

252068

P - 18.733

1135 S

17 OCT. 1950



252068

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en 2 van der Maesenstraat, Heerlen, Holanda, por:
"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA AMINOLACTAMA"

La presente invención se refiere a la preparación de α -halógeno- ω -aminolactamas.

De acuerdo con la presente invención, se prepara α -halógeno- ω -aminolactama haciendo reaccionar azaciclo-2.3.alqueno-2.cloro-N-carbocloruro con un compuesto hipohalogenado en presencia de agua. Se ha encontrado que pueden obtenerse por este procedimiento rendimientos prácticamente teóricos de α -halógeno- ω -aminolactama.

La reacción del carbocloruro con el compuesto hipohalogenado puede realizarse de un modo sencillo poniendo juntos



252068

los componentes de reacción en un medio acuoso y calentándolos durante algún tiempo, generalmente no mayor de media hora, con agitación simultánea. No es necesario emplear temperaturas mayores de 100° C. ya que la reacción transcurre suavemente a una temperatura de 50-90° C.

Es aconsejable evitar la formación de subproductos operando primero a una temperatura de 0-20° C. y aumentando después gradualmente la temperatura de reacción a 50-70° C. En la reacción se forman ácido clorhídrico y ácido carbónico, escapando este último de la mezcla reaccionante.

Como compuesto hipohalogenado, pueden emplearse los hipocompuestos de cloro, bromo, yodo y fluor. Son ejemplos de compuestos adecuados los ácidos hipohalogenados, tales como el ácido hipocloroso o el ácido hipobromoso, y las sales tales como hipoclorito sódico, hipoyodito potásico e hipoclorito cálcico.

De acuerdo con un modo preferido para la puesta en práctica del procedimiento de acuerdo con la invención, el compuesto hipohalogenado se emplea en la forma de un producto de reacción que se obtiene haciendo reaccionar con un halógeno un hidróxido y/u óxido suspendido en agua.

Al realizar la invención, se emplea preferiblemente un azaciolo-2.3.alqueno-2.cloro-N-carbocloruro que tenga un grupo hidrocarbonado alqueno con 5 a 7 átomos de carbono. Sin embargo, el grupo hidrocarbonado alqueno preciso no es crítico siendo muy convenientes grupos hidrocarbonados alqueno más elevados, por ejemplo, grupos con 10, 11 ó 12 átomos de carbono.

Partiendo de estos carbocloruros se forman las correspondientes α -halógeno- ω -aminolactamas.

La α -halógeno- ω -aminolactama que se forma como una

252068



1700

fase orgánica en la mezcla de reacción puede separarse de dicha mezcla de un modo sencillo, por ejemplo, por extracción con un disolvente, tal como benceno, tolueno, cloroformo o tetracloruro de carbono.

5 Los productos obtenidos son valiosos como medicamentos, debido a su actividad farmacológica.

Los carbocloruros para uso en la práctica de la presente invención pueden prepararse por un procedimiento de acuerdo con nuestra solicitud No.

10 Ejemplo 1

Se agregan 350 gr. de azaciclo-2.3-hepteno-2-cloro-N-carbo-
cloruro con agitación simultánea sobre 4,5 litros de una solu-
ción al 3,5 % en peso de ácido hipocloroso en agua, mientras
se mantiene la temperatura a 5-10° C.

15 Posteriormente, se eleva gradualmente la temperatura du-
rante un periodo de media hora hasta 65° C.

La mezcla de reacción se extrae 4 veces con 250 ml. de
cloroformo, después de lo cual se reúnen las soluciones cloro-
fórmicas. Evaporando el cloroformo, cristaliza la α -mono-cloro-
20 W-aminocaprolactama (punto de fusión 92° C.)

El rendimiento es de 265 gr., lo que corresponde al 99,8 %
del teórico.

Ejemplo 2

25 En condiciones por lo demás idénticas a las del Ejemplo 1,
se utilizan ahora 6,7 litros de una solución al 3 % en peso de
ácido hipobromoso en agua, en lugar de la solución de ácido hi-
pocloroso.

De este modo se obtienen 345 gr. de α -bromo-W-amina-
prolactama (punto de fusión 111-112° C.), lo que corresponde a
30 un rendimiento de 99,8 %.

252068



Ejemplo 3

Una solución de 149 gr. de hipoclorito sódico y 117 gr. de cloruro sódico en un litro de agua, obtenida haciendo pasar cloro por una solución acuosa de hidróxido sódico, se enfría hasta 0° C. Mientras se mantiene la temperatura a 0-3° C., se agregan 291 gr. de azaciclo-2.3.hepteno-2.cloro-N-carbocloruro con agitación simultánea, después de lo cual se continúa a esta temperatura durante 20 minutos.

Posteriormente, la mezcla, que reacciona con desprendimiento de gas, se calienta lentamente durante un periodo de media hora hasta una temperatura máxima de 70° C. y luego se enfría a 0° C.

Los cristales de α -cloro- ω -aminocaprolactama formados se separan por filtración, se lavan con agua de hielo y luego se secan. Resultan 110 gr. de cristales.

El líquido acuoso se extrae con cloroformo. Después de eliminar el disolvente, se obtienen a partir de la solución clorofórmica 110 gr. de α -cloro- ω -aminocaprolactama.

El rendimiento es de 99,5 %.

Ejemplo 4

En una suspensión obtenida por introducción de 150 gr. de hidróxido cálcico en 1500 ml. de agua, se hace pasar cloro con agitación simultánea a una temperatura de 3-4° C., hasta que el pH alcanza 7-7,5. Luego se añaden 135,8 gr. de azaciclo-2.3.hepteno-2.cloro-N-carbocloruro (0,7 moles) con agitación simultánea, y se agita la mezcla durante un cuarto de hora a una temperatura de 10-20° C. Después, la temperatura de la mezcla que está reaccionando con desprendimiento de gas, se eleva lentamente a lo largo de un periodo de media hora a 70° C.

252068



5 La α -cloro- ω -aminocaprolactama se extrae de la mezcla de reacción con cloroformo. Después de eliminar el disolvente, los últimos vestigios del cual se eliminan en vacío en una corriente de nitrógeno, se obtienen 103 gr. de α -cloro- ω -aminocaprolactama (rendimiento 99,8 %).

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 25 de Septiembre de 1958, bajo el Núm. 231.677, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10 **NOTA**

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1^a. - Un procedimiento para preparar α -halógeno- ω -aminolactama que comprende hacer reaccionar azaciclo-2.3.alqueno-2.cloro-II-carbocloruro con un compuesto hipohalogenado en presencia de agua.

20 2^a. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la reacción se realiza primeramente a una temperatura de 0-20^o C. y después se aumenta la temperatura de reacción a 60-70^o C.

25 3^a. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o la 2, en el que se usa un compuesto hipohalogenado en forma de un producto de reacción que se obtiene haciendo reaccionar con halógeno un hidróxido y/u óxido suspendido en agua.

252068

17 OCT.



4º. - Un procedimiento para preparar una aminolactama.
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y
con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de seis hojas escritas por una sola
cara.

5

Madrid, 17 OCT. 1958
P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder.