

(21) Cerere de brevet nr: **60600**
(22) Data înregistrării: **24.07.1969**
(61) Complementară la invenția
brevet nr:
(45) Data publicării: **28.06.2002**

(86) Cerere internațională(PCT)
nr.: data:
(87) Publicarea cererii internaționale
nr.: data:
(89)

(51) Int.Cl.⁷: **C 07 F 3/06**

(30) Prioritate:
(32) Data:
(33) Țara:
(31) Certificat nr.

(71) Solicitant: **NENIȚESCUCOSTIN, BUCUREȘTI, RO; RĂZUȘ ALEXANDRU,
BUCUREȘTI, RO; NESTOR RUXANDRA, BUCUREȘTI, RO**
(73) Titular **CENTRUL DE CHIMIE ORGANICĂ, BUCUREȘTI, RO**
(72) Inventator: **NENIȚESCUCOSTIN, BUCUREȘTI, RO; RĂZUȘ ALEXANDRU,
BUCUREȘTI, RO; NESTOR RUXANDRA, BUCUREȘTI, RO**

(54) PROCEDEU DE OBȚINERE A DIETILZINCULUI

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de preparare a dietilzincului, caracterizat prin aceea că se tratează cuplul zinc - cupru, cu clorură de etil, conținând un mic adaos de iodură de etil sau iod metalic și eventual acetat de etil, la temperaturi

cuprinse între 70 și 120 °C, lucrându-se cu sau fără solvent, iar, în final, dietilzincul distilându-se direct din vasul de reacție, la presiune sub 25 mm col. Hg.

Prezenta invenție se referă la un procedeu de preparare a dietilzincului, produs cu largi aplicații în chimia organică de sinteză.

Sunt cunoscute procedee de preparare a dietilzincului, prin reacția clorurii de zinc cu tiritil-aluminiu sau prin reacția amestecurilor de cupru și zinc cu iodură de etil și bromură de etil sau numai cu iodură de etil, care prezintă dezavantajele că utilizează materii prime relativ scumpe și nu se pretează la industrializare.

Prezenta invenție înlătură dezavantajele arătate mai sus, prin aceea că, în scopul obținerii dietilzincului, printr-un procedeu industrializabil, se tratează cuplul zinc-cupru cu clorură de etil, conținând un mic adaos de iodură de etil sau iod metalic și, eventual, acetat de etil, la temperaturi cuprinse între 70 și 120°C, lucrându-se cu sau fără solvent, iar în final, dietilzincul distilându-se direct din vasul de reacție, la presiunea sub 25 mm col Hg.

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

Exemplul 1. Într-un vas de presiune, prevăzut cu posibilități de agitare și control al temperaturii și presiunii, se introduce, într-o atmosferă inertă (argon, azot sau bioxid de carbon), cuplul zinc-cupru, preparat fie printr-o reacție de schimb între sulfatul de cupru și zinc în soluție apoasă, fie prin alte metode. Se introduce apoi cantitatea necesară de clorură de etil (raportul molar halogenură: cuplu cupru-zinc = 1:2), cu un mic adaos de iodură de etil sau iod metalic și, eventual, acetat de etil. Se pornește apoi agitarea și se încălzește. Reacția are loc între 70 și 120°C. După ce nu se mai înregistrează creștere de temperatură, se menține temperatura, în limitele de mai sus, o perioadă de timp care poate varia între o jumătate de oră și două ore. În acest timp, presiunea atinge valori între 8 și 18...20 at. Se răcește apoi conținutul vasului de presiune la

20...30°C, după care se elimină clorura de etil nereacționată și produșii secundari gazoși. Se conectează apoi vasul de presiune la sistemul de distilare și se distilă dietilzincul, la o presiune redusă, sub 15 mm col. Hg. Se obține un randament bun al dietilzincului, care este evacuat din vasul de recepție, prin împingere, cu o ușoară suprapresiune de gaz inert. Instalația este apoi purjată cu gaz inert, sistemul de distilare deconectat, iar conținutul vasului de presiune, care nu mai prezintă pericol de inflamabilitate, este evacuat sub formă de șlam, cu apă.

Exemplul 2. Se lucrează în aceeași aparatură și în aceleași proporții de reactant ca în exemplul 1, cu deosebirea că o dată cu introducerea cuplului cupru-zinc, se introduce și o cantitate de solvent suficientă, pentru a acoperi stratul metalic. De asemenea, înainte de distilarea dietilzincului, se evacuează, la presiune redusă, solventul.

Ca solvenți, se pot utiliza: tetrahidrofură, hidrocarburile saturate, ca de exemplu: fracțiuni de benzină sau izopentanul, hidrocarburile aromatice, ca de exemplu: ditolilmetanul sau un amestec de hidrocarburi și eteri aromatici, ca de exemplu: difenil-difenil-eterul.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- înlocuirea iodurii sau bromurii de etil, reactivi cu grad mare de periculozitate în manipulare și cu preț de cost ridicat, cu clorura de etil mai ieftină și mai puțin toxică;

- se evită contactul cu aerul al dietilzincului, substanță inflamabilă, micșorând gradul de periculozitate a procedurii.

Revendicări

1. Procedeu de preparare a dietilzincului, caracterizat prin aceea că se tratează cuplul zinc-cupru cu clorură de

etil, conținând un mic adaos de iodură de etil sau iod metalic și, eventual, acetat de etil, la temperaturi cuprinse între 70 și 120°C, lucrându-se cu sau fără solvent, iar în final, dietilzincul distilându-se direct din vasul de reacție, la presiunea sub 25 mm col Hg.

2. Procedeu conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că, în cazul în

care se lucrează cu solvenți, drept solvenți, se utilizează: tetrahidrofuranul, hidrocarburi saturate, ca de exemplu, fracțiunile de benzină sau izopentanul, hidrocarburi aromatice, ca de exemplu, ditolilmetanul sau un amestec de hidrocarburi și eteri aromatici, ca de exemplu, difenil-difenileterul.

Referințe bibliografice:

JP 26161 ('63), cf. *Chemical Abstracts*, vol. 60, 6867 g, 1964;
 Abstractarea 'O preparare perfecționată a compușilor dialchil-zinc', N. K. Hota și C. J. Willis, în *J. Organometal, Chem.*, vol. 9 (8), 169-70, 1967, cf. *Chemical Abstracts*, vol. 68, 39, 764 f, 1968

Președintele comisiei de examinare: **farm. Corâci Aurica**
 Examinator: **ing. Rusu Dorin**

