

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București

ROMANIA



(11) Nr. brevet: **107937 B1**
(51) Int.Cl.⁵ C 07 C 255/67

(12)

BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **149091**

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

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
31.01.94 BOPI nr. 1/94

(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 90607; 91056; JP 75, 131926; 77, 65220;
78, 132523**

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

(73) Titular: (72)

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

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

(57) **Rezumat:** Invenția descrie un procedeu de sinteză a azobis-2,4-dimetilvaleronitrilului, prin reacția de oxidare a hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitrilului cu apă oxigenată, în prezență de bromuri de metale alcaline, etilendiamino tetraacetat de sodiu și acid sulfuric, lucrând în

mediu apos, la temperaturi cuprinse între 5 și 25°C, la presiunea atmosferică, timp de la 5 la 10 h, folosind anumite rapoarte molare între reactanți. Rezultă randamente ridicate în produs raportate la hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitril.

Revendicări: 1

RO 107937 B1



Invenția de față se referă la un procedeu pentru sinteza azobis-2,4-dimetilvaleronitrilului, compus chimic cu formula generală $C_{14}H_{24}N_4$, folosit ca inițiator în reacții de polimerizare și copolimerizare a monomerilor vinilici, cât și în reacții homolitice de oxidare, halogenare, clorosulfonare și adiție.

Se cunosc diverse procedee de sinteză a azobis-2,4-dimetilvaleronitrilului, utilizând clor, săruri ale acizilor halogenați, cu amestec de clor sau brom și apă oxigenată sau oxigen, în prezență de săruri de cupru și compuși de azot (JP 77, 65220; 78, 132523; 75, 131926).

Este cunoscută prepararea azobis-2,4-dimetilvaleronitrilului prin oxidarea compusului hidrazo corespunzător, cu apă oxigenată 30%, în prezență de bromuri de metale alcaline și acid sulfuric (RO 91056; 90607).

Procedeele menționate prezintă dezavantajul că au un grad ridicat de coroziune și pericolozitate, implică o serie de compuși scumpi și greu accesibili și limitează agenții de inițiere în reacția de oxidare a hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitrilului.

Procedeul de sinteză a azobis-2,4-dimetilvaleronitrilului, prin oxidarea hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitrilului, conform invenției, înlătură dezavantajele procedeelelor cunoscute, prin aceea că reacția de oxidare se efectuează cu apă oxigenată 30%, în prezență de bromuri de metale alcaline, cum sunt bromura de potasiu și bromura de sodiu, luate ca atare sau împreună, sarea de sodiu a acidului etilendiaminotetraacetic și acid sulfuric, la raporturi molare între reactanți hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitril: bromură alcalină: etilendiaminotetraacetat de sodiu: acid sulfuric: apă oxigenată: 1...1,2:0,008...0,15:0,001...0,01:0,01...0,2:1...1,5, cu agitare energetică și răcire la temperaturi cuprinse între 5 și 25°C, la presiunea atmosferică sau ușoară suprapresiune, timp de reacție cuprins

între 5 și 10 h.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- extinde gama materiilor prime folosite la sinteza azobis-2,4-dimetilvaleronitrilului;

- efectuează reacția de oxidare a hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitrilului în condiții grele sporite de siguranță în exploatare;

- permite obținerea de randamente mari în produs în reacția de oxidare a hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitrilului.

Se dau în continuare trei exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un vas de reacție de 250 ml, prevăzut cu sistem de agitare mecanică, sistem de alimentare reactanți, baie de termostatare, refrigerent ascendent, termometru interior, se introduc 12 g hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitril, 15 ml apă distilată, 0,05 g etilendiaminotetraacetat de sodiu și 0,25 g bromură de potasiu. Se pornește agitarea masei de reacție și se adaugă, prin picurare, 0,6 ml acid sulfuric concentrat, menținând temperatura în interior până la valori de 15...16°C. Se alimentează în continuare, prin picurare, cu agitare și răcire, o cantitate de 8,5 ml apă oxigenată 30%, temperatura, în interior păstrându-se în intervalul de 15...20°C timp de 6 h. După efectuarea reacției, produsul se separă, se spală de două ori cu puțină apă distilată și se usucă. Se obțin 11,5 g azobis-2,4-dimetilvaleronitril, randament 95,5%.

Exemplul 2. Se lucrează ca în exemplul 1, cu deosebirea că se folosesc 0,2 g bromură de sodiu, 0,1 g etilendiaminotetraacetat de sodiu, 10 ml apă oxigenată 30%, la un timp de reacție de 5 h. Se obțin 11,2 g azobis-2,4-dimetilvaleronitril, randament 94%.

Exemplul 3. Se lucrează ca în exemplele 1 și 2, cu deosebirea că se folosesc 0,08 g etilendiaminotetraacetat de sodiu, 0,1 g bromură de sodiu, 0,1 g bromură de potasiu și 8 ml apă oxigenată 30%. După un timp de reacție de 5 h, separare produs și uscare, se obțin 11,25 g azo-

bis-2,4-dimetilvaleronitril, randament 94,5%.

Revendicare

Procedeu de sinteză a azobis-2,4-dimetilvaleronitrilului, prin oxidarea hidrazobis-2,4-dimetilvaleronitrilului cu apă oxigenată, caracterizat prin aceea că reacția de oxidare se efectuează cu apă oxigenată 30%, în prezență de bromuri de metale alcaline, cum sunt bromura de potasiu și bromura de sodiu, luate ca

5 atare sau împreună, sarea de sodiu a acidului etilendiaminotetraacetic și acid sulfuric, la raporturi molare între reactanți hidrazobis- 2,4-dimetilvaleronitril: bromură alcalină: etilendiaminotetraacetat de sodiu: acid sulfuric: apă oxigenată de 1...1,2:0,005...0,15:0,001...0,01:0,01... 0,2:1...1,5, cu agitare energetică și răcire la temperaturi cuprinse între 5 și 25°C, 10 la presiunea atmosferică sau ușoară suprapresiune, timp de reacție cuprins între 5 și 10 h.

Președintele comisiei de invenții: ing. Orășanu Cornelia
Examinator: ing. Marin Elena