



Patent dodatkowy
do patentu: _____

Zgłoszono: 14. IV. 1964 (P 104 306)

Pierwszeństwo: 14. V. 1963 Szwajcaria

Opublikowano: 5. I. 1967

Kl. 12 o, 25

MKP ~~C-07-f~~
C07c 61/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: dr H. J. Schultze, dr inż. Clau Berther
Właściciel patentu: Inventa A. G. für Forschung und Patentverwertung,
Zurych (Szwajcaria)

**Sposób rozdzielania mieszanin zawierających ω -dodekalaktam i kwas
cyklododekakarbonsyowy**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób rozdzielania mieszaniny poreakcyjnej uzyskanej w wyniku działania czynników nitrozylujących jak kwas nitrozylosiarkowy, lub trójtlenek azotu w obecności kwasu siarkowego, bądź oleum, na kwas cyklododekakarbonsyowy, która to mieszanina zawiera obok kwasu siarkowego, bądź oleum, produkt stanowiący ω -dodekalaktam oraz część nieprzereagowanego substratu czyli kwasu cyklododekakarbonsyowego. Ilość nieprzereagowanego substratu zależy od warunków, w których reakcja była prowadzona.

Znany sposób dalszej przeróbki tej mieszaniny poreakcyjnej polega na wymieszaniu jej z wodą z lodem, przy czym oba związki organiczne, ω -dodekalaktam i kwas cyklododekakarbonsyowy, wydzielają się jako nierozpuszczalne w rozcieńczonym kwasie. Związki te wydzielone łącznie rozdziela się w dalszym ciągu działaniem alkaliów w celu przeprowadzenia kwasu cyklododekakarbonsyowego w rozpuszczalną sól i wyodrębnienia ω -dodekalaktamu jako nierozpuszczalnego w wodzie. Również można całość mieszaniny reakcyjnej wprowadzić do wodnego roztworu alkaliów, aby zubożyć równocześnie zarówno kwas siarkowy jak i kwas cyklododekakarbonsyowy i wydzielić nierozpuszczalny ω -dodekalaktam. Następnie przez ponowne zakwaszenie uwalnia się z roztworu soli wolny kwas cyklododekakarbonsyowy.

Sposób według wynalazku jest prostszy i bardziej dogodny, gdyż nie posługuje się alkaliami i nie

2

wymaga ponownego zakwaszania, lecz polega na selektywnym wytrącaniu z mieszaniny reakcyjnej najpierw nieprzereagowanego substratu, a następnie produktu, w miarę rozcieńczania tej mieszaniny wodą.

5 Stwierdzono, że 1 litr kwasu siarkowego o stężeniu 65—85% wagowych rozpuszcza około 500 g ω -dodekalaktamu. Ilość kwasu siarkowego w mieszaninie poreakcyjnej jest z reguły większa niż potrzebna do zachowania w roztworze największej ilości ω -dodekalaktamu jaka może znajdować się w tej mieszaninie. Stwierdzono również, że zarówno kwas siarkowy o tym stężeniu, jak i roztwór ω -dodekalaktamu w tym kwasie, praktycznie nie rozpuszczają kwasu cyklododekakarbonsyowego. Wobec tego przy rozcieńczeniu mieszaniny do wymienionego stężenia kwas cyklododekakarbonsyowy wydzielą się praktycznie ilościowo. Ponadto stwierdzono, że ω -dodekalaktam jest praktycznie całkowicie nierozpuszczalny w kwasie siarkowym o stężeniu 20—30% wagowych, co pozwala na wytrącanie go z roztworu w bardziej stężonym kwasie przez rozcieńczanie tego roztworu.

15 Według wynalazku mieszaninę poreakcyjną zawierającą obok kwasu siarkowego lub oleum ω -dodekalaktam i kwas cyklododekakarbonsyowy rozcieńcza się wodą do osiągnięcia stężenia kwasu siarkowego 65—85%, korzystnie 75% wagowych i odsącza wydzielony kwas cyklododekakarbonsyowy. Przesącza rozcieńcza się dalej do stężenia kwasu

siarkowego 20—30% wagowych korzystnie 25% wagowych i odsącza wytrącony ω -dodekalaktam. Oba osady po przemyciu stanowią związki o wysokiej czystości. Każdy z nich może zawierać jedynie minimalne zanieczyszczenia drugim związkiem.

Przykład I. Roztwór 25 g ω -dodekalaktamu i 23,75 g kwasu cyklododekakarbonsylogowego w 75 ml 100 procentowego kwasu siarkowego miesza się podczas ochładzania i dobrego mieszania z 25 ml wody. Przy tym oddziela się kwas cyklododekakarbonsylogowy w postaci kryształów. Kryształy odsącza się przez szkło spiekane i przemywa odrobiną 75 procentowego kwasu siarkowego, a potem natychmiast czystą wodą aż do uzyskania przesączu pozbawionego kwasu siarkowego. Po wysuszeniu uzyskuje się 23,5 g kwasu cyklododekakarbonsylogowego (temperatura topnienia 94—95°C), co stanowi 98,8% teoretycznej wydajności. Następnie ługi macierzyste zawierające laktam i kwas siarkowy doprowadza się do 20% stężenia kwasu siarkowego przez połączenie z kwasem siarkowym zastosowanym do przemycania kwasu karbonsylogowego oraz wody użytej do przemycania. Przy tym oddziela się ω -dodekalaktam, który odsącza się na porowatym szkłe i przemywa wodą. Po wysuszeniu uzyskuje się 24,17 g ω -dodekalaktamu (temperatura topnienia 148—150°C), co odpowiada 96,8% pierwotnej ilości.

Przykład II. Z roztworu 24 g ω -dodekalaktamu i 7,6 g kwasu cyklododekakarbonsylogowego w około 75 ml 100 procentowego kwasu siarkowego uzyskano po rozcieńczeniu 30 ml wody i odsączeniu na nucz 7,17 g kwasu cyklododekakarbonsylogowego (temperatura topnienia 93,5—95°C), co odpowiada 94,3% wydajności teoretycznej. Przez dalsze rozcieńczanie kwaśnych ługów macierzystych, jak podano w przykładzie I, uzyskano 23,45 g ω -dodekalaktamu (temperatura topnienia 147,5°C). Wydajność ω -dodekalaktamu wynosi 97,7% wartości teoretycznej

Zastrzeżenie patentowe

Sposób rozdzielania mieszaniny kwasu cyklododekakarbonsylogowego i ω -dodekalaktamu otrzymanej przez nitrozyłowanie kwasu cyklododekakarbonsylogowego w kwasie siarkowym lub oleum, znamienny tym, że mieszaninę poreakcyjną rozcieńcza się wodą tak długo, aż stężenie kwasu siarkowego wyniesie 65—85%, zwłaszcza 75% wagowych, odsącza wypadający kwas cyklododekakarbonsylogowy, przesącz rozcieńcza wodą, korzystnie do stężenia kwasu siarkowego 20—30%, zwłaszcza 25% wagowych, a wypadający przy tym dodekalaktam oddziela przez filtrowanie.