

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

235585
(11) (B1)

[51] Int. Cl.³
C 07 D 487/04

[22] Prihlášené 09 06 83
[21] (PV 7206-83)

[40] Zverejnené 17 09 84

[45] Vydané 15 02 87

[75]
Autor vynálezu

ZEMAN SVATOPLUK ing., MICHALOVCE, DIMUN MILAN ing.,
PRIEVIDZA, TRUCHLIK ŠTEFAN RNDr., KABÁTOVÁ VIERA ing.,
ŽILINA

[54] Spôsob výroby dinitrotetrahydroimidazo[4,5-d]-
imidazól-2,5-(1H,3H)diónu

1

2

Vynález pojednáva o výrobe dinitrotetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)-diónu, známeho pod kódovým označením DINGU, nitráciou tetrahydroimidazo[4,5-d]-imidazól-2,5-(1H,3H)diónu kyselinou dusičnou, pri čom je do reakčného systému v procese výroby pridaný postupne, alebo naraz dikyandiamid v množstve 0,01 až 15 % hmot. na hmotnosť navážku nitrovanej substancie. Postup podľa vynálezu zvyšuje ekonomiku a bezpečnosť výroby DINGU.

Vynález sa týka spôsobu výroby dinitrotetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu nitráciou tetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu kyselinou dusičnou za prítomnosti dikyandiamidu v reakčnom systéme.

Podľa najnovších poznatkov je výťažnosť a bezpečnosť procesu nitrácie a/alebo nitrácie amínov, resp. amidov, na cyklické nitrámy priaznivo ovplyvnená prítomnosťou močoviny, močovinoformaldehydových kondenzátov, amínoguanidínsulfátu a pod. v príslušnej reakčnej zmesi (viď na pr. čs. autorské osvedčenie č. 206 382, 213 509, 214 311 a ďalšie). Pravdepodobný mechanizmus pôsobenia niektorých z uvedených aditív bol diskutovaný v niektorých prácach, na pr. v čs. autorskom osvedčení č. 206 382; jedná sa v podstate o katalyzátory tretej generácie.

Podľa tohto vynálezu spočíva spôsob výroby dinitrotetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu v nitrácii tetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu dýmavou kyselinou dusičnou za prítomnosti 0,01 až 15 % hmot. dikyandiamidu, s výhodou za prítomnosti 0,3 až 11 % hmot. dikyandiamidu v reakčnej zmesi, pri čom dikyandiamid je do reakčného systému pridávaný postupne, alebo naraz.

Výhodou tohto vynálezu je zvýšenie výťažnosti procesu nitrácie technicky dostupným aditívom so sekundárnym účinkom v oblasti zvýšenia stability reakčnej zmesi.

Postup podľa tohto vynálezu je dokumentovaný nasledujúcim príkladom, ktorý však v žiadnom prípade nevylučuje možnú variabilitu postupu.

Príklad 1

Do predložených 200 objm. dielov kyseliny dusičnej 96,1 %-nej o obsahu 0,3 % hmot. analytickej kyseliny dusitej, ochladenej na

18 až 20 °C, je za miešania a chladenia vnášaných 20 hmot. dielov tetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu tak, aby teplota reakčnej zmesi bola v rozsahu hodnot 23 až 25 °C. Potom je reakčná zmes vyhriatá na teplotu 62 až 65 °C a na nej za miešania udržiavaná po dobu 35 minút. Nitrácia je ukončená nalitím reakčnej zmesi do 1000 objm. dielov 65 až 70 °C teplej vody; rezultujúca suspenzia je 20 minút miešaná, potom ochladená na teplotu 20 až 24 °C a filtrovaná. Filtračný koláč je 5× premytý a 20 objm. dielmi vody a sušený 2 hod. pri teplote 90 °C. Z tohto základného postupu rezultuje 24,5 hmot. dielov surového 1,4-dinitrotetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu, kódovo označovaného DINGU, čo je 75 %-ný výťažok oproti teórii.

Uvedený základný postup je opakovaný raz s aplikáciou tetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu s obsahom dikyandiamidu (0,299 % hmot. dikyandiamidu, to je 0,3 % hmot. na návažok substancie) a potom raz s tým, že pred započatím nitrácie je vo východiskovej kyseline dusičnej pri teplote 10 až 11 °C za dobrého miešania a chladenia rozpustených 2,2 hmot. dielov dikyandiamidu (to je 11 % hmot. na návažok nitranej substancie). V prvom prípade rezultuje 25,1 hmot. dielov DINGU (t. j. 76,8 % oproti teórii), v druhom 26,5 hmot. dielov DINGU (t. j. 81,1 % oproti teórii).

Pomocou neizotermickej diferenčnej termickej analýzy (DTA) pracujúcej s rýchlosťou lineárneho vzostupu teploty 5 K. min⁻¹, meriacím rozsahom 1mV na škálu stupnice a navážkami 80 až 90 mg vzorky boli nájdené počiatky exotermického rozkladu u DINGU z nitrácie bez aditíva pri 149,9 °C, DINGU z nitrácie s 0,3 % hmot. aditíva pri 151,8 °C a DINGU z nitrácie s 11 % hmot. aditíva pri 152,0 °C.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby dinitrotetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu nitráciou tetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu kyselinou dusičnou, vyznačujúci sa tým, že sa v procese výroby pridá do re-

akčného systému postupne alebo naraz dikyandiamid v množstve 0,01 až 15 % hmot., s výhodou v množstve 0,3 až 11 % hmot. na hmotnosť navážku východiskového tetrahydroimidazo[4,5-d]imidazól-2,5-(1H,3H)diónu.