



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

224 825

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 01 04 82

(21) PV 2348 - 82

(51) Int. Cl. C 07 D 277/72

(40) Zverejnené 27 05 83

(45) Vydané 01 11 84

(75)

Autor vynálezu

POČR RÓBERT ing. CSo.,

HANUŠ MILAN ing.,

POLACH MILAN,

ŠMIDA TIBOR ing., BRATISLAVA

(54)

Spôsob výroby sodnej soli 2-merkaptobenzťiazolu

Vynálezom je spôsob výroby 20 až 50 % roztoku sodnej soli 2-merkaptobenzťiazolu význačný tým, že 2-merkaptobenzťiazol vo forme produktu, mokrého koláča, alebo taveniny sa neutralizuje v roztoku hydroxidu sodného alebo uhličitanu sodného pri zvýšenej teplote.

2-merkaptobenzťiazol sa vyrába rôznymi spôsobmi. V priemyselnom meradle je najpoužívanejším postupom výroby 2-merkaptobenzťiazolu vysokotlaková reakcia anilínu so sírouhlíkom a sírou /US pat. 1 631 871, ZSSR pat. 179 306, NSR pat. 1 919 420/. Získava sa tavenina obsahujúca 85 až 90 % hmotn. účinnej látky, pričom sa 2-merkaptobenzťiazol takto pripravený čistí reakciou technickej taveniny, NaOH alebo Ca(OH)_2 . Získava sa alkalická soľ 2-merkaptobenzťiazolu, alebo vápenatá soľ 2-merkaptobenzťiazolu v koncentrácii 3 až 12 % hmotn, hlavne v koncentrácii 8 % hmotn.

Podľa doposiaľ známych postupov sa príprava sodnej, draselnej alebo vápenatej soli uskutočňuje z dôvodu čistenia technickej taveniny 2-merkaptobenzťiazolu, pričom ich koncentrácia neprevyšuje 12 % hmotn. Po okyselení týchto roztokov sa získava 2-merkaptobenzťiazol.

Podľa ČSAO 168 884 sa rafinuje tavenina 2-merkaptobenzťiazolu extrakciou 2 až 7 % roztokom NH_3 , pričom sa získava 3 až 8,4 % roztok amonnej soli 2-merkaptobenzťiazolu. Takto pripravený roztok sa po extrakcii org. rozpúšťadlom za spolupôsobenia H_2O_2 ďalej okyseluje a získava sa 2-merkaptobenzťiazol.

AO 184 052 popisuje spôsob výroby sulfenamidov z amónnych roztokov 2-merkaptobenzťiazolu, pričom sa používajú 5 až 15 % roztoky NH_3 soli 2-merkaptobenzťiazolu.

Obdobne i USA pat. 144 652 používa na prípravu sulfenamidov 8 až 11 % alkalických roztokov 2-merkaptobenzťiazolu.

Podľa ČSAO 209 595 sa pripravuje pri teplote 40°C 20 až 25 % roztok amonnej soli 2-merkaptobenzťiazolu, tak, že sa 2-merkaptobenzťiazol extrahuje zo surovej taveniny 2-merkaptobenzťiazolu zriedeným vodným roztokom amínu.

Prípravou a využitím vápenatej soli 2-merkaptobenzťiazolu sa zaoberajú ČSAO 113 006, NSR 1 940 364, pričom koncentrácia vápenatej soli nepresiahla 10 % hmotn.

Prípravou a využitím sodnej soli, hlavne pri výrobe sulfenamidov alebo pri rafinácii 2-merkaptobenzťiazolu sa zaoberajú: ČSAO 114 693, US pat. 2 191 657, US pat. 2 268 467, US pat. 2 762 814, NSR 855 564, Angl. pat. 642.597, Angl. pat. 665 668, pričom koncentrácia pripravovanej a používanej sodnej soli 2-merkaptobenzťiazolu sa pohybovala v rozsahu 3 až 15 % hmotn.

Nevýhodou dosiaľ zaužívaných postupov je, že v rámci procesu rafinácie technickej taveniny, ako aj pri používaní, sa pripravujú sodné soli 2-merkaptobenzťiazolu v nízkej koncentrácii max. 8 až 15 %.

Predmetom predloženého vynálezu je spôsob výroby sodnej soli 2-merkaptobenzťiazolu o koncentrácii 20 až 50 % hmotn. neutralizáciou buď technického produktu 2-merkaptobenzťiazolu obsahujúceho 90 - 96 % 2-merkaptobenzťiazolu, alebo mokrého koláča 2-merkaptobenzťiazolu obsahujúcu 83 - 93 % 2-merkaptobenzťiazolu hydroxidom sodným. Na neutralizáciu možno použiť i uhličitan sodný. Je výhodné použiť na neutralizáciu merkaptobenzťiazolu nasýtené roztoky NaOH alebo Na_2CO_3 , za spolupôsobenia tepla. Neutralizácia sa uskutočňuje za miešania pri teplote 40 až 70 °C.

Proces neutralizácie možno uskutočniť diskontinuálne, alebo kontinuálne. Ak sa volí diskontinuálny postup, možno do predloženej vody nadávkovať šupinkový NaOH alebo tuhý Na_2CO_3 , ďalej sa teplota zvýši na 30-45 °C a začne sa za miešania pridávať 2-merkaptobenzťiazol. Po ukončení pridávania a rozpúšťania sa Na-sol 2-merkaptobenzťiazolu ochladí na teplotu 20 °C, prípadne sa nariedi na požadovanú teplotu.

Výhodou postupu podľa vynálezu je možnosť prípravy 20-50 % roztoku Na-soli 2-merkaptobenzťiazolu.

Predmet vynálezu dokumentujú príklady prevedenia, ktoré však nevyčerpajú jeho rozsah.

Príklad 1

224 825

Do 100 ml dvojhrdlej banky opatrenej miešadlom a teplomerom sa nadávkovalo 453 ml vody, ktorá sa vyhriala na teplotu 40-60°C, ďalej sa za miešania pridalo 64 g šupinkového NaOH, pridávanie trvalo 10 minút. Roztok NaOH sa vyhriala na teplotu 50-60°C a za miešania sa pridávalo postupne 237 g technického 2-merkaptobenz-tiazolu obsahujúceho 96 % účinnej látky. Pridávanie trvalo 25 min. Po dávkovaní 2-merkaptobenz-tiazolu sa zmes miešala cca 90 min. pri uvedenej teplote, pričom došlo k úplnému rozpusteniu 2-merkaptobenz-tiazolu. Po rozpustení 2-merkaptobenz-tiazolu sa získaný žltočervený roztok pozvoľna ochladil na 20 °C a podrobil sa analýze: obsah 2-merkaptobenz-tiazolu bol 29,53 % hmotn., obsah voľného NaOH bol 3,2 g NaOH/l, pH 12.

Príklad 2

Do trojhrdlej banky opatrenej teplomerom a miešadlom sa nadávkovalo 370 ml vody a za miešania sa obsah vody vyhriala na 40-50°C, pričom sa súčasne začalo pridávanie šupinkového NaOH.

77 g šupinkového NaOH sa pridalo za 10 minút, po jeho rozpustení sa teplota roztoku vyhriala na 50-60°C a začalo sa pridávanie 303 g technického 2-merkaptobenz-tiazolu obsahujúceho 97 % hmotn. účinnej látky. 2-merkaptobenz-tiazol sa pridával po 20 g po 5 min. Po dávkovaní celého množstva 2-merkaptobenz-tiazolu rozpúšťanie pri uvedenej teplote prebiehalo za miešania 120 minút. Získal sa sýtočervený roztok Na-soli 2-merkaptobenz-tiazolu, ktorý sa ochladil na 20°C a podrobil sa analýze: obsah 2-merkaptobenz-tiazolu 39,45 % hmotn., obsah voľného NaOH 4,2 g NaOH/l.

Príklad 3

224 825

Do 1 000 ml trojhrdlej banky opatrenej miešadlom a teplomerom, sa nadávkovalo 455 ml. vody, do ktorej sa pridalo 468 g uhličitanu sodného, ďalej sa zmes za miešania vyhriala na 60°C a za miešania sa pridalo 240 g technického 2-merkaptobenzťiazolu obsahujúceho 95 % účinnej látky. Pridávanie trvalo 60 minút, ďalej sa za miešania pri teplote 65 až 70 °C pridalo postupne 100 g uhličitanu sodného. Rozpúšťanie trvalo 80 minút, pričom došlo k úplnému rozpusteniu 2-merkaptobenzťiazolu. Získaný roztok po ochladení dosahoval 29,3 % hmotn. 2-merkaptobenzťiazolu.

Príklad 4

V príklade 4 sa postupovalo ako v príklade 1., pričom namiesto technického 2-merkaptobenzťiazolu sa pridávalo postupne do roztoku NaOH pri teplote 60°C 247 g taveniny 2-merkaptobenzťiazolu obsahujúcej 89 % účinnej látky.

Získaný roztok účinnej látky hnedočervený obsahoval 29,7 % hmotn. 2-merkaptobenzťiazolu a 1,8 g NaOH/l.

Príklad 5

Do 1 000 ml trojhrdlej banky opatrenej miešadlom a teplomerom sa nadávkovalo 200 ml vody, ktorá sa vyhriala na teplotu 40-45°C, ďalej sa za miešania pridalo 64 g šupinkového NaOH, pridávanie trvalo 8 minút. Roztok NaOH sa vyhrial na teplotu 50-60°C a za miešania sa pridalo postupne 487 g mokrého koláča technického 2-merkaptobenzťiazolu obsahujúceho 31,33 % vlhkosti, zbytok tvoril 2-merkaptobenzťiazol, ktorého čistota bola 95,3 %. Pridávanie trvalo 40 minút. Po nadávkovaní sa zmes miešala 90 minút pri teplote 60°C, pričom došlo k úplnému rozpusteniu 2-merkaptobenzťiazolu. Roztok sa analyzoval:

obsahoval 29,1 % hmotn. 2-merkaptobenzťiazolu
obsah voľného NaOH bol 2,8 g NaOH/l.

P r e d m e t v y n á l e z u

224 825

Spôsob výroby sodnej soli 2-merkaptobenzťiazolu neutralizáciou 2-merkaptobenzťiazolu hydroxidom sodným alebo uhľičitanom sodným vyznačený tým, že sa do roztoku NaOH alebo do roztoku Na₂CO₃ vyhriateho na teplotu 40 až 70 °C pomaly pridáva za miešania technický 2-merkaptobenzťiazol alebo technická tavenina 2-merkaptobenzťiazolu, pričom teplota počas rozpúšťania sa udržiava v rozsahu 50-70 °C, po ukončení pridávania sa zmes mieša až do úplneho rozpustenia 2-merkaptobenzťiazolu a ďalej sa postupne ochladí na 20 °C.