СИНТЕЗ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ПРОЦЕСС ПРОИЗВОДСТВА N,N^1-ДИХЛОР- N,N^1-ГЕКСАМЕТИЛЕН БИС-[(ДИБЕНЗИЛАМИНО) МОЧЕВИН]

Ю.Х.ХОЛБОЕВ, М.БОТИРОВ

Мақола иккиламчи ароматик аминлар асосида бирикмаларни олишнинг зарарсиз ва чиқиндисиз технологиясини яратиш ҳамда олинган моддалар орасидан биостимуляторларни излаш ва амалиётга татбиқ этиш масаласига бағишланган. N,N^1-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевина]ни чиқиндисиз ишлаб чиқариш технологиялари ва жараённинг технологик схемалари таклиф қилинди.

Калит сўзлар: *диизоционат, гексаметилен бис-[(аминоароил) мочевина], чиқиндисиз технология, технологик схема.*

Статья посвящена технологии безотходного получения биостимуляторов из вторичных ароматических аминов и их использованию в практике. Предложена технологическая схема промышленного и лабораторного безотходного способа получения N,N^1-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевины].

Ключевые слова: *диизоционаты, гексаметилен бис-[(аминоароил) мочевина], безотходная технология, технологическая схема.*

The Article is dedicated to description of non-waste technology receptions biostimulators from secondary aromatic amins and their use in practice. The authors also suggest the ways of receiving non-waste technological scheme of industrial and laboratory methods.

Key words: *diisocyanates, hexamethylene bis [(dibenzylamino)-urea], non-waste technology, technological scheme.*

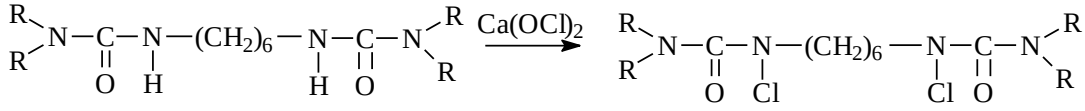
Настоящая работа посвящена производным N,N'-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевины]. Известен препарат пиперидиновая соль 4-(п-хлорфенокси) -2-бутиновой кислоты в качестве стимулятора роста хлопчат-ника [1].

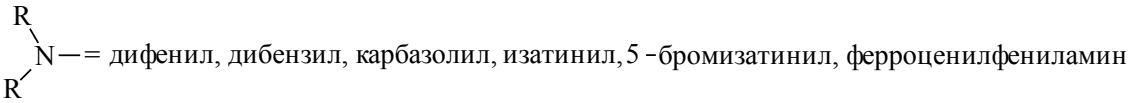
В данном исследовании показано, что синтез вещества представляет большие сложности; ввиду высокой токсичности исходных реагентов, т.е. бромистого пропаргила, участвующего в синтезе, дороговизне, а также труднодоступности металлического натрия. Кроме этого данный метод наносит существенный вред состоянию экологии.

Наиболее близким аналогом по строению синтезированных нами соединений являются N,N'-тетраметилен бис [(циклогексил) мочевина] и N,N'-тетраметилен бис [(бетахлорэтил) мочевина], которые получают путем взаимодействии тетраметилендиизоцианата с циклогексиламином [2-4].

Синтезированные нами соединения являются нетоксичными, представляют дешевый способ и высокий выход продукта, а также обладают регулирующими свойствами роста для технических и овощных культур.

Образование N,N^1-дихлор-N,N' – гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевины] взаимодействием N,N'-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевины] с гипохлоритом кальция в присутствии Al_2O_3 в общем виде описывается уравнением:





В трехгорлую колбу, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, автомешалкой и термометром, помещали 5,34 г (0,01 моль) N,N^1-гексаметилен бис-[(дифениламино) мочевины], 60 мл тетрахлорметана, 20 г влажной окиси алюминия и по каплям добавляли 4,7г гипохлорита кальция при температуре 36 ^{0}C в течение 4 часов. Затем реакционную массу оставляли на 24 часа. Выпав-

ший осадок отфильтровывали и промывали серным эфиром. Получено 5,74 г, выход 95 % от теор. Т. пл. =259-260 ^{0}C.

Найдено, %: N 8,42

Вычислено для $C_{36}H_{40}Cl_2N_4O_2$, %: N 8,87

Описание технологического процесса производства

Раствор дибензиламина готовится в реакторе Р-2. Для этого из мерника М-6 самотеком загружают 3,6719 кг (3,5788 л) дибензиламина и 10,2516 кг (10,5982 л) диметилформамида (ДМФА) из мерника М-7, все это перемешивают в течение 20 – 25 минут до полного растворения дибензиламина в диметилформамиде.

Перед началом работы все оборудование и коммуникации установки промывают водой и при необходимости продувают азотом. Азот подают из азотной рамки АР-3 через понижающий редуктор. Загрузка компонентов в мерник происходит из емкости Е 4, 5 вакуумом, создаваемым вакуум- насосом. Приготовление раствора и получение ХЮХ-2 осуществляется в реакторе Р-2, снабжённом конденсатором, паровой рубашкой для обогрева и мешалкой для перемешивания. В реактор Р-2 с приготовленным раствором дибензиламина в ДМФА загружают 3,3551 кг (4,6412 л) катализатора триэтиламина самотеком из мерника М-8 и при интенсивном перемешивании из мерника М-9 медленно через смотровой фонарь загружают 1,5843 кг (1,5139 л) гексаметилендиизоцианата. Реакция протекает при температуре 25 – 35^{0}С подачей пара в рубашку реактора. Продолжительность реакции - 4 часа. Затем мешалку реактора останавливают, охлаждают продукты реакции, а затем и отстаивают. Далее передают на фильтрацию и промывку. Продукты реакции фильтруют на нутч-фильтре НФ-10, который состоит из НФ-10 и сборника 12. Фильтровальную бумагу замачивают в воде и покрывают фильтром. Затем из реактора продукты реакции пропускают через фильтр. Фильтрат собирают на фильтре в сборнике 12 поз сб. 13. Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой, которую подают из мерника М-11 самотеком. Дистиллированную воду можно подогреть до 30 – 35^{0}С для ускорения фильтрации. Промытый осадок поступает на сушку. Сушку осадка ХЮХ-2 проводят в сушильном шкафу СШ-15 при температуре 100 – 110^{0}С в течение 2 – 3 часов. Фильтрат из сборника Сб-13 загружают в реактор Р-2, состоящий из смеси диметилформамида и триэтиламина, далее вакуумом забирают в перегонный куб ПК-16, снабженный змеевиком для обогрева, и доводят до кипения. Пары отводят в конденсатор 17. Фракции дистиллята поступают через смотровой фонарь в отдельные сборники (Сб-19 и Сб-20). Первая фракция - катализатор триэтиламин перегоняется при температуре 89,5^{0}С. После отгона триэтиламина смесь охлаждают. Создается вакуум в перегонном кубе. При остаточном давлении 35 мм. рт. ст. диметилформамид отгоняется при температуре 76^{0}С. По окончании операции остаток сливают из куба, после чего в него вновь загружают разделяемую смесь. Промывные воды с содержанием следов триэтиламина собирают в сборнике Сб-14 и выбрасывают в канализацию. Эту же операцию можно проводить и в реакторе Р-2.

Схема технологического процесса

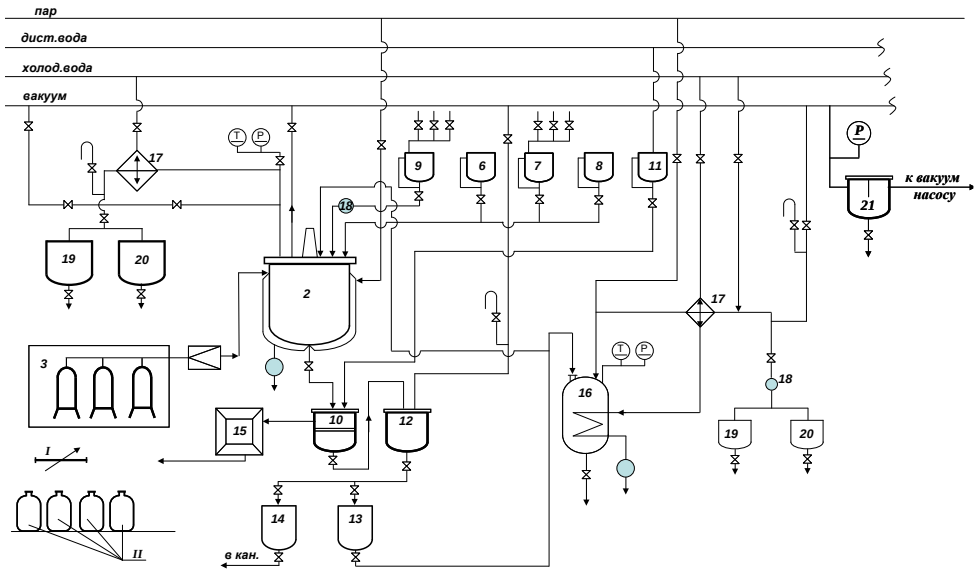


Рис. Принципиальная технологическая схема производства N,N^1-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевин]

1-весы; 2-реактор; 3-азотная рамка; 4,5-емкости; 6,7,8,9-мерник для гексан-1,6-диизоцианата, дибензиламина, диметилформамида, триэтиламина; 10-Нутч-фильтр; 11-дистиллированная вода; 12,13,14,19,20-сборники; 15-сушилка, 16-перегонный куб; 17-конденсатор; 18-смотревый фонарь; 21-ловушка

N,N'-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевина] (ХЮХ-2) представляет собой бесцветный порошок с температурой плавления 224 – 225^{0}С. Растворяется во многих органических растворителях: ДМФА, ДМСО, ДМАЦ, НСООН, нитробензоле, диоксане и т.д.

Литература:

1. SU N 1453850. C 07 D 295/02 1988.
2. Патент 6133299 США, МПК 7 А 61 К 31/44, Заявл.25.02.1993г. Опубл. 17.10.2000 г.
3. J. Med. Chem. 2001, 44. -№5. –P. 694-702.
4. Rev. Roum. Chem. -1997, 22. -№6. – P.885-898.

Андижон давлат тиббиёт институти,
Андижон давлат университети
2014 йил 23 январда қабул қилинган
(Тақризчи: доц. Ш.Х.Абдуллаев)