

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

67 467

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 05.XII.1969 (P 137 340)

Pierwszeństwo. _____

Opublikowano: 28.II.1973

KL. 12o, 17/03

MKP C07c 127/14

UKD

Twórca wynalazku: Andrzej Łukowski

Właściciel patentu: Chemiczna Spółdzielnia Pracy „Synteza”, Poznań
(Polska)

Sposób wytwarzania etylomocznika farmakopealnego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania etylomocznika farmakopealnego przeznaczonego dla przemysłu farmaceutycznego. Znany jest sposób otrzymywania etylomocznika przez reakcję cyjanianu potasu z chlorowodorkiem etyloaminy. Podczas tej reakcji wydziela się chlorek potasu, a obok etylomocznika tworzy się dwuetylomocznik. Te substancje trudno jest oddzielić od etylomocznika. Wadą tej metody jest również jej niska wydajność wynosząca około 30%. Etylomocznik można również otrzymać w reakcji siarczanu lub chlorowodoru etyloaminy z mocznikiem. W reakcjach tych obok etylomocznika powstaje siarczan lub chlorek amonu, które to związki również trudno jest oddzielić od etylomocznika. Wydajność tych reakcji jest bardzo niska. Metody te bardziej przydatne są do otrzymywania metylomocznika, gdyż przebiegają z dużą wydajnością.

Znany jest również sposób otrzymywania etylomocznika przez przepuszczanie gazowej etyloaminy przez stopiony mocznik w temperaturze 150°C do przyrostu wagi mieszaniny reakcyjnej o 46%. Dalsze przepuszczanie gazowej etyloaminy jest zbędne gdyż nie obserwuje się już przyrostu wagi mieszaniny reakcyjnej. Świadczy to o całkowitym przereagowaniu mocznika. Nadmiar użytej etyloaminy oddestylowuje samorzutnie ze środowiska reakcji i wraz z amoniakiem jest kierowana do urządzeń chłodniczych.

Etyloamina ulega skropleniu i oddziela się w ten

2

sposób od gazowego amoniaku. Oddzieloną etyloaminę zawraca się ponownie do reakcji. Wydajność reakcji w przeliczeniu na mocznik jak i etyloaminę kształtuje się w granicach do 50%.

5 Obok głównej reakcji etyloaminy z mocznikiem prowadzącej do otrzymywania etylomocznika (produktu głównego) (schemat 2) zachodzą reakcje uboczne w wyniku których powstaje: biuret (schemat 3), kwas cyjanurowy (schemat 4) dwuetylomocznik (schemat 5).

10 Produkt główny to jest etylomocznik wykrystalizowuje a wyżej wymienione produkty uboczne pozostają w roztworze w postaci oleistych substancji. Oddzielenie etylomocznika od produktów ubocznych polega na odwirowaniu go od produk-
15 tów ubocznych najpierw w temperaturze do 35°C a następnie, gdy większość produktów ubocznych jest oddzielona, na gorąco w temperaturze 80°C. Produkty uboczne reakcji ze względu na to, że nie zawierają mocznika ani etyloaminy były całkowicie nieprzydatne do dalszego przerobu.

20 Produkty uboczne ze względu na swą konsystencję nazywane są dalej „olejami”. Stwierdzono, że w wyżej omawianej reakcji obok etylomocznika powstaje zawsze ta sama ilość „olei” (produktów ubocznych), czyli że w określonym reżimie tempera-
25 tury, czasu reakcji i przyrostu wagi mieszaniny reakcyjnej stosunek wagowy powstającego etylomocznika do „olei” jest zawsze ten sam, oraz, że jeżeli do mieszaniny mocznika i etyloaminy
30

wprowadzi się przed reakcją określoną ilość „olei” to nowe ilości produktów ubocznych nie tworzą się. Tak więc sposobem według wynalazku reakcję mocznika z etyloaminą prowadzi się w obecności „olei” wprowadzonych przed rozpoczęciem reakcji.

Mocznik z dodatkiem „olei” w ilości 1,07 kg „olei” na 1 kg mocznika (stosunek wagowy dodawanych „olei” do mocznika określono doświadczalnie), ogrzewa się do temp. 148°C—150°C korzystnie do 148°C i przez tę mieszaninę przepuszcza się gazową etyloaminę do przyrostu wagi mieszaniny reakcyjnej o 21%. Przy dalszym przepuszczaniu etyloaminy waga mieszaniny reakcyjnej nie wzrasta, co świadczy o całkowitym przereagowaniu mocznika.

Cała ilość wprowadzonego mocznika i etyloaminy przereagowała do etylomocznika przy czym nie powstały nowe ilości produktu ubocznego. Mieszanina poreakcyjna zawiera tylko te produkty uboczne które wprowadzono przed reakcją. Z mieszaniny poreakcyjnej wykrystalizowuje się etylomocznik i odwirowuje go dwukrotnie najpierw w temperaturze 35°C i 80°C. Otrzymuje się etylomocznik farmakopealny oraz odciek stanowiący „oleje”, które wprowadzone przed reakcją. Odciek ten w całości wprowadza się do nowej porcji mocznika i przeprowadza syntezę etylomocznika jak opisano powyżej. Wydajność reakcji w sposobie według wynalazku podwyższa się do 100%.

Przykład I. Do 2,4 kg stopionego mocznika w temperaturze 150°C wprowadza się gazową etyloaminę do przyrostu wagi mieszaniny reakcyjnej o 46%. Szybkość przepuszczania etyloaminy należy regulować tak aby czas reakcji wynosił 45 minut. Z mieszaniny poreakcyjnej wykrystalizowuje się etylomocznik. Otrzymuje się 1,9 kg etylomocznika i 1,5 kg „olei”. Otrzymuje się etylomocznik o czystości farmakopealnej. Wydajność

reakcji wynosi 54% w przeliczeniu na mocznik i etyloaminę. Syntezę etylomocznika sposobem podanym w przykładzie prowadzi się w celu otrzymania produktów ubocznych (olei) potrzebnych do produkcji etylomocznika sposobem wg wynalazku.

Przykład II. Do 1,4 mocznika dodaje się 1,5 kg „olei” (produkty uboczne z reakcji opisanej w przykładzie I). Całość podgrzewa się do temperatury 148°C i w tej temperaturze przepuszcza się przez wyżej wymienioną mieszaninę gazową etyloaminę do przyrostu wagi mieszaniny reakcyjnej o 21%.

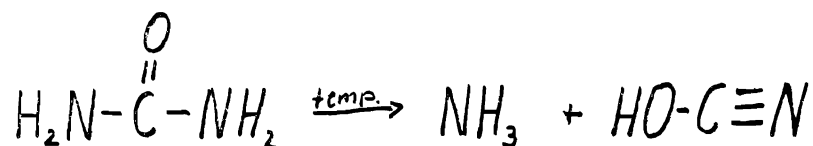
Szybkość przepuszczania etyloaminy reguluje się tak aby czas reakcji wynosił 40 minut. Wytworzony etylomocznik oddziela się na wirówce od „olei”. Otrzymuje się 1,95 kg etylomocznika i 1,5 kg „olei” (te które wprowadzono). Otrzymuje się etylomocznik o czystości farmakopealnej.

Wydajność reakcji w przeliczeniu na mocznik i etyloaminę wynosi 95%.

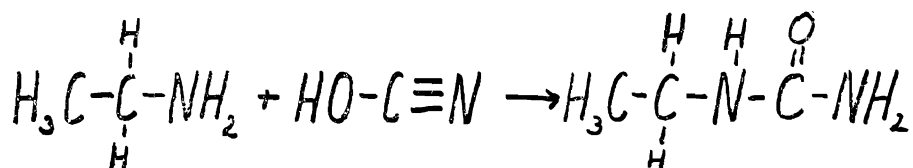
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania etylomocznika farmakopealnego na drodze przepuszczania w sposób ciągły gazowej etyloaminy przez mocznik w podwyższonej temperaturze do określonego przyrostu wagi mieszaniny reakcyjnej **znamienny tym**, że reakcję mocznika z etyloaminą prowadzi się w temperaturze 148°C — 150°C w obecności wprowadzonej do środowiska reakcji mieszaniny produktów ubocznych, otrzymanych w poprzednim cyklu produkcyjnym w reakcji etyloaminy z mocznikiem, przy czym do środowiska reakcji wprowadza się produkty uboczne w ilości 1,07 kg produktu ubocznego na 1 kg mocznika.

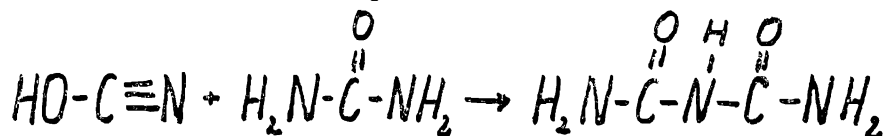
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do mieszaniny mocznika i produktów ubocznych wprowadza się w sposób ciągły gazową etyloaminę do przyrostu wagi mieszaniny reakcyjnej o 21%.



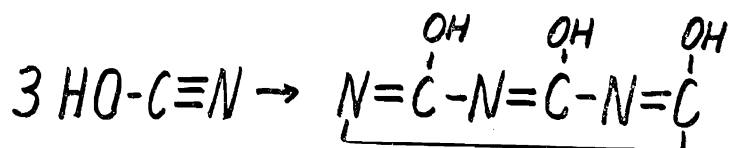
SCHEMAT 1



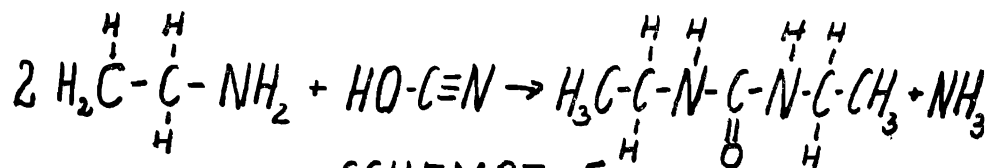
SCHEMAT 2



SCHEMAT 3



SCHEMAT 4



SCHEMAT 5