RZECZPOSPOLITA POLSKA

Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **160764**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **282855**

(51) IntCl[5]: **C07C 275/06**

(22) Data zgłoszenia: **18.12.1989**

CZYTELNIA OGÓLNA

(54) **Sposób otrzymywania tetrametylokarbamidu**

(43) **Zgłoszenie ogłoszono:**
01.07.1991 BUP 13/91

(45) **O udzieleniu patentu ogłoszono:**
30.04.1993 WUP 04/93

(73) **Uprawniony z patentu:**
Politechnika Śląska, Gliwice, PL

(72) **Twórcy wynalazku:**
Wiesław Szeja, Gliwice, PL
Tadeusz Bieg, Gliwice, PL

(57) 1. Sposób otrzymywania tetrametylokarbamidu w reakcji fosgenu z dimetyloaminą, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w układzie dwufazowym - niepolarny rozpuszczalnik organiczny/wodny roztwór dimetyloaminy i wodorotlenku sodowego z dodatkiem katalitycznych ilości oligomerów tlenku etylenu.

PL 160764 B1

SPOSÓB OTRZYMYWANIA TETRAMETYLOKARBAMIDU

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób otrzymywania tetrametylokarbamidu w reakcji fosgenu z dimetyloaminą, z n a m i e n n y t y m, że proces prowadzi się w układzie dwufazowym-niepolarny rozpuszczalnik organiczny, wodny roztwór dimetyloaminy i wodorotlenku sodowego z dodatkiem katalitycznych ilości oligomerów tlenku etylenu.

2. Sposób według zastrz.1, z n a m i e n n y t y m, że jako rozpuszczalniki organiczne stosuje się benzen, alkilobenzeny, chlorowcopochodne węglowodorów alifatycznych.

3. Sposób według zastrz.1, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się dodatek oligomerów tlenku etylenu o ciężarze cząsteczkowym od 400 do 4000.

* * *

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania tetrametylokarbamidu /tetrametylomocznika/ w reakcji fosgenu z dietyloaminą wobec katalitycznych ilości oligoeterów. Tetrametylokarbamid znajduje szerokie zastosowanie w syntezie chemicznej, biochemii i biotechnologii. W znanych metodach otrzymywania tetrametylokarbamidu prowadzi się reakcję fosgenu z aminą w niepolarnym rozpuszczalniku organicznym. Aby uzyskać wysokie wydajności procesu syntezy prowadzi się w warunkach bezwodnych, stosując nadmiar aminy, aby związać wydzielający się w reakcji chlorowodór. Taki sposób prowadzenia procesu powoduje kilkakrotnie wyższe zużycie aminy niż wynika to ze stechiometrii. Operowanie bezwodną dimetyloaminą jest niebezpieczne, gdyż tworzy ona mieszaniny wybuchowe z powietrzem, działa silnie drażniąco na błonę śluzową.

W sposobie według wynalazku prowadzi się reakcję w układzie dwufazowym niepolarny rozpuszczalnik organiczny/wodny roztwór dimetyloaminy i wodorotlenku sodowego stosując jako dodatek produkty oligomeryzacji tlenku etylenu o ciężarze cząsteczkowym 400 do 4000. Jako rozpuszczalniki organiczne stosuje się benzen, alkilobenzeny, chlorowcopochodne węglowodorów alifatycznych. Nieoczekiwanie stwierdzono, że prowadząc proces w obecności oligomerów tlenku etylenu uzyskuje się z dużą wydajnością tetrametylomocznik, stosując stechiometryczne ilości substratów lub niewielki nadmiar fosgenu.

P r z y k ł a d. Reaktor szklany /3 dcm^3/, zaopatrzony w termometr, mieszadło, chłodnicę zwrotną połączoną ze stacją niszczenia resztek fosgenu, kapilarę doprowadzającą fosgen, umieszczono w łaźni lodowej. Do reaktora wprowadzono 50 g oligomeru tlenku etylenu /c.cz.400/, 800 g schłodzonego do temperatury 0^oC wodnego roztworu wodorotlenku sodowego, 480 g dimetyloaminy w 480 g wody, 500 g benzenu. Zawartość reaktora mieszano i wprowadzono 400 g fosgenu z butli. Szybkość dozowania fosgenu regulowano tak, aby temperatura nie przekroczyła 15^oC. Po zakończeniu dozowania fosgenu ogrzano zawartość reaktora do temperatury 60^oC i przepuszczono 20 dcm^3 azotu celem zdesorbowania nadmiaru fosgenu. Następnie odłączono przepływ gazu, wyłączono mieszadło, oddzielono warstwę benzenową, a warstwę wodną ekstrahowano trzykrotnie benzenem /3 x 200 cm^3/. Połączone warstwy benzenowe osuszono siarczanem sodowym /15 g/ i po oddzieleniu części stałych poddano destylacji frakcyjnej.

Frakcję benzenową o temperaturze 79-81^oC zawrócono do kolejnych etapów syntezy. Pozostałość po oddestylowaniu benzenu poddano rektyfikacji pod zmniejszonym ciśnieniem stosując kolumnę Vigreoux /80 x 2 cm/. Zbierano frakcję o temp. wrzenia 62-63^oC pod ciśnieniem 12 mm Hg. Uzyskano 550 g produktu o zawartości głównego składnika powyżej 99%.

Zakład Wydawnictw UP RP. Nakład 90 egz.
Cena 10 000 zł