

过碳酰胺合成工艺研究

李德新

(郑州工业大学)

摘要 简介过碳酰胺的性能及其应用,通过实验研究,确定了以尿素与过氧化氢为原料合成过碳酰胺的方法及其工艺条件。

关键词 过碳酰胺;过氧化氢;尿素;杀菌剂;消毒剂

中图分类号 TQ225

0 前言

过碳酰胺也称过氧化碳酰胺、过氧化尿素,是尿素与过氧化氢的一种加合物。其化学式为 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2\text{H}_2\text{O}_2$ 。外观为白色细晶体,易溶于水,化学性能比较稳定。但遇热受潮时易分解,受重金属离子(如铁、铜、铝、锰、钴等离子)影响时分解速度更快。因此,工业化生产过程及其包装、贮存时必须考虑其敏感性。过碳酰胺通常含过氧化氢 34~35%,其水溶液具有极强的杀菌消毒能力,而且使用浓度低、杀菌速度快,消毒后不留残毒,与传统消毒剂过碳酸钠相比,过碳酰胺活性氧含量高,在水中的溶解度大,稳定性好,完全可以作为过碳酸钠的更新换代产品。

过碳酰胺具有许多优异性能,可广泛用于日化、生化、化工、饮食、医药、纺织、印染、造纸、制革等多种工业部门。国内过碳酰胺的开发研究起步较晚,研究其合成工艺有一定的现实意义。

1 过碳酰胺的合成

1.1 原料

尿素,工业级(河南省武陟化肥厂)

过氧化氢,30%工业级(郑州中原化工厂)

苯甲酸、水杨酸,化学纯试剂(市购)

1.2 过碳酰胺的合成

过碳酰胺的合成工艺如图 1 所示。

首先将 30% 的过氧化氢溶液加入装有搅拌器的反应器内,再加入适量的苯甲酸与水杨酸之混合酸,并启动搅拌,待混合酸全部溶解后,缓慢加入粉碎过的尿素,维持反应温度

收稿日期:1997-02-21

第一作者:男 1946 年生 工程师

25~30℃, 反应 30min, 反应结束后, 冷却降温至 0~5℃ 静置析晶, 然后过滤分离, 滤饼在室温下减压干燥 6 小时, 得白色细晶体。

尿素混合酸 ↓

过氧化氢 → 合成 → 结晶 → 过滤 → 干燥 → 包装

图 1 过碳酰胺合成工艺流程

2 工艺条件分析与确定

2.1 投料比

尿素与过氧化氢为原料合成过碳酰胺, 其反应方程如下



可以看出, 尿素与过氧化氢为等摩尔加合, 为得到高纯度过碳酰胺产品, 可使过氧化氢适当过量以便使尿素充分参与加合反应。尿素与过氧化氢之投料比不仅会影响过碳酰胺纯度, 而且也会影响其产率, 因此考察合适的尿素与过氧化氢之投料比是至关重要的, 表 1 给出了在适量混合有机酸存在下, 反应温度 25~30℃, 反应时间 30min 时投料比 (摩尔比) 与过碳酰胺产率的关系。

表 1 投料比 (摩尔比) 与过碳酰胺产率的关系

CO (NH ₂) ₂ /H ₂ O	0.51 : 1	0.60 : 1	0.65 : 1	0.70 : 1	0.75 : 1	0.80 : 1	0.90 : 1
过碳酰胺产率	60.3%	68.2%	71.2%	71.5%	67.7%	60.5%	56.2%

由表 1 可以看出尿素与过氧化氢适宜的投料比 (摩尔比) 为 0.65~0.70 : 1。

2.2 反应温度

在适量混合有机酸存在下, 尿素与过碳酰胺之投料比 (摩尔比) 为 0.7 : 1, 反应时间 30min, 改变反应温度考察结果见表 2。

表 2 反应温度与过碳酰胺产率之关系

温度 (℃)	10	15	20	25	30	35	40	45
产率 (%)	42.2	55.2	60.5	71.3	71.6	70	60.3	40.1

从表 2 看出, 20℃ 以下过碳酰胺产率偏低, 随反应温度的提高, 过碳酰胺产率也不断提高, 但 35℃ 以上其产率又下降, 这是于产物热敏性所致, 较适宜的反应温度为 25~30℃。

2.3 反应时间

当尿素与过氧化氢投料摩尔比为 0.7 : 1, 反应温度 25~30℃, 在适量混合有机酸存在下, 改变反应时间过碳酰胺产率变化情况见表 3。

表3 反应时间对过碳酰胺产率的影响

反应时间 (min)	15	20	25	30	35	40	45
过碳酰胺产率	41.4%	62.8%	70.0%	71.5%	71.7%	75%	71.8%

从表3看出,反应时间少于20min者产率偏低,而超过30min过碳酰胺产率增加不甚明显,最佳反应时间为30min左右。

2.4 加酸类型

用尿素与过氧化氢为原料合成过碳酰胺,在酸性条件下该加合反应能较顺利进行,且产品稳定性较好,而不同的酸对过碳酰胺产率的影响也不一样,在用酸量相等(mol),反应温度25~30℃,反应时间30min,摩尔比为0.70:1情况下几种酸对过碳酰胺产率的影响见表4。

表4 酸对过碳酰胺产率的影响比较

过碳酰胺产率 (%)	加酸类型		
	苯甲酸	水杨酸	苯甲酸混合水杨酸
	61.7	60.2	71.5

可以看出,在适量的混合有机酸存在下过碳酰胺产率可明显提高,在中试试验中提高尤为明显。

2.5 干燥形式

由于过碳酰胺遇热受潮时都易加速其分解,所以过滤出的过碳酰胺晶体必须进行低温干燥,以保证产品之安全性。不同的干燥方式对产品稳定性影响也不同,一般来说减压干燥能够最大限度的除去水分,因而所得过碳酰胺之稳定性相对要好,对同一批样品中两组样品之稳定性测定结果列于表5。

表5 不同干燥方式对过碳酰胺稳定性的影响

试样编号	干燥方式 (室温)	干燥时间 (小时)	分解情况 (%)		
			一个月	三个月	12个月
940501	常压	24	0	1.5	5.5
940502	加压	6	0	0	1.8

3 结论

用尿素与过氧化氢合成过碳酰胺是可行的。在适量混合有机酸存在下,合成工艺较适宜的操作条件是尿素与过氧化氢投料比(摩尔比)为0.7:1,反应温度25~30℃,时间30min左右,干燥温度为室温,在减压条件下干燥6小时即可获满意的结果。