

ROMANIA OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	BREVET DE INVENȚIE ⁽¹⁹⁾ RO ⁽¹¹⁾ 104162 (12) DESCRIEREA INVENȚIEI	
(21) Cerere de brevet nr.: 137323 (22) Data înregistrării : 30.12.88 (61) Complementară la invenția brevet nr. : (45) Data publicării : 23.05.94	(51) Int. Cl. ⁴ : C 07 C 109/16; C 07 C 121/82	
(86) Cerere internațională(PCT) nr.: data: (87) Publicarea cererii internaționale nr.: data: (89)	(30) Prioritate : (32) Data : (33) Țara : (31) Certificat nr.	
(71) Solicitant: Institutul de Cercetări Chimice, Centrul de Chimie Organică, București (73) Titular: Intreprinderea Chimică CARBOSIN, Copșa Mică, județul Sibiu (72) Inventator: dr. ing. Drăguțan Valerian, dr. ing. Drăguțan Ileana, București, ing. Gajdos Emeric, ing. Rusu Alexandru, ing. Isailă Filon-Ovidiu, ing. Stoia Romeo-Lucian, Mediaș, județul Sibiu		

(54)Procedeu pentru prepararea hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului)

(57) Rezumat

Invenția descrie un procedeu pentru prepararea hidrazobis - (2,4-dimetilvaleronitrilului), prin condensarea metilizobutylcetonei cu sulfat de hidrazină, în prezență de cianuri de metale alcaline, nonilfenoletoxilat și lucrând în anumite condiții

specifice de omogenizare, temperatură, timp de reacție. Se obțin randamente mari în hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), raportate la sulfat de hidrazină.

⁽¹⁹⁾RO⁽¹¹⁾104162

Invenția de față se referă la un procedeu pentru prepararea hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), prin condensarea metilizobutilcetonei cu sulfat de hidrazină.

Se cunosc procedee de preparare a hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), compus chimic cu formula $C_{14}H_{26}N_4$, folosit ca intermediar pentru sinteza de inițiatori azoderivați sau a altor compuși organici, prin adiția acidului cianhidric la metilizobutilcetonă, în prezență de săruri metalice, cum sunt clorura de zinc, aluminu, fier, bismut, stibiu, staniu, telur, titan.

Se cunoaște, de asemenea, reacția de condensare a metilizobutilcetonei cu derivați de hidrazină, în prezență de soluție de acid sulfuric 50%, la un timp de reacție de 100 h, la temperatura de 20°C. Aceste procedee prezintă dezavantajul că utilizează o serie de săruri de metale drept catalizatori, manipulează cantități mari de reactanți și volume mari de reacție și necesită un timp lung pentru definitivarea reacției. În plus, procedeul cu derivați de hidrazină folosește agenți de suprafață mai greu accesibili.

Scopul invenției este de a prepara hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), pornind de la materii prime ușor accesibile, în anumite condiții de reacție, care conduc la randamente mari în produs.

Problema pe care o rezolvă invenția este asocierea materiilor prime în condiții de reacție determinate, care permit atingerea scopului propus.

Procedeul pentru prepararea hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), prin condensarea metilizobutilcetonei cu sulfat de hidrazină, conform invenției, înlătură dezavantajele procedeelor cunoscute, prin aceea că reacția are loc în mediu apos, folosind nonilfenoletoxilat ca agent de suprafață, la temperatură cuprinsă între 20 și 35°C, timp de 5 ... 50 h și raport molar metilizobutilcetonă : sulfat de

hidrazină: cianură de sodiu sau de potasiu: nonilfenoletoxilat 2-2,4:1-1,2:2,4:0,0001-0,02.

Se dau în continuare două exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un vas de reacție, având capacitate de 250 ml, prevăzut cu sistem de agitare mecanică eficace, refrigerent ascendent, dispozitiv de alimentare sulfat de hidrazină anhidră, soluție de cianură de sodiu, nonilfenoletoxilat și metilizobutilcetonă, baie de termostatare, se introduc 13 g sulfat de hidrazină anhidru, 25 ml apă dedurizată, se pornește agitarea și răcirea și se alimentează 50 ml soluție de cianură de sodiu 25%, astfel încât temperatura în interior să se mențină sub 10°C, se adaugă 0,1 g nonilfenoletoxilat cu 10 molecule de etilenoxid, după care se picură lent, cu agitare energetică și răcire eficace, 25 ml metilizobutilcetonă, temperatura în interior menținându-se în intervalul 5 ... 15°C. După terminarea alimentării cu reactanți, amestecul de reacție se agită la o turație mai mare, de peste 500 tur/min, timp de 30 h, la temperaturi cuprinse între 20 și 30°C. După terminarea reacției, produsul se separă, se spală de două ori cu circa 100 ml apă dedurizată și se usucă. Se obțin 22 g hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), randament 88%, raportat la sulfat de hidrazină.

Exemplul 2. Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că se folosesc 50 ml soluție de cianură de potasiu 30%, în loc de soluție de cianură de sodiu 25%. Se obțin 23 g hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), randament 92%, raportat la sulfat de hidrazină.

Invenția de față prezintă următoarele avantaje:

- permite obținerea de randamente mari în hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), raportate la sulfat de hidrazină;

- permite prepararea hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), în condiții de lucru

avantajoase, printr-un procedeu simplu, care implică un consum redus de energie.

Revendicare

Procedeu pentru obținerea hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), prin condensarea metilizobutilcetonei cu sulfat de hidrazină, în prezență de cianură de sodiu sau potasiu și a unui agent de su-

prafată, urmată de separarea produsului din masa de reacție, **caracterizat prin aceea că** reacția de condensare are loc în mediu apos, folosind nonilfenoletoxilat ca agent de suprafață, la temperatură cuprinsă între 20 și 35°C, la timp de reacție cuprins între 5 și 50 h, raportul molar metilizobutilcetonă: sulfat de hidrazină: cianură de sodiu dau potasiu: nonilfenoletoxilat fiind 2-2,4 : 1-1,2:2-2,4:0,0001-0,02.

5

10

(56)Referințe bibliografice

Brevet Japonia nr. 78132523

Brevete Germania Offen: 2037475, 2446814

Președintele comisiei de invenții: biolog Nicola Nicolin
Examinator: ing. Gruber Elena