

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

1307/J/Ke
Anz. 7.72 Ko IVc/120
Eing. 17.7.42

BAG Target
Krefeld-Uerdingen, den 16. Juli 1942

3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Monoalkylharnstoffen.

Zusatz zu DRP ... (I.72 291 IVc/120)

Nach dem Verfahren des Hauptpatentes ... (I.72 291 IVc/120) werden unsymmetrische Dialkylharnstoffe in bemerkenswert hohen Ausbeuten dadurch erhalten, dass Harnstoff mit sekundären aliphatischen Aminen erhitzt wird.

Es wurde nun gefunden, dass man unter denselben Bedingungen zu Monoalkylharnstoffen gelangen kann, wenn man anstelle der sekundären primäre aliphatische Amine verwendet. Die Arbeitsbedingungen und Ausbeuten sind dieselben wie im Hauptpatent beschrieben.

Die vorliegende Reaktion ist umso überraschender, als in der Literatur angegeben wird, dass primäre aliphatische Monoamine mit Harnstoff symmetrische Dialkylharnstoffe liefern, die ausdrücklich frei von Monoalkylharnstoffen sein sollen.

Beispiel 1.

In einem eisernen Druckgefäß werden 42 Gewichtsteile Harnstoff mit 40 Gewichtsteilen Äthylamin unter Rühren auf 135° erhitzt, wobei der Druck auf etwa 50 atü ansteigt. Innerhalb von 2 Stunden wird das sich bildende Ammoniak bei gleichbleibender Temperatur abgeblasen und hernach das überschüssige Äthylamin abdestilliert. Wenn der Kessel drucklos geworden ist, nimmt man den Inhalt mit 40 Teilen Wasser auf, entfärbt heiss mit Tierkohle und filtriert. Nach dem Abdestillieren des Wassers unter vermindertem Druck wird das Rohprodukt aus Toluol kristallisiert. Man erhält 43,5 Gewichtsteile ^{Monoäthylharnstoff in Form} weisser Kristalle, die bei 92° schmelzen. Ausbeute = 70,5% der Theorie.

Beispiel 2.

36 Gewichtsteile Harnstoff werden mit 50 Gewichtsteilen n-Butylamin im eisernen Druckrührwerkskessel auf 130° erhitzt, wobei ein Überdruck von 13 atü entsteht. Nach 1-2 Stunden ist das Abblasen des Ammoniaks beendet und der Autoklav drucklos geworden. Das Rohprodukt wird aus Toluol umkristallisiert. Man erhält 58 Gewichtsteile (= 84% d.Th.) Mono-n-butylharnstoff, der in Form von weissen Blättern kristallisiert. Fp. 96°.

Beispiel 3.

36 Gewichtsteile Harnstoff werden mit 65 Gewichtsteilen i-Hexylamin unter Rühren auf 120-130° erhitzt. Die Ammoniakabspaltung ist in 6 Stunden beendet. Man destilliert die geringe überschüssige Menge des i-Hexylamins unter vermindertem Druck ab und verrührt das Rohprodukt heiss mit Benzin. Aus der erkalteten Mischung erhält man den Mono-i-hexylharnstoff in feinen verfilzten Nadeln, die bei 95° schmelzen.

Ausbeute 71,5 Gewichtsteile = 83% der Theorie.

Patentanspruch.

Abänderung des Verfahrens des Hauptpatentes ... (I.72 291 IVc/120) zur Herstellung von Monoalkylharnstoffen, dadurch gekennzeichnet, dass man primäre aliphatische Amine verwendet.