



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

261448
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 277/80

(22) Prihlášené 17 09 87
(21) (PV 6712-87.W)

(40) Zverejnené 15 06 88

(45) Vydané 15 05 89

(75)
Autor vynálezu

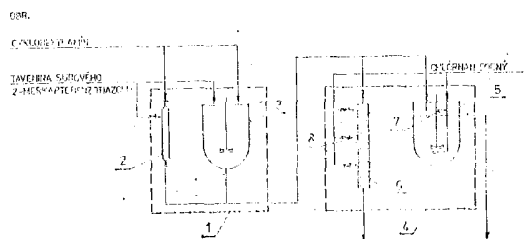
KAČÁNI STANISLAV ing. CSc., HANÁK MIROSLAV ing., JAROŠ ALOIS ing. CSc., PRIDALA LUBOMÍR ing., HOLČÍK JÁN ing. CSc., MAŠEK JÁN ing., RIŠKA MILOSLAV ing., POOR ROBERT ing. CSc., KVASNIČKA JOZEF ing., KRIŠTOFČÁK JOZEF ing. CSc., PODMANICKÝ STANISLAV ing., KRŠKA ŠTEFAN, LEŠKA ŠTEFAN, HANUŠ MILAN ing., VAŽAN PETER ing., BRATISLAVA

(54) Zariadenie k dvojstupňovej syntéze N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu

1

Riešenie sa týka zariadenia k dvojstupňovej syntéze N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu, ktoré pozostáva z rozpúšťacieho priestoru k príprave roztoku cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu a z reakčného priestoru k oxidácii cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu chlórnanom sodným. Rozpúšťací priestor je tvorený potrubnou trasou alebo kapacitným aparátom s mechanickým miešadlom, reakčný priestor je tvorený reaktorom s mechanickým miešadlom prípadne s 2 až 4 prívodmi chlórnanu sodného nad alebo pod hladinu reakčnej zmesi, alebo je reakčný priestor tvorený statickým zmiešavačom opatreným prípadne pozdĺž osi 2 až 4 otvormi pre prívod chlórnanu sodného. Riešenie je možné využiť v chemickom priemysle.

2



Vynález sa týka zariadenia k dvojestupňovej syntéze N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu zo surového 2-merkaptobenzotiazolu a chlórnanu sodného v nadbytku cyklohexylamínu, pozostávajúceho z rozpúšťacieho a reakčného priestoru. Produkt, syntéza ktorého sa uskutoční v uvedenom zariadení, sa pre vysoké analytické parametre využíva s výhodou v chemickom priemysle pri následnej výrobe urýchlovača vulkanizácie sulfénamidového typu.

Zariadenia, ktoré sa pri bežných priemyselných postupoch prípravy N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu využívajú, sú stavané k spracovaniu vodných roztokov alkalickej soli 2-merkaptobenzotiazolu. Nevýhody týchto postupov a im odpovedajúcich zariadení sú uvedené v AO 215 179. Tieto zariadenia pracujú v izotermickom režime a majú zaradený medzistupeň zrážania cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu z vodného roztoku alkalickej soli 5 až 20 %-ným nadbytkom cyklohexylamínu.

Principiálne nový spôsob prípravy N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu v zmysle AO 215 179, resp. AO 225 046 si vyžaduje novú zostavu zariadení, ktoré si pri priemyselnej kontinuálizácii procesu v nadbytku cyklohexylamínu vyžadujú nielen vysokú presnosť dávkovania chlórnanu sodného na 2-merkaptobenzotiazol, ale narážajú aj na problém inkrustácie teplosmenných plôch reaktorov. V praxi to znamená narušenie kontinuity procesu, čo má negatívny dopad na ekonomické a ekologické parametre celkovej výroby.

Zistilo sa, že uvedené nedostatky zariadení pre kontinuálnu syntézu N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu sa odstránia zariadením k dvojestupňovej syntéze N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu zo surového 2-merkaptobenzotiazolu a chlórnanu sodného v nadbytku cyklohexylamínu podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že zariadenie pozostáva z rozpúšťacieho priestoru k príprave roztoku cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu a z reakčného priestoru k oxidácii cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu. Rozpúšťací priestor je tvorený potrubnou trasou alebo kapacitným aparátom s mechanickým miešadlom, reakčný priestor je tvorený reaktorom s mechanickým miešadlom pracujúcim v izotermickom režime alebo statickým zmiešavačom pracujúcim v adiabatickom režime. Reaktor je podľa potreby opatrený 2 až 4 privodmi nad, alebo pod hladinu reakčnej zmesi a statický zmiešavač 2 až 4 otvormi pozdĺž osi určenými pre privod chlórnanu sodného.

Zariadenie s potrubnou trasou si vyžaduje vysokú spoľahlivosť čerpadla k doprave taveniny surového 2-merkaptobenzotiazolu, zariadenie s kapacitným aparátom nie je citlivé na krátkodobé fluktuácie čerpadla k doprave taveniny surového 2-merkaptobenzotiazolu. Zariadenie so statickým zmieša-

vačom je citlivé na okamžité zmeny v objeme a koncentrácii prúdov vstupujúcich do reakčného prostredia.

Výhoda zariadenia podľa vynálezu spočíva hlavne vo zvýšení selektivity reakcie, čo sa prejavuje vyšším výťažkom produktu pri znížení materiálovej náročnosti procesu.

Zariadenie podľa vynálezu je znázornené na pripojenom obrázku.

Zariadenie pozostáva z rozpúšťacieho priestoru 1 k príprave roztoku cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu, tvoreného potrubnou trasou 2 alebo kapacitným aparátom s mechanickým miešadlom 3 pracujúcim v adiabatickom režime a z reakčného priestoru 4 k oxidácii cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu, tvoreného buď reaktorom s mechanickým miešadlom 5 pracujúcim v izotermickom režime, alebo statickým zmiešavačom 6 pracujúcim v adiabatickom režime, pričom reaktor 5 je prípadne opatrený 2 až 4 privodmi 7 chlórnanu sodného nad alebo pod hladinou reakčnej zmesi a statický zmiešavač 6 je opatrený 2 až 4 otvormi 8 pre privod chlórnanu sodného.

V potrubnej trase 2 alebo v kapacitnom aparáte s mechanickým miešadlom 3 rozpúšťacieho priestoru 1 sa za podmienok adiabatického režimu pripraví roztok cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu miešaním taveniny surového 2-merkaptobenzotiazolu so zriedeným cyklohexylamínom. Z rozpúšťacieho priestoru 1 sa roztok cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu dopravuje samospádom alebo čerpadlom do reaktora s mechanickým miešadlom 5, kde za podmienok izotermického režimu dochádza k jeho oxidácii chlórnanu sodným privádzaným otvormi 7 nad alebo pod hladinu reakčnej zmesi za vzniku suspenzie N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu, alebo sa roztok cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu dopravuje čerpadlom do statického zmiešavania 6, do otvorov 8, ktorého sa pozdĺž osi privádza chlórnan sodný, pričom za podmienok adiabatického režimu vzniká roztok N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu, ktorý sa odvádza na dochladzovanie.

Nasledujúce príklady ilustrujú, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Pr í k l a d 1 (porovnávací)

Zariadenie je tvorené jediným reaktorom o objeme 0,25 m³ opatreným mechanickým turbínovým miešadlom s kolmými lopatkami. Priemer miešadla je 0,20 m, otáčky 360/s, intenzita miešania 1 500 W/m³. K usmereniu toku reakčnej zmesi sú do kotla zabudované 4 narážky. Izotermický režim sa zaistí chladením objemu reaktora vodou v duplikátore. Privod všetkých reakčných zložiek, t. j. taveniny surového 2-merkaptobenzotiazolu, zriedeného roztoku cyklohexylamínu a

chlórnanu sodného do reaktora sa uskutočnilí súbežne v jednom stupni. Po ustálení kontinuálneho chodu sa dosiahnu nasledovné výsledky:

- výťažok produktu:
91,0 % na vložený 2-merkaptobenzotiazol
- spotreba cyklohexylamínu:
0,435 dielu na 1 diel produktu
- analytická čistota produktu:
98,9 % N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu.

Príklad 2

Zariadenie sa skladá z rozpúšťacieho priestoru 1 a z reakčného priestoru 4. Do potrubnej trasy 2 rozpúšťacieho priestoru 1 o priemere 0,02 m a dĺžke 1,0 m sa privádza tavenina surového 2-merkaptobenzotiazolu a zriedený cyklohexylamín pri adiabatickom režime. Vzniknutý roztok cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu nateká samospádom do reaktora s mechanickým miešadlom 5 (ako v príklade 1) a súbežne sa do reaktora privádza požadované množstvo chlórnanu sodného. Izotermický režim reakčného priestoru 4 sa zaistí chladením objemu reaktora 5 vodou v duplikátore. Po ustálení kontinuálneho chodu sa dosiahnu nasledovné výsledky:

- výťažok produktu:
94,5 % na vložený 2-merkaptobenzotiazol
- spotreba cyklohexylamínu:
0,406 dielu na 1 diel produktu
- analytická čistota produktu:
99,1 % N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu.

Zariadenie je trvale citlivé na presnosť dávkovacieho čerpadla pre taveninu surového 2-merkaptobenzotiazolu privádzaného do potrubnej trasy 2 rozpúšťacieho priestoru 1.

Príklad 3

Rozpúšťací priestor 1 je tvorený kapacitným aparátom s mechanickým miešadlom 3 s priemernou dobou zdržania zmesi do 60 minút. Do kapacitného aparátu 3 sa privádza tavenina surového 2-merkaptobenzotiazolu a zriedený cyklohexylamín pri adiabatickom režime. Vzniknutý roztok cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu sa

čerpadlom dávkuje do reaktora s mechanickým miešadlom 5, do ktorého sa súčasne privádza požadované množstvo chlórnanu sodného 2 až 4 otvormi 7 nad alebo pod hladinu reakčnej zmesi. Izotermický režim sa zaistí chladením objemu reaktora 5 vodou v duplikátore. Po ustálení kontinuálneho chodu sa dosiahnu nasledovné výsledky:

- výťažok produktu:
96,3 % na vložený 2-merkaptobenzotiazol
- spotreba cyklohexylamínu:
0,387 dielu na 1 diel produktu
- analytická čistota produktu:
99,1 % N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu.

Zariadenie nie je citlivé na krátkodobé fluktuácie dávkovacieho čerpadla pro taveninu surového produktu privádzanú do kapacitného aparátu 3 rozpúšťacieho priestoru 1.

Príklad 4

Rozpúšťací priestor 1 je tvorený kapacitným aparátom 3 (ako v príklade 3) a reakčný priestor 4 je tvorený statickým zmiešavačom 6 so 4 otvormi 8 pozdĺž osi pre privod chlórnanu sodného. Roztok cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu sa z kapacitného aparátu 3 privádza na začiatok statického zmiešavača 6 a roztak chlórnanu sodného postupne do 2 až 4 otvorov 8 pozdĺž osi zmiešavača 6. Statický zmiešavač 6 pracuje v adiabatickom režime pri strednej dobe zdržania reakčnej zmesi 10 sekúnd. Horúci roztok N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu o teplote 75 až 90 °C sa odvádza do dochladzovača chladeného vodou. Po ustálení kontinuálneho chodu a bežnom spracovaní suspenzie produktu sa dosiahnu nasledovné výsledky:

- výťažok produktu:
91,3 až 95,7 % na vložený 2-merkaptobenzotiazol
- spotreba cyklohexylamínu:
0,385 až 0,477 dielu na 1 diel produktu
- analytická čistota produktu:
98,1 až 99,4 % N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu.

Takéto riešenie zariadenia je citlivé aj na okamžité zmeny v objeme a koncentracii prúdov vstupujúcich do reakčného priestoru 4.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Zariadenie k dvojstupňovej syntéze N-cyklohexylbenzotiazolyl-2-sulfénamidu zo surového 2-merkaptobenzotiazolu a chlórnanu sodného v nadbytku cyklohexylamínu vyznačujúce sa tým, že pozostáva z rozpúšťacieho priestoru (1) k príprave roztoku cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu, tvoreného potrubnou trasou (2) alebo kapacitným aparátom s mechanickým miešadlom (3) pracujúcim pri adiabatickom režime a z reakčného priestoru (4) k oxidácii

cyklohexylamóniumbenzotiazolyl-2-merkaptidu, tvoreného reaktorom s mechanickým miešadlom (5) pracujúcim v izotermickom režime alebo statickým zmiešavačom (6) pracujúcim v adiabatickom režime, pričom reaktor (5) je opatrený 2 až 4 prívodmi (7) chlórnanu sodného nad alebo pod hladinu reakčnej zmesi a statický zmiešavač (6) je opatrený 2 až 4 prívodmi (8) chlórnanu sodného pozdĺž svojej osi.

1 list výkresov

OBR.

CYKLOHEXYLAMÍN

TAVENINA SUROVÉHO

2-MERKAPTOBENZOTIAZOLU

