



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

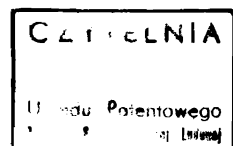
Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu tymczasowego nr 132 717

Int. Cl.³ C07D 223/12

Zgłoszono: 84 02 22 (P. 246319)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 84 12 17



Opis patentowy opublikowano: 1987 04 30

Twórcy wynalazku: Piotr Majewski, Mirosław Leplawy, Zbigniew J. Kamiński,
Andrzej Frankowski

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

Sposób otrzymywania α -amino- ϵ -kaprolaktamu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania α -amino- ϵ -kaprolaktamu.

Z polskiego patentu nr 132 717 znany jest sposób otrzymywania α -amino- ϵ -kaprolaktamu, polegający na reakcji przegrupowania Beckmanna oksymu 2-aminocykloheksanonu w środowisku kwasu siarkowego, a następnie rozpuszczeniu mieszaniny poreakcyjnej w bezwodnym etanolu lub metanolu, zobojętnieniu otrzymanego roztworu gazowym amoniakiem, oddzieleniu wytrąconego siarczanu amonu, odparowaniu alkoholu oraz krystalizacji otrzymanego w ten sposób osadu z zakwaszonej chlorowodorem mieszaniny rozpuszczalników protonowych i aprotonowych, korzystnie z zakwaszonej chlorowodorem mieszaniny woda-etanol-aceton o stosunku objętościowym składników 2:2,5:2,5 lub z nasyconego chlorowodorem etanolu.

Sposób według wynalazku charakteryzuje się tym, że mieszaninę po reakcji przegrupowania Beckmanna rozpuszcza się w etanolu, metanolu, mieszaninie etanolu i metanolu lub mieszaninie jednego z tych alkoholi z chlorowanym węglowodorem, zawierającym 1-2 atomów węgla i 2-6 atomów chloru, a po zobojętnieniu otrzymanego roztworu gazowym amoniakiem i oddzieleniu wytrąconego siarczanu amonu, nasycy się roztwór suchym, gazowym chlorowodorem, a wytrącony chlorowodorek α -amino- ϵ -kaprolaktamu odsącza się i suszy w temperaturze pokojowej.

W sposobie według wynalazku wyeliminowano operację zatężenia roztworu kaprolaktamu oraz operację jego krystalizacji, co znacznie skraca i upraszcza proces jego otrzymywania. Nadto wyeliminowanie tych dwóch operacji zezwala na znaczne oszczędności energetyczne i zmniejszenie zużycia drogich rozpuszczalników. Sposób według wynalazku ilustrują bliżej niżej podane przykłady nie ograniczając jego zakresu.

Przykład I. Do mieszaniny poreakcyjnej otrzymanej w wyniku przegrupowania Beckmanna oksymu 2-aminocykloheksanonu w środowisku kwasu siarkowego, zawierającej 12,8 g (0,1 mola) α -amino- ϵ -kaprolaktamu i 39,4 g (0,4 mola) kwasu siarkowego wkraplało powoli, w trakcie energicznego mieszania, 200 ml bezwodnego etanolu utrzymując podczas wkrapiania temperaturę 278 K. Kontynuując mieszanie i utrzymując temperaturę mieszaniny 278 K zobojętniono ją gazowym amoniakiem. Wytrąconą sól odsączono i przemyto 2 porcjami po 50 ml bezwodnego etanolu. Roztwory po przemyciu dodano do przesącza i otrzymany roztwór nasycycono suchym, gazowym

chlorowodorem utrzymując temperaturę 278 K. Wytrącony chlorowodorek α -amino- ϵ -kaprolaktamu odsączono i wysuszono na powietrzu. Otrzymano 16,01 g chlorowodoru α -amino- ϵ -kaprolaktamu o temperaturze topnienia 563-564 K (rozkład), co stanowiło 97,3% wydajności teoretycznej.

Przykład II. Mieszaninę poreakcyjną otrzymaną w wyniku przegrupowania Beckmanna oksymu 2-aminocykloheksanonu w środowisku kwasu siarkowego, zawierającą 12,8 g (0,1 mola) α -amino- ϵ -kaprolaktamu i 39,4 g (0,4 mola) kwasu siarkowego, wdroplono powoli, w trakcie energicznego mieszania, do mieszaniny 170 ml metanolu i 30 ml trójchloroetyleny utrzymując podczas wkraplania temperaturę 278 K. Dalej postępowano jak w przykładzie I. Otrzymano 12,3 g chlorowodoru α -amino- ϵ -kaprolaktamu o temperaturze topnienia 563-564 K (rozkład), co stanowiło 74,8% wydajności teoretycznej.

Przykład III. Mieszaninę poreakcyjną otrzymaną w wyniku przegrupowania Beckmanna oksymu 2-aminocykloheksanonu w środowisku kwasu siarkowego, zawierającą 12,8 g (0,1 mola) α -amino- ϵ -kaprolaktamu i 39,4 g (0,4 mola) kwasu siarkowego, wdroplono powoli, w trakcie energicznego mieszania, do mieszaniny 160 ml etanolu i 40 ml metanolu utrzymując podczas wkraplania temperaturę 278 K. Dalej postępowano jak w przykładzie I. Otrzymano 15,75 g chlorowodoru α -amino- ϵ -kaprolaktamu o temperaturze topnienia 563-564 K (rozkład), co stanowiło 95,7% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania α -amino- ϵ -kaprolaktamu, polegający na reakcji przegrupowania Beckmanna oksymu 2-aminocykloheksanonu w środowisku kwasu siarkowego, a następnie rozpuszczeniu mieszaniny poreakcyjnej w rozpuszczalniku organicznym, zobojętnieniu otrzymanego roztworu gazowym amoniakiem, oddzieleniu wytrąconego siarczanu amonu i wyodrębnieniu α -amino- ϵ -kaprolaktamu w postaci chlorowodoru według patentu nr 132 717, **znamienny tym**, że mieszaninę po reakcji przegrupowania Beckmanna rozpuszcza się w etanolu, metanolu, mieszaninie etanolu i metanolu lub mieszaninie jednego z tych alkoholi z chlorowanym węglowodorem, zawierającym 1-2 atomów węgla i 2-6 atomów chloru, a po zobojętnieniu otrzymanego roztworu gazowym amoniakiem i oddzieleniu wytrąconego siarczanu amonu, nasyca się roztwór suchym, gazowym chlorowodem, po czym wytrącony chlorowodorek α -amino- ϵ -kaprolaktamu odsącza się i suszy w temperaturze pokojowej.