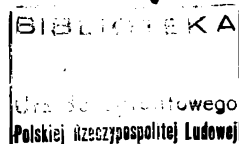


CO 241 47100.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47531

Kl. 12 o, 19/02
Kl. internat. C 07 c

Stamicarbon N. V.
Heerlen, Holandia

Sposób wytwarzania 1-karbochlorku 2-chloroazacyklo-2,3-heptylenu z Σ -kaprolaktamu

Patent trwa od dnia 17 kwietnia 1961 r.

Pierwszeństwo: 23 kwietnia 1960 r. (Holandia)

Wynalazek dotyczy wytwarzania 1-karbochlorku 2-chloroazacyklo-2,3-heptylenu przez reakcję ϵ -kaprolaktamu z fosgenem.

Stwierdzono, że można otrzymać 1-karbochlork 2-chloroazacyklo-2,3-heptylenu przez reakcję ϵ -kaprolaktamu z fosgenem, jeżeli reakcję przeprowadzi się w fazie ciekłej przy zastosowaniu co najmniej 2 moli fosgenu na 1 mol ϵ -kaprolaktamu. Korzystnie stosuje się 2—2,5 mola fosgenu na mol ϵ -kaprolaktamu.

Jako substancje wyjściowe można stosować wolny laktam lub jego produkty przyłączenia z kwasami np. chlorowodór.

Reakcję można przeprowadzić z ciekłym laktamem i ciekłym fosgenem. Korzystnie prowadzi się ją w obojętnym rozpuszczalniku. Odpowiednimi rozpuszczalnikami są zwykle rozpuszczalniki dla ϵ -kaprolaktamu np. węglowodory jak benzen, toluen i cykloheksan, chlo-

rowcowęgłowodory jak chloroform, czterochlorek węgla, chlorobenzen i dwuchlorobenzen. Obecność rozpuszczalnika poza tym ma tę zaletę, że zostaje ułatwione usunięcie nieprzereagowanego fosgenu z produktu reakcji przez oddestylowanie z rozpuszczalnikiem również resztek fosgenu. Wystarczy do tego stosunkowo mała ilość rozpuszczalnika. Korzystnie stosuje się go w takiej ilości, że otrzymuje się 20—60%-owy roztwór laktamu.

Reakcję można prowadzić pod ciśnieniem atmosferycznym. Korzystnie stosuje się jednak wyższe ciśnienie np. 5—50 atm, ponieważ dzięki temu fosgen można łatwo otrzymać w stanie ciekłym. Reakcję prowadzi się na ogół w temperaturach od -5 do $+170^{\circ}\text{C}$. Korzystnie stosuje się temperatury 115—150 $^{\circ}\text{C}$, ponieważ otrzymuje się przy tym już w krótkim czasie wysoką wydajność. Można ją jeszcze

podwyższyć, jeżeli reakcję przeprowadzi się w dwóch albo więcej stopniach, przy czym, jeżeli w pierwszym i ewentualnie w jednym lub w większej liczbie następujących po nim stopniach utrzyma się temperaturę 25—90° C, a w ostatnim i ewentualnie w jednym lub w większej liczbie poprzedzających go stopni utrzyma się temperaturę 115—150° C.

Przy okresowym prowadzeniu procesu korzystnie dodaje się fosgenu do laktamu. Zaleca się przy tym energiczne mieszanie. W ten sposób unika się możliwie niepożądanych reakcji ubocznych.

Proces można również łatwo przeprowadzić w sposób ciągły. Korzystnie laktam i fosgen w odpowiednim stosunku wprowadza się równocześnie do naczynia reakcyjnego.

Po zakończeniu reakcji otrzymany surowy produkt można oczyścić w prosty sposób przez destylację.

Przykład I. 45%-owy wagowo roztwór ϵ -kaprolaktamu w toluenie pompowano w sposób ciągły w ilości 1 kg/godzinę do autoklawu o pojemności 1 litra. Równocześnie wprowadzono również fosgen w ilości 2,3 mola na mol kaprolaktamu. W autoklawie utrzymywano temperaturę 115° C, a ciśnienie 15 atm. Zawartość autoklawu energicznie mieszano. Po około 1 godzinnym mieszanii mieszaninę reakcyjną spuszczano w sposób ciągły. Z mieszaniny tej pobrano następnie próbkę, z której wydestylowano toluen, fosgen i utworzony w czasie reakcji chlorowodór. Otrzymany produkt reakcji składał się w 85% wagowych z czystego 1-karbochlorku 2-chloroazacyklo-2,3-heptylenu.

Przykład II. Stopiony ϵ -kaprolaktam wprowadzono w ilości 1 kg/godzinę w sposób ciągły do autoklawu zaopatrzonego w szybkoobrotowe mieszadło, i równocześnie dodawano fosgen w ilości 2,45 mola fosgenu na mol kaprolaktamu. W autoklawie utrzymywano temperaturę 135° i ciśnienie 15 atm. Po około 1 godzinie mieszaninę reakcyjną spuszczano w spo-

sób ciągły. Z próbki pobranej z mieszaniny oddestylowano fosgen i chlorowodór. Otrzymany surowy produkt składał się w 83% wagowych z czystego 1-karbochlorku 2-chloroazacyklo-2,3-heptylenu.

Przykład III. 30%-owy wagowo roztwór ϵ -kaprolaktamu w toluenie pompowano w sposób ciągły w ilości 3 kg/godz. przez 4 kolejne autoklawy. Równocześnie do 1 autoklawu wprowadzono fosgen w ilości 2,0 mola na mol kaprolaktamu. Temperatury w kolejnych autoklawach wynosiły 40, 60, 115 i 115° C, a ciśnienia 15 atm. Całkowity czas przebywania w autoklawie wynosił mniej aniżeli godzinę. Otrzymany surowy produkt po wydzieleniu rozpuszczalnika składał się w 80% wagowych z czystego 1-karbochlorku 2-chloroazacyklo-2,3-heptylenu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 1-karbochlorku 2-chloroazacyklo-2,3-heptylenu, znamienny tym, że wprowadza się w reakcję ϵ -kaprolaktam z fosgenem w fazie ciekłej, stosując co najmniej 2, korzystnie 2—2,5 mola fosgenu na mol ϵ -kaprolaktamu, przy czym reakcję prowadzi się w rozpuszczalniku pod ciśnieniem 5—50 atm w dwóch albo więcej stopniach, a mianowicie przy utrzymywaniu temperatury 25—90° C w pierwszym stopniu i ewentualnie w jednym albo w większej liczbie następujących po nim stopniach i przy utrzymywaniu temperatury 115—150° C w ostatnim stopniu i ewentualnie w jednym albo większej liczbie poprzedzających go stopni.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się 20—60%-wy roztwór laktamu w rozpuszczalniku.

Stamicarbon N. V.
Zastępca: mgr inż. Adolf Towpik
rzecznik patentowy