

过碳酰胺分子合成条件优化、晶体结构及其热稳定性

李兵营 闫杰* 倪珏宸 冯小庚 邢永恒

(辽宁师范大学化学化工学院 辽宁大连 116029)

摘要 采用四因素、三水平的方法研究了过碳酰胺分子合成中物料比、反应温度、反应时间、稳定剂的种类对合成收率的影响,获得了合成的最佳工艺条件。在最佳合成条件下,测得过碳酰胺的产率可达到99%,活性氧含量最高可达到17.5%。通过热分析方法研究了过碳酰胺分子热稳定性。研究表明,温度超过65℃过碳酰胺含量和含氧量均迅速下降。利用X射线单晶衍射仪测定了其晶体结构,使用Diamond软件解析出过碳酰胺分子的三维空间超分子结构及其氢键的连接方式。

关键词 过碳酰胺;合成条件优化;过碳酰胺结构;热稳定性

中图分类号:O611.2

文献标识码:A

文章编号:1000-0518(2015)12-1423-08

DOI:10.11944/j.issn.1000-0518.2015.12.150171

过氧尿素(Urea Peroxide),简称为UP,又称过碳酰胺,是过氧化氢和尿素的加合物($\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$, $M_r = 94.07$)。其水溶液稳定性好,兼有过氧化氢和尿素的性质,在水中能缓慢放出 O_2 气,作用时间长,在一定的条件下控制氧气产生的速度,则可用于医院急救的供氧源,作为供氧剂;过碳酰胺有较强的去污能力,可用作漂白剂;0.75%过碳酰胺水溶液还可抑制细菌与霉菌的生长,残留无刺激,可用作杀菌剂;过碳酰胺还可用作打印油墨中的催干剂,提高打印效果及质量^[1-4]。

过碳酰胺是高附加值精细化工产品,相关的生产文献报道较多。谭淑珍等^[5]报道在 $n(\text{尿素}):n(\text{过氧化氢})=1:1.4$,反应温度为30℃,反应时间40 min条件下,过碳酰胺的产率为77%;刘立华等^[6]报道 $n(\text{尿素}):n(\text{过氧化氢})=1:1.3$,反应温度30℃,反应时间40 min,过碳酰胺的产率为87.32%。大多数文献中过碳酰胺合成的产率在75%~95%之间,但适宜的工艺条件说法不一^[7-14]。近年来的研究主要集中在过碳酰胺作为环境友好的氧化剂在烯烃、芳香化合物等氧化反应领域的应用^[15-21]。本文通过正交试验极差分析的方法得出了过碳酰胺合成(产率、活性氧含量)的最优条件,过碳酰胺的产率为99%,活性氧含量最高可达到17.5%。

对于过碳酰胺分子的晶体结构研究,Lu等^[21]在1941年提出了过碳酰胺分子中的氢键一半用于连接分子,另一半用于形成折叠态。Dobado等^[22]在1998年利用MP2和DFT量子力学法计算了UP的环状化合物结构。到目前为止,尚无过碳酰胺分子三维空间立体结构研究的相关报道。为此,我们通过Bruker Smart APEX II CCD仪器测得过碳酰胺的晶体结构,使用Diamond软件解析出过碳酰胺分子的三维空间立体结构。由于过碳酰胺受热易分解,不利于运输和储存,因此,我们采用了热分析的方法对其热稳定性进行了研究。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

JASCO FT/IR-480型傅里叶变换红外光谱仪(日本JASCO公司),KBr压片,波数400~4000 cm^{-1} ;Bruker AXS SMART APEX II CCD型X射线单晶衍射仪(德国Bruker AXS公司);X射线粉末衍射仪(PXRD,德国Bruker AXS公司)。尿素(开原化学试剂厂),过氧化氢30%(质量浓度)(天津

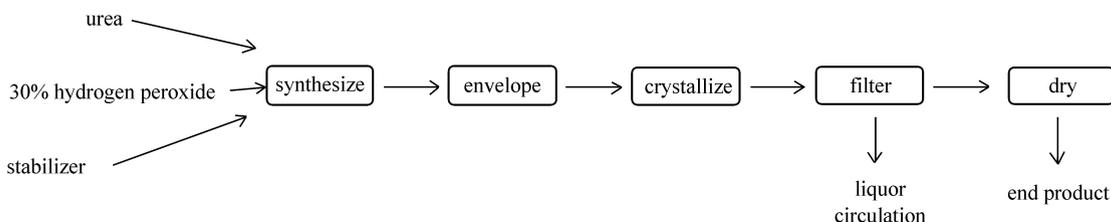
市科密欧化学试剂有限公司),酒石酸(TA,沈阳市化学试剂厂),EDTA(阿拉丁化学品公司),高锰酸钾(沈阳化学试剂厂),草酸钠(沈阳天源化工有限公司),98%浓硫酸(天津市科密欧化学试剂有限公司),冰醋酸(广东光华化学厂有限公司),碘化钾(天津市大茂化学试剂厂),钼酸铵(北京化工厂),五水合硫代硫酸钠(阿拉丁化学品公司),十二烷基磺酸钠(阿拉丁化学品公司)。上述试剂均为分析纯试剂。三聚吡唑硼酸钾(TP,实验室合成,纯度98%)。

1.2 实验方法

在 200 mL 烧杯中,加入一定量的尿素,缓慢加入相应量的过氧化氢,控制反应温度。待尿素完全溶解后,加入少量稳定剂,搅拌 30 min。加入少量包膜剂(十二烷基磺酸钠),搅拌 5 min 后反应结束。将产物放入冰水浴中冷却 30~40 min,得白色糊状固液混合物。抽滤,得白色粉末状结晶固体,在 30 ℃ 的烘干机中烘干,即得到成品。

1.2 工艺流程

工艺流程如 Scheme 1 所示。



Scheme 1 Synthesis process of percarbamide

1.3 分析方法

1.3.1 高锰酸钾滴定测活性氧含量 参考文献[6],准确称取 100 mg 样品置于 50 mL 小烧杯中,加入少许蒸馏水使之溶解,加入 5 mL 1:1 硫酸,混合均匀后,用已知浓度的高锰酸钾溶液滴定,至样品溶液微显浅紫色 1~2 min 即可。每毫升 0.02 mol/L 高锰酸钾溶液相当于 0.8 mg 的活性氧。

1.3.2 过碳酰胺含量测定 参考文献[6],准确称取 100 mg 样品置于 250 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 蒸馏水使之溶解,加入 5 mL 冰醋酸,混合均匀后加入 1.5 g 碘化钾和 1 滴钼酸铵试液,密闭并置于阴暗处放置 10 min,用 0.050 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定游离的碘,接近终点时加入 3 mL 淀粉指示剂,溶液呈无色。每毫升 0.05 mol/L 硫代硫酸钠溶液相当于 3.1 mg 过碳酰胺。

1.4 X 射线单晶结构测定

选择晶体大小为 0.24 mm × 0.48 mm × 0.54 mm 的化合物分别在 Bruker Smart APEX II CCD 仪器上、MoK α 光源($\lambda = 0.071073$ nm)、室温下收集单晶的衍射数据。对于化合物过碳酰胺,共收集到 2373 个衍射点,其中独立衍射点 542 个,强点 419 个($I > 2\sigma(I)$)用于结构解析。衍射强度数据经 L_p 因子校正,晶体结构由直接法和差值 Fourier 合成法解出。对所有非氢原子坐标和各向异性温度因子进行全矩阵,最小二乘法修正,氢原子(不包括水分子上的氢原子)坐标由理论加氢程序确定,水分子上的氢原子坐标通过查傅里叶图确定。所有计算均用 SHELX-97 程序在 Pentium(III) PC 计算机上进行。化合物的晶体学参数列于表 1,其键长和键角列于表 2,化合物的分子结构及氢键图用 Diamond 3.2 程序绘制。(CCDC:1437305)

表 1 化合物晶体学及精修数据

Table 1 Crystallographic data of the complex

Compound	Percarbamide	Compound	Percarbamide
Formula	CH ₆ N ₂ O ₃	D_c	1.448
Formula mass	94.08	Crystal size/mm ³	0.24 × 0.48 × 0.54
Crystalsystem	Crystal system	$F(000)$	200
Space group	Pben (No. 60)	$\mu(\text{MoK}\alpha)/\text{mm}$	0.141

Continued on next page

continued from previous page

Compound	Percarbamide	Compound	Percarbamide
<i>a</i> /nm	4.835 5(7)	$\theta/(\circ)$	3.15 to 28.41
<i>b</i> /nm	12.918 3(18)	Reflections	2 373
<i>c</i> /nm	6.910 4(11)	Independent	542(419)
$\alpha/(\circ)$	90	Parameters	42
$\beta/(\circ)$	90	$\Delta\rho/(e\cdot\text{nm}^{-3})$	0.104 and -0.106
$\gamma/(\circ)$	90	$R_1(R_1 \text{ all data})$	0.029 8(0.041 6) ^a
V/nm^3	431.67(11)	$wR_2(wR_2 \text{ all})$	0.085 8(0.095 0) ^a
<i>Z</i>	4	Goodness of fit	1.040

a. based on all data.

表 2 化合物过碳酰胺的主要键长*和键角

Table 2 Bond lengths and angles of percarbamide

Bond lengths/nm		Bond angles /(\circ)	
C(1)—O(1)	0.012 542(18)	O(1)—C(1)—N(1)#1	121.05(8)
C(1)—N(1)	0.013 271(13)	O(1)—C(1)—N(1)	121.05(8)
C(1)—N(1)#1	0.013 271(13)	N(1)#1—C(1)—N(1)	117.91(15)
O(2)—O(2)#2	0.014 609(19)		

* Symmetry code: #1: $-x+1, y, -z+1/2$; #2: $-x, y, -z+1/2$.

2 结果与讨论

2.1 反应条件的筛选

为了确定合成过碳酰胺产率及活性氧含量的最佳工艺条件,通过单因素试验得到各因素的最佳值,根据单因素试验结果设计正交试验 $L_9(3^4)$ 。试验因素水平见表 3,过碳酰胺产率直观分析见表 4,活性氧含量的直观分析见表 5。

表 3 过碳酰胺产率正交试验因素水平

Table 3 Orthogonal experimental factor level of percarbamide yield

No.	1	2	3	4
Factor	Ratio	Temperature	Time	Stabilizer
Level 1	0.65:1	30	30	TA
Level 2	0.70:1	35	35	EDTA
Level 3	0.75:1	40	40	TP

表 4 影响过碳酰胺产率正交试验结果的极差分析

Table 4 Range analysis of orthogonal experiment results of percarbamide yields

No.	Factors				Yield/%
	A Ratio	B Temperature/ $\circ\text{C}$	C Time/min	D Stabilizer	
1	0.65:1	30	30	TA	94.87
2	0.65:1	35	35	EDTA	91.65
3	0.65:1	40	40	TP	96.82
4	0.70:1	30	35	TP	93.53
5	0.70:1	35	40	TA	94.47
6	0.70:1	40	30	EDTA	89.30
7	0.75:1	30	40	EDTA	98.23
8	0.75:1	35	30	TP	94.89
9	0.75:1	40	35	TA	89.93

Continued on next page

continued from previous page

No.	Factors				Yield/%
	A Ratio	B Temperature/°C	C Time/min	D Stabilizer	
K_{1j}	282.471	285.759	277.299	229.59	
K_{2j}	277.299	280.119	279.180	221.181	
K_{3j}	281.529	275.421	284.349	219.411	
k_{1j}	94.157	71.967	72.610	76.530	
k_{2j}	92.433	71.690	71.100	73.727	
k_{3j}	93.843	79.737	79.683	73.137	
R_j	1.724	3.446	5.014	2.193	
Order		C > B > D > A			
Optimal level	A ₃	B ₃	C ₃	D ₁	
Optimal combination	A ₃ B ₃ C ₃ D ₁				

三个因素的优水平组合 A₃B₃C₃D₁ 为本试验的最优水平组合, 即合成过碳酰胺产率的最优工艺条件为原料摩尔比 0.65:1, 温度 40 °C, 反应时间 40 min, 酒石酸作为稳定剂。测得过碳酰胺产率为 99%。

表 5 影响含氧量正交试验结果的极差分析

Table 5 Orthogonal test range analysis of oxygen of percarbamide

No.	Factors				Yield/%
	A Ratio	B Temperature/°C	C Time/min	D Stabilizer	
1	0.65:1	30	30	TA	17.6
2	0.65:1	35	35	EDTA	15.04
3	0.65:1	40	40	TP	17.6
4	0.70:1	30	35	TP	17.2
5	0.70:1	35	40	TA	17.2
6	0.70:1	40	30	EDTA	17.6
7	0.75:1	30	40	EDTA	18.56
8	0.75:1	35	30	TP	17.04
9	0.75:1	40	35	TA	16.4
K_{1j}	50.240	51.360	52.239	51.201	
K_{2j}	52.000	49.281	48.639	51.201	
K_{3j}	52.000	51.600	53.361	51.840	
k_{1j}	16.747	17.787	17.413	17.067	
k_{2j}	17.333	16.427	16.213	17.067	
k_{3j}	17.333	17.200	17.787	17.280	
R_j	0.586	1.360	1.574	0.213	
Order		C > B > A > D			
Optimal level	A ₃	B ₂	C ₃	D ₃	
Optimal combination	A ₃ B ₂ C ₃ D ₃				

3 个因素的优水平组合 A₃B₂C₃D₃ 为本试验的最优水平组合, 即活性氧含量的最优工艺条件为原料摩尔比 0.75:1, 温度 35 °C, 反应时间 40 min, 三聚吡唑硼酸盐作为稳定剂。测得活性氧含量为 17.5%。

2.2 晶体结构

X 射线晶体学研究表明, 化合物是由尿素和过氧化氢两部分构成, 见图 1。过碳酰胺分子之间通过氢键连接, 化合物存在 2 种类型的氢键: 1) O—H⋯O, O2—H2⋯O1; 2) N—H⋯O, N1—H1A⋯O2; N1—H1B⋯O2; 分子通过 O2—H2⋯O1 和 N1—H1A⋯O2 氢键连接成无限一维链状结构, 见图 2。进一步再通过 N1—H1B⋯O2 将链状结构连接到一起, 构成无限二维面状结构, 见图 3。最后形成三维超分子结构, 见图 4。

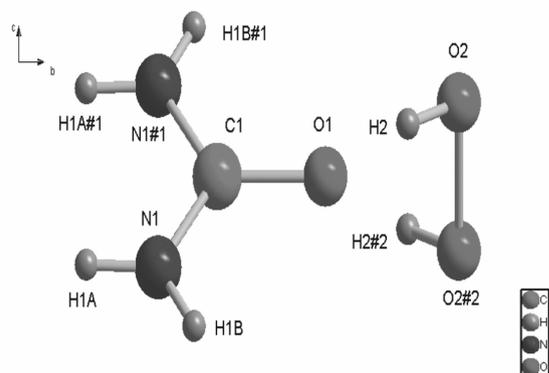


图 1 过碳酰胺分子结构

Fig. 1 The molecular structure of percarbamide

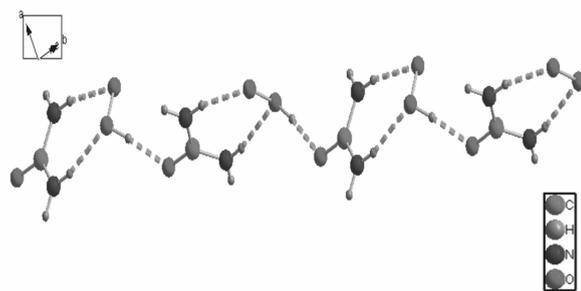
#1: $-x+1, y, -z+1/2$; #2: $-x, y, -z+1/2$ 

图 2 过碳酰胺通过氢键形成的无限一维链状结构 (部分氢原子已经省略)

Fig. 2 Unlimited one-dimensional chain structure formed by hydrogen bonds (partial hydrogen atoms were omitted)

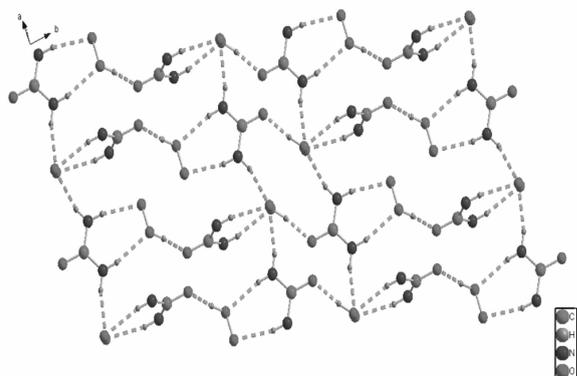


图 3 过碳酰胺通过氢键形成的无限二维面状结构 (部分氢原子已经省略)

Fig. 3 Infinite two-dimensiona planar structure formed by hydrogen bonds (partial hydrogen atoms were omitted)

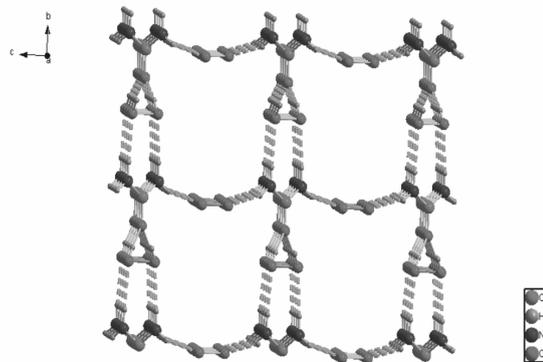


图 4 过碳酰胺通过氢键形成三维超分子结构 (部分氢原子已经省略)

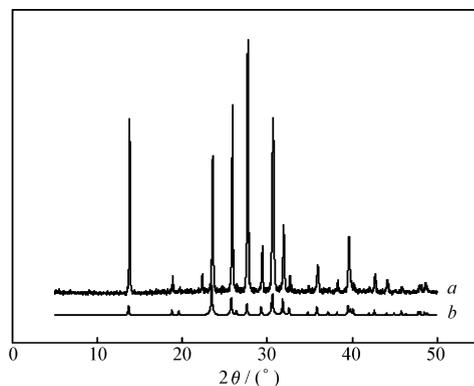
Fig. 4 Three-dimensional supramolecular structure through hydrogen bonds (partial hydrogen atoms were omitted)

2.3 红外光谱

红外光谱表明,波数 3353.11 和 3448.64 cm^{-1} 归属为 N—H 的伸缩振动吸收峰 ($\nu_{\text{N-H}}$);波数 3260 cm^{-1} 归属为 O—H 的伸缩振动吸收峰 ($\nu_{\text{O-H}}$);波数 1686 cm^{-1} 归属为 C=O 的伸缩振动吸收峰 ($\nu_{\text{C=O}}$);波数为 1617 cm^{-1} 归属为 N—H 的弯曲振动吸收峰 ($\delta_{\text{N-H}}$);波数 1162 cm^{-1} 归属为 C—N 的伸缩振动吸收峰 ($\nu_{\text{C-N}}$)。

2.4 过碳酰胺的 PXRD 光谱分析

图 5 为晶体化合物过碳酰胺的实验数据和单晶模拟数据的 PXRD 谱图。由图 5 可知,化合物的粉末 PXRD 的实验峰值和模拟数据的峰值能很好的吻合在一起,这表明化合物为纯相,不含杂质。采用熔点测量仪测定晶体熔点为 $78.5 \sim 78.8 \text{ }^\circ\text{C}$,熔程变化

图 5 产物的粉末实验(a)和模拟峰(b)的PXRD光谱
Fig. 5 Experimental (a) and simulated (b) PXRD spectra of the complex

范围小,说明晶体纯度较高。

PXRD 模拟数据来源:利用 Mercury 软件通过单晶结构数据得到的模拟峰。

2.5 热稳定性

通常情况下,过碳酰胺在高温下不稳定,遇热易分解。为了更好地运输和储存过碳酰胺,本文研究了不同温度和时间对过碳酰胺含量和活性氧含量的影响,结果见图 6 和图 7。

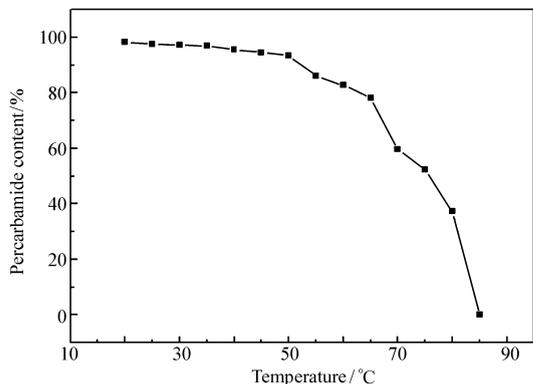


图 6 过碳酰胺含量随温度变化曲线

Fig. 6 Curve of percarbamide content vs temperature

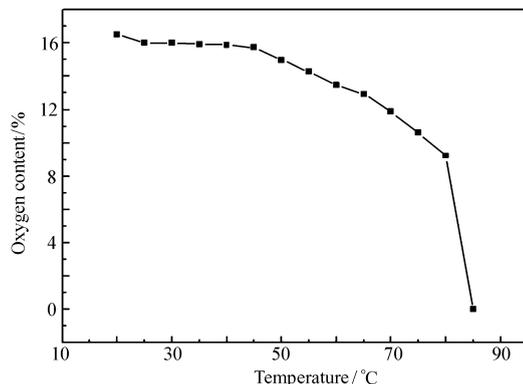


图 7 过碳酰胺活性氧含量随温度变化曲线

Fig. 7 Curve of percarbamide oxygen content vs temperature

由图 6、7 可以看出,当加热温度低于 60 °C,过碳酰胺及其活性氧含量分解率较低,在温度达到 65 °C 时,分解速率迅速增大,过碳酰胺含量低于 65%,活性氧含量低于 12%。在此基础上本实验研究了 65 °C 条件下过碳酰胺含量及含氧量随时间变化曲线,结果见图 8、图 9。

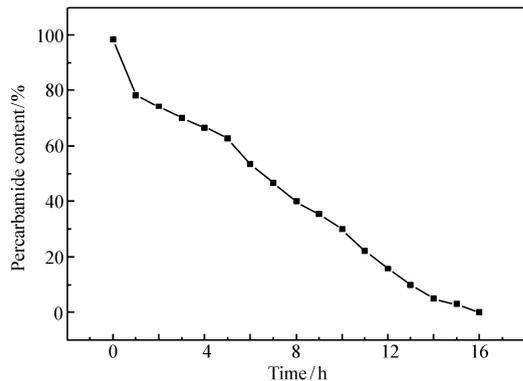


图 8 过碳酰胺含量随时间变化曲线

Fig. 8 Curve of Percarbamide content vs time

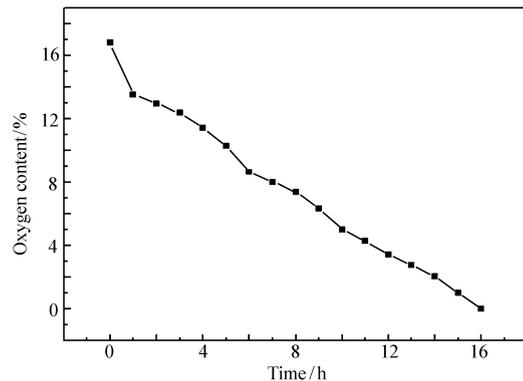


图 9 活性氧含量随时间变化曲线

Fig. 9 Curve of Percarbamide oxygen content vs time

从图 8、图 9 可以得出,温度为 65 °C 时,随着时间的增长,过碳酰胺含量和活性氧含量均下降,且在达到 16 h 后降至 0。

3 结论

通过正交试验,优化了过碳酰胺合成反应的最佳条件。在原料比 0.75:1、温度 35 °C、反应时间 40 min,三聚吡唑硼酸盐作为稳定剂条件下,活性氧含量高达 17.5%,过碳酰胺含量为 98%;热稳定性研究表明,随着温度的升高,活性氧含量和过碳酰胺含量均下降。温度超过 65 °C 时活性氧含量和过碳酰胺含量迅速下降。温度低于 60 °C 有利于过碳酰胺的储存和运输。通过 X 射线单晶衍射仪测定其晶体结构仪测定得到两种类型的氢键,解析出过碳酰胺晶体的三维空间超分子结构。

参 考 文 献

- [1] FANG Zhengdong, ZOU Guangzhong, XIAO Fan, *et al.* Synthesis and Thermal Stability of Percarbamide [J]. *Chem Prod Technol*, 2004, **11**(3):10-12 (in Chinese).
方正东, 邹光中, 肖凡, 等. 过碳酸胺的合成及其稳定性研究[J]. 化工生产与技术, 2004, **11**(3):10-12.
- [2] CAO Jilin, LI Mengqing, TAN Chaoyang, *et al.* Synthesis of Solid Disinfectant Urea Peroxide by Hydro-processes [J]. *Chinese J Process Eng*, 2005, **5**(5):517-520 (in Chinese).
曹吉林, 李梦青, 谭朝阳, 等. 固体消毒剂过氧化尿素湿法合成[J]. 过程工程学报, 2005, **5**(5):517-520.
- [3] Focht Dennis, D, Stolzy L H. Soil Aeration and Plant Growth Respond to Urea Peroxide Fertilization [J]. *Soil Sci*, 1982, **134**(2):111-113.
- [4] Pellico Michael A, Sababa Veronica. Anhydrous Tooth Whitening Gel Containing Urea Peroxide [J]. *Catalysis*, 1997, **5**(20):56-60.
- [5] TAN Shuzhen, LI Zaiquan, PAN Chunhua, *et al.* Study on the Synthesis of Urea Peroxide [J]. *Chem World*, 2004, **1**(12):644-646 (in Chinese).
谭淑珍, 李再全, 潘春华, 等. 过氧化尿素的合成研究[J]. 化学世界, 2004, **1**(12):644-646.
- [6] LIU Lihua. Preparation of Urea Peroxide as Solid Disinfectant [J]. *J Tangshan Teachers College*, 2013, **35**(2):1-3 (in Chinese).
刘立华. 固体消毒剂过氧化尿素的制备[J]. 唐山师范学院学报, 2013, **35**(2):1-3.
- [7] DAI Xiaojun, LIU Lijun, WU Guoqi, *et al.* Synthesis and Process Research of Percarbamide [J]. *Ningxia Eng Technol*, 2003, **2**(4):335-339 (in Chinese).
戴小军, 刘利军, 吴国旗, 等. 过碳酰胺的合成及工艺研究[J]. 宁夏工程技术, 2003, **2**(4):335-339.
- [8] JIANG Yuanli, LIAO Xincheng. Synthesis and Using Theoretical Studies of Percarbamide [J]. *J Zhongzhou Univ*, 2002, **1**(3):86-88 (in Chinese).
蒋元力, 廖新成. 过碳酰胺的合成及应用理论研究[J]. 中州大学学报, 2002, **1**(3):86-88.
- [9] GUO Shenxing. Synthesis of Percarbamide [J]. *Sci Technol Inform*, 2008, **1**(23):21-23 (in Chinese).
郭慎行. 过碳酰胺的合成研究[J]. 科教前沿, 2008, **1**(23):21-23.
- [10] ZHANG Cuirong. The Study on Preparation of Stable Percarbamide [J]. *Chem Biol Eng*, 2004, **1**(1):52-53 (in Chinese).
张翠荣. 稳定过碳酰胺制备研究[J]. 化学与生物工程, 2004, **1**(1):52-53.
- [11] WANG Hongxian, LIUYing, REN Baozeng, *et al.* Theoretical and Experimental Investigation on Ratio of Feed Stock for the Production of Percarbamide *via* Moist Method [J]. *Chem Bull*, 2002, **65**(1):1-3 (in Chinese).
王鸿显, 刘瑛, 任保增, 等. 湿法生产过碳酰胺原料配比的理论分析和实验研究[J]. 化学通报, 2002, **65**(1):1-3.
- [12] CHANG Weilin, WANG Jianwei, WANG Wenhao. The Development of Percarbamide [J]. *Chem Propell Polym Mater*, 2009, (4):46-48 (in Chinese).
常伟林, 王建伟, 王文浩, 等. 过氧化脲的研制[J]. 化学推进剂与高分子材料, 2009, (4):46-48.
- [13] LI Xiaoyun, HOU Yu, Zhang Yue. Stability of Percarbamide [J]. *J Hebei Norm Univ*, 1998, **22**(1):92-93 (in Chinese).
李小云, 侯钰, 张越. 过氧化尿素的稳定性研究[J]. 河北师范大学学报(自然科学版), 1998, **22**(1):92-93.
- [14] XU Yu, FENG Junxiang. Urea Business of Percarbamide [J]. *China Chem Trade*, 2014, **6**(30):115-116 (in Chinese).
徐雨, 冯俊香. 尿素企业的发展-过碳酰胺[J]. 中国化工贸易, 2014, **6**(30):115-116.
- [15] Laha S C, Kumar R. Highly Selective Epoxidation of Olefinic Compounds over TS-1 and TS-2 Redox Molecular Sieves Using Anhydrous Urea Hydrogen Peroxide as Oxidizing Agent [J]. *J Catal*, 2002, **208**(2):339-344.
- [16] Laha S C, Kumar R. Selective Epoxidation of Styrene to Styrene Oxide over TS-1 Using Urea Hydrogen Peroxide as Oxidizing Agent [J]. *J Catal*, 2001, **204**(1):64-70.
- [17] Heaney H, Newbold A J. The Oxidation of Aromatic Aldehydes by Magnesium Monoperoxy Phthalate and Urea Hydrogen Peroxide [J]. *Tetrahedron Lett*, 2001, **42**(37):6607-6609.
- [18] Rong D, Phillips V A, Rubio R S, *et al.* A Safe, Convenient and Efficient Method for the Preparation of Heterocyclic N-Oxides Using Urea Hydrogen Peroxide [J]. *Tetrahedron Lett*, 2008, **49**(48):6933-6935.
- [19] Sarma K, Bhati N, Borthaku N, *et al.* A Novel Method for the Synthesis of Chiral Epoxides from Styrene Derivatives Using Chiral Acids in Presence of Pseudomonas Lipase G6 [PSL G6] and Hydrogen Peroxide [J]. *Tetrahedron*, 2007, **63**(36):8735-8741.
- [20] Sheikhsaie I, Rezaeifard A, Monadi N, *et al.* A Novel Tridentate Schiff Base Dioxo-molybdenum (VI) Complex: Synthesis, Crystal Structure and Catalytic Performance in Green Oxidation of Sulfides by Urea Hydrogen Peroxide [J]. *Polyhedron*, 2009, **287**:733-738.

- [21] Lu C S, Hughes E W, Giguère P A. The Crystal Structure of the Urea-Hydrogen Peroxide Addition Compound $\text{Co}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$ [J]. *J Am Chem Soc*, 1941, **63**(6): 1507-1509.
- [22] Dobado J A, Molina J, Portal D. Theoretical Study on the Urea-Hydrogen Peroxide 1:1 Complexes [J]. *J Phys Chem A*, 1998, **102**(4): 778-784.

Synthesis, Molecular Structure and Thermal Stability of Percarbamide

LI Bingying, YAN Jie*, NI Juechen, FENG Xiaogeng, XING Yongheng
(College of Chemistry and Chemical Engineering, Liaoning Normal University, Dalian, Liaoning 116029, China)

Abstract The method of four factors and three levels was used to study the influence of the material ratio, reaction temperature, reaction time and stabilizer in order to obtain the optimal process condition of percarbamide. The results show that the yield of percarbamide is 99%, and the oxygen content is 17.5% under the optimal synthetic condition. The thermal stability of percarbamide was investigated by thermal analysis. The results show that the content of oxygen and percarbamide decreases rapidly when the temperature exceeds 65 °C. Finally, the crystal structure was determined by X-ray diffraction, and the software, Diamond, was used to describe the three-dimensional supramolecular structure of percarbamide and the connection mode of hydrogen bond.

Keywords percarbamide; optimization of synthetic conditions; molecular structure; thermal stability