



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 88110

(13) C2

(51) МПК (2009)

C07C 279/00

A61L 2/16

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОЛІГЕКСАМЕТИЛЕНГУАНІДИН ГІДРОХЛОРИДУ

1

(21) а200804301

(22) 07.04.2008

(24) 10.09.2009

(46) 10.09.2009, Бюл.№ 17, 2009 р.

(72) ПОЛІЩУК ВІКТОР ВОЛОДИМИРОВИЧ, ЗІНКЕВИЧ РОМАН ІЛЛАРІОНОВИЧ, ЗІНКЕВИЧ СЕРГІЙ РОМАНОВИЧ, АПРАСЮХІН ОЛЕКСАНДР ІВАНОВИЧ

(73) ПОЛІЩУК ВІКТОР ВОЛОДИМИРОВИЧ, ЗІНКЕВИЧ РОМАН ІЛЛАРІОНОВИЧ, ЗІНКЕВИЧ СЕРГІЙ РОМАНОВИЧ, АПРАСЮХІН ОЛЕКСАНДР ІВАНОВИЧ

(56) UA, 61215, C2, 16.05.2005

SU, 1808832, A1, 15.04.1993

RU, 2191606, C1, 27.10.2002

2

WO, 9954291, A1, 28.10.1999

(57) Спосіб одержання полігексаметиленгуанідин гідрохлориду шляхом поліконденсації у водному розчині гексаметилендіаміну та гуанідингідрохлориду, взятих у стехіометричному співвідношенні, при їх нагріванні та виділенні цільового продукту без відгонки води, який відрізняється тим, що поліконденсацію проводять в одну стадію, для чого використовують одержані гуанідингідрохлорид та гексаметилендіамін, які поліконденсують протягом п'яти годин, витримуючи їх розчин при температурі кипіння 165-175 °С та супутньому надлишковому тиску, який перевищує нормальний тиск приблизно у два рази.

Винахід належить до органічної хімії полімерів, а саме, до синтезу полімерних алкіленгуанідинів, і може бути використаний при виробництві бактерицидних і дезінфікуючих засобів у медицині та ветеринарії, во доочистці та водопідготовці, а також у галузях народного господарства, де потрібні бактерицидні, вірулоцидні та фунгіцидні препарати.

Знанням є спосіб одержання полігексаметиленгуанідин гідрохлориду (ПГМГ), згідно з яким на першій стадії гуанідингідрохлорид (ГГХ) отримують нагріванням дициандіаміду з хлористим амонієм, на другій стадії поліконденсують отриманий ГГХ з гексаметилендіаміном (ГМДА) при нагріванні, причому розплав ГМДА рівномірно вводять в розплав гуанідингідрохлориду в співвідношенні ГМДА : ГГХ = 1 : (0,85 - 0,95) протягом 2,5 годин при 180 °С, а після закінчення дозування гексаметилендіаміну температуру підвищують до 240 °С і підтримують її протягом 5-ти годин (Авторське свідоцтво СРСР №1616898, С07С 279/00, А61L 2/16, бюл.48, 30.12.1990).

Недоліком цього способу є його двохстадійність і високі температури синтезу на обох стадіях процесу, в зв'язку з чим кінцевий продукт містить домішки токсичних вихідних речовин і продуктів розкладу, що знижує його бактерицидні і споживчі властивості.

В іншому способі одержання полігексаметиленгуанідин гідрохлориду на першій стадії ГГХ отримують взаємодією карбонату гуанідину з концентрованою соляною кислотою при кімнатній температурі, а на другій стадії поліконденсацію гуанідингідрохлориду з гексаметилендіаміном проводять при мольному співвідношенні (0,8-1) : 1 в отриманому водному розчині протягом однієї години при 95° С без відгонки води та 5-6 годин в розплаві при 150° С (патент України №32327, кл. С07С 279/02, 2003).

Використання в процесі синтезу ГГХ концентрованої соляної кислоти вимагає застосування стійкої до корозії апаратури; поліконденсація в розчині проводиться тільки протягом однієї години, а після відгонки води температура розплаву достатня для отримання ПГМГ з приведеною в'язкістю лише 0,034-0,076, тобто з малою молекулярною масою, а отже і низькими бактерицидними властивостями.

Найбільш близьким за технічною сутністю та кінцевим результатом (прототипом) до способу, що заявляється, є спосіб одержання ПГМГ, за яким гуанідинкарбонат обробляють концентрованою соляною кислотою, отриманий розчин ГГХ поліконденсують з ГМДА при атмосферному тиску і температурі 102-107° С без відгонки води до отримання продукту з приведеною в'язкістю 0,03-0,08 (патент України №50878, кл. С08G 73/00, С07С 279/02, 2002).

(13) C2

(11) 88110

(19) UA

У цьому способі процес одержання ПГМГ відбувається у дві стадії, що значно подовжує процес, а застосування концентрованої соляної кислоти вимагає використання стійкої до солянокислої корозії апаратури та особливих прийомів роботи. У відомому способі на другій стадії поліконденсацію проводять в водному розчині при відносно низькій температурі, тому процес довготривалий, ПГМГ отримується з малою в'язкістю та молекулярною масою, а отже і з низькими бактерицидними властивостями.

Задачею запропонованого винаходу є розробка спрощеного процесу одержання полігексаметиленгуанідину гідрохлориду з доступної сировини без застосування соляної кислоти.

У способі, що заявляється, ця задача розв'язується таким чином: в якості гуанідинової компоненти застосовують водні розчини ГМДА та продажного ГГХ, які беруть у стехіометричному співвідношенні, поліконденсацію проводять в одну стадію без відгону води при температурі 165-175°C протягом 5-ти годин. Необхідний тиск створюють аміаком, який виділяється в ході реакції, при цьому у процесі кипіння розчину супутній надлишковий тиск перевищує нормальний тиск приблизно у два рази.

Ознакою, загальною для відомого та способу, що заявляється, є проведення поліконденсації у водному розчині ГГХ та ГМДА при їх нагріванні та виділенні цільового продукту без відгонки води.

Відмітними ознаками є ті, що процес поліконденсації проводять в одну стадію, для чого застосовують продажні ГГХ та ГМДА, які беруть у стехіометричному співвідношенні. Цей процес проводять при температурі кипіння розчину 165 - 175° С та відповідному тиску протягом п'яти годин. В процесі поліконденсації ГГХ та ГМДА супутній надлишковий тиск перевищує нормальний тиск приблизно у два рази.

Згідно наведених відмітних ознак запропоноване технічне рішення - «Спосіб одержання полігексаметиленгуанідину гідрохлориду» задовольняє критерію «новизна».

Проведений додатковий аналіз відомих технічних рішень з метою визначення в них ознак, подібних до ознак відмітної частини рішення, що заявляється, показав, що ці ознаки не знайдені серед відомих рішень, а отже рішення, що заявляється, задовольняє критерію «винахідницький рівень».

Спосіб у загальному вигляді може бути здійснений наступним чином: продажний кристалічний ГГХ розчиняють в воді, добавляють до розчину стехіометричну кількість ГМДА і проводять поліконденсацію при температурі 165-175°C протягом 5-ти годин, а супутній тиск створюють аміаком, що виділяється в результаті реакції, і перевищує нормальний тиск приблизно у два рази.

Приклад здійснення запропонованого способу.

У реактор з нержавіючої сталі, обладнаний мішалкою та зворотним холодильником, заливають 110 літрів води, нагрівають її до 80°C і при постійному перемішуванні додають 148 кілограмів продажного 99,6%-го гуанідінгідрохлориду та еквімолярну кількість (180 кілограмів) гексаметилендіаміну. Реакційну масу нагрівають до 120°C, аміаком, який виділяється, створюють тиск 1,2 кг/см і кип'ятять протягом двох годин. Після припинення інтенсивного виділення аміаку тиск піднімають, приблизно, до 2,0 кг/см², нагрівають до 165-175°C і поліконденсують протягом 5-ти годин. Надлишок аміаку через зворотний холодильник надходить в скруббер, де поглинається водою або фосфорною кислотою. Отриманий 70%-ний розчин ПГМГ може бути використаний для виготовлення дезинфікуючих засобів, а може бути переведений в твердий стан упарюванням в реакторі, розплавлюванням і кристалізацією в металічних піддонах. Вихід ПГМГ - 260 кілограмів, приведена в'язкість становить 0,08 - 0,1.

Таким чином, спосіб, що заявляється, відповідає критерію «промислового застосовності».

Запропонований винахід дозволяє застосувати при поліконденсації продажний гуанідінгідрохлорид і виключити з процесу агресивну концентровану соляну кислоту. В цьому зв'язку синтез продукту проходить у водному середовищі в одну стадію з одержанням високомолекулярного полімеру з високою біологічною активністю.

Проведення поліконденсації в м'яких умовах водного розчину виключає процеси деструкції і забруднення ПГМГ її продуктами. Розчин легко зливається з реактора.

Таким чином, в рамках способу, що пропонується, маємо спрощення процесу одержання кінцевого продукту, зменшення енерговитрат та економії грошових коштів.