

ROMANIA OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	BREVET DE INVENȚIE ⁽¹⁹⁾ RO ⁽¹¹⁾ 104161 (12) DESCRIEREA INVENȚIEI	
(21) Cerere de brevet nr: 137324 (22) Data înregistrării: 30.12.88 (61) Complementară la invenția brevet nr: (45) Data publicării: 15.12.93	(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: Întreprinderea Chimică CARBOSIN, Copșa Mică, județul Sibiu (72) Inventator: dr.ing. Drăguțan Valerian, dr.ing. Drăguțan Ileana, București, ing. Gajdos Emeric, ing. Rusu Alexandru, ing. Isailă Filon-Ovidiu, ing. Stoia Romeo-Lucian, Mediaș, județul Sibiu		

(54) Procedeu pentru sinteza azobis (2,4-dimetilvaleronitrilului)

(57) Rezumat

Invenția de față se referă la un procedeu de sinteză a azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) cu apă oxigenată, în prezență de bromuri de metale alcaline, acid sulfuric, lucrând în anumite condiții de

temperatură, omogenizare, durată de reacție. Se obțin randamente ridicate în azobis-(2,4-dimetilvaleronitril), raportate la hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril).

Invenția de față descrie un procedeu de sinteză a azobis-(2,4- dimetilvaleronitrilului), prin oxidarea hidrazobis-(2,4- dimetilvaleronitrilului).

Se cunosc mai multe procedee de sinteză a azobis-(2,4- dimetilvaleronitrilului), compus chimic având formula generală $C_{14}H_{24}N_4$, folosit ca agent de inițiere în reacțiile de polimerizare a monomerilor vinilici și în reacțiile de oxidare, halogenare, clorosulfonare, adiție sau în alte reacții homolitice. Dintre aceste procedee, unele efectuează reacția de oxidare a hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) folosind clor, săruri ale acizilor halogenici sau halogenoși, un amestec de clor sau brom și apă oxigenată, oxigen, în prezență de halogenuri de cupru și compuși de azot, lucrând în anumiți solvenți, cum sunt, clorura de metilen, acetonitrilul, tetrahidrofuran, dimetilformamidă, metanol sau trimetilamină. Aceste procedee prezintă dezavantajul că implică un grad ridicat de coroziune (de exemplu, procedeele cu clor sau brom), necesită solvenți care au un grad ridicat pe periculozitate (de exemplu, metanolul, tetrahidrofuranul) sau de toxicitate (de exemplu, acetonitrilul, metanolul), precum și randamente reduse în produs (de exemplu, procedeul de oxidare cu oxigen și săruri de cupru).

Scopul invenției este de a sintetiza azobis-(2,4-dimetilvaleronitril), în condiții de coroziune redusă, periculozitate scăzută și randamente mari în produs.

Problema pe care o rezolvă invenția este asocierea de noi materii prime, în condiții diferite de reacție, care permit atingerea scopului propus.

Procedeul de sinteză 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 bromură de sodiu sau de potasiu, luate ca atare sau în amestec, în prezență de acid sulfuric, timp de contact

între 2 și 8 h, raportul molar hidrazobis-(2,4- dimetilvaleronitril):bromură alcalină:acid sulfuric:apă oxigenată fiind 1:0,008-0,1:0,01-0,2:1-1,4.

Se dau în continuare trei exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-o instalație de laborator, constituită dintr-un vas de reacție de 100 ml, prevăzut cu sistem de agitare mecanică, refrigerent ascendent, dispozitiv de alimentare hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), bromuri de metale alcaline, acid sulfuric concentrat, apă oxigenată 30%, baie de termostatere, se introduc 10 g hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril), 10 ml apă dedurizată, 0,2 g bromură de sodiu și după pornirea sistemului de agitare se alimentează lent 0,5 ml acid sulfuric concentrat, cu răcire, astfel încât temperatura să se mențină sub 15°C . Se adaugă treptat, cu agitare și răcire, 6,5 ml apă oxigenată 30%, temperatura menținându-se între 15 și 16°C . După terminarea alimentării cu reactanți, se continuă agitarea timp de 4,5 h, temperatura păstrându-se în intervalul anterior. Produsul de reacție se separă, se spală de două ori cu cca. 100 ml apă dedurizată și se usucă. Se obțin 9,4 g azobis-(2,4- dimetilvaleronitril), randament 94%, raportat la hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril).

Exemplul 2. Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că se folosesc 0,4 g bromură de potasiu, în loc de bromură de sodiu. Se obțin 9,5 g azobis-(2,4-dimetilvaleronitril), randament 95%, raportat la hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril).

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 în amestec. Se obțin 9,2 g azobis-(2,4-dimetilvaleronitril), randament 98%, raportat la hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril).

Invenția de față prezintă următoarele avantaje:

- extinde gama agenților de oxidare

folosind apă oxigenată 30% și bromuri de metale alcaline;

- permite sinteza azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) cu randamente ridicate, pornind de la materii prime ușor accesibile;

- oferă un procedeu simplu, care implică un consum redus de energie.

Revendicare

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

5 hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilului) cu apă oxigenată, la temperaturi cuprinse între 10 și 25°C, urmată de separarea, spălarea și uscarea produsului, caracterizat prin aceea că hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitrilul) se supune oxidării în prezență de bromură de sodiu sau de potasiu, luate separat sau în amestec, și de acid sulfuric, timp de 4...10 h, raportul molar hidrazobis-(2,4-dimetilvaleronitril):bromură alcalină:acid sulfuric: apă oxigenată fiind 1:0,008-0,1:0,01-0,2:1-1,4.

(56)Referințe bibliografice

Brevete Japonia nr. 7765220; 78132523; 75131926; 7927525

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