

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 80576

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

Zgłoszono: 29.06.71 (P. 149113)

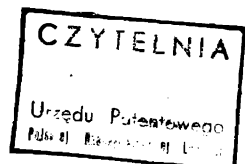
Pierwszeństwo: 02.07.70 Włochy

Zgłoszenie ogłoszono: 10.05.73

Opis patentowy opublikowano: 15.05.1979

**Int. Cl^P C07D 223/02
C07C 49/43**

MKP C07c 49/30



Twórcy wynalazku: Alberto Santambrogio, Emilio Perrotti

Uprawniony z patentu: Snam Progetti S.p.A.,
Mediolan (Włochy)

Sposób jednoczesnego wytwarzania kaprolaktamu i dwucykloheksyloketonu

Przedmiotem wynalazku jest sposób jednoczesnego wytwarzania kaprolaktamu i dwucykloheksyloketonu.

Znany jest z opisu patentowego St. Zjedn. Amer. nr 3167543 sposób wytwarzania kaprolaktamu polegający na nitrozowaniu pochodnych cykloheksylowych, zawierających trzeciorzędowy węgiel, takich jak na przykład kwas sześciowodorobenzoowy i jego pochodne, cykloheksylo-arylo-ketony, dwucykloheksylo-ketony i inne. Nitrozowanie przeprowadza się w obecności oleum zawierającego 23–60% wolnego SO_3 , w temperaturze około 90–100°C, w sposób ciągły, w ciągu 1–15 minut.

Sposób według wynalazku stanowi rozwinięcie powyższej metody polegające na specjalnej obróbce produktów ubocznych, dzięki czemu wzrasta wydajność procesu.

Sposób jednoczesnego wytwarzania kaprolaktamu i dwucykloheksyloketonu polega na tym, że sól sodową kwasu ϵ -cykloheksyloamidokapronowego poddaje się pirolizie w temperaturze 440–450°C pod próżnią i tak otrzymaną mieszaninę kaprolaktamu i dwucykloheksyloketonu rozdziela się znanymi metodami.

Sposób według wynalazku jest nadzwyczaj prosty. Otrzymuje się produkty o dużym znaczeniu przemysłowym, przy czym wydajność pirolizy jest bardzo wysoka. Sposób ten wykorzystuje się do syntetyzowania związków takich jak kaprolaktam lub odzyskiwania produktów ubocznych jak dwucykloheksyloketon.

Temperaturę reakcji można zmieniać w granicach od 440 do 450°C. Ciśnienie utrzymywane podczas pirolizy zależy od rodzaju związku poddawanego reakcji. Można je zmniejszyć poniżej atmosferycznego, jeżeli pożądane jest usuwanie produktów reakcji ze strefy reakcyjnej. Taki sposób postępowania jest korzystny, na przykład w przypadku otrzymywania termicznie niestabilnych, łatwo polimeryzujących związków.

W wyniku pirolizy soli sodowej kwasu ϵ -cykloheksyloamidokapronowego, otrzymuje się żółtobrazowy destylat zawierający około 85–90% części organicznej związku poddawanego pirolizie. Pozostałość stanowi głównie węgiel sodowy oraz niewielkie ilości węgla.

P r z y k ł a d. 1,74 g soli sodowej kwasu ϵ -cykloheksylokapronowego umieszczonej w probówce połączonej z odbieralnikiem chłodzonym mieszaniną acetonu z suchym lodem, ogrzewa się stopniowo do temperatury 450°C pod zmniejszonym ciśnieniem.

Piroliza zaczyna się w temperaturze 340°C , w której tworzą się niewielkie ilości ciekłego produktu, zwiększające się w temperaturze 440 – 450°C . Ostatecznie otrzymuje się 1,25 g destylatu i 0,4 g pozostałości zawierającej głównie węglan sodowy i niewielkie ilości węgla. Destylat analizowano za pomocą spektrometru masowego. Głównymi produktami były takie związki jak kaprolaktam i cykloheksyloketon, zaś z pozostałych, niżej wrzących produktów, należy wymienić cyjanek cykloheksylu oraz ślady węglowodorów aromatycznych i nienasyconych węglowodorów cyklicznych. Analizę ilościową wykonano chromatograficznie. Na tej podstawie stwierdzono, że wydajność reakcji tworzenia kaprolaktamu wynosi około 60–65%, natomiast wydajność reakcji powstawania cykloheksyloketonu wynosi około 50%. Zawartość kaprolaktamu, cykloheksyloketonu i cyjanu cykloheksylu w destylacie wynosi 70% wagowych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób jednoczesnego wytwarzania kaprolaktamu i dwucykloheksyloketonu, z n a m i e n n y t y m, że sól sodową kwasu ϵ -cykloheksyloamidokapronowego poddaje się pirolizie w temperaturze 440 – 450°C pod próżnią i tak otrzymaną mieszaninę kaprolaktamu i dwucykloheksyloketonu rozdziela się znanymi metodami.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że sól sodową kwasu ϵ -cykloheksyloamidokapronowego poddaje się pirolizie w stanie stopionym.