



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

**OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO**

122 826

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Int. Cl.³ C07D 211/32

Zgłoszono: 29.04.80 (P. 230797)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 04.09.81

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1983



Twórcy wynalazku: Wojciech Kulicki, Andrzej Zarecki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakład Doświadczalny „Chemipan” Instytutu
Chemii Fizycznej i Instytutu Chemii Organicznej PAN,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania wodzianu soli sodowej kwasu pipekolinowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania soli sodowej kwasu pipekolinowego, który dotychczas jest nieznanym związkiem. Znalazł on zastosowanie jako półprodukt do syntez organicznych związków przydatnych w przemyśle farmaceutycznym.

Znana jest sól sodowa kwasu pipekolinowego, którą otrzymano przez działanie ługiem sodowym na kwas chloroaminokapronowy, przy czym wyodrębnianie tej soli następczo trudności i wymagało szeregu operacji, bowiem sól ta dobrze jest rozpuszczalna w wodzie jak też pozostałe związki biorące udział w reakcji. Należało więc zatężyć roztwór poreakcyjny a z krystalizowanego osadu usuwać jednocześnie wypadający chlorek sodowy i inne zanieczyszczenia. Te czynności w większej skali technicznej są energo- i pracochłonne, a przy ich wykonywaniu następują straty produktu, co zmniejsza efektywność i wydajność całego procesu.

Stwierdzono, że tych niedogodności unika się, jeżeli wytwarza się wodzian soli sodowej kwasu pipekolinowego, który podobnie jak bezwodna sól sodowa nadaje się jako półprodukt do syntez organicznych, a zwłaszcza do wytwarzania pochodnych kwasu pipekolinowego.

Według wynalazku wodzian soli sodowej kwasu pipekolinowego wytwarza się przez działanie na α -chloro- ξ -kaprolaktam ługiem sodowym utrzymując pH środowiska około 14.

Sposób według wynalazku zachodzi z bardzo dobrą wydajnością bowiem w czasie reakcji produkt usuwany jest z medium reakcyjnego, a więc reakcja może zachodzić do końca.

Niżej podane przykłady ilustrują sposób według wynalazku.

Przykład I. Do mieszaniny 532 g (3,6 mola) α -chlorokaprolaktamu i 1400 cm³ wody ogrzanej do 80°C wkroplono 324 g (8,1 mola) NaOH w 756 cm³ wody. Temperatura mieszaniny wzrosła do 98°C. Po wkropleniu ługu utrzymywano temperaturę 100°C jeszcze w ciągu 15 minut, następnie mieszaninę ostudzono do temperatury otoczenia. Osad odsączono i wysuszono. Użytkano 577 g produktu zawierający 41,6% wody. Przesącz po odparowaniu i zatężeniu dał drugi rzut produktu w ilości 155 g czystego produktu.

Przykład II. Do roztworu 14,8 g (0,1 mola) α -chlorokaprolaktamu w 80 ml 99,8% etanolu dodano 10 g (0,25 mola) wodorotlenku sodowego w postaci pastylek i całość podczas mieszania ogrzano ostrożnie do wrzenia. Mieszaninę utrzymywano w temperaturze wrzenia przez pół godziny,

następnie ochłodzono do około 50°C i przesączono. Pozostały na sączku osad chlorku sodowego przemyto 2×10 ml etanolu; osad ten po wysuszeniu ważył 5,7 g. Przesącz nie krystalizował nawet po całkowitym ostygnięciu. Po dodaniu 20 ml wody nastąpiła szybka krystalizacja. Zestaloną masę oziębiono w lodówce, odsączono kryształy, przemyto 2×10 ml zimnego etanolu i wysuszono na powietrzu. Otrzymano 16,0 g produktu o zawartości około 66% bezwodnej soli sodowej kwasu pipekolinowego i 34% wody. Wydajność 70%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania wodzianu soli sodowej kwasu pipekolinowego, **znamienny tym**, że na α -chloro- ξ -kaprolaktam działa się ługiem sodowym, przy czym pH środowiska utrzymuje się około 14 zwłaszcza po zakończeniu reakcji, a wytrącony produkt oddziela się w znany sposób.