

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
27. Mai 2004 (27.05.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/043915 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C07D 201/16**,
201/08

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/012558

(22) Internationales Anmeldedatum:
11. November 2003 (11.11.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
102 53 094.7 13. November 2002 (13.11.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): **BASF AKTIENGESellschaft** [DE/DE];
67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **LUYKEN, Hermann**

[DE/DE]; Brüsseler Ring 34, 67069 Ludwigshafen (DE).
ANSMANN, Andreas [DE/DE]; Haselweg 1, 69168 Wies-
loch (DE). **BENISCH, Christoph** [DE/DE]; Windmühlstr.
21, 68165 Mannheim (DE). **BASSLER, Peter** [DE/DE];
Maria-Mandel-Str.18, 68519 Viernheim (DE). **FISCHER,**
Rolf-Hartmuth [DE/DE]; Bergstr.98, 69121 Heidelberg
(DE). **MAIXNER, Stefan** [DE/DE]; Königsacker 53,
68723 Schwetzingen (DE). **MELDER, Johann-Peter**
[DE/DE]; Fichtenstrasse 2, 67459 Böhl-Iggelheim (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: **BASF AKTIENGE-**
SELLSCHAFT; 67056 Ludwigshafen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD,
GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN,
MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU,
SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PURIFYING CAPROLACTAM

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR REINIGUNG VON CAPROLACTAM

(57) Abstract: The invention relates to a method for purifying crude caprolactam that has been obtained by: 1) reacting a mixture (I) containing 6-aminocapronitrile and water to form a mixture (II) containing caprolactam, ammonia, water, high boilers and low boilers in the presence of a catalyst followed by; 2) removing ammonia from mixture (II) while obtaining a mixture (III) that contains caprolactam, water, high boilers and low boilers, after which; 3) water is entirely or partially removed from mixture (III) while obtaining a crude caprolactam (IV) that contains caprolactam, high boilers and low boilers. The inventive method is characterized in that: a) the crude caprolactam and an inorganic acid, which has a boiling point higher than that of caprolactam under distillation conditions in accordance with subsequent steps b) to h), are fed to a first distillation device K1; b) the crude caprolactam and the inorganic acid are distilled in the first distillation device K1 during which a first partial flow in the bottom area and a second partial flow in the top area are withdrawn from the distillation device K1; c) the second partial flow from step b) is fed to a second distillation device K2; d) the second partial flow from step b) is distilled in the second distillation device K2 during which a first partial flow in the bottom area and a second partial flow in the top area are withdrawn from the distillation device K2; e) a first partial flow from step d) is fed to a third distillation device K3; f) the first partial flow from step d) is distilled in the third distillation device K3 during which a first partial flow in the bottom area and purified caprolactam in the top area are withdrawn from the distillation device K3, and; g) the first partial flow from step f) is fed to the first distillation device K1.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Reinigung von Rohcaprolactam, das erhalten wurde, indem man 1) eine Mischung (I) enthaltend 6-Aminocapronitril und Wasser zu einer Mischung (II) enthaltend Caprolactam, Ammoniak, Wasser, Hochsieder und Leichtsieder umsetzt in Gegenwart eines Katalysators, anschliessend 2) aus Mischung (II) Ammoniak entfernt unter Erhalt einer Mischung (III) enthaltend Caprolactam, Wasser, Hochsieder und Leichtsieder, anschliessend 3) aus Mischung (III) Wasser ganz oder teilweise entfernt unter Erhalt eines Rohcaprolactams (IV) enthaltend Caprolactam, Hochsieder und Leichtsieder, dadurch gekennzeichnet, dass man a) das Rohcaprolactam und eine anorganische Säure, die einen Siedepunkt oberhalb des Siedepunkts von Caprolactam unter den Destillationsbedingungen gemäss den nachfolgenden Schritten b) bis h) aufweist, einer ersten Destillationsvorrichtung K1 zuführt, b) in der ersten Destillationsvorrichtung K1 das Rohcaprolactam und die anorganische Säure destilliert, wobei man der Destillationsvorrichtung K1 einen ersten Teilstrom im Sumpfbereich und einen zweiten Teilstrom im Kopfbereich entnimmt, c) den zweiten Teilstrom aus Schritt b) einer zweiten Destillationsvorrichtung K2 zuführt, d) in der zweiten Destillationsvorrichtung K2 den zweiten Teilstrom aus Schritt b) destilliert, wobei man der Destillationsvorrichtung K2 einen ersten Teilstrom im Sumpfbereich und einen zweiten Teilstrom im Kopfbereich entnimmt, e) den ersten Teilstrom aus Schritt d) einer dritten Destillationsvorrichtung K3 zuführt, f) in der dritten Destillationsvorrichtung K3 den ersten Teilstrom aus Schritt d) destilliert, wobei man der Destillationsvorrichtung K3 einen ersten Teilstrom im Sumpfbereich und gereinigtes Caprolactam im Kopfbereich entnimmt, und g) den ersten Teilstrom aus Schritt f) der ersten Destillationsvorrichtung K1 zuführt.

WO 2004/043915 A1



(84) **Bestimmungsstaaten** (*regional*): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.