

1 ABR



P. 31.337

1873 S/ARV

323157

1 ABR 1966

323157

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 16 de febrero de 1966 con el nº 323.157

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en van der Maesenstraat 2, Heerlen, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE OMEGA-LAURINO-LACTAMA, A PARTIR DE OXIMA DE CICLODODECANONA"

Este invento se refiere a la preparación de omega-laurinolactama. Más específicamente, el presente invento se refiere a la preparación de omega-Laurino lactama a partir de oxima de ciclododecanona por la transposición de Beckmann en que la oxima de ciclododecanona contiene cantidades apreciables de ciclododecanona.

La reacción de cetonas ciclo-alifáticas con hidroxilamina para producir la correspondiente oxima es bien conocida en la técnica anterior. Por ejemplo, la caprolactama se obtiene por transposición de Beckmann de la



oxima de ciclohexanona, que ha sido preparada a partir de ciclohexanona. Para preparar la oxima de ciclohexanona para la reacción de transposición se hace reaccionar una solución acuosa ácida de una sal de hidroxilamina, por ejemplo una sal de cloruro o sulfato, con ciclohexanona. La mezcla de reacción resultante es neutralizada y la oxima es separada de la mezcla neutralizada. La oxima de ciclohexanona así obtenida es convertida subsiguientemente en caprolactama por la transposición de Beckmann, generalmente con el auxilio de ácido sulfúrico concentrado, al que se puede añadir oleum.

Si la ciclododecanona es hecha reaccionar con hidroxilamina de una manera similar y la oxima de ciclododecanona resultante es convertida en omega-laurino-lactama por la transposición de Beckmann con el auxilio de ácido sulfúrico concentrado, se originan dificultades que no se presentan en el procedimiento de producir caprolactama. La cetona no es convertida completamente en la reacción con hidroxilamina, de manera que la oxima de ciclododecanona contiene cantidades apreciables de ciclododecanona. La reacción de transposición es afectada desfavorablemente por la presencia de ciclododecanona en la oxima. La formación de laurinolactama resulta reducida dando como resultado un rendimiento más bajo y la ciclododecanona presente se descompone durante la transposición de la oxima contaminando de esta manera la lactama con impurezas y perdiendo incidentalmente una cetona valiosa. Una cantidad tan pequeña como 2% en peso de ciclododecanona en la oxima originará una reducción de 2 a 4% en el rendimiento de laurinolactama. La técnica anterior, por ejemplo la patente belga No.

323157

- 1 A3



636819, ha pensado que la oxima debe contener menos de 0,5% en peso de ciclododecanona para ser considerada utilizable en procedimientos comerciales. Las dificultades inherentes a utilizar oxima de ciclododecanona que contiene cantidades apreciables de ciclododecanona en los procesos de omega-laurinolactama de la técnica anterior, pueden ser reducidas purificando la oxima de ciclododecanona por ejemplo por cristalización repetida. Sin embargo, la mayor parte de los métodos de purificación de oxima de ciclododecanona son laboriosos y costosos. Si la oxima de ciclododecanona es purificada por destilación, resultará una separación inadecuada de la cetona y de la oxima mientras que, además, una parte de la oxima se descompondrá.

A causa de las dificultades encontradas en los intentos de purificar oxima de ciclododecanona, y a causa del hecho de que en la reacción usual de ciclododecanona con hidroxilamina la conversión en oxima de ciclododecanona es incompleta, se han propuesto diversas medidas con el fin de mejorar la conversión de ciclododecanona en oxima de ciclododecanona. Por ejemplo, la patente alemana 1.081.884 enseña que la formación de oxima de ciclododecanona en la reacción de ciclododecanona con hidroxilamina puede ser activada efectuando la reacción en presencia de un disolvente orgánico miscible en agua en el que la cetona sea soluble. La patente británica 924.656 enseña que una conversión más favorable en ciclododecanona resultará si la reacción de la cetona con hidroxilamina se efectúa en un medio acuoso a un pH dentro del margen de 3 a 8, y en presencia de emulsificadores.



Además, la patente belga 636.819 enseña que la conversión puede ser mejorada efectuando la reacción de cetona con hidroxilamina en un medio acuoso bajo las siguientes condiciones: (1) La concentración de sal en la mezcla de reacción debe ser tal que al final de la reacción exista al menos 10% en peso de sales en la mezcla de reacción; (2) se utiliza una alta temperatura de reacción, preferiblemente entre 50 y 150°C, y más preferiblemente entre 70 y 120°C; (3) se utiliza un pH de 7 a 14, preferiblemente de 7 a 12; (4) optativamente, y si se necesita, se utiliza un disolvente inerte inmisible en agua que hierve por encima de 70°C.

Todas las medidas propuestas antes mencionadas tienen la finalidad de alcanzar la conversión más alta posible de la ciclododecanona en oxima de ciclododecanona, de manera que la oxima formada contendrá solo una pequeña cantidad de cetona no convertida.

Se ha propuesto ya un procedimiento de preparar omega-laurinolactama a partir de oxima de ciclododecanona haciendo reaccionar la oxima con cloruro de hidrógeno en presencia de un disolvente orgánico polar. Sin embargo, esta descripción enseña la utilización de las oximas purificadas de la técnica anterior.

Es un objeto de este invento crear un procedimiento para la producción de omega-laurinolactama en el que se pueda utilizar como material de partida oxima de ciclododecanona que contenga cantidades apreciables de ciclododecanona. Es un objeto adicional de este invento crear un procedimiento para la producción de laurinolactama a partir de oxima de ciclododecanona obtenida por la

323157

- 1 A



conversión de ciclododecanona, en el que se utilizan gra
dos de conversión relativamente bajos de ciclododecanona
en oxima de ciclododecanona sin requerir una subsiguient
te operación de purificación. Otros objetivos nuevos y
5 el alcance completo de aplicabilidad del presente invento
resultarán evidentes a partir de la descripción detallada
que se da seguidamente; se deberá entender, sin embargo,
que la descripción detallada y los ejemplos específicos,
aunque indican realizaciones preferidas del invento, es-
10 tán dadas solo a título de ilustración, ya que diversos
cambios o modificaciones dentro del alcance del invento
resultarán evidentes para los técnicos en la materia a
partir de esta descripción detallada.

Se ha encontrado inesperadamente que el pro-
cedimiento para la preparación de omega-laurinolactama a
15 partir de oxima de ciclododecanona en el que la oxima es
puesta en reacción con cloruro de hidrógeno en la presen-
cia de un disolvente orgánico polar, es mejorado y simpli-
ficado considerablemente utilizando como producto inicial
20 oxima de ciclododecanona en mezcla con más de 0,5% en pe-
so de ciclododecanona, evitando así una separación y pu-
rificación preliminares de la oxima de ciclododecanona.

Este procedimiento produce altos rendimien-
tos en producto de omega-laurinolactama, que es fácilmen-
25 te separado de la ciclododecanona. La reacción de transpo-
sición de la oxima de ciclododecanona en omega-laurinolac-
tama no es afectada desfavorablemente por la presencia de
la ciclododecanona. Generalmente, 0,5% en peso o más de ci-
clododecanona puede estar presente en la oxima de ciclodo-
30 decanona. Preferiblemente, la oxima de ciclododecanona con



tiene más de 3% en peso de ciclododecanona, y lo más preferiblemente la oxima de ciclododecanona contiene más de 10% en peso de ciclododecanona. Se pueden obtener buenos resultados si están presentes cantidades de ciclododecanona tan altas como 20%, 30%, 60% o más en peso de oxima de ciclododecanona. La ciclododecanona re-circula inalterada a lo largo del proceso del presente invento. Las dificultades encontradas en la separación de ciclododecanona de la oxima de ciclododecanona no se presentan en la separación de laurinolactama y ciclododecanona.

En la realización preferida de este invento, la oxima de ciclododecanona que ha de ser hecha reaccionar con cloruro de hidrógeno se obtiene por la conversión de ciclododecanona en oxima de ciclododecanona con el auxilio de una solución acuosa de hidroxilamina para producir una mezcla de ciclododecanona y oxima de ciclododecanona, que es separada de la solución acuosa. La mezcla de ciclododecanona y oxima de ciclododecanona es convertida subsiguientemente, por reacción con cloruro de hidrógeno en presencia de un disolvente orgánico polar, en una mezcla de ciclododecanona y omega-laurinolactama. La ciclododecanona y la omega-laurinolactama son separadas para producir un producto de omega-laurinolactama y ciclododecanona que puede ser devuelta para ser nuevamente utilizada como el producto de partida del presente procedimiento.

Una ventaja importante de la realización preferida del procedimiento presente invento es que, ya que la reacción de ciclododecanona con hidroxilamina es interrumpida tan pronto como se ha obtenido el producto mez-

323157



clado deseado de ciclododecanona y oxima de ciclododeca-
nona, no es necesario hacer reaccionar la hidroxilamina
bajo condiciones de reacción exigentes, por ejemplo duran
te un cierto periodo de tiempo a una temperatura elevada
5 tal como 100°C o mayor. Se prefieren tiempos de reacción
reducidos y temperaturas más bajas, por ejemplo de 60 a
90°C, en el procedimiento del presente invento, evitando
o reduciendo de esta manera la descomposición de hidroxil-
amina, aunque se pueden utilizar temperaturas dentro del
10 margen de 15 a 125°C.

Una ventaja adicional de la realización pre-
ferida del procedimiento del presente invento es que es
posible efectuar una conversión completa de la hidroxil-
amina utilizando cantidades de hidroxilamina menores de la
15 estequiométrica con respecto a la cantidad de cetona, pre-
feriblemente 1/4 a 3/4 de mole de hidroxilamina por mol
de ciclododecanona, de forma que es innecesario devolver
a la circulación la hidroxilamina en exceso. Así, el pro-
cedimiento preferido del presente invento difiere de la
20 preparación usual de oximas a partir de cetonas cicloali-
fáticas, en particular de la preparación de oxima de ciclo-
hexanona a partir de ciclohexanona, en que se utiliza un
exceso de hidroxilamina para asegurar la conversión sus-
tancialmente completa de la cetona.

25 Aunque el grado de acidez de la solución acu-
sa de hidroxilamina puede ser hecho variar considerable-
mente en el procedimiento del presente invento, preferi-
blemente se utiliza un pH dentro del margen de 4 a 7. La
formación de oxima avanza más rápidamente en un medio al-
30 calino, por ejemplo a un pH de 8 o superior, pero bajo es



tas condiciones alcalinas se consumirán cantidades mayores de hidroxilamina, ya que el pH alcalino activa la descomposición de la hidroxilamina. En un medio fuertemente ácido, especialmente a un pH de menos de 4, la formación de oxima avanzará bastante lentamente.

La mezcla de ciclododecanona y de oxima de ciclododecanona obtenida por la reacción con hidroxilamina está presente en la mezcla de reacción en forma sólida y puede ser separada de la solución de reacción de una manera simple, por ejemplo por filtración o extracción. La proporción entre las cantidades de ciclododecanona y oxima de ciclododecanona en la mezcla resultante puede ser hecha variar. La proporción de cetona a oxima depende de la proporción entre las cantidades de cetona e hidroxilamina que están presentes en la mezcla de reacción, y también del grado de conversión de la cetona. Aunque el producto mezclado puede contener más cetona que oxima, por ejemplo puede contener 60 a 80% en peso de ciclododecanona, la reacción con hidroxilamina se continúa preferiblemente hasta que está presente en el producto mezclado de 10 a 50% en peso de ciclododecanona, es decir hasta que un 50 a 90% de la ciclododecanona ha sido convertida en oxima de ciclododecanona, de manera que se necesita menos volumen en exceso en los aparatos del proceso para la reacción de transposición. Sin embargo, el alcance del presente invento abarca de 10 a 80% en peso de ciclododecanona en el producto mezclado.

La mezcla de ciclododecanona y oxima de ciclododecanona obtenida en la reacción con hidroxilamina es hecha reaccionar subsiguientemente con cloruro de hidrógeno



en la presencia de un disolvente orgánico polar para
convertir la mezcla de oxima de ciclododecanona en una
mezcla de omega-laurinolactama y ciclododecanona por la
transposición de Beckmann de oxima de ciclododecanona en
5 omega-laurinolactama.

Un extenso margen de disolventes orgánicos
polares del tipo inmisible en agua es apropiado para el
procedimiento del presente invento. Entre los disolventes
que se pueden utilizar están los nitro-compuestos de hi-
10 drocarburos tales como nitrobenceno, p-nitrotolueno, 1-ni-
tropropano y nitrociclohexano, hidrocarburos halogenados
tales como clorobenceno, cloroformo, tricloroetileno, clo-
ruro de butilo y cloruro de isopropilo, y nitrilos tales
como acetonitrilo, benzonitrilo y adiponitrilo. Mezclas
15 de estos disolventes entre sí o con hidrocarburos tales
como tolueno, xileno o benceno, por ejemplo, pueden ser
utilizadas también. La cantidad de disolvente puede ser
hecha variar dentro de extensos límites. Se pueden utili-
zar grandes cantidades tales como 500 a 1000% en peso así
20 como pequeñas cantidades tales como 25 a 50% en peso con
respecto a la cantidad original de oxima. Si se utilizan
pequeñas cantidades de disolventes, parte de la oxima pue-
de estar presente inicialmente en una forma sólida como
una suspensión y puede entrar después en solución en el
25 curso de la reacción. Parte de la lactama formada puede
estar presente en la mezcla de reacción en forma sólida.

La temperatura de la reacción con cloruro de
hidrógeno está preferiblemente entre 30 y 125°C. Es posi-
ble iniciar la reacción a una temperatura más baja tal co-
30 mo la temperatura ambiente y aumentar la temperatura du-



rante el curso de la reacción.

No existen limitaciones específicas de presión en el presente procedimiento para producir omega-laurinolactama. Se utiliza usualmente la presión atmosférica para la reacción con cloruro de hidrógeno pero se pueden utilizar presiones más altas, por ejemplo de 5, 10, 25, 50 ó 100 atmósferas o incluso superiores. Si se utiliza una presión elevada, la mezcla de reacción puede contener una mayor cantidad de cloruro de hidrógeno. Se pueden utilizar en el presente procedimiento también presiones reducidas. En tales casos la temperatura y la presión pueden ser ajustadas de manera que el disolvente de la reacción hierva durante la reacción con lo que parte del mismo es descargada como vapor, condensada y entonces devuelta a la circulación o puesta en reflujo.

Si se desea, la reacción se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador. Se ha encontrado que sustancias tales como fosgeno y compuestos de nitrógeno orgánicos halogenados tales como 1,3,5-tricloro-S-triazina y 2,4-dibromo-pirimidina, cloruros de amida tales como 2-cloro-azaciclo-alqueno, y cloruros de amida tales como 2-cloro-azo-alqueno activan la formación de lactama. Aunque se pueden utilizar si se desea mayores cantidades de catalizadores, bastará una cantidad muy pequeña tal como de 0,1 a 1 mol % en peso de catalizador con respecto a la oxima.

Al completarse la reacción, el disolvente puede ser separado, por ejemplo por destilación, y el residuo puede ser destilado para separar la mezcla de omega-laurinolactama y ciclododecanona. Los productos de destilación

323157



de la mezcla de omega-laurinolactama y ciclododecanona son una fracción de laurinolactama relativamente pura y una fracción que contiene ciclododecanona y una pequeña cantidad de laurinolactama. Esta fracción impura puede ser devuelta y utilizada como producto de partida en el proceso de reacción con hidroxilamina, ya que la laurino-
5 lactama no necesita ser completamente separada de los productos devueltos a la circulación. La presencia de laurinolactama arrastrada en la ciclododecanona que es hecha
10 reaccionar con hidroxilamina no afecta desfavorablemente la reacción. El producto reciclado o devuelto puede contener 1/2% o más en peso de laurinolactama; de hecho, la cantidad de laurinolactama devuelta a la circulación puede ser hasta de 20% o de 50% o incluso superior, ya que la
15 única limitación sobre la cantidad de laurinolactama devuelta es la capacidad del equipo para la reacción de ciclododecanona con hidroxilamina. La separación de laurino-
lactama y ciclododecanona se puede llevar a cabo por otros métodos distintos de la destilación, por ejemplo, por extracción con disolventes con un hidrocarburo en el que se
20 disuelva la ciclododecanona.

Ejemplo 1

En un recipiente de reacción de 1/2 litro de un agitador, un refrigerador a reflujo y un tubo de alimentación de gas, se mezclaron 45 g de oxima de ciclododeca-
25 nona que contenía 10% en peso de ciclododecanona con 100 ml de acetonitrilo, después de lo cual se introducen 15 g de gas cloruro de hidrógeno, a la temperatura ambiente.

323157



La solución es calentada entonces a 65-70°C, y mientras se hace pasar a su través cloruro de hidrógeno adicional, es mantenida a esta temperatura durante 15 minutos. Al final de este periodo de tiempo, la reacción de transposición es esencialmente completa.

El acetonitrilo y el cloruro de hidrógeno son separados por destilación, y la laurinolactama bruta es disuelta en 150 ml de cloroformo. La solución en cloroformo es lavada con agua, después de lo cual se evapora el cloroformo.

Subsiguientemente, la ciclododecanona es separada de la laurinolactama por extracción con ciclohexano. Se obtienen 4,49 g de ciclododecanona (recuperación 99,7%) y 39,8 g de laurinolactama (rendimiento 98,2%).

15 Ejemplo 2

En la manera del ejemplo.1, la reacción de transposición se lleva a cabo con 41,7 g de oxima de ciclo dodecanona que contiene 5,5% en peso de ciclododecanona. Se utiliza como disolvente una mezcla de 150 ml de tolueno y 150 ml de acetonitrilo.

Al completarse la reacción, el acetonitrilo y el cloruro de hidrógeno son separados por destilación, después de lo cual la solución todavía caliente es lavada con agua. El tolueno es separado por destilación y el residuo es destilado entonces bajo presión reducida (1 mm de Hg) para separar la ciclododecanona y la laurinolactama. Se obtiene 2,25 g de ciclododecanona (recuperación 98,2%) y 38,6 g de omega-laurinolactama (rendimiento 98%).



Ejemplo 3

323157

45,5 g de ciclododecanona (0,25 moles) se mezclan con 35 ml de una solución acuosa de sulfato de hidroxilamina que contiene 61 g de hidroxilamina por litro (0,25 moles) en un recipiente de reacción de 1/2 litro provisto de un agitador. La mezcla de reacción es calentada a 90°C con simultánea agitación mientras que el pH es mantenido a 6,5 por la introducción de amoníaco gaseoso. Después de 10 minutos, la reacción es interrumpida enfriando la mezcla de reacción a la temperatura ambiente y la mezcla resultante de oxima de ciclododecanona y ciclododecanona es separada de la solución acuosa por filtración. Se obtienen 47,3 g de una mezcla de oxima de ciclododecanona y ciclododecanona que contiene 49,4% en peso de ciclododecanona.

Esta mezcla de oxima de ciclododecanona y ciclododecanona es mezclada entonces con 150 ml de acetonitrilo después de lo cual se introducen 20 g de cloruro de hidrógeno a la temperatura ambiente con simultánea agitación. La temperatura es aumentada a 70°C durante 15 minutos mientras se hace pasar cloruro de hidrógeno a través de la mezcla de reacción. Al final de este periodo de tiempo, la reacción de transposición está completa. El acetonitrilo y el cloruro de hidrógeno son separados por destilación a 75-83°C y la mezcla de laurinolactama y ciclododecanona es disuelta en 200 ml de tolueno caliente a 50-60°C. Esta solución es lavada con agua caliente hasta que está exenta de ácido. El tolueno es separado por destilación a 110°C después de lo cual la laurinolactama es sepa



rada de la ciclododecanona por destilación a una presión reducida (1 mm de Hg) y una temperatura de 85-90°C.

Se obtienen 23,5 g de omega-laurinolactama (correspondientes a un rendimiento de 97,5% con respecto a la cantidad de ciclododecanona no convertida) y 23,2 g de ciclododecanona (correspondientes a una recuperación de 99,1% con respecto a la cantidad de ciclododecanona no convertida).

Ejemplo 4

Se repite la reacción con hidroxilamina descrita en el ejemplo 3, excepto en que la mezcla de reacción es agitada durante 1 hora a 90°C a un pH de 6.

Se obtienen 48,9 g de un producto mezclado que contiene 10,3% en peso de ciclododecanona. Este producto es hecho reaccionar con cloruro de hidrógeno de la misma manera que se describe en el ejemplo 3.

Después que el acetonitrilo es separado por destilación, la mezcla de reacción es disuelta en 200 ml de cloroformo. La solución en cloroformo es lavada con agua hasta que está exenta de ácido y el cloroformo es separado por destilación. La ciclododecanona es separada de la omega-laurinolactama por extracción con ciclohexano. Se obtienen 43,0 g de omega-laurinolactama (correspondientes a un rendimiento de 98,2% con respecto a la cantidad de ciclododecanona no convertida) y 4,9 g de ciclododecanona (correspondientes a una recuperación de 98% con respecto a la cantidad de ciclododecanona no convertida).



323157

Ejemplo 5

54,6 g de ciclododecanona (0,3 moles) se mezclan con 81,2 ml de solución acuosa de sulfato de hidroxilamina que contiene 61 g de hidroxilamina por litro (0,15 moles) en un recipiente de reacción de 1/4 litros provisto de un agitador. La mezcla es calentada a 90°C y mantenida a esta temperatura con agitación durante 1/2 hora. El pH de 6 es mantenido por introducción de amoníaco. Al final de este periodo de tiempo no hay presente hidroxilamina en el recipiente de reacción.

El producto mezclado resultante de oxima de ciclododecanona y ciclododecanona es separado de la solución acuosa de sal por extracción con 200 ml de xileno caliente (aproximadamente 60°C). El extracto de xileno es añadido entonces a 200 ml de acetonitrilo y es saturado con cloruro de hidrógeno a 60°C. La mezcla de reacción es agitada entonces durante 15 minutos a 70-75°C mientras se hace pasar cloruro de hidrógeno a través de la mezcla. Al final de este periodo de tiempo, la reacción está completa.

El acetonitrilo y el cloruro de hidrógeno son separados por destilación a una temperatura de 75-83°C y entonces se separan vestigios del ácido desde la solución caliente por lavado con agua. La solución es sometida entonces a una destilación en la que el xileno es primeramente separado a una temperatura de 135°C. La destilación se continua (1 mm de Hg) a una temperatura de 85-170°C y se separan 29,5 g de un destilado que contiene 26,9 g de ciclododecanona y 2,6 g de omega-laurinolactama. Subsiguien



temente, a una temperatura de 170-175°C se obtienen 26,1 g de laurinolactama. Estos rendimientos en producto corresponden a un rendimiento de 97% de laurinolactama con respecto a la cantidad de ciclododecanona no convertida, y una recuperación de 98,5% de ciclododecanona con respecto a la cantidad de ciclododecanona no convertida.

Se sobreentenderá que la práctica de este invento no está limitada a los ejemplos específicos arriba indicados, sino que está limitada solamente por el espíritu y alcance de las siguientes reivindicaciones.

La presente solicitud, que corresponde a las presentadas en Holanda el 17 de febrero de 1965 bajo el número 65-01941 y 17 de febrero de 1965 bajo el número 65-01942 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de la Propiedad Industrial.

N O T A

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

1.- Un procedimiento para la preparación de omega-laurino-lactama a partir de oxima de ciclododecanona, en el cual la oxima es puesta en reacción con cloruro de hidrógeno en presencia de un disolvente orgánico polar,

323157

- 1 A



caracterizado por la mejora que consiste en usar como producto inicial oxima de ciclododecanona en mezcla con más de 0,5% en peso de ciclododecanona.

2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la oxima de ciclododecanona contiene más de 3% en peso de ciclododecanona.

3.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la oxima de ciclododecanona contiene más de 10% en peso de ciclododecanona.

4.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la ciclododecanona es separada de la omega-laurinolactama después de la reacción.

5.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la oxima de ciclododecanona que contiene ciclododecanona es producida haciendo reaccionar ciclododecanona con menos de la cantidad estequiométrica de una solución acuosa de hidroxilamina hasta que se obtiene un producto mezclado de oxima de ciclododecanona y 10-80% en peso de ciclododecanona con relación al peso del producto mezclado, y separando la oxima de ciclododecanona y la ciclododecanona de la solución acuosa.

6.- El procedimiento de la reivindicación 5, en el cual la reacción de la ciclododecanona con la hidroxilamina se verifica a un pH comprendido entre 4 y 7.

7.- El procedimiento de la reivindicación 6, en el cual la reacción de la ciclododecanona con la hidroxilamina se continua hasta que un 50-90% de la ciclododecanona ha sido convertida en oxima de ciclododecanona.

8.- El procedimiento de la reivindicación 5 en el que la ciclododecanona es hecha reaccionar con 1/4 a

323157 - 1 AB



3/4 de mol de hidroxilamina por mol de ciclododecanona.

5 9.- El procedimiento de la reivindicación 5, en el cual la ciclododecanona, que es separada de la omega-ga-laurinolactama, contiene al menos 1/2% en peso de omega-ga-laurinolactama y es reciclada para ser utilizada de nuevo, como producto de partida.

10.- Un procedimiento para la preparación de omega-laurino-lactama, a partir de oxima de ciclododecanona.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 1 ABR. 1966

P.A.

Alberio de Elzaburu
Por Poder

MMP.