



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

230244

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 109/087

(22) Prihlášené 28 03 83
(21) (PV 2118-83)

(40) Zverejnené 25 11 83

(45) Vydané 15 08 86

(75)
Autor vynálezu

BALÁK JIŘÍ ing. CSc., POLIEVKA MILAN ing. CSc., PRIEVIDZA, GREČNÁR
MILAN ing., LETZ ŠTEFAN ing., CHOVANEC FRANTIŠEK, ŽILINA

(54) Spôsob výroby 1,1'-hydrazobisformamidu

1

Predmetom vynálezu je spôsob výroby 1,1'-hydrazobisformamidu, založený na reakcii močoviny s hydrazínom.

Doteraz známe spôsoby výroby používajú ako východiskové suroviny hydrazín alebo hydrazínové zlúčeniny, ako sú hydrazínsulfát a hydrazínhydrát v čistej izolovanej forme. Izolované hydrazínové suroviny sú pomerne drahé. Na ich cenu vplýva aj skutočnosť, že delenie z reakčných produktov je nákladné a súvisí so stratami v dôsledku rozkladu hydrazínu.

Z dostupnej literatúry je tiež známe, že 1,1'-hydrazobisformamid sa vyrába kondenzáciou hydrazínsulfátu s močovinou.

Podľa tohto vynálezu sa spôsob výroby 1,1'-hydrazobisformamidu z močoviny a hydrazínu uskutočňuje tak, že reakčný produkt z prípravy hydrazínu, pozostávajúci z nezureagovanej močoviny, hydroxidu sodného, chlórnanu sodného, chloridu sodného a hydrazínu sa okyslí na pH 1,3 až 1,7, s výhodou na pH 1,5 a na tento sa pôsobí močovinou.

Príprava reakčného produktu obsahujúceho hydrazín alebo hydrazínové zlúčeniny sa upraví tak, aby výsledný produkt (reakčná zmes) čo najlepšie vyhovoval návaznej reakcii s močovinou. Napríklad, keď sa reakčný produkt, obsahujúci hydrazín, pripravuje

2

reakciou alkalického vodného roztoku močoviny s alkalickým vodným roztokom chlórnanu sodného, neutralizáciou s okyslením na pH 1,3 až 1,7, s výhodou 1,5, sa uskutoční koncentrovanou H_2SO_4 (HCl), alebo prídavkom plynného chlorovodíka.

Výhoda tohto postupu oproti doteraz známym je hlavne v jeho ľahkej technickej realizovateľnosti a aj v ekonomickej výhodnosti. Izolácia čistého hydrazínu je nákladná a vyžaduje vždy špeciálnu pogumovanú aparatúru.

Je ešte nebezpečie, že pri takej izolácii dôjde k rozkladu hydrazínu. Podľa tohto vynálezu odpadá táto izolácia a celá príprava prebieha v dvoch stupňoch bez izolácie medziproduktu a za vysokých výťažkov 1,1'-hydrazobisformamidu.

Ďalšia výhoda postupu podľa tohto vynálezu je nezávislosť od dodávok hydrazínu a jeho solí.

Príklad 1

Prípraví sa alkalický vodný roztok chlórnanu sodného tak, že 200 g (5 mólov) NaOH sa rozpustí v 600 ml vody, lúhový roztok sa ochladí na 0 °C a pridá sa k nemu 350 g tlčeného ľadu, ochladený lúhový roztok sa za stáleho vonkajšieho ochladenia v

Iadovom kúpeli chlórúje do pohltienia 164 g [2,12 mólov] chlóru. Pred použitím sa chlórovaný roztok uchováva pri 0 °C v tme. Stanoví sa obsah aktívneho chlóru.

Prípraví sa alkalický vodný roztok močoviny nasledovného zloženia: 139,2 g [2,32 mólov] močoviny, 432 g vody a 392 ml 50% NaOH. Roztok chlórnanu sodného a močoviny sa za dávkovania v stechiometrických pomeroch zmieša. Teplota reagujúcej zmesi sa udržiava v rozmedzí 30 až 50 °C. Po ukončení zmiešania se zmes rýchle vyhreje vodnou parou na 100 °C a potom ochladí na 20 °C. Takto pripravený hydrazínový roztok sa neutralizuje a okyslí na pH 1,5 koncentrovanou H₂SO₄. Do okysleného roztoku sa za miešania nasype 360 g [6 mólov] močoviny a reakčná zmes sa nechá refluxovať 6 hodín. Potom sa za tepla

odfiltruje zrazenina nerozpustného 1,1'-hydrazobisformamidu a premyje sa dvakrát 400 mililitry vody. Po vysušení sa získa 227 g produktu, čo je 69 % na použitú močovinu.

Vlhký 1,1'-hydrazobisformamid sa suspenduje do vodného roztoku minerálnej kyseliny a oxiduje peroxidom vodíka, poprípade iným oxidačným činidlom (napr. Na₂C₂O₇, K₂Cr₂O₇ anodickou oxidáciou) na 1,1'-azobisformamid.

Príklad 2

Postupuje sa ako v príklade 1, ale na prípravu hydrazínu sa použije 100 ml 15% roztoku NaOCl (150 g aktívneho Cl na 1 liter roztoku). Ďalší postup je rovnaký a získa sa 218 g 1,1'-hydrazobisformamidu.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby 1,1'-hydrazobisformamidu z močoviny a hydrazínu, vyznačujúci sa tým, že reakčný produkt z prípravy hydrazínu, pozostávajúci z nezreagovanej močoviny,

hydroxidu sodného, chlórnanu sodného, chloridu sodného a hydrazínu sa okyslí na pH 1,3 až 1,7, s výhodou na pH 1,5 a na tento sa pôsobí močovinou.