

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

124 115

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 18.12.80 (P. 228555)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.10.81

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1983

Int. Cl.³ C07C 131/04

CZYTELNIJA

Urzedu Patentowego

Twórcy wynalazku: Piotr Majewski, Mirosław Leplawy, Alicja Górecka,
Zbigniew Kamiński, Henryk Krawczyk

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Łódzka, Łódź (Polska)

SPOSÓB OTRZYMYWANIA NOWEGO O,O' –KARBONYLODIOKSYMU 2–CHLOROCYKLOHEKSANONU

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowego O,O'-karbonylodioksymu 2-chlorocykloheksanonu. Związek ten jest nową O-podstawioną pochodną oksymu 2-chlorocykloheksanonu.

Sposób otrzymywania nowego O,O'-karbonylodioksymu 2-chlorocykloheksanonu według wynalazku polega na tym, że oksym 2-chlorocykloheksanonu poddaje się reakcji z fosgenem w obecności trzeciorzędowych amin alifatycznych lub aromatycznych w środowisku rozpuszczalników aprotowych, korzystnie chlorku metylenu, benzenu lub eteru dwuetylowego, w temperaturze 253 – 293 K.

Sposób według wynalazku zezwala na otrzymanie z wydajnością niemalże ilościową nowej O-podstawionej pochodnej oksymu 2-chlorocykloheksanonu, która może być stosowana jako jeden z produktów wyjściowych w procesie chemicznej syntezy lizyny.

Sposób według wynalazku ilustruje bliżej niżej podany przykład.

Przykład. Roztwór 4,95 g (0,05 mola) fosgeny w 10 ml benzenu wdroplono w trakcie energicznego mieszania do roztworu 14,75 g (0,1 mola) oksymu 2-chlorocykloheksanonu rozpuszczonego w 50 ml chlorku metylenu, utrzymując w trakcie wkraplania temperaturę 273 K.

Następnie kontynuując mieszanie i utrzymując temperaturę mieszaniny reakcyjnej 273 K dzięki zastosowaniu chłodzenia, wdroplono do środowiska reakcji 10,1 g (0,1 mola) trójetiloaminy rozpuszczonej w 10 ml benzenu. Otrzymaną mieszaninę reakcyjną mieszano następnie w temperaturze pokojowej w ciągu 2 godzin. Przesącz otrzymany po odsączeniu osadu zateżono pod zmniejszonym ciśnieniem.

Otrzymano 14,44 g mieszaniny izomerów geometrycznych O,O'-karbonylodioksymu 2-chlorocykloheksanonu w postaci jasnożółtego oleju, co stanowiło 90% wydajności teoretycznej.

Wyniki analizy elementarnej otrzymanego związku o wzorze sumarycznym $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_3$ były następujące:

obliczono: C – 48,60% H – 5,64% N – 8,72%

znaleziono: C – 48,45% H – 5,41% N – 8,61%,

zaś widmo IR otrzymanego związku wykazywało następujące pasma: 1650 cm^{-1} (C = N), 1810 cm^{-1} (C = O).

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania nowego O,O'-karbonylodioksydu 2-chlorocykloheksanonu, z n a m i e n n y t y m , że oksym 2-chlorocykloheksanonu poddaje się reakcji z fosgenem w obecności trzeciorzędowych amin alifatycznych lub aromatycznych, w środowisku rozpuszczalników aprotowych, korzystnie chlorku metylenu, benzenu lub eteru dwuetylowego, w temperaturze 253 – 293 K.