

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București

ROMANIA



(11) Nr. brevet: **110141 B1**
(51) Int.Cl.⁶ C 07 C 255/67

(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: **149095**

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

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.10.95 BOPI nr. 10/95

(45) Data eliberării și 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 94667, 96381, 102881, 104165

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

(73) Titular: (72)

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

(54) Procedeu pentru prepararea azobisciclooctancarbonitrilului

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu pentru prepararea azobisciclooctancarbonitrilului, prin oxidarea hidrazobisciclooctancarbonitrilului cu apă oxigenată 30%, în prezență de bromuri de metale alcaline și în prezență de acid sulfuric, lucrând în mediu apos, la temperaturi între 5 și 15°C, timp de 2 ... 10 h, la anumite raporturi

molare hidrazobisciclooctancarbonitril: bromură alcalină : apă oxigenată. Se obțin randamente ridicate în produs, raportate la hidrazobisciclooctancarbonitril.

Revendicări: 1

RO 110141 B1



1

Invenția de față se referă la un procedeu pentru prepararea azobisciclooctanarbonitrilului, utilizabil ca inițiator în sinteze organice.

Se cunosc o serie de procedee pentru prepararea azobisderivaților alifatici, cum sunt azobisizobutironitrilul, azobis-2,4-dimetilvaleronitrilului sau a azobisderivaților aliciclici, cum sunt azobisciclopentanarbonitrilul sau azobisciclohexanarbonitrilul, folosiți ca agenți de inițiere în reacții de polimerizare a monomerilor vinilici sau în reacții organice, halogenare etc. După aceste procedee, prepararea azobisderivaților organici are loc prin reacția de oxidare a hidrazoderivaților cu apă oxigenată, în prezență de anumiți agenți specifici de inițiere (RO 94667, 96381, 102881, 104165). Procedeele de mai sus prezintă dezavantajul că nu au fost aplicate la prepararea altor azobisderivați aliciclici superiori, cum este azobisciclooctanarbonitrilul.

Procedeul de preparare a azobisciclooctanarbonitrilului, conform invenției, înlătură dezavantajele procedeelor cunoscute, prin aceea că, hidrazobisciclooctanarbonitrilul se oxidează cu apă oxigenată 30%, în prezență de bromuri de metale alcaline, cum sunt bromura de potasiu sau bromura de sodiu, ca atare sau în amestec și în prezență de acid sulfuric, la temperaturi cuprinse între 5 și 15 °C, timp de 2 la 10 h, la rapoarturi molare între reactanți hidrazobisciclooctanarbonitril: bromură alcalină : apă oxigenată de 1 ... 1,2 : 0,05 ... 0,2 : 1 ... 1,5 în mediu apos, cu agitare energetică a masei de reacție, la presiunea atmosferică sau o ușoară suprapresiune.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- duce la prepararea azobisciclooctanarbonitrilului cu randamente mari în produs, asigurând un grad de conversie ridicat al materiei prime;

- procesul este accesibil și reproducibil;

- poate fi ușor aplicat și valorificat la prepararea de inițiatori azobisderivați aliciclici cu proprietăți speciale.

Se dau în continuare tre exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Intr-un vas de reacție, capacitate 100 ml, prevăzut cu sistem de

2

agitare mecanică eficace, baie de termostatare, refrigerent ascendent, termometru interior, sistem de alimentare cu reactanți, se introduc 10 g hidrazobisciclooctanarbonitril, 10 ml apă distilată, 0,4 g bromură de potasiu, se pornește agitare energetică și, cu răcirea masei de reacție la 10°C, se adaugă 1 ml acid sulfuric concentrat, astfel încât temperatura în interior să nu depășească 12°C. În continuare, se dozează 12 ml apă oxigenată prin picurare lentă, menținând temperatura masei de reacție între 10 și 12°C. După alimentarea cu reactanți, se conduce reacția în intervalul de temperatură de mai sus timp de 5h, după care produsul de reacție se separă, se spală de 3 ori cu câte 50 ml apă distilată, se usucă. Se obțin 9,2 g azobisciclooctanarbonitril, randament 92% raportat la hidrazobisciclooctanarbonitril.

Exemplul 2. Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că se folosesc 0,25 g bromură de sodiu în loc de bromură de potasiu, reacția de oxidare conducându-se timp de 8 h. Se obțin 8,8 g azobisciclooctanarbonitril, randament 88%, raportat la hidrazobisciclooctanarbonitril.

Exemplul 3.

Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că se folosesc 0,1 g bromură de sodiu și 0,2 g bromură de potasiu, iar reacția de oxidare se conduce timp de 6 h. Se obțin 9,05 g azobisciclooctanarbonitril, randament 90,5%, raportat la hidroazobisciclooctanarbonitril.

Revendicare

Procedeu pentru prepararea azobisciclooctanarbonitrilului, caracterizat prin aceea că hidrazobisciclooctanarbonitrilul se oxidează cu apă oxigenată 30%, în prezență de bromuri de metale alcaline, cum sunt bromura de potasiu sau bromura de sodiu, ca atare sau în amestec și în prezență de acid sulfuric, la temperaturi cuprinse între 5 și 15°C, timp de 2 la 10 h, la rapoarturi molare între reactanți hidrazobisciclooctanarbonitril : bromură alcalină : apă oxigenată de 1 ... 1,2 : 0,05 ... 0,2 : 1 ... 1,5 în mediu apos, cu agitare energetică a masei de reacție, la presiunea atmosferică sau o ușoară suprapresiune.

Președintele comisiei de examinare: ing. Novac Maria

Examinator: ing. Marin Elena

Grupa 5

Preț lei 780