

# 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。

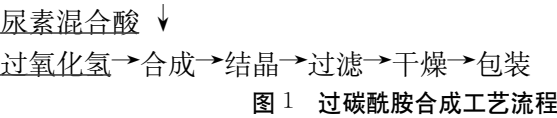
首先将 30% 的过氧化氢溶液加入装有搅拌器的反应器内, 再加入适量的苯甲酸与水杨酸之混合酸, 并启动搅拌, 待混合酸全部溶解后, 缓慢加入粉碎过的尿素, 维持反应温度

收稿日期: 1997-02-21

第一作者: 男 1946 年生 工程师

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

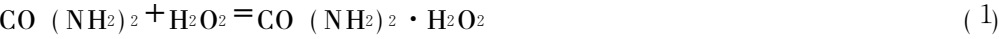
25~30℃，反应 30min，反应结束后，冷却降温至 0~5℃静置析晶，然后过滤分离，滤饼在室温下减压干燥 6 小时，得白色细晶体。



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 <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> /H <sub>2</sub> 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

	加 酸 类 型		
	苯甲酸	水杨酸	苯甲酸混合水杨酸
过碳酰胺产率 (%)	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。