продукта. Примесями могут быть любые органические примеси, например органические примеси с низкой температурой кипения (имеющие более низкую температуру кипения, чем капролактамы) и/или органические примеси с высокой температурой кипения (имеющие более высокую температуру кипения, чем капролактамы).

Обогащенный капроатом капролактамовый продукт содержит капролактамы. Обычно обогащенный капроатом капролактамовый продукт содержит 95-99,9 мас.% капролактама, в частности по крайней мере 97 мас.% капролактама, более конкретно по крайней мере 98 мас.% капролактама (по массе обогащенного капроатом капролактамового продукта).

Обогащенный капроатом капролактамовый продукт может содержать воду. Предпочтительно обогащенный капроатом капролактамовый продукт содержит менее 5 мас.% воды, более предпочтительно менее чем 3 мас.%, в частности менее чем 2 мас.%, более предпочтительно менее чем 1 мас.% воды (по массе обогащенного капроатом капролактама). Более низкое содержание воды имеет то преимущество, что это облегчает создание и поддержание пониженного давления в процессе дистилляции.

Обогащенный капроатом капролактамовый продукт имеет более высокую концентрацию аминокaproата щелочного металла (выраженную в молях аминокaproата щелочного металла на кг капролактама), чем водный капролактамовый продукт. Предпочтительно по крайней мере 50 мол.% оснований, более предпочтительно по крайней мере 75 мол.%, в частности по крайней мере 85 мол.%, более конкретно по крайней мере 90 мол.%, наиболее предпочтительно, по существу, все указанные основания, выбранные из группы, состоящей из гидроксида щелочного металла и аминокaproата щелочного металла в обогащенном капроатом капролактамовом продукте, поступающем в зону дистилляции, присутствует в виде аминокaproата щелочного металла. Увеличение относительного количества аминокaproата щелочного металла имеет то преимущество, что оно приводит к уменьшению вероятности олигомеризации/полимеризации.

Используемый здесь термин «все концентрации», указанные для обогащенного капроатом капролактамового продукта, означает концентрации в обогащенном капроатом капролактамовом продукте перед дистилляцией обогащенного капроатом капролактамового продукта. Следует отметить, что в способе, который включает подачу обогащенного капроатом капролактамового продукта в зону дистилляции и осуществление дистилляции обогащенного капроатом капролактамового продукта в указанной зоне дистилляции, термин «все концентрации», указанные для обогащенного капроатом капролактамового продукта, означает концентрации в обогащенном капроатом капролактамовом продукте, поступающем в зону дистилляции.

В одном из вариантов осуществления изобретения указанный способ представляет собой непрерывный способ выделения капролактама из водного капролактамового продукта, где указанный водный капролактамовый продукт содержит (i) капролактамы, (ii) примеси и (iii) воду и где указанный способ включает

непрерывное добавление гидроксида щелочного металла в поток водного капролактамового продукта;

взаимодействие, по крайней мере, части добавленного гидроксида щелочного металла с образованием аминокaproата щелочного металла и с получением потока обогащенного капроатом капролактамового продукта;

непрерывную подачу потока обогащенного капроатом капролактамового продукта в зону дистилляции; и

в указанной зоне дистилляции осуществление дистилляции обогащенного капроатом капролактамового продукта при пониженном давлении.

В этом варианте осуществления изобретения гидроксид щелочного металла может быть добавлен в поток водного капролактамового продукта в любое подходящее время. Подходящим временем является

время, которое выбирают так, чтобы время пребывания добавленного гидроксида щелочного металла в потоке водного капролактама было достаточно продолжительным для осуществления реакции, проводимой до подачи обогащенного капроатом капролактамового продукта в зону дистилляции. Это время пребывания, в основном, зависит от условий, создаваемых в потоке, например от состава и от температуры.

В соответствии с настоящим изобретением на 1 кг капролактама добавляют не более чем 100 ммоль гидроксида щелочного металла. На 1 кг капролактама может быть добавлено менее чем 50 ммоль, например менее чем 20 ммоль, гидроксида щелочного металла. В одном из вариантов осуществления изобретения указанный способ включает добавление от 0,05 до 10 ммоль гидроксида щелочного металла на 1 кг капролактама, предпочтительно от 0,05 до 5,0 ммоль на 1 кг капролактама, более предпочтительно от 0,10 до 4,5 ммоль на 1 кг капролактама, в частности от 0,15 до 3,0 ммоль на 1 кг капролактама, более конкретно от 0,20 до 2,0 ммоль на 1 кг капролактама, наиболее предпочтительно менее чем 1,0 ммоль на 1 кг капролактама. Снижение количества добавляемого гидроксида щелочного металла до значения ниже предпочтительных верхних пределов имеет то преимущество, что оно приводит к уменьшению числа PAN. Увеличение количества добавленного гидроксида щелочного металла до значения, превышающего предпочтительные нижние пределы, имеет то преимущество, что оно приводит к снижению вероятности нежелательных изменений качества, например, в результате окисления капролактама в процессе дистилляции.

В предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенный капроатом капролактамовый продукт представляет собой щелочной капролактамовый продукт, имеющий щелочность менее чем 5 мэкв. (5 миллиэквивалентов) на 1 кг капролактама. Преимущество этого варианта заключается в том, что полученный очищенный капролактама имеет высокое качество, в частности низкое число PAN (как измерено спектрометрическим методом определения перманганатного индекса капролактама в соответствии со стандартами ISO DIS 8660-Plastics-Determination of permanganate index of caprolactam, исправленное первое издание (ISO 8660; 1988)). Кроме того, получали низкое значение для экстинкции (как измерено методом определения оптической плотности капролактама для промышленного применения на длине волны 290 нм в соответствии со стандартами ISO 7059).

Используемый здесь термин «щелочность» означает щелочность при температуре 25°C, как определено путем титрования (после разбавления щелочного капролактамового продукта водой pH=5,7 с получением раствора, содержащего 15 мас.% капролактама) 0,01 н HCl-раствором до pH 5,7, и вычисляемую по формуле

$$\text{щелочность} = \frac{v \cdot t}{\alpha \cdot 0,15} \cdot 1000$$

где v =мл добавленного раствора HCl,
 t =молярность раствора HCl (=0,01),
 α =масса образца, г.

Предпочтительно щелочность обогащенного капроатом капролактамового продукта составляет менее чем 4,5 мэкв на кг обогащенного капроатом капролактамового продукта, более предпочтительно менее чем 4,0 мэкв на кг, в частности менее чем 3,0 мэкв на кг, более конкретно менее чем 2,0 мэкв на кг и наиболее предпочтительно менее чем 1,0 мэкв на кг. Это дополнительно снижает число PAN.

Предпочтительно щелочность обогащенного капроатом капролактамового продукта составляет более чем 0,05 мэкв. на кг, более предпочтительно более чем 0,10 мэкв. на кг, в частности более чем 0,15 мэкв. на кг обогащенного капроатом капролактамового продукта. Увеличение щелочности до значений, превышающих указанные значения, улучшает стабильность, то есть чувствительность к возникновению нежелательных изменений качества продукта.

Используемый здесь термин «величины», относящиеся к щелочности и к концентрациям в обогащенном капроатом капролактамовом продукте, означает величины обогащенного капроатом капролактамового продукта перед проведением дистилляции. Следует отметить, что в способе, который включает подачу обогащенного капроатом капролактамового продукта в зону дистилляции и осуществление дистилляции обогащенного капроатом капролактамового продукта в указанной зоне дистилляции, все вышеупомянутые величины щелочности для обогащенного капроатом капролактамового продукта означают концентрации в обогащенном капроатом капролактамовом продукте, поступающем в зону дистилляции.

В возможном варианте осуществления изобретения водный капролактамовый продукт, к которому добавляют гидроксид щелочного металла, имеет кислотность от 0 до 5 мэкв. на 1 кг капролактама, является нейтральным или имеет щелочность от 0 до 5 мэкв. на 1 кг капролактама. В этом варианте осуществления изобретения обогащенный капроатом капролактамовый продукт, имеющий предпочтительную щелочность, может быть получен с использованием лишь очень небольших количеств гидроксида щелочного металла. Используемый здесь термин «кислотность» означает кислотность при температуре 25°C, как определено путем титрования (после разбавления щелочного капролактамового продукта водой pH=5,7 с получением раствора, содержащего 15 мас.% капролактама) 0,01 н NaOH-раствором до pH 5,7, и вычисляемую по формуле

$$\text{Кислотность} = \frac{v \cdot t}{\alpha \cdot 0,15} \cdot 1000$$

где v =мл добавленного раствора NaOH,
 t =молярность раствора NaOH ($=0,01$),
 α =масса образца, г.

Предпочтительно водный капролактамовый продукт, к которому добавляют гидроксид щелочного металла, является нейтральным или имеет щелочность от 0 до 5 мэкв. на кг капролактама. Предпочтительно количество добавленного гидроксида щелочного металла снижается, если капролактамовый продукт является менее кислотным/более щелочным.

Предпочтительно гидроксид щелочного металла выбирают из группы, состоящей из гидроксида натрия и гидроксида калия. Предпочтительно гидроксидом щелочного металла является гидроксид натрия.

Водный капролактамовый продукт может быть получен различными способами. Может быть осуществлена перегруппировка Бекмана оксима циклогексанона в присутствии серной кислоты или олеума с получением смеси продуктов перегруппировки Бекмана. К этой смеси продуктов перегруппировки Бекмана может быть добавлено основание, предпочтительно аммиак, с получением нейтрализованной смеси продуктов перегруппировки Бекмана. В одном из вариантов осуществления изобретения получение капролактамового продукта включает (а) выделение органического продукта, содержащего органический растворитель и капролактамы, из нейтрализованной смеси продуктов перегруппировки Бекмана путем экстракции органическим растворителем, (b) выделение водного капролактамового продукта из указанного органического продукта путем экстракции водой или путем выпаривания органического растворителя в присутствии воды. После его выделения из органического продукта водный капролактамовый продукт, предпочтительно, гидрируют в присутствии катализатора гидрирования. В случае, если водный капролактамовый продукт выделяют из органического продукта путем выпаривания органического растворителя в присутствии воды, указанный органический продукт, предпочтительно, промывают водой или щелочным водным раствором до указанного выпаривания. В случае, если водный капролактамовый продукт выделяют из органического продукта путем экстракции водой, то указанный водный капролактамовый продукт, предпочтительно, обрабатывают ионообменником до гидрирования. Предпочтительно указанный гидроксид щелочного металла добавляют к водному капролактамовому продукту после проведения стадии гидрирования.

Дистилляция может быть осуществлена в любой подходящей зоне дистилляции, например в дистилляционной колонне. Дистилляцию осуществляют при пониженном давлении. Предпочтительно дистилляцию осуществляют при давлении менее чем 50 кПа, более предпочтительно менее чем 20 кПа, в частности менее чем 10 кПа. Предпочтительно температура составляет от 100 до 200°C, более предпочтительно от 110 до 180°C. Эти температуры означают температуру в нижней части дистилляционной колонны, в которой осуществляется дистилляция. Обычно процесс дистилляции включает выделение низкокипящих органических примесей (имеющих более низкую температуру кипения, чем капролактамы) из обогащенного капроатом капролактамового продукта и/или выделение высококипящих органических примесей (имеющих более высокую температуру кипения, чем капролактамы) из обогащенного капроатом капролактамового продукта. Предпочтительно указанная дистилляция включает в себя в первой стадии отделение низкокипящих примесей в качестве верхней фракции продукта из щелочного обогащенного капроатом капролактамового продукта, при этом оставляя обогащенный капроатом капролактамовый продукт, содержащий высококипящие примеси, в качестве нижней фракции продукта, и во второй стадии - отделение высококипящих примесей из нижней фракции продукта и выделение очищенного капролактама в качестве верхней фракции продукта.

Предпочтительно капролактамом является ϵ -капролактамы.

Настоящее изобретение проиллюстрировано в нижеследующих примерах, которые, однако, не должны рассматриваться как ограничение изобретения.

Сравнительный эксперимент и пример I.

В непрерывном способе получения чистого ϵ -капролактама поток капролактамового продукта непрерывно получали посредством перегруппировки Бекмана оксима циклогексанона в присутствии олеума; нейтрализации смеси продуктов перегруппировки Бекмана аммиаком, выделения капролактама из нейтрализованного продукта перегруппировки Бекмана путем экстракции. Указанный поток подвергали серии стадий очистки, включая очистку ионообменником, гидрирование и первое обезвоживание. Полученный поток водного капролактамового продукта содержал примерно 85 мас.% капролактама, примерно 15 мас.% воды и примеси. Этот поток обезвоживали в ряде испарителей, при этом температуры в испарителях варьировались от 80 до 125°C. Общее время пребывания в испарителях (включая время пребывания в системе трубопроводов между испарителями) составляло 3 ч. В результате был получен капролактамовый продукт, содержащий примерно 0,5 мас.% воды. Поток капролактамового продукта, прошедший через ряд испарителей, подвергали дистилляции в две стадии при пониженном давлении. В первой стадии низкокипящие примеси и воду отделяли в дистилляционной колонне при (в нижней части) температуре 175°C и при давлении 5,2 кПа, при этом время пребывания составляло несколько минут. Во второй стадии высококипящие примеси отделяли в дистилляционной колонне при (в нижней части) температуре 133°C и под давлением 1,2 кПа, при этом время пребывания составляло 1 ч.

В настоящем описании показан способ, с помощью которого специалист может определить, в какой момент гидроксид натрия может быть добавлен в поток водного капролактамового продукта для достижения достаточного уровня образования аминокaproата натрия перед подачей указанного потока в первую дистиляционную колонну дистиляции при пониженном давлении.

В первом эксперименте в поток, прошедший через ряд испарителей, непрерывно добавляли 15 мас.% водного раствора NaOH (сравнительный эксперимент). На 1 кг капролактама добавляли 5 ммоль NaOH. Анализ (например, путем титрования) потока непосредственно перед его поступлением в первую дистиляционную колонну показал, что этот поток все еще содержал значительное количество NaOH. В кубовом остатке второй стадии дистиляции было обнаружено 8,7 мас.% твердых веществ (продукты полимеризации).

Во втором эксперименте (пример I) в поток водного капролактама, который поступал в ряд испарителей, добавляли то же самое количество NaOH (содержащее 15 мас.% воды). Очевидно, что в потоке, поступающем в первую дистиляционную колонну, по крайней мере, 90 мас.% добавленного NaOH подвергалось реакции с образованием аминокaproата натрия. В остатке второй стадии дистиляции при пониженном давлении не было обнаружено ни олигомеров, ни полимеров. В результате этого получали очищенный капролактама, который удовлетворял всем техническим требованиям.

Этот пример (второй эксперимент) показал, что полимеризации можно избежать без получения аминокaproата щелочного металла в отдельной установке.

Примеры II-IX.

Повторяли пример I, при этом гидроксид натрия добавляли в поток водного капролактамового продукта, содержащего примерно 85 мас.% капролактама, примерно 15 мас.% воды и примеси (поток, который поступал в ряд испарителей), где указанный поток имел следующие параметры (PAN=2,6, E₂₉₀=0,32, VB=0,44 мэкв./кг, щелочность=0,02 мэкв./кг). Количество добавленного NaOH варьировалось (см. таблицу). Технические характеристики капролактама, полученного после дистиляции, указаны в таблице.

Пример	Добавленный NaOH	Подача щелочи в первой стадии дистиляции (175°C)	PAN	E ₂₉₀	VB	Щелочность
№	ммоль NaOH/кг капр.	мэкв.ОН/кг			мэкв.ОН/кг	мэкв.ОН/кг
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

Параметры были определены, как указано ниже.

PAN: Спектрометрический метод определения перманганатного индекса капролактама в соответствии со стандартами ISO DIS 8660 - Plastics-Determination of permanganate index of caprolactam, исправленное первое издание, ISO 8660; 1988.

E₂₉₀: ISO 7059 - капролактама для промышленного применения - определение оптической плотности при длине волны 290 нм.

Летучие основания (VB): ISO 8661 - капролактама для промышленного применения - определение содержания летучих оснований - метод титрования после дистиляции.

Щелочность: титрование 0,01-молярным водным раствором соляной кислоты до pH 5,73.

Эти примеры показали, что при снижении количества добавляемого NaOH число PAN снижалось, но при этом другие свойства капролактама не ухудшались. Кроме того, при снижении количества добавляемого NaOH снижался коэффициент экстинкции.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Непрерывный способ выделения капролактама из водного капролактамового продукта, где указанный водный капролактамовый продукт содержит (i) капролактама, (ii) примеси и (iii) воду, включающий добавление гидроксида щелочного металла в водный капролактамовый продукт в количестве не более 100 ммоль гидроксида щелочного металла на кг капролактама;

обеспечение условий, при которых осуществляется взаимодействие, по крайней мере, 50 мол.% добавленного гидроксида щелочного металла с образованием аминокaproата щелочного металла и с получением обогащенного капроатом капролактамового продукта; и

дистиляцию обогащенного капроатом капролактамового продукта при пониженном давлении.

2. Способ по п.1, по которому обеспечивают условия, при которых осуществляется взаимодействие, по крайней мере, 75 мол.% добавленного гидроксида щелочного металла с образованием аминокaproата щелочного металла перед проведением указанной дистиляции.

3. Способ по п.1 или 2, где время пребывания добавленного гидроксида щелочного металла является достаточно продолжительным, например, для осуществления указанного взаимодействия перед проведением указанной дистилляции.

4. Способ по п.3, где указанное время пребывания составляет по крайней мере 30 мин.

5. Способ по любому из пп.1-4, где указанный водный капролактамовый продукт, в который добавляют гидроксид щелочного металла, содержит по крайней мере 15 мас.% капролактама и по крайней мере 3 мас.% воды.

6. Способ по любому из пп.1-5, где указанный обогащенный капроатом капролактамовый продукт содержит по крайней мере 95 мас.% капролактама.

7. Способ по любому из пп.1-6, где указанный обогащенный капроатом капролактамовый продукт содержит менее чем 2 мас.% воды.

8. Способ по любому из пп.1-7, включающий очистку водного капролактамового продукта в одну или несколько стадий, проводимых после указанной стадии добавления и перед указанной стадией дистилляции.

9. Способ по п.8, где указанные одна или несколько стадий включают отделение воды от водного капролактамового продукта путем выпаривания.

10. Способ по любому из пп.1-9, где указанную дистилляцию осуществляют при температуре от 100 до 200°C.

11. Способ по любому из пп.1-10, где указанную дистилляцию осуществляют при давлении менее чем 10 кПа.

12. Способ по любому из пп.1-11, где указанная дистилляция включает стадию отделения низкокипящих примесей от обогащенного капроатом капролактамового продукта и/или стадию отделения высококипящих примесей от обогащенного капроатом капролактамового продукта.

13. Способ по п.12, где указанная дистилляция включает в первой стадии отделение низкокипящих примесей в качестве верхней фракции продукта из обогащенного капроатом капролактамового продукта, оставляя при этом капролактамовый продукт, содержащий высококипящие примеси, в качестве нижней фракции продукта, и во второй стадии - отделение высококипящих примесей из нижней фракции продукта и выделение капролактама в качестве верхней фракции продукта.

14. Способ по любому из пп.1-13, включающий

добавление гидроксида щелочного металла в поток водного капролактамового продукта;

подачу потока обогащенного капроатом продукта в зону дистилляции, в которой осуществляется дистилляция при пониженном давлении;

где гидроксид щелочного металла добавляют в поток в момент, который выбирают так, чтобы время пребывания добавленного гидроксида щелочного металла в потоке было достаточным для осуществления указанной реакции, по крайней мере, части добавленного гидроксида щелочного металла перед указанной стадией подачи.

15. Способ по любому из пп.1-14, где указанный гидроксид щелочного металла непрерывно добавляют в водный капролактамовый продукт.

