



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2012 00533

(22) Data de depozit: 16.07.2012

(41) Data publicării cererii:
28.03.2014 BOPI nr. 3/2014

(71) Solicitant:
• ACADEMIA ROMÂNĂ - INSTITUTUL DE
CHIMIE MACROMOLECULARĂ
"PETRU PONI" DIN IAȘI,
ALEEA GRIGORE GHICA VODĂ NR.41 A,
IAȘI, IS, RO

(72) Inventatori:
• ARDELEANU RODINEL,
BD. TUDOR VLADIMIRESCU 16, BL. P14,
SC.D. AP.9, IAȘI, IS, RO;
• COSERI SERGIU, STR. RĂZBOIENI NR. 2,
BL. 452, SC. C, ET. III, AP. 4, IAȘI, IS, RO;
• PRICOP LUCIA, STR.PĂCURARI, NR.126,
BL. 584, ET.1, AP. 1, IAȘI, IS, RO

(54) PROCEDEU DE OBȚINERE A
1-BENZIL-2-HIDROXIMETILIMIDAZOL

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu pentru obținerea 1-benzil-2-hidroximetilimidazol, utilizat în sinteza unor polimeri siloxanici antimicrobieni. Procedeu conform invenției constă din hidroximetilarea în masă a unui amestec omogen, format din 60...84% 1-benzilimidazol și 16...40% paraformaldehidă, într-un reactor din oțel, prevăzut cu manometru, termometru și ventile de aerisire, reacția efectuându-se la 60...80°C și 0,1...1,5

at, timp de 15...30 min, 100...150°C și 1,5...15,0 at, timp de 60...180 min, și 20...60°C și 1,0...5,0 at, timp de 15...30 min, după care amestecul de reacție este distilat și reziduul se recristalizează în raport 1/1, dintr-un amestec 1/1 de tetrahidrofuran/eter etilic rezultând un produs alb, cu punct de topire de 161...163°C.

Revendicări: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).





PROCEDEU DE OBTINERE A 1-BENZIL-2-HIDROXIMETILIMIDAZOL

Invenția se referă la un procedeu de obținere a produsului 1-benzil-2-hidroximetilimidazol prin hidroximetilarea a 1-benzilimidazolului cu paraformaldehida, utilizat în obținerea unui derivat imidazolic cu nesaturare terminală, necesar la sinteza de polimeri siloxanici antimicrobieni și lichide ionice pentru celule fotovoltaice.

Metoda de obținere constă în încălzirea într-un reactor de oțel prevăzut cu manometru de presiune, termometru de control al temperaturii și ventile de aerisire și de gaz inert, conform unui regim strict de presiune și temperatură, a unui amestec omogen format din 1-benzilimidazol și paraformaldehida, așa cum este prezentat în descriere.

Sunt cunoscute procedee de obținere a 1-benzil-2-hidroximetilimidazolului, în reactor de oțel, la presiune și temperatură ridicate, în care se utilizează solvenți scumpi și greu de înlăturat din mediul de reacție de tip dioxan, dimetilsulfoxid, etc.

Dezavantajul acestor procedee constă în aceea că, deși se utilizează solvenți ca mediu de reacție, produsul final se obține cu randamente mici prin recristalizare din alți solvenți[1,2].

Sunt cunoscute, de asemenea, procedee de obținere a 1-benzil-2-hidroximetilimidazolului în reactor de presiune, prin utilizarea soluției apoase de formaldehidă, ca agent de hidroximetilare[3,4].

Dezavantajul acestor procedee constă în aceea că, deși sunt importante din punct de vedere tehnic, utilizează un număr mare de faze tehnologice și de solvenți, care le fac costisitoare și greu de aplicat.

Problema tehnică, pe care o rezolvă invenția, este stabilirea condițiilor de lucru și a raportului dintre reactanți, astfel încât să se obțină un randament de reacție cât mai mare și o puritate avansată a produsului.

Procedeul de obținere a produsului 1-benzil-2-hidroximetilimidazol, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate mai sus, prin aceea că se supune reacției de hidroximetilare în masă, un amestec omogen format din 60.....84% 1-benzilimidazol cu puritate de 98%, temperatura de topire = 68-73° C și 16.....40% paraformaldehidă cu puritate 97%, temperatura de topire = 120-170° C, reacția efectuându-se în trei trepte succesive cu următorii parametri: 60.....80° C și 0,1...1,5 atm timp de 15....30 min, urmat de 100...150° C și

1,5.....15,0 atm timp de 60....180 min, urmat de 20....60°C si 1,0.....5,0 atm timp de 15....30 min. Masa de reactie se recupereaza din reactorul de otel cu un solvent clorurat si se recrystalizeaza din amestec de tetrahidrofuran/eter etilic in raport de 1/2.

Aplicarea procedurii conform inventiei, prezinta avantajul ca se obtine produsul 1-benzil-2-hidroximetilimidazol, cu randament ridicat si puritate avansata, printr-un procedeu ieftin si nepoluant, fiind eliminate astfel etape intermediare greoaie si solventi dificil de inlaturat.

In continuare se prezinta un exemplu de realizare a inventiei.

Exemplu: Intr-un reactor din otel V2A, cu capacitate de 200 ml, prevazut cu linie de azot purificat, incalzire reglabila, manometru de presiune, termometru de temperatura, se introduce si se preseaza un amestec bine omogenizat format din 60.....84% 1-benzilimidazol cu puritate de 98%, temperatura de topire = 68-73° C si 16.....40% paraformaldehida cu puritate 97%, temperatura de topire = 120-170° C. Se inchide capacul de presiune si se opereaza un regim succesiv de temperatura si presiune si anume: 60....80°C si 0,1...1,5 atm timp de 15....30 min, urmat de 100...150°C si 1,5.....15,0 atm timp de 60....180 min, urmat de 20....60°C si 1,0.....5,0 atm timp de 15....30 min. Dupa aerisirea reactorului si desfacerea capacului, se introduce in reactor 15...30 ml clorura de metilen si se agita bine solutia pentru recuperarea intregii mase de reactie. Se distila la sec solventul de reactie si se recrystalizeaza dintru-un amestec de tetrahidrofuran/eter etilic = 1/1, la un raport masa de reactie/amestec solventi = 1/1. Se obtine un produs alb, cristalizat cu p.t. = (161 – 163°C), (154.9)

REVENDICARE : Procedeu de obtinere a 1-benzil-2-hidroximetilimidazol, caracterizat prin aceea ca se supune reactiei de hidroximetilare un amestec bine omogenizat format din 60.....84% 1-benzilimidazol cu puritate de 98%, temperatura de topire = 68-73° C si 16.....40% paraformaldehida cu puritate 97%, temperatura de topire = 120-170° C. Se inchide capacul de presiune si se opereaza un regim succesiv de temperatura si presiune si anume: 60....80°C si 0,1...1,5 atm timp de 15....30 min, urmat de 100...150°C si 1,5.....15,0 atm timp de 60....180 min, urmat de 20....60°C si 1,0.....5,0 atm timp de 15....30 min. Dupa aerisirea reactorului si desfacerea capacului, se introduce in reactor 15...30 ml clorura de metilen si se agita bine solutia pentru recuperarea intregii mase de reactie. Se distila la sec solventul de reactie si se recrystalizeaza dintr-un amestec de tetrahidrofuran/eter etilic = 1/1, la un raport masa de reactie/amestec solventi = 1/1. Se obtine un produs alb, cristalizat cu p.t. = (161 – 163°C), (154.9)