

ROMANIA

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București



(11) Nr. brevet: **107936 B1**
(51) Int.Cl.⁵ C 07 C 255/66

(12)

BREVET DE INVENTIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **149093**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **09.01.92**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
31.01.94 BOPI nr. 1/94

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 99873; 102880; 105804 C1

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **Centrul de Chimie Organică, București, RO**

(73) Titular: (72)

(72) Inventatori: **Drăgușan Valerian, Drăgușan Ileana, Condeiu Cristian, București, Gajdos Emeric, Stoia Romeo
Lucian, Mediaș, județul Sibiu, RO**

(54) Procedeu de obținere a hidrazobis-2-metilbutironitrilului

(57) **Rezumat:** Invenția descrie un procedeu pentru sinteza hidrazobis-2-metilbutironitrilului, prin condensarea metiletilcetonicianhidrinei cu hidratul de hidrazină în prezență de acizi minerali, cum sunt acidul sulfuric sau acidul clorhidric, la temperaturi

cuprinse între 10 și 30°C, timp de la 5 la 18 h, lucrând în mediu apos, la presiunea atmosferică sau ușoară suprapresiune. Se obțin randamente ridicate în hidrazobis-2-metilbutironitril.

Revendicări: 1

RO 107936 B1



Invenția de față se referă la un procedeu de obținere a hidrazobis-2-metilbutironitrilului, utilizat ca intermediar în sinteze organice și în sinteza inițiatorilor de polimerizare a monomerilor vinilici.

Se cunosc procedee de obținere a hidrazobis-2-metilbutironitrilului, prin reacția de condensare a acetoncianhidrinei sau ciclohexanonei cu hidrat de hidrazină sau a ciclohexanonei sau metiletilcetonei cu sulfat de hidrazină și cianuri alcaline, care prezintă randamente scăzute și condiții speciale de aplicare (RO 99873; 102880; 105804).

Procedeul de obținere a hidrazobis-2-metilbutironitrilului, conform invenției, înlătură dezavantajele procedeeelor cunoscute, prin aceea că metiletilcetonicianhidrina se condensează cu hidratul de hidrazină, în prezență sau absență de acizi minerali, cum sunt acidul sulfuric sau acidul clorhidric, la temperaturi cuprinse între 5 și 35°C, de preferință între 10 și 30°C, timp de 4 la 30 h, de preferință între 5 și 18 h, folosind raporturi molare între reactanți metiletilcetonicianhidrină: hidrat de hidrazină: acid mineral cuprins între 2...2,5:1...1,3:0...0,4, lucrând în mediu apos la presiunea atmosferică sau ușoară suprapresiune.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- permite obținerea hidrazobis-2-metilbutironitrilului cu randamente mari, printr-un procedeu simplu, ușor de aplicat, cu un grad de periculozitate și toxicitate redus;

- realizează un grad de conversie ridicat al materiilor prime.

Se dau în continuare trei exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un vas de reacție, având capacitatea de 100 ml, fiind prevăzut cu un sistem de agitare mecanică, baie de termostatare, refrigerent ascen-

dent, termometru interior, sistem de alimentare reactanți, se introduc 8 ml hidrat de hidrazină, 10 ml apă distilată, se pornește agitarea și se adaugă, prin picurare lentă, o cantitate de 25 g metiletilcetonicianhidrină, reglând picurarea astfel încât temperatura la interior să se mențină în intervalul 18...22°C. După alimentarea cu reactanți, reacția se continuă timp de 16 h la o temperatură cuprinsă între 20 și 25°C. După definitivarea procesului, produsul se separă, se spală de trei ori cu 50 ml apă distilată și se usucă. Se obțin 24 g hidrazobis-2-metilbutironitril, randament 85,5%.

Exemplul 2. Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că, după alimentarea cu hidrat de hidrazină, apă distilată, metiletilcetonicianhidrină, reacția se continuă timp de 10 h la temperatura de 25°C și se adaugă pe parcurs 4 ml soluție de acid sulfuric 10%, astfel încât temperatura în interior să se mențină la valoarea stabilită. După definitivarea reacției, produsul se separă și se prelucrează. Se obțin 24,7 g hidrazobis-2-metilbutironitril, randament 88%.

Exemplul 3. Se lucrează ca în exemplul 2, cu deosebirea că se folosesc 5 ml soluție acid clorhidric 1 N, în loc de acid sulfuric, și reacția se efectuează timp de 14 h. Se obțin 22,4 g hidrazobis-2-metilbutironitril, randament 79,5%.

Revendicare

Procedeu de obținere a hidrazobis-2-metilbutironitrilului, caracterizat prin aceea că metiletilcetonicianhidrina se condensează cu hidratul de hidrazină, în prezență sau absență de acizi minerali, cum sunt acidul sulfuric sau acidul clorhidric, la temperaturi cuprinse între 5 și 35°C, de preferință între 10 și 30°C, timp de 4 la 30 h, de preferință între 5 și 18 h, folosind raporturi molare între reactanți metiletilcetonicianhidrină: hi-

107936

3

4

drat de hidrazină: acid mineral cuprinse
între 2...2,5:1,3:0...0,4, lucrând în mediu

apos, la presiunea atmosferică sau ușoa-
ră suprapresiune.

Președintele comisiei de invenții: ing. Orășanu Cornelia

Examinator: ing. Marin Elena

Grupa 12

Preț lei