

ROMANIA OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	BREVET DE INVENȚIE ⁽¹⁹⁾ RO ⁽¹¹⁾ 104165 (12) DESCRIEREA INVENȚIEI	
(21) Cerere de brevet nr.: 137317 (22) Data înregistrării : 30.12.88 (61) Complementară la invenția brevet nr. : (45) Data publicării : 22.03.93	(51) Int. Cl. ⁴ : C 07 C 107/00; C 07 C 121/00	
(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, ing.Condeiu Cristian, București, ing.Isailă Filon-Ovidiu, ing. Stoia Romeo-Lucian, Mediaș, Ciufudean Maria, comuna Axente Sever, județul Sibiu		

(54) **Procedeu de obținere a azobisciclohexancarbonitrilului**

(57) **Rezumat**

Invenția de față se referă la un procedeu pentru obținerea azobisciclohexancarbonitrilului prin oxidarea hidrazobisciclohexancarbonitrilului cu apă oxigenată, folosind brom ca inițiator de reacție, lucrând în mediu apos, în prezență de acid

sulfuric, la rapoarte molare determinate și în anumite condiții de reacție. Se obțin randamente mari în azobisciclohexancarbonitril, raportate la hidrazobisciclohexancarbonitril.

Invenția de față se referă la un procedeu pentru obținerea azobisciclohexancarbonitrilului prin reacția de oxidare a hidrazobisciclohexancarbonitrilului.

Se cunosc procedee pentru obținerea azobisciclohexancarbonitrilului, compus chimic cu formula $C_{14}H_{20}N_4$, cunoscut și sub denumirile de azodiciclohexancarbonitril, azodiciclohexilnitril, azobis (ciclohexil-1-nitril), azociclohexilnitril, azociclohexandinitril sau dicianazociclohexan, folosit ca inițiator în reacțiile de polimerizare a monomerilor vinilici sau în reacțiile de oxidare, adiție, halogenare, clorosulfonare, precum și ca agent porogen pentru mase plastice și cauciuc, prin cuplarea oxidativă a aminociclohexannitrilului sub acțiunea clorului, în mediu bazic, sau prin oxidare cu hipoclorit de sodiu în prezență de diverse săruri de amoniu.

Sint, de asemenea cunoscute procedee de obținere a azobisciclohexancarbonitrilului prin oxidarea hidrazobisciclohexancarbonitrilului cu apă oxigenată în prezență de săruri de metale tranziționale sau de inițiatori de reacție.

Procedeele cunoscute prezintă dezavantajul unor randamente scăzute și a unei mase restrinse de inițiatori de reacție.

Scopul invenției este de a obține azobisciclohexancarbonitril cu randamente mari, utilizând substanțe simple și ușor accesibile, în condiții blinde și de pericolitate redusă.

Problema pe care o rezolvă invenția este asocierea de noi materii prime și stabilirea condițiilor necesare în vederea atingerii scopului propus.

Procedeul pentru obținerea azobisciclohexancarbonitrilului prin reacția de oxidare a hidrazobisciclohexancarbonitrilului, conform invenției înlătură dezavantajele procedeelelor menționate prin aceea că reacția se realizează în prezență de brom, la rapoartele molare între reactanți hidrazobisciclohexancarbonitril: brom: acid sulfuric: apă oxigenată 1 : 0,001 - 0,1 : 0,02 - 0,2 : 1,1-1,4.

Se dau în continuare, trei exemple de

realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un vas de reacție de capacitate 100 ml, prevăzut cu sistem de agitare adecvat, baie de termostatare, dispozitiv de alimentare hidrazobisciclohexancarbonitril, brom, acid sulfuric concentrat și apă oxigenată 30%, se introduc 12,4 g hidrazobisciclohexancarbonitril, 15 ml apă distilată, se alimentează, prin picurarea lentă, 1,2 ml acid sulfuric concentrat, cu agitare și răcire, astfel încât temperatura în interior să se mențină sub 15°C. Se picură lent 0,5 ml brom lichid, după care se dozează, timp de 25 min, 12 ml apă oxigenată 30% cu agitare și răcire, astfel încât temperatura maximă în interior să fie cuprinsă între 10 și 15°C. După alimentare cu apă oxigenată, amestecul de reacție se menține sub agitare, timp de 4,5 h, la o temperatură cuprinsă între 16 și 18°C. Produsul de reacție se prelucrează prin filtrare la vid, spălare cu o cantitate de 100 ml apă dedurizată și se usucă la aer. Se obțin 12 g azobisciclohexancarbonitril, randament 96,8%, raportat la hidrazobisciclohexancarbonitril.

Exemplul 2. Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că se folosesc 1,6 ml acid sulfuric concentrat, 0,6 ml brom iar reacția decurge timp de 6 h la o temperatură de 15...16°C. Se obțin 12,2 g azobisciclohexancarbonitril, randament 98,4%, raportat la hidrazobisciclohexancarbonitril.

Exemplul 3. Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că se introduc în sistem întâi 0,4 ml brom și apoi se alimentează cu răcire și agitare 1,0 ml acid sulfuric concentrat, menținând temperatura amestecului sub 10°C. Reacția se efectuează, timp de 6h, la o temperatură de 18...20°C. Se obțin 11,8 g azobisciclohexancarbonitril, randament 95%, raportat la hidrazobisciclohexancarbonitril.

Invenția de față prezintă următoarele avantaje:

- permite extinderea gamei agenților de inițiere folosiți în reacția de oxidare a hidrazobisciclohexancarbonitril;

- procedeul este simplu și ușor de transmis la scară industrială;

- conduce la randmente mari în azobis-
ciclohexancarbonitril.

Revendicare

Procedeu pentru obținerea azobisciclo-
hexancarbonitrilului prin oxidarea hidrazo-
bisciclohexancarbonitrilului cu apă oxige-
nată 30% în prezență de acid sulfuric, în

mediu apos, la temperaturi cuprinse între 10
și 30°C, durată 5...10 h, la presiune atmos-
ferică sau ușoară, urmată de prelucrarea
masei de reacție prin operații cunoscute,
caracterizat prin aceea că, oxidarea se
realizează în prezență de brom, raportul
molar : hidrazobisciclohexancarbonitril :
brom : acid sulfuric : apă oxigenată fiind
1 : 0,001 - 0,1 : 0,02 - 0,2 : 1,1 - 1,4.

5

(56)Referințe bibliografice

Brevete Ro nr. 94640, 102881

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