



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2014 00711

(22) Data de depozit: 22/09/2014

(41) Data publicării cererii:
30/03/2016 BOPI nr. 3/2016

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA DE MEDICINĂ ȘI
FARMACIE "GRIGORE T. POPA" DIN IAȘI,
STR.UNIVERSITĂȚII NR.16, IAȘI, IS, RO;
• UNIVERSITATEA TEHNICĂ "GHEORGHE
ASACHI" DIN IAȘI,
BD.PROF.D. MANGERON NR.67, IAȘI, IS,
RO

(72) Inventatori:
• GALACTION ANCA-IRINA,
STR.NICOLAE GANE NR.30, IAȘI, IS, RO;
• CAȘCAVAL DAN, ȘOS.BĂRNOVA
NR.29C, IAȘI, IS, RO;
• POȘTARU MĂDĂLINA, STR. SUCEDAVA,
BL. 21, ET. 2, AP. 65, ROMAN, NT, RO;
• BLAGA ALEXANDRA CRISTINA,
STR. CERNA NR. 5, BL. A 22, ET. 1, AP. 5,
IAȘI, IS, RO

(54) PROCEDEU DE SEPARARE A ACETOFENONEI

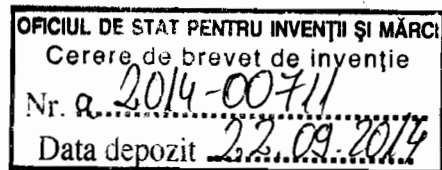
(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de separare a acetofenonei din soluția apoasă obținută prin sinteză chimică sau fermentație. Procedeu conform invenției constă în aceea că soluția apoasă care conține acetofenona se supune extracției reactive cu *n*-heptan, care conține lauril-trialchilmetilamină în concentrație de 20 g/l, sub o agitare intensă a fazelor, la o temperatură de 25°C, timp

de 1 min, urmată de reextracția acetonei din extract cu o soluție apoasă de hidroxid de sodiu, sub o agitare intensă a fazelor, la o temperatură de 25°C, timp de 1 min.

Revendicări: 1





PROCEDEU DE SEPARARE A ACETOFENONEI

DESCRIEREA INVENȚIEI

Invenția prezintă un procedeu original de separare a acetofenonei din medii apoase.

Acetofenona este utilizată pentru obținerea, prin sinteză chimică sau enzimatică, a diferiților intermediari utilizați în obținerea produselor farmaceutice, cosmetice (parfumuri), precum și a adezivilor, polimerilor, cernelurilor și a unor pesticide [1,2].

Acetofenona se poate extrage din materii prime vegetale (mere, caise, banane, conopidă), însă la nivel industrial se obține prin oxidarea chimică a unor compuși aromatici (cumen, etilbenzen), prin reacția dintre benzen și aldehida acetică, sau ca produs secundar în sinteza fenolului și a acetonei [2-5]. O alternativă atractivă la sinteza chimică o reprezintă metodele fermentative de obținere a acetofenonei, care utilizează culturi mutante de *Nocardia*, *Pseudomonas*, *Arthrobacter*, *Comamonas*, dezvoltate pe substrat de fracții petroliere sau medii îmbogățite cu acizi carboxilici [6-11].

Procedeele de separare a acetofenonei din soluții apoase rezultate în urma sintezelor chimice sau a proceselor fermentative cunoscute în prezent se bazează pe distilare la vid, extracție fizică la pH neutru, difuzie prin membrane semipermeabile într-un solvent organic, electroforeză capilară și includere prin afinitate selectivă în ciclodextrine [12-16].

Procedeele cunoscute și aplicate în prezent prezintă următoarele dezavantaje:

- randamente de separare și selectivitate reduse;
- necesită un consum ridicat de energie, și costuri aferente ridicate, pentru distilare, obținerea și menținerea vidului, crearea fluxului prin membranele semipermeabile;
- pentru extracția fizică necesită cantități de solvent de circa patru ori mai ridicate decât cantitatea de faza apoasă prelucrată;

- extracția fizică, difuzia prin membrane semipermeabile într-un solvent organic și electroforeza nu permit recuperarea eficientă a acetofenonei din faza organică.

Scopul invenției îl reprezintă utilizarea unui procedeu original de separare a acetofenonei prin extracție reactivă cu un extractant aminic.

Problema tehnica pe care o rezolvă invenția constă în separarea acetofenonei din mediile apoase obținute în urma sintezelor chimice sau a proceselor fermentative prin solubilizarea sa într-un solvent organic în prezența lauril-trialchilmetilaminei.

Invenția are aplicabilitate în industriile de sinteză chimică, farmaceutică și cosmetică.

Procedeu conform invenției prezintă **urmatoarele avantaje:**

- prin utilizarea extracției reactive se reduc numărul etapelor necesare, consumurile de materiale și energie, respectiv costurile tehnologice;

- prin acest procedeu se obțin randamente finale și selectivitate ridicate ale separării acetofenonei din diferite medii apoase;

- aplicarea acestui procedeu permite obținerea unei soluții apoase finale a acetofenonei de puritate ridicată;

- prin acest procedeu se evită pierderile de acetofenonă;

- procedeu se poate aplica folosind orice echipament de extracție utilizat la scară industrială sau mai redusă;

- solventul (soluția de lauril-trialchilmetilaminei în n-heptan, cu sau fără adaos de 1-octanol) utilizat la extracția reactivă poate fi regenerat și utilizat practic într-un număr nelimitat de cicluri de separare;

- procedeu este ecologic, datorită lipsei toxicității solventului și a regenerării continue a acestuia.

Procedeu, conform invenției, constă în două etape: în prima etapă se separă acetofenona din soluția apoasă rezultată de la sinteza chimică sau din procesul fermentativ prin extracția sa reactivă selectivă cu o soluție de 20 g/l lauril-trialchilmetilaminei în n-heptan, iar în etapa a doua se realizează reextracția acetofenonei din extractul obținut în prima etapă cu o soluție apoasă de hidroxid de sodiu. Extracția și reextracția se desfășoară la 25°C, fiecare operație având o durată de 1 minut.

Se dau mai jos câteva exemple de realizare a invenției :

Exemplul I

Se prepară 50 ml soluție apoasă care conține 3 g/l acetofenonă. Se corectează pH-ul soluției apoase la valoarea 4 cu o soluție de 3% acid sulfuric. Soluția astfel obținută se supune extracției cu 50 ml n-heptan care conține 20 g/l lauril-trialchilmetilamină. Extracția se realizează într-o coloană de sticlă de 200 ml prevăzută cu un sistem de agitare vibratorie care realizează o amestecare intensă a fazelor (agitare vibratorie cu frecvența vibrațiilor de 50 Hz și amplitudinea de 5 mm), la temperatura de 25°C. Durata extracției este de 1 minut. Emulsia rezultată se separă 10 minute într-un separator centrifugal la 8000 rot/min. Randamentul extracției acetofenonei este de 94%.

Extractul se supune reextracției, în aceeași coloană de extracție și în aceleași condiții de operare, cu 50 ml soluție apoasă de hidroxid de sodiu cu concentrația de 3-5%. Emulsia rezultată se separă 10 minute într-un separator centrifugal la 8000 rot/min. Randamentul reextracției acetofenonei din solventul organic este de 99%.

Comparativ cu soluția apoasă inițială, randamentul total al separării acetofenonei este de 93%.

Regenerarea soluției de lauril-trialchilmetilamină în n-heptan se realizează simultan cu reextracția acetofenonei.

Exemplul II

Se prepară 50 ml soluție apoasă care conține 3 g/l acetofenonă. Se corectează pH-ul soluției apoase la valoarea 4 cu o soluție de 3% acid sulfuric. Soluția astfel obținută se supune extracției cu 50 ml amestec care conține 20 g/l lauril-trialchilmetilamină, 5 ml 1-octanol, iar restul n-heptan. Extracția se realizează într-o coloană de sticlă de 200 ml prevăzută cu un sistem de agitare vibratorie care realizează o amestecare intensă a fazelor (agitare vibratorie cu frecvența vibrațiilor de 50 Hz și amplitudinea de 5 mm), la temperatura de 25°C. Durata extracției este de 1 minut. Emulsia rezultată se separă 10 minute într-un separator centrifugal la 8000 rot/min. Randamentul extracției acetofenonei este de 99,5%.

Extractul se supune reextracției, în aceeași coloană de extracție și în aceleași condiții de operare, cu 50 ml soluție apoasă de hidroxid de sodiu cu concentrația de 3-5%. Emulsia rezultată se separă 10 minute într-un separator centrifugal la 8000 rot/min. Randamentul reextracției acetofenonei din solventul organic este de 99%.

Comparativ cu soluția apoasă inițială, randamentul total al separării acetofenonei este de 98,5%.

Regenerarea soluției de lauril-trialchilmetilamină în n-heptan și 1-octanol se realizează simultan cu reextracția acetofenonei.

PROCEDEU DE SEPARARE A ACETOFENONEI

REVENDICARI

Procedeul separare a acetofenonei din soluția apoasă obținută prin sinteză chimică sau prin fermentație **caracterizat prin aceea că** soluția apoasă care conține acetofenona se supune extracției reactive cu n-heptan care conține lauril-trialchilmetilamină în concentrație de 20 g/l, sub o agitare intensă a fazelor, la o temperatură de 25°C, timp de 1 min, urmată de reextracția acetofenonei din extract cu o soluție apoasă de hidroxid de sodiu, sub o agitare intensă a fazelor, la o temperatură de 25°C, timp de 1 min.