



ÚŘAD PRO VYNALEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

230339
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 209/48

(22) Prihlášené 31 12 82
(21) [PV 10129-82]

(40) Zverejnené 25 11 83

(45) Vydané 15 10 86

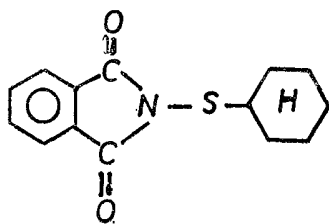
(75)
Autor vynálezu

VÖRÖŠ VILIAM ing., JEŽEK MARIÁN ing., FRATRIČ JÁN ing., JAŠŠO
IGOR doc. ing. CSc., MOLNÁR ALEXANDER ing. CSc., ORLÍK IVO ing.,
HRACHOVCOVÁ MÁRIA RNDr., BRATISLAVA

(54) Spôsob izolácie a finálnej úpravy N-cyklohexyltioftalimidu a zariadenie pre prevádzanie tohto spôsobu

1

Vynález sa týka spôsobu izolácie a finálnej úpravy N-cyklohexyltioftalimidu vzorca



z filtračného koláča tvoreného kryštalickým N-cyklohexyltioftalimidom a organickým rozpúšťadlom.

N-cyklohexyltioftalimid sa používa ako inhibítor na vulkanizácie v gumárenskom priemysle. Jeho kombinovaním so sulfénamidovými a tiazolovými urýchľovačmi je možné v širokom rozsahu regulovať spracovateľskú bezpečnosť surových zmesí na báze diénových kaučukov bez prakticky významného ovplyvnenia priebehu vulkanizácie a fyzikálno-mechanických vlastností vulkanizátov vrátane starnutia.

Doterajšie spôsoby získavania technicky čistého N-cyklohexyltioftalimidu vychádzajú z kryštalizácie z organického rozpúšťadla a následného sušenia produktu, resp. zís-

2

kavania taveniny N-cyklohexyltioftalimidu a jej šupinkovania. Výhrady proti práškovým produktom všeobecne sú najmä z dôvodu prašnosti pri manipulácii s nimi, ale aj z dôvodu ich nedostatočnej tekutosti, nutnej pre automatizovanie navažovania a dávkovania do zmesí. Vyžaduje sa preto ich povrchová úprava, resp. kde je to možné, od ich aplikácie sa upúšťa. Pri spracovaní taveniny N-cyklohexyltioftalimidu šupinkovaním dochádza k dlhodobému termickému namáhaniu produktu, čo vedie k jeho rozkladu. Dochádza tak nielen k stratám účinnej látky, ale aj do pracovného prostredia sa dostávajú splodiny rozkladu a zostávajúca tavenina, resp. šupinkový produkt získava intenzívnejší zápach. Získané šupinky, relatívne tenké s ostrými hranami, podliehajú počas manipulácie s produktom drteniu a vzájomnému oteru, čo vyvoláva zvyšovanie prachového podielu, znečisťovanie pracovného prostredia. Okrem toho sa tieto šupinky v gumárenských zmesiach nedispergujú v dostatočnej miere a pri ručnom navažovaní, s ktorým treba aj v budúcnosti rátať, mechanicky poškodzujú pokožku rúk a zintenzívňujú dermatologické efekty látky ako takej.

Podstatou spôsobu izolácie a finálnej úpravy N-cyklohexyltioftalimidu je, že filt-

račný koláč tvorený kryštalickým N-cyklohexyltioftalimidom a organickým rozpúšťadlom, napríklad n-heptánom, cyklohexánom, sa rozplaví vo vode na suspenziu obsahujúcu 5 až 25 % hmot. N-cyklohexyltioftalimidu, z ktorej sa organické rozpúšťadlo odestiluje priamo, alebo ako azeotrop pri tlaku 3 až 70 kPa, a ktorá sa po tomto odstránení rozpúšťadla pridaním vody a prípadným pridaním inertného nosiča, napríklad uhličitanu vápenatého, prevedie znovu na suspenziu obsahujúcu 5 až 25 % hmot. sušiny, filtruje sa na koláč s vlhkosťou 10 až 40 % hmot., s výhodou 18 až 28 % hmot. a následne sa peletizuje v peletizačnom zariadení.

Zariadenie pre izoláciu a finálnu úpravu pozostáva z miešaného destilačného kotla **1** opatreného vstupným potrubím **2** produktu s obsahom organického rozpúšťadla, vstupným potrubím **3** vody z odmerky **9**, vstupným vedením **10** inertného nosiča a súčasne spojeného výstupným potrubím **4** s výmenníkom **5** tepla predradeného zásobníku **6** kondenzátu, opatreného výstupom na vákuum. Destilačný kotol **1** je ďalej spojený potrubím **7** s miešaným zásobníkom **8** suspenzie, spojeným výstupným potrubím **11** cez čerpadlo **12** suspenzie s rotačným vákuovým filtrom **13**. Rotačný vákuový filter **13** je spojený prepacom **14** so šnekovým podávačom **15**, pričom šnekový podávač **15** je opatrený vstupným vedením **23** vzduchu, výstupným vedením **24** zvlhčeného vzduchu a výstupným prepacom **16** vlhkého produktu do peletizátora **17**. Peletizátor **17** je spojený prepacom **18** s granulátorom **19**, ktorý je ďalej opatrený prepacom **20** do pásovej sušiarne **21** s výstupom **22** granulovaného produktu.

Spôsob aj zariadenie podľa vynálezu majú oproti doposiaľ známym postupom izolácie N-cyklohexyltioftalimidu niektoré výhody. Zabezpečujú zvýšenie hygieny pracovného prostredia ako u výrobcu, tak u spracovateľa. Forma peliet vhodnej tvrdosti vyhovuje pre gumárenskú prax lepšie než prášková alebo šupinková. Produkt finalizovaný podľa vynálezu sa vyznačuje dobrým rozptylom v kaučukových zmesiach, ktorý sa ešte zvyšuje pridaním inertného nosiča. Inertný nosič súčasne zvyšuje celkový objem dávkovaného produktu do zmesi, čo zaručuje navažovanie i rovnomernejšie rozmiešanie v násobne väčších objemoch zmesi.

Výhodou zariadenia podľa vynálezu je jeho jednoduchosť, možnosť kontinuálneho chodu, a to, že zabezpečuje získavať produkt v neprášivej granulovanej forme, výhodnej ako pri výrobe, tak pri doprave a skladovaní i aplikácii do výrobkov gumárenského priemyslu. Schematicky je zariadenie znázornené na priloženom výkrese.

Pri vlastnej prevádzke sa postupuje tak,

že N-cyklohexyltioftalimid s obsahom organického rozpúšťadla postupuje z filtra potrubím **2** z destilačného kotla **1**, kde sa rozplaví vodou privedenou z odmerky **9** potrubím **3**. Za zníženého tlaku, podľa predmetu vynálezu, sa oddestiluje zostatkové organické rozpúšťadlo, pary ktorého postupujú potrubím **4** do výmenníka **5** tepla, kde po skondenzovaní a ochladení postupujú ďalej do zásobníka **6** kondenzátu. V destilačnom kotli **1** ostáva suspenzia kryštalického N-cyklohexyltioftalimidu vo vode. Do destilačného kotla **1** vstupným vedením **10** sa prípadne pridá inertný nosič a koncentrácia suspenzie sa upraví pridaním vody potrubím **3** z odmerky **9**. Novovytvorená suspenzia postupuje potrubím **7** do zásobníka **8** a ďalej potrubím **11** cez čerpadlo **12** do filtračného zariadenia **13**. Po odfiltrovaní vlhký koláč postupuje prepacom **14** do šnekového podávača **15**, kde sa prípadne vlhkosť produktu upraví privedeným teplým vzduchom vedením **23** s výstupom **24** zvlhčeného vzduchu. Zo šnekového podávača **15** postupuje produkt s prípadne upravenou vlhkosťou prepacom **16** do peletizátora **17**, z ktorého postupuje ďalej prepacom **18** do granulátora **19**. Z granulátora **19** padá produkt prepacom **20** na pás sušiarne **21**, z ktorej vystupuje výstupom **22** suchý granulovaný produkt.

Vynález ilustruje nasledujúci príklad.

Príklad 1

Do destilačného kotla sa predložilo z filtra 48 kg N-cyklohexyltioftalimidu zvlhčeného 11,2 kg cyklohexánu. Filtračný koláč sa rozplavil v 200 l vody. Cyklohexán sa oddestiloval pri 30 kPa. Teplota v destilačnom kotli nevystúpila nad 69 °C. Po odstavení vákua sa do suspenzie N-cyklohexyltioftalimidu vo vode z odmerky pridalo 162 litrov vody a cez násypku sa pridalo 48 kg suchého zrážaného uhličitanu vápenatého (ČSN 65 3397). Novovzniknutá suspenzia sa cez medzizásobník a čerpadlo priviedla na rotačný vákuový filter, z ktorého sa filtračný koláč prepacom viedol do šnekového podávača, kde sa privedením 55 °C teplého vzduchu upravila vlhkosť na 22,8 %. Vlhká zmes N-cyklohexyltioftalimidu so zrážaným uhličitanom vápenatým sa priviedla do peletizátora, z ktorého peletky prepacom boli privedené do granulátora a ďalej sa sušili v pásovej sušiarňi pri 60 °C. Získalo sa 94,8 kg suchého granulovaného produktu s obsahom účinnej látky 50 % hmot.

Oblasť využitia vynálezu je hlavne v chemickom priemysle pri izolácii a finálnej úprave N-cyklohexyltioftalimidu ako produktu pre ďalšie použitie v spracovaní prírodných alebo syntetických kaučukových zmesí.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob izolácie a finálnej úpravy N-cyklohexyltioftalimidu z filtračného koláča tvoreného kryštalickým N-cyklohexyltioftalimidom a organickým rozpúšťadlom, napríklad n-heptánom, cyklohexánom, vyznačený tým, že filtračný koláč sa rozplaví vo vode na suspenziu obsahujúcu 5 až 25 percent hmot. N-cyklohexyltioftalimidu, z ktorej sa organické rozpúšťadlo oddestiluje priamo alebo ako azeotrop pri tlaku 3 až 70 kPa, a ktorá sa po tomto odstránení rozpúšťadla pridaním vody a prípadným pridaním inertného nosiča, napríklad uhličitanu vápenatého, prevedie znova na suspenziu obsahujúcu 5 až 25 % hmot. sušiny, filtruje sa na koláč s vlhkosťou 10 až 40 % hmot., s výhodou 18 až 28 % hmot. a následne peletizuje.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačený tým, že pomer suspendovaného N-cyklohexyltioftalimidu k inertnému nosiču v zmesi je 40 až 99 % hmot. ku 60 až 1 % hmot.

3. Spôsob podľa bodu 1, vyznačený tým, že vlhkosť filtračného koláča sa upraví prefukovaním zmesi vzduchom, s výhodou so vzduchom teplým 30 až 60 °C.

4. Zariadenie pre prevádzanie spôsobu podľa bodov 1, 2 a 3, vyznačené tým, že pozostáva z destilačného kotla (1) so vstupným potrubím (2) N-cyklohexyltioftalimidu s obsahom organického rozpúšťadla, vstupným potrubím (3) vody z odmerky (9) vody, vstupným vedením (10) inertného nosiča, ktorý je spojený potrubím (4) s výmenníkom (5) tepla predradeným zásobníku (6) kondenzátu, opatrenému výstupom na zdroj vakuu, pričom destilačný kotol (1) je ďalej spojený potrubím (7) s miešaným zásobníkom (8) suspenzie, ktorý je spojený potrubím (11) s čerpadlom (12) suspenzie na rotačný vákuový filter (13), opatrený prepacom (14) do šnekového podávača (15), ktorý je súčasne opatrený vstupným vedením (23) vzduchu, výstupným vedením (24) zvlhčeného vzduchu a ďalej prepacom (16) do peletizátora (17) opatreného prepacom (18) do granulátora (19) s prepacom (20) do pásovej sušiarne (21) s výstupom (22) produktu.

