



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

227909

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 08 K 5/34

(22) Prihlášené 04 07 80
(21) (PV 4787-80)

(40) Zverejnené 25 06 82

(45) Vydané 15 05 86

(75)
Autor vynálezu

ZEMAN SVATOPLUK ing., MICHALOVCE, MIKEL MIROSLAV, BISKUPICE,
ŠUBERT JIŘÍ, GOTTWALDOV, ORLÍK IVO ing., BRATISLAVA, ZEMANOVÁ EVA ing.,
MICHALOVCE, DIMUN MILAN ing., PRIEVIDZA

(54) Použitie tetrahydroimidazo [4,5-d] imidazol 2,5(1H, 3H)-diónu ako
dezodoračnej prísady pri výrobe a/alebo aplikácii nadúvadla

Vynález sa týka použitia tetrahydro-
imidazo [4,5 - d] imidazol-2,5 (1H,3H)-
-diónu, známeho pod triviálnym názvom
glykoluril, ako dezodoračnej prísady pri
výrobe gumárenských nadúvadiel na báze
1,5-endometylén-3,7-dinitrozo-1,3,5,7-
-tetraazacyklooktánu.

Podstatou vynálezu je použitie tetra-
hydroimidazo [4,5 - d] imidazol-2,5 (1H,
3H)-diónu ako dezodoračnej prísady pri
výrobe a/alebo aplikácii nadúvadla na báze
1,5-endometylén-3,7-dinitrozo-1,3,5,7-
-tetraazacyklooktánu v množstve 0,5 až
35 % hmot., s výhodou 10 až 20 % hmot.,
počítané na všetky zložky nadúvadla.

Vynález sa týka použitia tetrahydroimidazo [4,5-d] imidazol-2,5(1H,3H) -diónu, známeho pod triviálnym názvom glykoluril, ako dezodoračnej prísady pri výrobe gumárenských nadúvadiel na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, ktorá sa priaznivo prejavuje zvýšením kvality výrobkov ako aj vyššou bezpečnosťou pri manipulácii, doprave a skladovaní nadúvadiel.

Nadúvadlá na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu sú z technicko-ekonomického hľadiska jedným z najrozšírenejších pomocných gumárenských prípravkov toho druhu. Ich funkcia je založená na tepelnej reaktivite 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, v staršej literatúre nazývaného N,N'-dinitrózopentamentyléntetramín s kódovým označením DNPT.

Pri termolýze tejto substancie, ktorá je z hľadiska chemickej štruktúry N-Manichovou bázou, vedľa plynných splodín (napr. dusík alebo voda), vznikajú primárne fragmenty pravdepodobne metylénimínového typu. Tieto fragmenty vzájomnou kombináciou, resp. chemickou interakciou s komponentami gumárenskej zmesi, poskytujú potom bližšie nešpecifikované, nepríjemne páchnuce zlúčeniny dusíka.

Páchnuce substancie zostávajú po rozklade nadúvadla v gumárenských výrobkoch, čo je jediným nedostatkom aplikácie nadúvadiel na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu.

Pre odstránenie nepríjemného zápachu produktov termolýzy 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu je možné aplikovať prídavky močoviny, metylolmočoviny, polymetylolmočoviny, deriváty guanidínu, s-triazínu a pod. (Čs. autorské osvedčenie 227 904). Vymenované substancie môžu z molekulárne - štruktúrneho hľadiska podliehať N-Manichovej kondenzácii so štruktúrne vhodnou komponentou. Menovaná reakcia je teda najpravdepodobnejším princípom dezodoračných vlastností vymenovaných substancií pri nadúvaní 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánom.

Nedostatkom aplikácie močoviny, guanidínu a jeho N-alkylderivátov a derivátov s-triazínu je negatívny vplyv týchto látok na stálosť 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, takže dezodorant na tejto báze musí byť skladovaný separátne od nadúvadla.

Nedostatkom aplikácie metylolmočovín je hlavne spekanie a tvrdnutie nadúvadla a teda sťažená manipulácia, ale najmä vmiešavanie gumárenskej zmesi (Čs. autorské osvedčenie 227 904).

Tieto a ďalšie nedostatky používaných dezodoračných prísad odstraňuje tento vynález.

Podľa tohto vynálezu podstatou je použitie tetrahydroimidazo [4,5 - d] imidazol-2,5(1H,3H)-diónu ako dezodoračnej prísady pri výrobe a/alebo aplikácii nadúvadla na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu v množstve 0,5 až 35 % hmot., s výhodou 10 až 20 % hmot., počítané na všetky zložky nadúvadla.

Výhodou tohto vynálezu je výrazne menšie ovplyvnenie tepelnej stálosti 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu oproti doposiaľ používaným dezodoračným prísadám, čo má podstatný vplyv na zvýšenie bezpečnosti skladovania, dopravy a manipulácie s nadúvadlom. Dezodoračná prísada ďalej pôsobí proti aglomerácii s tvrdnutiu nadúvadla, čo zlepšuje manipuláciu pri navážaní, no najmä vlastné vmiešavanie nadúvadla do gumárenskej zmesi.

Glykoluril je tiež možné použiť aj k dezodorizácii iných typov pôsobiacich obdobne ako nadúvadlá na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu. Samotný glykoluril si nachádza široké použitie v chemickej technológii ako komponent pre výrobu

prípravkov na úpravu textílií, ako surovina pre syntézu psychofarmák, výbušnín a iných produktov, čo svedčí o perspektívnej dostupnosti tejto látky a jej využití pri výrobe gumárenských nadúvadiel.

Aplikácia glykolurilu v zmysle tohto vynálezu nebola v literatúre doposiaľ popísaná a je dokumentovaná nasledujúcimi príkladmi.

Pr í k l a d 1

K dispozícii je 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktán s obsahom 2,2 % hmot. 1,3,5-trinitrózo-1,3,5-triazacyklohexánu a dezodoračné činidlo na báze komplexu močoviny s metylolmočovinou (Čs. patent č. 154 357), obsahujúce 69,1 % hmot. sušiny. V hnetišti sa pripraví zmes, obsahujúca 63,6 % hmot. 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, 1,4 % hmot. 1,3,5-trinitrózo-1,3,5-triazacyklohexánu, 24,2 % hmot. komplexu močoviny s metylolmočovinou a 10,8 % hmot. vody.

U tejto zmesi priemyslovo vyrábanej v ČSSR sa špecifikuje stabilita pomocou aktivačných energií vzduchu pre teplotné rozmedzie 190 až 220 °C, M. Novotný: Sborník VŠCHT Pardubice, 1961 - 1, str. 195), ktorá je $E = 39,87 \text{ kJ.mol}^{-1}$. Po 250 dňoch skladovania má pôvodne pastovitá zmes konzistenciu tvrdých hrúd a hrudiek.

Pr í k l a d 2

Z 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu rovnakej kvality ako v príklade 1, minerálneho oleja (kvalitný olej ložiskový B-1) a glykolurilu je v hnetišti pripravená zmes o zložení 69,86 % hmot. 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, 1,57 % hmot. 1,3,5-trinitrózo-1,3,5-triazacyklohexánu, 19,55 % hmot. glykolurilu a 8,92 % hmot. minerálneho oleja. Táto zmes je dobre roztierateľná aj po 250 dňoch skladovania pri teplote 22 až 24 °C. Aktivačná energia vzduchu, stanovená ako v príklade 1, je $E = 67,01 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

Pr í k l a d 3

Z 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu s obsahom 1,4 % hmot. 1,3,5-trinitrózo-1,3,5-triazacyklohexánu a 8,2 % hmot. vody, z glykolurilu a vody je v hnetišti pripravená zmes, obsahujúca 64,1 % hmot. 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, 0,9 % hmot. 1,3,5-trinitrózo-1,3,5-triazacyklohexánu, 20,0 % hmot. glykolurilu a 15,0 % hmot. vody. Táto zmes je dobre roztierateľná aj po 250 dňoch skladovania pri teplote 22 až 24 °C a vykazuje aktivačnú energiu vzbuchu, stanovenú ako v príklade 1, $E = 50,8 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

Pr í k l a d 4

Z 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, kvalitou rovnakého ako v príklade 3, glykolurilu, vo vode nerozpustného močovinoformaldehydového kondenzátu (Čs. autorské osvedčenie 227 901) a vody je v hnetišti pripravená zmes o zložení 64,1 % hmot. 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, 0,9 % hmot. 1,3,5-trinitrózo-1,3,5-triazacyklohexánu, 10,0 % hmot. glykolurilu, 10,0 % hmot. močovinoformaldehydového kondenzátu a 15,0 % hmot. vody. Táto zmes je dobre roztierateľná aj po 250 dňoch skladovania pri 22 až 24 °C a vykazuje aktivačnú energiu vzbuchu, stanovenú ako v príklade 1, $E = 52,8 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

P r í k l a d 5

Pre hodnotenie dezodoračných účinkov glykolurilu, ako aj pre hodnotenie bezpečnosti rýchlosti vulkanizácie a pre posúdenie nadúvacej schopnosti a vmiešavania nadúvadiel do gumárenskej zmesi je aplikované zapracovanie do gumárenskej zmesi, ktorá obsahuje 15 000 hmot. dielov bath polystyrénu, 31 500 hmot. dielov bath regenerátoru, 345 hmot. dielov bath farby, 7 000 hmot. dielov butakónu, Krallex 010 402 v množstve 20 090 hmot. dielov, 1 250 hmot. dielov síry, 300 hmot. dielov pneumaxu DM, 300 hmot. dielov denaxu DPG, 1 750 hmot. dielov zinkovej beloby, 9 375 hmot. dielov siloxidu, 500 hmot. dielov kyseliny stearovej, 3 125 hmot. dielov ultrasilu VN-3, 625 hmot. dielov trietanolamínu, 1 000 hmot. dielov kalafúny, 310 hmot. dielov kyseliny benzoovej a 1 430 hmot. dielov kaolínu.

K tejto gumárenskej zmesi je pridané nadúvadlo v takom množstve, aby obsah 1,5-endo-metylén-3,7-dinitrozo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu v rezultujúcej zmesi činil 4 % hmot. Postupuje sa tak, že najskôr sa zamieša základ bez nadúvadla a urychlovačov. Ostatné prísady sú domiešané zvlášť. Zápach je stanovený subjektívnou čuchovou skúškou vzorky, ktorá je vulkanizovaná po dobu 10 min pri teplote 150 °C.

Vzorky s nadúvadlami podľa príkladov 1 a 2, ešte horúce, sú vzduchotesne uzatvorené separátne do dvoch nádob a ich zápach sa znovu posudzuje čuchovou skúškou. Po 250 dňoch skladovania pri teplote 20 až 24 °C obe vzorky slabo cítia amoniakom.

Vmiešavanie nadúvadiel podľa príkladov 2, 3 a 4 do gumárenskej zmesi je výrazne lepšie, než vmiešanie nadúvadla podľa príkladu 1, ktoré je brané za štandard.

Nadúvacia schopnosť, v prepočte na rovnaký obsah 1,5-endo-metylén-3,7-dinitrozo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu v gumárenskej zmesi, je u nadúvadiel podľa príkladov 2, 3 a 4 plne zrovnateľná so štandardným nadúvadlom podľa príkladu 1.

Dezodoračné vlastnosti nadúvadiel podľa príkladov 2, 3 a 4 sú lepšie než u štandardného nadúvadla podľa príkladu 1.

Vplyv na vulkanizačný systém kaučukovej zmesi špecifikovaný pomocou elastografu Gottferta pri teplote 155 °C, vyjadrený ako spracovateľská bezpečnosť, dokumentuje prehľad:

Nadúvadlo podľa príkladu	Spracovateľská bezpečnosť (min)
1	4,1
3	10,2
4	20,7

Z dosiahnutých výsledkov je vidieť, že nadúvadla podľa príkladov 2, 3 a 4 majú lepšie úžitkové vlastnosti a sú stabilnejšie, než nadúvadlá typu zmesi podľa príkladu 1, to je než nadúvadlá s dezodoračnou komponentou na báze metylolmočoviny či komplexu močoviny s metylolmočovinou.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Použitie tetrahydromidazo [4,5 - d] imidazol-2,5 (1H,3H)-diónu ako dezodoračnej prísady pri výrobe a/alebo aplikácii nadúvadla na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu v množstve 0,5 až 35 % hmot., s výhodou 10 až 20 % hmot., počítané na všetky zložky nadúvadla.