

*Холбоев Ю.Х.,
док. хим. наук, доц., зав. кафедрой медицинской химии,
Андижанский государственный медицинский институт
Республика Узбекистан, г. Андижан*

**ОПИСАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА,
ПРОИЗВОДСТВА N,N¹-ГЕКСАМЕТИЛЕН БИС-
[(ДИБЕНЗИЛАМИНО) МОЧЕВИНЫ] И ЛАБОРАТОРНЫЙ МЕТОД
ПОЛУЧЕНИЯ N,N¹-ДИХЛОР-N,N¹-ГЕКСАМЕТИЛЕН БИС-
[(ДИБЕНЗИЛАМИНО) МОЧЕВИН]**

Аннотация: Цель – разработка и описание технологического процесса производства N,N¹-гексаметилен бис-[(дибензиламино)мочевины], и лабораторного метода синтеза N,N¹-дихлор-гексаметилен бис-[(дибензиламино)мочевин]. Способ осуществления: создание технологической линии включающей: весы, реактор, азотную рамку, емкости, мерники, Нутч-фильтры, сборник продукта, сушилку, перегонный куб, конденсатор, смотровой фонарь, ловушку.

Ключевые слова: N,N¹-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевина], N,N¹-дихлор-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевина], технологический процесс, лабораторный синтез.

Abstract: Objective - the development and production process description N,N¹- bis- hexamethylene [(dibenzylamino)-urea] , and laboratory synthesis method N,N¹- dichloro - hexamethylene - bis [(dibenzylamino)-urea]. Method of implementation: creating production line consisting of scales, reactor, nitric frame, tanks, measuring tanks, suction filter, a collection of product, dryer, alembic, a condenser, an observation lantern trap.

Keywords: N, N¹- bis- hexamethylene [(dibenzylamino) urea], N,N¹- dichloro - hexamethylene - bis [(dibenzylamino) urea], process, laboratory synthesis.

В данной статье рассказывается о получении лабораторных и промышленных способах N,N¹-дихлор- N,N¹-гексаметилен бис-

[(дибензиламино) мочеви́н], входящих в состав производных бис-мочевин, как биостимулятора роста растений.

Задачей является предлагаемой статьи изыскание новых доступных производных гексаметилен бис- мочеви́н, которые по сравнению с известными со единениями обладают более высокой активностью [1,2].

Сегодня в сельском хозяйстве производные мочеви́н используются в качестве гербицида, пестицида, фунгицида, дефолианта и биоудобрений. В органическом синтезе на основе мочеви́н с другими реагентами получены труднодоступные гетероциклические соединения (барбиталы, фенотбарбитал, мединал и др.) Этот список может быть продолжен, так широка область использования производных мочеви́ны, бис-мочевин и полимочевин.

N,N'-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочеви́на] (ХЮХ-2) представляет собой бесцветный порошок с температурой плавления 224 – 225⁰С. Растворяется во многих органических растворителях: ДМФА, ДМСО, ДМАЦ, НСООН, нитробензоле, диоксане и т.д.

Изложение технологического процесса:

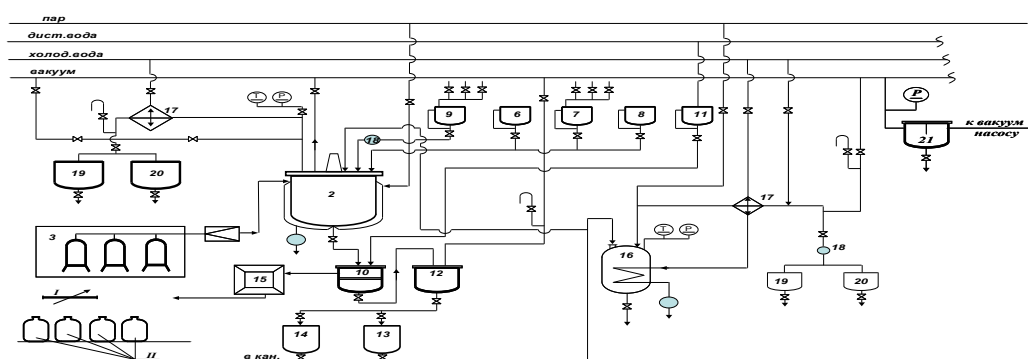
Раствор дибензиламина готовится в реакторе Р-2. Для этого из мерника М-6 самотеком загружают 3,6719 кг (3,5788 л) дибензиламина и 10,2516 кг (10,5982 л) диметилформаида (ДМФА) из мерника М-7, все это перемешивают в течение 20 – 25 минут до полного растворения дибензиламина в диметилформаиде.

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 3,35551 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 – 35⁰С подачей пара в рубашку реактора. Продолжительность реакции - 4 часа. Затем мешалку реактора останавливают, охлаждают продукты реакции 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 с водой и покрывают фильтр. 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 – 35⁰С для ускорения фильтрации. Промытый осадок поступает на сушку. Сушку осадка ХЮХ-2 проводят в сушильном шкафу СШ-15 при температуре 100 – 110⁰С в течение 2 – 3 часов. Фильтрат из сборника Сб-13 загружают в реактор Р-2, состоящей из смеси диметилформаида 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 89,5⁰С. После отгона триэтиламина смесь охлаждают. Создается вакуум в перегонном кубе. При остаточном давлении 35 мм. рт. ст. диметилформаид отгоняется при температуре 76⁰С. 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

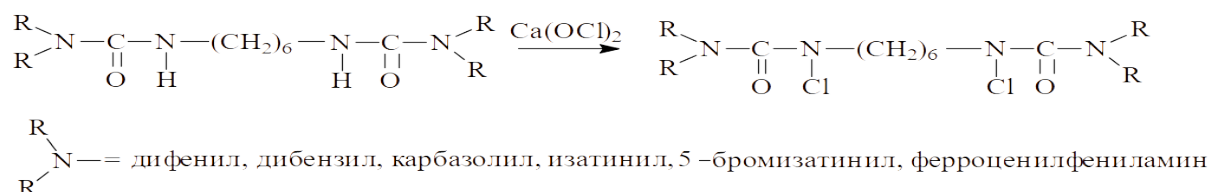


1-весы; 2-реактор; 3-азотная рамка; 4,5-емкости; 6,7,8,9-мерник для гексан-1,6-диизоцианата, дибензиламина, диметилформамида, триэтиламина; 10-Нутч-фильтр; 11-дистиллированная вода; 12,13,14,19,20-сборники; 15-сушилка, 16-перегонный куб; 17-конденсатор; 18-смотревый фонарь; 21-ловушка

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

N,N^1 -гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевины] (ХЮХ-2) представляет собой бесцветный порошок с температурой плавления 224 – 225⁰С. Растворяется во многих органических растворителях: ДМФА, ДМСО, ДМАЦ, НСООН, нитробензоле, диоксане и т.д [3].

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

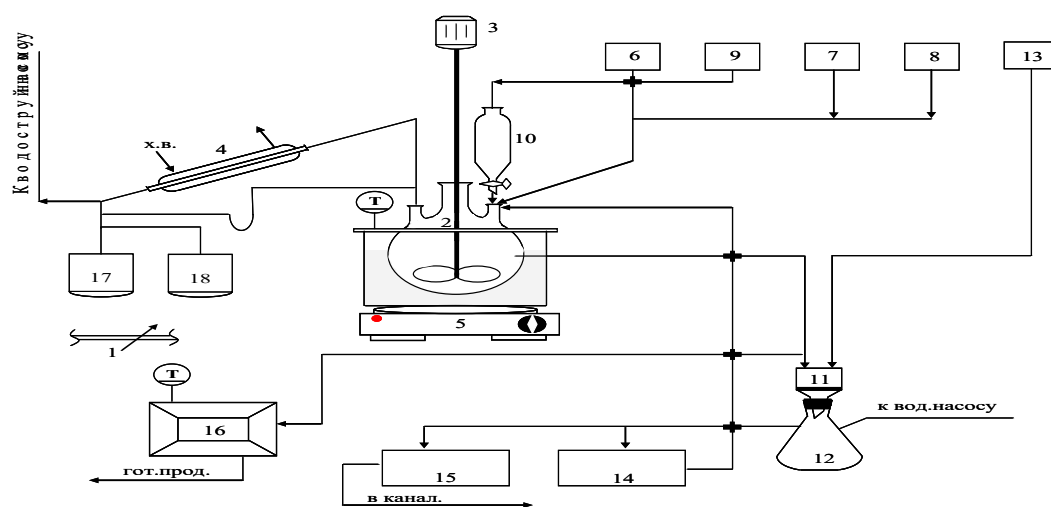


В трехгорлую колбу, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, автомешалкой и термометром, помещали 5,34 г (0,01 моль) N,N^1 -гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевины], 60 мл

тетрахлорметана, 20 г влажной окиси алюминия и по каплям добавляли 4,7г гипохлорита кальция при температуре 36⁰С в течение 4 часов. Затем реакционную массу оставляли на 24 часа. Выпавший осадок отфильтровывали и промывали серным эфиром. Получено 5,74 г (95 %). Т. пл. =259-260⁰С.

Найдено, %: N 8,42

Вычислено для C₃₆H₄₀Cl₂N₄O₂, %: N 8,87



1-весы; 2-реактор; 3-электродвигатель; 4-холодильник; 5-электроплита; 6,7,8,9-емкости для Ca(OCl)₂, N,N¹-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевины], диметилформамида, триэтиламина; 10-длительная воронка; 11-воронка Бюхнера; 12-колба Бунзена; 14,15,17,18-сборники; 13-дистиллированная вода; 16-сушилка.

Рис.2. Технологическая схема лабораторного метода получения N,N¹-дихлор- N,N¹-гексаметилен бис-[(дибензиламино) мочевины]

Выводы: Для доказательства строения N,N¹-дихлорзамещенных N,N¹-гексаметилен бис-[(аминоароил) мочевины] сняты ИК-спектры, элементный анализ и проведена классическая качественная реакция с AgNO₃ [4]. Описанный технологический процесс синтеза биологически активных соединений позволяет получать конечные продукты с высоким выходом, безопасным путем.

Список литературы:

1. Холбоев Ю.Х., Махсумов А.Г., Абдурахманов У.К. Гексаметилен бис-[[гексилоил) карбамат] в качестве стимулятора роста. *Universum: технические науки*. Выпуск №10 (67), 2019. -С. 5-8.

2. Холбоев Ю.Х., Махсумов А.Г., Абдурахманов У.К., Юсупов М.М. Технология получения стимулятора роста для технических культур. *Universum: химия и биология*. Выпуск №11 (65), 2019.-С.59-61.

3. Холбоев Ю.Х., Махсумов А.Г., Абдурахманов У.К., Юсупов М.М. Синтез биостимулятора на основе производных бискарбамата. *Universum: химия и биология*. Выпуск №12(66), 2019.-С.31-34.

4. Холбоев Ю.Х., Махсумов А.Г., Абдурахманов У.К. N^I-триптофанило-N^{IV}-глицинило-N^{II},N^{III}-гексано-бис- (мочевина), обладающий активностью ростостимулятора растений. *Universum: химия и биология: научный журнал*. – № 9(75). М., Изд. «МЦНО», 2020.- С.19-22