

ROMANIA OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	BREVET DE INVENȚIE ⁽¹⁹⁾ RO ⁽¹¹⁾ 104164 (12) DESCRIEREA INVENȚIEI	
(21) Cerere de brevet nr.: 137318 (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 107/04; 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, București, ing.Isailă Filon-Ovidiu, ing.Stoia Romeo-Lucian, ing.Rusu Alexandru, ing.Gajdos Emeric, Mediaș, județul Sibiu		

(54)Procedeu de obținere a azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului)

(57) Rezumat

Invenția descrie un procedeu de obținere a azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) prin reacția de oxidare a hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitrilului cu apă oxigenată în prezență de acid bromhidric și acid sulfuric, în mediu apos, la presiunea atmos-

ferică, lucrând în condiții specifice de temperatură, omogenizare sistem, durată de reacție. Se obțin conversii ridicate ale hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) și randamente superioare în azobis-(2,4-dimetilvaleronitril).

Invenția de față se referă la un procedeu de obținere a azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) prin oxidarea hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului).

Se cunosc diferite procedee de obținere a azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), compus chimic cu formula generală $C_{14}H_{24}N_4$, utilizat ca inițiator în reacții homolitice de oxidare, halogenare, clorosulfonare, adiție, cât și în reacțiile de polimerizare și copolimerizare a monomerilor vinilici. Dintre procedeele cunoscute, în unele se obține azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilul) cu clor, cu săruri ale acizilor halogenoși sau halogenici cu amestec de clor sau brom și apă oxigenată cu oxigen în prezență de săruri de cupru și compuși de azot.

Procedeele menționate prezintă dezavantajul că au un grad ridicat de coroziune și pericolozitate, necesită o serie de compuși scumpi și greu accesibili și limitează agenții de inițiere folosiți în reacția de oxidare.

Scopul invenției este de a obține azobis-(2,4-dimetilvaleronitril) cu randamente ridicate folosind materii prime ușor accesibile și lucrând în condiții blinde.

Problema pe care o rezolvă invenția este asocierea de noi materii prime în condiții de reacție specifice pentru atingerea scopului propus.

Procedeu de obținerea a azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) prin oxidarea hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), conform invenției, înlătură dezavantajele procedeelelor cunoscute prin aceea că hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilul) se supune oxidării în prezență de acid bromhidric și acid sulfuric, în mediu apos la presiunea atmosferică sau la suprapresiune mică, la timp contact între 2 și 8 h, raportul molar între hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril) : acid sulfuric : acid bromhidric : apă oxigenată fiind 1 : 0,02 ... 0,2 : 0,005-0,1 : 1-1,2.

Se dau, în continuare, două exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un reactor de capacitate 250 ml, prevăzut cu sistem de agitare

eficace, refrigerent ascendent, dispozitiv de alimentare hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), soluție de acid bromhidric 48%, acid sulfuric concentrat, apă oxigenată 30% și baie de termostatare se introduc 12,5 g hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), 15 ml apă dedurizată, 1,5 ml soluție de acid bromhidric 48%, se picură lent, cu agitare și răcire, 1,0 ml acid sulfuric concentrat, menținând temperatura în interior sub 10°C. În continuare, se adaugă, treptat, cu agitare și răcire, 8 ml apă oxigenată 30%, astfel încât temperatura în interior să se păstreze în intervalul 12 ... 14°C. După terminarea alimentării cu reactanți, amestecul se agită energetic, timp de 6 h, la o temperatură medie cuprinsă între 12 și 15°C. Produsul de reacție se separă, se prelucrează prin spălare cu 150 ml apă dedurizată și se usucă. Se obțin 11,5 g azobis-(2,4-dimetilvaleronitril), randament 92%, raportat la hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril).

Exemplul 2. Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că se introduc 10 g hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), 10 ml apă dedurizată, 1 ml acid sulfuric concentrat, 1 ml acid bromhidric soluție 48%, 6 ml apă oxigenată 30%, iar reacția se efectuează la o temperatură în jurul a 14 ... 15°C, timp de 5 h. Se obțin 9,5 g azobis-(2,4-dimetilvaleronitril), randament 95%, raportat la hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril).

Procedeu de obținere a azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- extinde gama agenților de inițiere în reacția de oxidare a hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) folosind acid bromhidric;
- permite obținerea de randamente mari în azobis-(2,4-dimetilvaleronitril);
- reprezintă un proces simplu, ușor de realizat experimental.

Revendicare

Procedeu de obținere a azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) prin oxidarea hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) cu apă oxigenată, la temperaturi cuprinse între 5 și 15°C, caracterizat prin aceea că, în scopul

lărgirii gamei inițiatorilor folosite în reacția de oxidare a hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului), acesta se supune oxidării în prezență de acid bromhidric și acid sulfuric, în mediu apos, la presiune atmosferică sau la suprapresiune mică, la

timp de contact între 2 și 8 h, raportul molar între hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril) : acid sulfuric : acid bromhidric : apă oxigenată fiind 1 : 0,02 - 0,2 : 0,005 - 0,1 :

5 : 1 - 1,2.

(56) Referințe bibliografice

Brevete Japonia nr. 7765220, 78132523, 75131926, 7927525

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