

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București

ROMANIA



(11) Nr. brevet: **109451 B1**
(51) Int.Cl.⁶ C 07 F 9/109;
C 07 F 9/113

(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: **147820**

(22) Data de depozit: **17.06.91**

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
28.02.95 BOPI nr. 2/95

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 93005

(71) Solicitant: (72)

(73) Titular: (72)

(72) Inventatori: **Ivănuș Lucian, Gănescu Ion, Gherghel Leuța Dănuța, Craiova, județul Dolj, RO**

(54) Procedeu de obținere a acidului *di*-2-etilhexil-fosforic

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu discontinuu, de obținere a acidului *di*-2-etilhexilfosforic cu posibilități reduse de formare a produșilor secundari, prin reacția dintre anhidrida fosforică și 2-etilhexanol, în mediu de toluen în

prezență de H_3PO_4 . Se obține un acid cu caracteristici superioare constante.

Revendicări: 1

RO 109451 B1



Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a acidului *di*-2-etilhexilfosforic.

Se cunoaște un procedeu discontinuu, de obținere a acidului *di*-2-etilhexilfosforic, prin esterificarea directă a acidului fosforic cu alcoolul 2-etilhexilic, în mediu de toluen. Procedul prezintă mai multe dezavantaje și anume: timp de reacție ridicat, consumuri specifice mari, dificultăți în procesul de separare și purificare.

Un alt procedeu de obținere a acidului *di*-2-etilhexil fosforic se bazează pe reacția de esterificare dintre anhidrida fosforică și alcoolul 2-etilhexilfosforic în mediu de toluen cu formarea intermediară a pirofosfatului, urmată de hidroliza acidă cu HCl concentrat. Dezavantajele acestui procedeu constau în dificultatea separării produsului final și a purificării lui, precum și un mediu puternic coroziv.

Scopul invenției este elaborarea unui procedeu care să asigure obținerea unui produs ușor de separat și purificat, cu un randament mărit.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea unor condiții de lucru, ce permit randamente ridicate, în condiții tehnice avantajoase.

Invenția de față înlătură dezavantajele prezentate anterior, prin aceea că se efectuează reacția de esterificare, timp de 3 ... 6 h, la temperatura de 70 ... 115°C și un raport molar de anhidridă fosforică/2-etilhexanol de 1/3 ... 6, urmată de hidroliza pirofosfatului format cu H₃PO₄ de concentrație 25 ... 89% în mediu de toluen, la o temperatură de 120 ... 145°C.

Procedul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- are o tehnologie relativ simplificată;
- evită folosirea unor agenți de hidroliză foarte corosivi, realizând randamente comparabile;

- produsul se separă din mediul de reacție relativ ușor, iar recuperarea solvenților se face simplu și eficient.

Se dau, în continuare, două exemple de realizarea invenției.

Exemplul 1. Într-un balon prevăzut cu agitator se introduc 4 mmoli 2 etilhexanol în care se dozează 1 mmol P₂O₅ până la

temperatura de 70°C. După dozare, reacția se perfectează timp de 1 ... 3 ore la temperatura de 100 ... 110°C. Se răcește masa de reacție și se introduc 60 ml H₃PO₄ 40% și 100 ml toluen după care se încălzește amestecul treptat până la temperatura de 140°C, menținându-se 5 ... 6 h. În vederea separării, amestecul de reacție se tratează cu NaOH 10 ... 20% până la un pH = 8,5 ... 9, formându-se două faze și anume: o fază apoasă, ce conține sarea monoalchiliderivatului, produs secundar ce se colectează, în vederea recuperării și o fază organică, ce conține acidul *di*-2-etilhexilfosforic. Eliberarea acidului *di*-2-etilhexilic din sarea de sodiu se efectuează prin tratare cu H₃PO₄ 40% până la pH = 2 ... 2,5.

Toluenul și alcoolul nereacționat, conținut de produsul brut, se antrenează apoi cu vaporii de apă într-un raport volumic fază organică/apă de 1/4. Se obține acidul *di*-2-etilhexilfosforic cu un randament final de 65 ... 70% față de P₂O₅.

Exemplul 2. În același balon se introduc 5 mmoli de 2-etilhexanol în care se dozează 1 mmol P₂O₅, dozarea și perfectarea reacției efectuându-se în condițiile menționate în exemplul 1.

După perfectarea și răcirea masei de reacție, se introduc 50 ml H₃PO₄ 50% și 100 ml toluen, se încălzește amestecul, menținând temperatura maximă de 240°C, timp de 5 ... 6 h.

Monoalchiliderivatul, produs secundar, se separă în mod similar, prin tratare cu NaOH 10 ... 20%, până la pH de 8,5 ... 9, iar acidul *di*-2-etilhexilfosforic se eliberează din sarea de sodiu prin tratare cu H₃PO₄ 50% până la pH = 2 ... 2,5.

Toluenul și alcoolul nereacționat se recuperează în același mod, obținând acidul *di*-2-etilhexilfosforic cu un randament de 60 ... 67% față de P₂O₅.

Revendicare

Procedeu de obținere a acidului *di*-2-etilhexilic prin esterificarea anhidridei fosforice cu alcoolul *di*-2-etilhexilfosforic, caracterizat prin aceea că, în scopul reducerii formării produșilor secundari de reacție și a mărimii productivității, se efectuează reacția în

flux discontinuu, timp de 8...12 h, în mediu de toluen, la raport molar anhidridă fosforică/toluen/alcool 2-etilhexilic de 1/1/3 ... 6, în prezența unei cantități de 4,1 % față de

amestecul de reacție de H_3PO_4 , temperatura de esterificare fiind menținută între 70 și 115°C, iar temperatura de hidroliză între 120 și 145°C.

Președintele comisiei de examinare: **biolog Nicola Nicolin**

Examinator: **chim. Novac Maria**

