



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0215778-0 B1

(22) Data do Depósito: 07/10/2002

(45) Data de Concessão: 09/05/2017



(54) Título: MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA HIDRAZODICARBONAMIDA USANDO BIURETO COMO MATERIAL DE PARTIDA

(51) Int.Cl.: C07C 231/12

(30) Prioridade Unionista: 17/06/2002 KR 2002/0033814

(73) Titular(es): DONGJIN SEMICHEM CO., LTD

(72) Inventor(es): CHUN-HYUK LEE; SANG-JIN HAN

**“MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA HIDRAZODICARBONAMIDA
USANDO BIURETO COMO MATERIAL DE PARTIDA”.**

Campo da Invenção

[001] A presente invenção relata um método para preparação da hidrazodicarbonamida (HDCA) usando biureto como um material de partida, e mais particularmente, para uma maior eficiência e economia no método para preparação do HDCA do que o método descrito na Patente Koreana No 2000-691 dos presentes inventores.

Descrição da Técnica Anterior

[002] Hidrazodicarbonamida (HDCA) é um composto útil como uma fonte de material para produzir azodicarbonamida no qual é mundialmente usado como agente espumante. Como mostrado a seguir na equação da reação 1, azodicarbonamida (2) pode ser obtido por oxidação da hidrazodicarbonamida (1) com um agente oxidante apropriado.

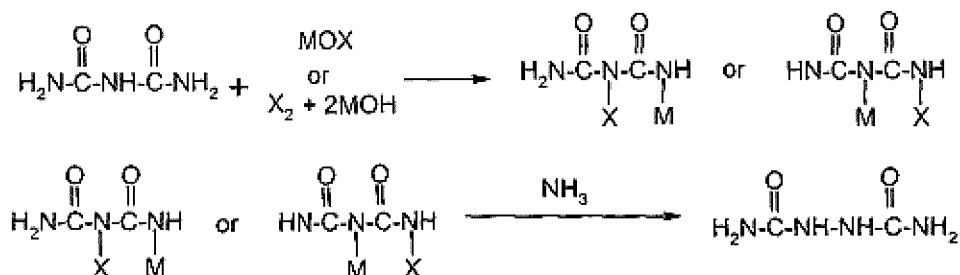
[Equação da reação 1]



[003] Métodos convencionais para preparação do HDCA incluem (i) um método de reação de 2 moles de uréia com hidrazina no qual são produzidos pelo processo de Raschig ou derivado da cetazina, (ii) um método de reação com 2 moles de uréia com hidrazina no qual é derivado da uréia (Processo de uréia), (iii) um método de reação de 1 mol uréia como semicarbazida no qual é produzido pela reação com hipoclorito de sódio, uréia e amônia, e (iv) um método do uso do biureto como material de partida. Contudo, os métodos (i) e (iii) no qual usa-se hidrazina ou semicarbazida e o método (ii) possuem desvantagens, pois a reação do processo é complicada, com pouco rendimento, um custo alto de matéria prima e um longo tempo de reação. Além disso, os métodos descritos acima são pelo lado do meio ambiente indesejáveis, visto que uma grande quantidade de matéria prima é requerida para produzir o HDCA.

[004] Para superar essas desvantagens, a presente invenção tem proposto um método para sintetizar o HDCA usando biureto como material de partida (ver patente Koreana No. 2000-691) e o método é mostrado a seguir na equação da reação 2.

[Equação da reação 2]



[005] onde, M é um metal e X é um halogênio.

[006] Como mostrado na equação da reação 2, a patente Koreana No. 2000-691 descreve o método para preparar HDCA compreendendo de etapas de (i) reação do biureto com metal hipohalogênio ou halogênio/base para obter o sal do metal monohalobiureto, e (ii) reação da obtenção do sal do metal monohalobiureto com amônia para produzir HDCA. Entretanto, a fim de produzir o HDCA com rendimento industrial desejável com o método acima descrito utiliza-se um composto catalisador de um metal como um sulfato, cloreto, carbonato ou hidróxidos de metal anfóteros ou metal alcalinos ou um catalisador de ácido inorgânico como ácido hidrocloreídrico, ácido sulfúrico ou ácido nítrico são requeridos em uma quantidade maior do que 0,05 moles em relação a 1 mol de monohalobiureto. Portanto, esse método tem uma desvantagem que é requer um alto custo com catalisador e um custo pós-tratamento para produzir HDCA devido a grande quantidade de um catalisador residual e o método é também pelo lado do meio ambiente indesejável. Em adição, a velocidade e o rendimento da reação não são suficientemente alta quando esses catalisadores estão sendo usados.

Resumo da Invenção

[007] Um objetivo da presente invenção para prover um método para preparação da didrazodicarbonamida mais desejável economicamente e com aspectos ambientais.

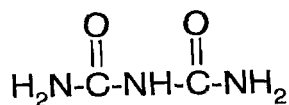
[008] Outro objetivo da presente invenção para prover o método para

preparação da hidrazodicarbonamida, no qual pode diminuir o tempo de reação e aumentar o rendimento da reação.

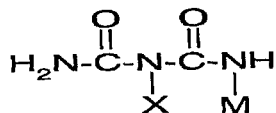
[009] Um outro objetivo da presente invenção para prover o método para preparação da hidrazodicarbonamida, no qual pode reduzir a quantidade de matéria prima como amônia e catalizador.

[0010] Na ordem para alcançar esse objetivos, a presente invenção prover um método para preparação da hidrazodicarbonamida na presença de um catalizador incluindo átomos de bromo ou iodo e produzindo íons de bromo ou iodo durante a reação, e os métodos compreendem as etapas de: obtenção do sal do metal monohalobiureto tendo fórmula 2 ou 3 reagindo um biureto tendo a fórmula 1 com um composto de metal hipohalogenio ou reagindo o biureto tendo fórmula 1 com um agente halogênico e uma base; e reagindo o sal do metal monohalobiureto obtido com amônia.

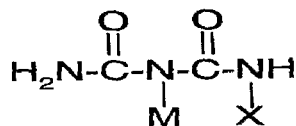
[Fórmula 1]



[Fórmula 2]

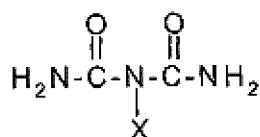


[Fórmula 3]

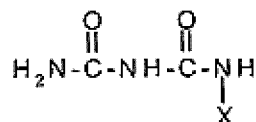


[0011] Preferivelmente, o sal do metal monohalobiureto é produzido por reagir o biureto tendo fórmula 1 com um agente halogênico para obter um monohalobiureto tendo fórmula 4 ou 5 e então reagir o monohalobiureto obtido com uma base.

[Fórmula 4]



[Fórmula 5]



[0012] Nas fórmulas de 2 a 5 acima, M é um metal e X é um halogênio.

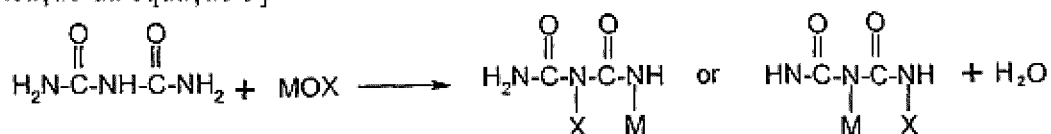
[0013] Também preferivelmente, o catalisador pode ser um agente brometizado ou um agente iodetizado como um metal de bromo, metal de iodo, composto orgânico brometizado, composto orgânico iodetizado ou misturas entre eles. Os mais preferíveis catalisadores incluem NaBr, KBr, KI, CuBr₂, CuI, HBr, HI, PBr₃, Br₂, I₂, N-bromosuccinamida ou misturas entre eles. O catalisador pode ser adicionado na reação, antes, durante ou depois da reação do biureto com o composto de metal hipohalogênio ou com um agente halogênico e uma base e mais preferivelmente adicionado na reação antes da reação do biureto com o composto de metal hipohalogênico ou com um agente halogênico e uma base. A quantidade preferida do catalisador está em 0,001 a 1 mol, e mais preferível ainda entre 0,002 a 0,5 moles em relação a 1 mol de monohalobiureto e/ou sal de metal monohalobiureto.

Descrição Detalhada da Invenção

[0014] Uma apreciação mais completa da invenção e muita das vantagens desta, irá ser mais claramente descrita, tornando melhor entendida pela referencia a seguir dos detalhes da descrição.

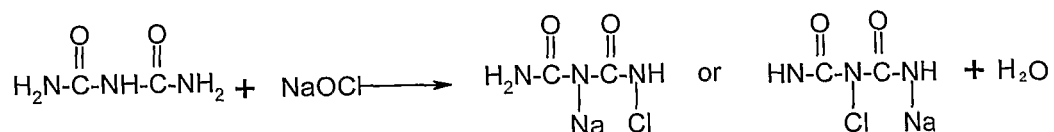
[0015] O método de preparação do sal de metal monohalobiureto tendo a fórmula 2 ou 3 pela reação do biureto com um composto metal hipohalogênico de acordo com a presente invenção é mostrado a seguir na equação da reação 3, e os exemplo específico é mostrado a seguir na equação da reação 4.

[Reação da equação 3]



[0016] Na equação acima, M é um metal e X é um halogênio.

[Reação da equação 4]

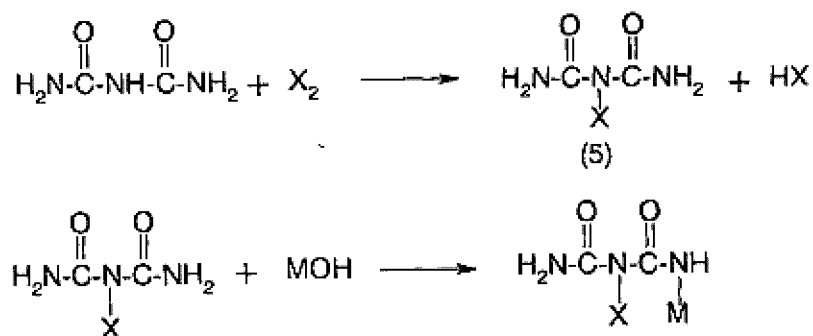


[0017] Referindo-se a equação 4, a reação do biureto com hipoclorito de sódio para produzir sal de clorobiureto de sódio. Visto que, a reação acima é uma reação exotérmica, é preferível que a reação do sistema esteja mantido em baixa temperatura. Contudo, a produção do sal de clorobiureto de sódio é relativamente estável com calor. Portanto a reação é feita fora da temperatura ambiente. A temperatura preferida da reação é menos do que 60 °C, mais preferivelmente entre -10 °C a 60 °C e mais preferivelmente ainda entre -5 °C a 35 °C. Considerando a eficiência econômica e a facilidade operacional, a razão por mol preferida para o metal hipohalogênio por 1 mol de biureto é de 0,1 para 2 moles. Se menos do que 1 mol do metal hipohalogênico é usado para 1 mol de biureto, o excesso de biureto pode ser recuperado e usado de novo. Na reação acima, quando a razão molar do metal hipohalogênio é menor do que 0,1 mol ou a temperatura da reação é menor do que -10 °C, o tempo da reação pode tornar-se muito longo. E se a razão molar é maior do que 2, o custo da produção pode aumentar e reações secundárias podem ocorrer. Se a temperatura da reação é maior do que 60 °C, o sal do metal monohalobiureto produzido pode ser decomposto porque o composto é instável a altas temperaturas. O sal de clorobiureto de sódio obtido durante as condições previamente mencionadas pode ser usado diretamente para a reação subsequente em processo contínuo ou pode ser estocado para próxima reação no processo.

[0018] Um exemplo de processo de obtenção do sal de metal monohalobiureto tendo a fórmula 2 ou 3 pela reação do biureto com um agente halogênico e uma base é mostrado a seguir na equação da reação 5. Como mostrado na equação 5, depois de biureto reagir com um agente halogênico como um halogênio (X₂) para obter monohalobiureto 5, uma base, por exemplo, um hidróxido de um metal, hidróxido de cálcio ou hidróxido de potássio são adicionados para produzir o sal de metal

monohalobiureto.

[Equação da reação 5]

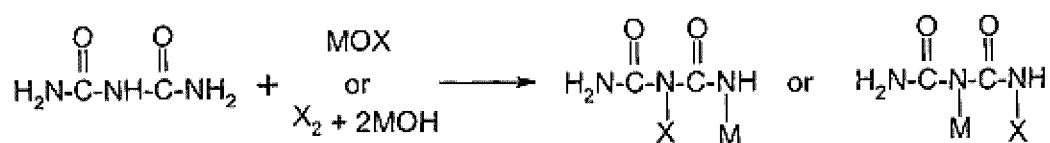


[0019] Na equação da reação acima, M é um metal e X é um halogênio.

[0020] Na reação acima, considerando que a reação halogênica é uma reação exotérmica, poderia ser vantajoso que a temperatura fosse mantida numa faixa menor, especialmente menos do que 60 °C, preferivelmente em torno de -10 °C a 60 °C, mais preferivelmente em torno de -5 °C a 30 °C da própria razão da reação e a estabilidade da reação. Alternativamente, o sal do metal monohalobiureto pode ser obtido pela reação do hidróxido de metal com biureto em primeiro, e então reagindo o produto obtido com um agente halogênico. Visto que a reação alternativa é também uma reação exotérmica, a temperatura da reação poderá ser mantida baixa, especialmente em torno de -10 °C a 60 °C, mais preferivelmente em torno de -5 °C a 30 °C. Se a temperatura da reação é menor do que -10 °C, o tempo da reação pode tornar-se muito longo e se a temperatura da reação é maior do que 60 °C, o sal do metal monohalobiureto produzido pode ser decomposto porque o composto é instável a altas temperaturas.

[0021] Em resumo, o sal de metal 3-monohalobiureto ou o sal de metal 1-monohalobiureto é obtido do biureto como mostra a seguir na equação da reação 6.

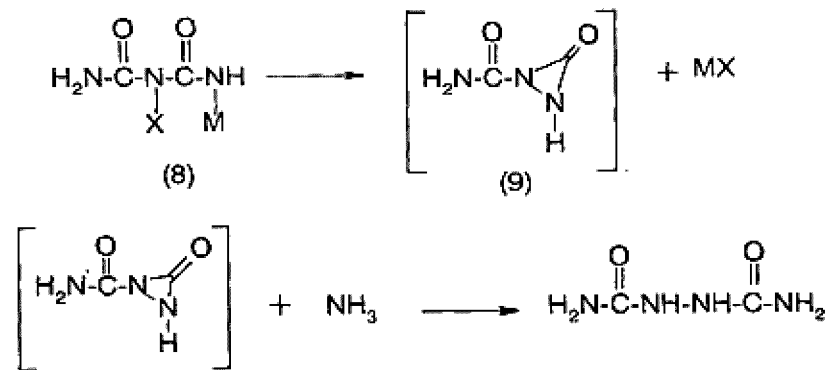
[Reação da equação 6]



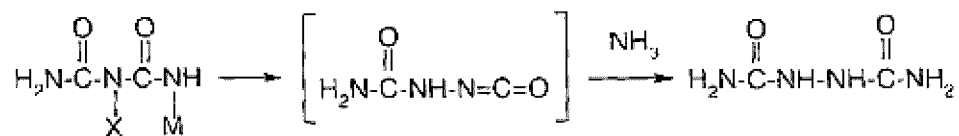
[0022] O sal de metal monohalobiureto obtido reagem com amônia para produzir hidrazocarbonamida (HDCA). O mecanismo da reação é presumido como

similar a reação de Favorskii mostrado na reação 7 ou na reação de rearranjo de Hoffmann mostrado na equação da reação 8.

[Equação da reação 7]



[Equação da reação 8]



[0023] Referindo-se a equação da reação 7 acima, pela reação inter-molecular do átomo de nitrogênio aniônico no sal de metal monohalobiureto, um composto de metal halogênio (MX) é eliminado do sal de metal monohalobiureto, e a ligação N-N é formada para produzir uma instabilidade no derivado de diaziridinona 9. O derivado de diaziridinona produzido imediatamente reage com amônia altamente reativa formando HDCA. Referindo-se a equação da reação 8 acima, o sal de metal monohalobiureto é convertido em um composto isocianato e este composto isocianato convertido pode reagir com amônia altamente reativa para produzir HDCA.

[0024] De acordo com a presente invenção, HDCA é produzido na presença de um catalisador incluindo átomos de bromo ou iodo e produzindo íons de bromo ou iodo durante a reação. Exemplos de catalisador incluem um agente bromonizador ou agente iodonizador como bromo metal ou iodo metal (por exemplo, NaBr, KBr, KI, CuBr₂, CuI), halide de hidrogênio (por exemplo, HBr, HCl) um composto produzindo um íon halogênio (por exemplo, Br₂, I₂, PBr₃) e composto orgânico halogenado (por

exemplo, N-bromosuccinamida: NBS). A quantidade preferida de um catalisador é 0,001 a 1 mol, e mais preferível 0,002 a 0,5 mol em relação a 1 mol de monohalobiureto e/ou sal de metal monohalobiureto. Se a quantidade de catalisador for menor do que 0,001 mol, o rendimento da reação e a velocidade de reação podem diminuir, e se a quantidade de catalisador for maior do que 1 mol, não existe efeitos adicionais desejáveis e apenas desvantagens no aspecto econômico.

[0025] Pelo uso de um catalisador, a rendimento da reação e a velocidade de reação podem ser melhorados e a quantidade de amônia requerida pode ser reduzida. Parece que o catalisador acelera a formação de derivado de diaziridinona ou a reação de rearranjo de Hoffmann. Como um exemplo específico, se o sal de monoclorobiureto de sódio é produzido pela reação com hipoclorito de sódio (NaOCl) e biureto, o íon cloro do monocloreto biureto de sódio pode ser trocado por bromo ou iodo do catalisador produzindo monobromobiureto de sódio ou monoiodobiureto de sódio no qual são intermediários mais reativos. A reação é mostrada a seguir na equação das reações 9 e 10.

[Equação da reação 9]



[Equação da reação 10]



[0026] Esses catalisadores não aumentam apenas o rendimento do sal de metal monohalobiureto inibindo as reações secundárias, mas também contribuem significativamente para melhorar o rendimento, por reduzir o tempo de reação e reduzir a quantidade de amônia requerida para acelerar a reação do monohalobiureto e amônia. O catalisador pode ser adicionado à reação, antes, durante ou depois da

reação do biureto com o composto de hipohalogênio de metal ou um agente halogenizador e uma base, e mais preferível adicionar na reação antes da reação do biureto com o composto de hipohalogênio metal ou com um agente halogenizador e uma base.

[0027] Considerando a velocidade da reação e a eficiência da reação do sal de metal monohalobiureto e amônia, a temperatura da reação preferida está em torno de 0 °C a 150 °C, mais preferível 30 °C a 150 °C. Se a temperatura da reação for menor do que 0 °C, não fica econômico devido à baixa velocidade de reação e se a temperatura for maior do que 150° C, o equipamento requerido é caro para lidar com uma pressão interna elevada devido a evaporação da amônia. A amônia pode ser usada em qualquer forma como amônia gasosa, amônia líquida ou hidrato de amônia. A amônia pode ser usada em quantidade em excesso para aumentar a velocidade de reação. Especificamente, a quantidade preferida de amônia é entre 1 a 1000 moles, mais preferivelmente 2 a 500 moles, e mais preferivelmente ainda de 5 a 100 moles em relação a 1 mol do sal de monohalobiureto de metal. O excesso de amônia não reage com o sal de monobiureto de metal, onde esta, pode ser recuperada e usada de novo. Se o excesso de amônia é usado e a temperatura da reação é alta, a reação pode ser realizada sobre pressão em ordem para aumentar a velocidade da reação e eficiência, impedindo a evaporação da amônia e a escala preferida de pressão está entre 1 a 100 kgf/cm².

[0028] Como solvente para o biureto ou para o sistema de reação pode ser usada a água. Alternativamente, um solvente orgânico hidrofóbico (o segundo solvente) pode ser usado com solvente para a reação, e uma mistura de solvente hidrofóbico orgânico e água pode também ser usado como solvente. Exemplos de solventes orgânicos hidrofóbicos incluem hidrocarbonetos clorados como metilcloro, hidrocarbonetos alifáticos como hexano, hidrocarbonetos aromáticos como tolueno e benzeno, acetatos como etilacetato e outros. Se o solvente orgânico hidrofóbico for usado junto com água, o monohalobiureto produzido pela reação do biureto e o agente halogenizador é dissolvido dentro do solvente orgânico hidrofóbico. Neste caso o segundo solvente pode ser separado da água por separação de fase para a

reação subsequente com base e/ou amônia. Esse processo favorece impedir as reações secundárias, aumenta o rendimento do HDCA e diminui a quantidade de água desperdiçada.

[0029] Mais do que um dos solventes orgânicos hidrofóbicos pode ser misturado com água, e a quantidade de solvente orgânico hidrofóbico não é limitada mas preferivelmente, 0,1 a 50 vezes, e mais preferivelmente 0,2 a 3,0 vezes de água por peso. O solvente orgânico pode ser adicionado no início da reação como um solvente para o biureto ou adicionado depois que o monohalobiureto é sintetizado.

[0030] A seguir, os exemplos escolhidos e exemplos manufaturados são providos para melhor entender a presente invenção. Contudo, a presente invenção não se restringe aos exemplos a seguir. Todos os exemplos a seguir e exemplos manufaturados são realizados pelo processo em conjunto, mas processos contínuos podem também ser empregado.

[0031] [Exemplo manufaturado 1] síntese do sal de clorobiureto de sódio

[0032] 423,1g (0,287 moles) de uma de solução fraca de biureto a 7% foi adicionada dentro de um reator de vidro de 2L e a temperatura da reação do sistema foi mantida em 5° C aproximadamente. 0,3g (0,0029 moles) de NaBr como um catalisador foi adicionado dentro do reator, 170g (0,287 moles) de uma solução aquosa de hipoclorito de sódio a 12% foi adicionada e a temperatura da reação do sistema foi mantida a 5 °C aproximadamente. Depois de completada a adição, a solução retirada foi analisada por iodometria e cromatografia líquida. A avaliação do cloro da solução de retirada foi 3,4% e o rendimento foi de 99%.

[0033] [Exemplo manufaturado 2] síntese do sal de clorobiureto de sódio

[0034] 423,1g (0,287 moles) de uma de solução fraca de biureto a 7% foi adicionada dentro de um reator de vidro de 2L e a temperatura da reação do sistema foi mantida em 5° C aproximadamente. 0,3g (0,0029 moles) de NaBr como um catalisador foi adicionado dentro do reator, 223g (0,575 moles) de uma solução de hidróxido de sódio a 10,3% foi adicionada e 20,3g (0,287 moles) de gás clorídrico foi adicionado enquanto que a temperatura da reação do sistema foi mantida a 10°C aproximadamente. Depois de completada a adição, a solução retirada foi analisada por

iodometria e cromatografia líquida. A avaliação do cloro da solução de retirada foi 3,01% e o rendimento foi de 99%.

[0035] [Exemplo manufaturado 3] síntese do sal de clorobiureto de sódio

[0036] 423,1g (0,287 moles) de uma de solução fraca de biureto a 7% foi adicionada dentro de um reator de vidro de 2L e a temperatura da reação do sistema foi mantida em 5 °C aproximadamente. 0,3g (0,0029 moles) de NaBr como um catalisador foi adicionado dentro do reator, 20,3g (0,287 moles) de gás clorídrico foi adicionado enquanto a temperatura da reação do sistema foi mantida a 10°C aproximadamente. Depois da adição do gás clorídrico, 223g (0,575 moles) de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 10,3% foi adicionada enquanto a temperatura da reação do sistema foi mantida a 5°C. Depois de completada a adição, a solução retirada foi analisada por iodometria e cromatografia líquida. A avaliação do cloro da solução de retirada foi 3,01% e o rendimento foi de 99%.

[0037] [Exemplos de 1-9] Síntese de hidrazodicarbonamida (HDCA)

[0038] 593,1g de sal de clorobiureto de sódio foi preparado de acordo em a manufaturamento do exemplo 1 foi adicionado dentro de um autoclave de 2L e resfriado a 10° C enquanto era agitado. Depois foi adicionado 600g (8,8 moles) de uma solução aquosa de amônia a 25% enquanto era mantida temperatura da solução em 10 °C aproximadamente, as reações foram realizadas variando a temperatura do reator e o tempo de reação enquanto a solução era vigorosamente agitada. Depois de completada a reação, a amônia que não reagiu foi removida e a solução foi filtrada. O rendimento da HDCA insolúvel em água foi calculado e mostrado a seguir na Tabela 1.

[Tabela 1]

Exemplo	Condições da reação (temperatura, tempo)	Rendimento (%)
1	30° C, 1 hora	91
2	30° C, 2 horas	98
3	30° C, 3 horas	98

4	60° C, 30 minutos	98
5	60° C, 1 hora	97
6	60° C, 2 horas	97
7	90° C, 30 minutos	95
8	90° C, 1 hora	94
9	90° C, 2 horas	94

[0039] [Exemplos de 10-16] Síntese do hidrazodicarbonamida (HDCA)

[0040] Exceto que cada 0,0029 mole do catalisador mostrado a seguir na Tabela 2 foi usado ao invés de NaBr, a reação foi realizada de acordo como mesmo método do exemplo 4. Depois da reação completada, a amônia não reagida foi removida e a solução foi filtrada. O rendimento do HDCA insolúvel em água foi calculado e mostrado a seguir na Tabela 2.

Exemplo	Catalisador usado	Rendimento (%)
10	KBr	95
11	KI	94
12	N-bromosuccinamida (NBS)	95
13	HBr	97
14	PBr ₃	97
15	ZnBr ₂	97
16	CuBr ₂	95

[0041] [Exemplos de 17-25] Síntese de hidrazodicarbonamida (HDCA)

[0042] 667,7g do sal de clorobiureto de sódio foi preparado de acordo em a manufaturamento do exemplo 2 foi adicionado dentro de um autoclave de 2L e resfriado a 10°C enquanto era agitado. Depois foi adicionado 600g (8,8 moles) de uma solução aquosa de amônia a 25% enquanto era mantida a temperatura da solução reação em 10°C aproximadamente, as reações foram realizadas variando a temperatura do reator e o tempo de reação enquanto a solução era vigorosamente agitada. Depois de completada a reação, a amônia que não reagiu foi removida e a solução foi filtrada. O rendimento da HDCA insolúvel em água foi calculado e mostrado a seguir na

Tabela 3.

[Tabela 3]

Exemplo	Condições da reação (temperatura, tempo)	Rendimento (%)
17	30 °C, 1 hora	89
18	30 °C, 2 horas	95
19	30 °C, 3 horas	95
20	60 °C, 30 minutos	96
21	60 °C, 1 hora	97
22	60 °C, 2 horas	97
23	90 °C, 30 minutos	94
24	90 °C, 1 hora	93
25	90 °C, 2 horas	92

[0043] [Exemplos de 26-32] Síntese de hidrazodicarbonamida (HDCA)

[0044] Exceto que cada 0,0029 mole do catalisador mostrado a seguir na Tabela 4 foi usado ao invés de NaBr, a reação foi realizada de acordo como mesmo método do exemplo 20. Depois da reação completada, a amônia não reagida foi removida e a solução foi filtrada. O rendimento do HDCA insolúvel em água foi calculado e mostrado a seguir na Tabela 4.

[Tabela 4]

Exemplo	Catalisador usado	Rendimento (%)
26	KBr	93
27	KI	94
28	N-bromosuccinamida (NBS)	94
29	HBr	96
30	PBr ₃	97
31	ZnBr ₂	95
32	CuBr ₂	95

[0045] [Exemplos de 17-25] Síntese de hidrazodicarbonamida (HDCA)

[0046] 667,7g do sal de clorobiureto de sódio foi preparado de acordo com o manufaturamento do exemplo 3, foi adicionado dentro de uma autoclave de 2L e resfriado a 10 °C enquanto era agitado. Depois foi adicionado 600g (8,8 moles) de uma solução aquosa de amônia a 25% enquanto era mantida a temperatura da solução reação em 10°C aproximadamente, as reações foram realizadas variando a temperatura do reator e o tempo de reação enquanto a solução era vigorosamente agitada. Depois de completada a reação, a amônia que não reagiu foi removida e a solução foi filtrada. O rendimento da HDCA insolúvel em água foi calculado e mostrado a seguir na Tabela 5.

[Tabela 5]

Exemplo	Condições da reação (temperatura, tempo)	Rendimento (%)
33	30 °C, 1 hora	88
34	30 °C, 2 horas	95
35	30 °C, 3 horas	96
36	60 °C, 30 minutos	96
37	60 °C, 1 hora	95
38	60 °C, 2 horas	96
39	90 °C, 30 minutos	95
40	90 °C, 1 hora	93
41	90 °C, 2 horas	92

[0047] [Exemplos de 42-48] Síntese de hidrazodicarbonamida (HDCA)

[0048] Exceto que cada 0,0029 mole do catalisador mostrado a seguir na Tabela 6 foi usado ao invés de NaBr, a reação foi realizada de acordo como mesmo método do exemplo 36. Depois da reação completada, a amônia não reagida foi removida e a solução foi filtrada. O rendimento do HDCA insolúvel em água foi calculado e mostrado a seguir na Tabela 6.

[Tabela 6]

Exemplo	Catalisador usado	Rendimento (%)
---------	-------------------	----------------

42	KBr	94
43	KI	94
44	N-bromosuccinamida (NBS)	95
45	HBr	95
46	PBr ₃	96
47	ZnBr ₂	96
48	CuBr ₂	95

[0049] [Exemplos de 49-53] Síntese de hidrazodicarbonamida (HDCA)

[0050] 593,1g do sal de clorobiureto de sódio foi preparado de acordo em a manufaturamento do exemplo 1 foi adicionado dentro de uma autoclave de 2L e resfriado a 10 °C enquanto era agitado. Depois foi adicionada uma solução aquosa de amônia a 25% numa quantidade variada desta, como mostrado na tabela 7 e mantida a temperatura da solução reação em 10°C aproximadamente, as reações foram realizadas a temperatura de 60° C por 30 minutos enquanto a solução era vigorosamente agitada. Depois de completada a reação, a amônia que não reagiu foi removida e a solução foi filtrada. O rendimento da HDCA insolúvel em água foi calculado e mostrado a seguir na Tabela 7.

[Tabela 7]

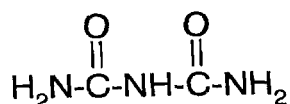
Exemplo	Quantidade de amônia usada, amônia/sal de clorobiureto de sódio (razão molar)	Rendimento
49	15	88
50	20	97
51	30	98
52	60	95
53	90	94

[0051] Enquanto a presente invenção tinha sido descrita em detalhes com referência a incorporações escolhidas, para o técnico no assunto fica claro que várias modificações e substituições pode ser feita nela sem afastar-se do escopo da presente invenção como determinado nas reivindicações adicionais.

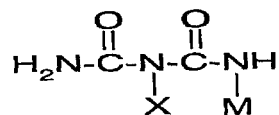
REIVINDICAÇÕES

1. Método para preparação da hidrazodicarbonamida compreendendo as etapas de obtenção do sal de metal monoclorobiureto tendo fórmulas 2 ou 3 pela reação do biureto tendo fórmula 1 com um hipoclorito de um metal ou pela reação do biureto tendo fórmula 1 com um agente de cloração e uma base e reagindo o sal de metal monoclorobiureto obtido com amônia, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a reação do sal de metal monoclorobiureto com amônia é realizada a uma temperatura entre 30°C e 60°C, e a hidrazodicarbonamida ser produzida na presença de um catalisador incluindo átomos de bromo ou iodo e produzindo íons de bromo ou iodo durante a reação, em que:

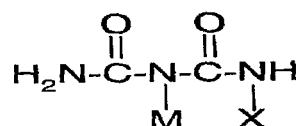
[Fórmula 1]



[Fórmula 2]



[Fórmula 3]



nas fórmulas 2 e 3 acima, M é um metal, e X é cloro (Cl).

2. Método de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo catalisador ser selecionado do grupo consistindo de brometo de metal, iodeto metal, composto orgânico bromado, composto orgânico iodado e misturas entre eles.

3. Método de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo catalisador ser selecionado do grupo consistindo de NaBr, KBr, KI, CuBr₂, CuI, HBr, HI, PBr₃, Br₂, I₂, N-bromossuccinimida e misturas entre eles.

4. Método de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato do catalisador ser adicionado na reação, antes, durante ou depois da reação do

biureto com o composto hipoclorito de um metal ou com um agente de cloração e uma base.

5. Método de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pela quantidade do catalisador estar entre 0,001 a 1 mol em relação a 1 mol de monoclorobiureto e/ou o sal de metal monoclorobiureto.

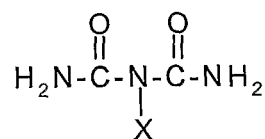
6. Método de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo processo de obtenção do sal de metal monoclorobiureto e a hidrazodicarbonamida serem realizados por um processo em batelada ou processo contínuo.

7. Método de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo solvente da reação para preparação da hidrazodicarbonamida a partir do biureto ser uma mistura de água e um solvente orgânico hidrofóbico.

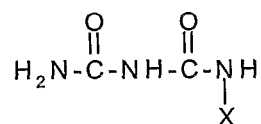
8. Método de acordo com a reivindicação 7, **CARACTERIZADO** pelo solvente orgânico hidrofóbico ser selecionado do grupo consistindo de um hidrocarboneto clorado, hidrocarboneto alifático, hidrocarboneto aromático, acetato, éter e outras misturas entres eles.

9. Método de acordo com a reivindicação 7, **CARACTERIZADO** pelo sal de metal monoclorobiureto ser produzido pela reação do biureto tendo fórmula 1 com um agente de cloração para obter um monoclorobiureto tendo fórmula 4 ou 5, e pela reação do monoclorobiureto obtido com uma base, em que:

[Fórmula 4]



[Fórmula 5]



nas fórmulas 4 e 5 acima, X é um cloro (Cl).

10. Método de acordo com a reivindicação 9, **CARACTERIZADO** pela reação do monoclorobiureto e uma base ser realizada com um solvente orgânico hidrofóbico separado da água.

RESUMO**“MÉTODO PARA PREPARAÇÃO DA HIDRAZODICARBONAMIDA
USANDO BIURETO COMO MATERIAL DE PARTIDA”.**

O método para preparação da hidrazodicarbonamida (HDCA) usando biureto como um material de partida é descrito. O método compreende as etapas de; obtenção do sal monohalobiureto de um metal pela reação do biureto com composto hipohalogênico de metal ou pela reação do biureto com um agente halogenizador e uma base; e reagindo o sal monohalobiureto de um metal obtido com amônia, no qual a hidrazodicarbonamida é produzida na presença de um catalisador incluindo átomos de bromo ou iodo produzindo íons de bromo ou iodo durante a reação.