



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

249497

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 277/80

/22/ Prihlášené 23 12 85
/21/ PV 9833-85

(40) Zverejnené 14 08 86

(45) Vydané 15 12 87

(75)
Autor vynálezu

MUCHOVÁ JANA RNDr. CSc., KAČÁNI STANISLAV ing. CSc.,
HOLČÍK JÁN ing. CSc., RIŠKA MILOSLAV ing., MAŠEK JÁN ing., BRATISLAVA,
DEMOVIČ STANISLAV ing., PEZINOK, SLADKÁ JANA ing., NERATOVICE,
DRAPÁKOVÁ MARTA, LŮČNA nad Žitavou, ČUKAN VLADIMÍR ing., TREŇČÍN

(54) **Spôsob spracovania matečných roztokov z oxidačnej kondenzácie
surového 2-merkaptobenzťiazolu s chlórnanom sodným v prebytku
cyklohexylamínu**

Riešenie sa týka spôsobu spracovania matečných roztokov z oxidačnej kondenzácie surového 2-merkaptobenzťiazolu s chlórnanom sodným v prebytku cyklohexylamínu, po filtrácii N-cyklohexylamínu. Organická vrstva sa oddelí pri teplote 20 až 40 °C, pridá sa k nej roztok anorganického alkálie, oddestiluje sa vodný roztok cyklohexylamínu a z destilačného zvyšku sa po okyselení minerálnou kyselinou do pH 2 oddelí 2-merkaptobenzťiazol.

Riešenie je možné využiť v chemickom priemysle.

Vynález sa týka spôsobu spracovania matečných roztokov z oxidačnej kondenzácie surového 2-merkaptobenzotiazolu s chlórnanom sodným v prebytku cyklohexylamínu.

K všeobecne známym gumárenským urýchlovačom sulfénamidového typu patrí N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamid používaný ako urýchlovač vulkanizácie kaučuku.

Kontinuálny technologický postup výroby N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu v nadbytku cyklohexylamínu, ktorým je možné pripraviť produkt vysokej čistoty, je predmetom čs. AO číslo 215179.

Jeho podstatou je oxidačná kondenzácia za súbežného nátok surového 2-merkaptobenzotiazolu, ako nerafinovaného produktu primárnej vysokotlakovej reakcie anilínu, sírouhlíka a síry vodného roztoku chlórnanu sodného a cyklohexylamínu.

Kontinuálnu regeneráciu cyklohexylamínu z matečných roztokov z výroby N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu, pozostávajúcich z dvoch obmedzene sa miešajúcich kvapalín, rieši čs. AO 221005. Kontinuálne sa oddeľujú dve vrstvy pri teplote 40 až 90 °C.

Z organickej /vrchnej/ vrstvy obsahujúcej nadbytočný cyklohexylamín, vodu, organické smoly z vysokotlakovej reakcie anilínu, sírouhlíka a síry ako aj rozpustený chlorid sodný, sa následne oddelí destiláciou za atmosférického tlaku cyklohexylamín vo forme vodného roztoku použiteľného priamo vo výrobe N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu.

Teraz sa zistilo, že je výhodné spracovať matečné roztoky z oxidačnej kondenzácie surového 2-merkaptobenzotiazolu s chlórnanom sodným v prebytku cyklohexylamínu, po filtrácii N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu, po oddelení a destilácii organickej vrstvy obsahujúcej nadbytočný cyklohexylamín spôsobom podľa vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že organická vrstvy sa oddelí pri teplote 20 až 40 °C, na 100 dielov organickej vrstvy sa pridá 0,1 až 0,2 dielov zriedeného roztoku anorganickej alkálie, za atmosférického tlaku sa oddestiluje vodný roztok cyklohexylamínu a z destilačného zvyšku alebo z oddelenej vodnej vrstvy po okyselení minerálnou kyselinou do pH 2 sa oddelí voľný 2-merkaptobenzotiazol.

Spracovaním matečných roztokov spôsobom podľa vynálezu sa zvýši účinnosť regenerácie cyklohexylamínu o 5 až 9 %.

Je všeobecne známe, že je obtiažne viesť proces oxidácie 2-merkaptobenzotiazolu s chlórnanom sodným v nadbytku amínovej zložky pri selektivite blízkej jednej alebo pri totálnej konverzii vzhľadom na 2-merkaptobenzotiazol.

Nezreagovaná cyklohexylamínová soľ 2-merkaptobenzotiazolu rozpustená v nadbytku cyklohexylamínu viaže ekvimolárne množstvo cyklohexylamínu. Takto viazaný amín je len čiastočne regenerovateľný, v závislosti od stupňa alkality použitého vodného roztoku chlórnanu sodného v procese oxidácie.

Podstatné zvýšenie účinnosti regenerácie cyklohexylamínu s prihliadnutím na cyklohexylamín viazaný v cyklohexylamínovej soli 2-merkaptobenzotiazolu spôsobí práve prídanie anorganickej alkálie.

Naviac následne účinkom prídania anorganickej alkálie k organickej vrstve matečných roztokov z vodného roztoku alkalického soli nezreagovaného 2-merkaptobenzotiazolu oddeleného od destilačného smolového odpadu kvantitatívne získať 2-merkaptobenzotiazol o čistote 90 %, vhodný k opätovnému využitiu k výrobe N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu alebo k spracovaniu pre iné účely.

Spôsob podľa vynálezu tiež vylepšuje technologickú schodnosť stupňa regenerácie cyklohexylamínu z organickej vrstvy matečných roztokov tým, že znižuje riziko upchávania odvodov destilačných zvyškov, ktorých celková hmotnosť klesá, z päty kontinuálne pracujúcej destilačnej kolony.

Uvedené príklady objasňujú, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

P r í k l a d 1

Zo 470 g matečného roztoku získaného filtráciou N-cyklohexylbenzťiazol-2-sulfénamidu z kontinuálnej prevádzkovej prípravy sa v deliacom lieviku pri teplote 22 °C oddelilo 101 g vrchnej organickej vrstvy s obsahom 39,8 % cyklohexylamínu, ktorá sa destilovala vo varnej banke opatrenej destilačným nástavcom za pridania 100 g vody pri atmosférickom tlaku. Destilovalo sa až po dosiahnutie teploty odchádzajúcich pár 99 °C.

Získalo sa 120 g destilátu s obsahom 30,15 % cyklohexylamínu. Výťažnosť regenerácie vzťahovaná na cyklohexylamín nachádzajúci sa v násade do destilácie je 90 %.

P r í k l a d 2

Z 950 g matečného roztoku získaného po filtrácii N-cyklohexylbenzťiazol-2-sulfénamidu z kontinuálnej prevádzkovej prípravy sa v deliacom lieviku pri teplote 38 °C oddelilo 200 g organickej vrstvy s obsahom 39,8 % cyklohexylamínu.

Po pridaní 1 g hydroxidu draselného v 200 g vody sa organická vrstva destilovala na zariadení a za podmienok ako v príklade 1.

Získalo sa 232 g destilátu s obsahom 32,5 % cyklohexylamínu. Výťažnosť regenerácie vzťahovaná na cyklohexylamín nachádzajúci sa v násade je 95 %.

P r í k l a d 3

Zo 460 g matečného roztoku získaného po filtrácii N-cyklohexylbenzťiazol-2-sulfénamidu z kontinuálnej prevádzkovej prípravy sa v deliacom lieviku pri teplote 21 °C oddelilo 100 g organickej vrstvy s obsahom 39,8 % cyklohexylamín.

Po pridaní 1,3 g hydroxidu sodného v 8 g vody sa organická vrstva destilovala na zariadení a za podmienok ako v príklade 1.

Získalo sa 118 g destilátu s obsahom 33,2 % cyklohexylamínu. Výťažnosť regenerácie vzťahovaná na cyklohexylamín nachádzajúci sa v násade je 98,5 %.

Ďalej sa získalo 7,5 g smolového dopadu a 55,8 g vodného roztoku sodnej soli 2-merkaptobenzťiazolu, z ktorého sa po pridaní minerálnej kyseliny do pH 2 získalo 4,48 g 2-merkaptobenzťiazolu o čistote 89,7 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob spracovania matečných roztokov z oxidačnej kondenzácie surového 2-merkaptobenzťiazolu s chlórnanom sodným v prebytku cyklohexylamínu, po filtrácii N-cyklohexylbenzťiazol-2-sulfénamidu, po oddelení a destilácii organickej vrstvy obsahujúcej nadbytočný cyklohexylamín za atmosférického tlaku, vyznačujúci sa tým, že organická vrstva sa oddelí pri teplote 20 až 40 °C, na 100 dielov organickej vrstvy sa pridá 0,1 až 0,2 dielov zriedeného roztoku anorganickej alkálie, za atmosférického tlaku sa oddestiluje vodný roztok cyklohexylamínu a z destilačného zvyšku alebo oddelenej vodnej vrstvy po okyselení minerálnou kyselinou do pH 2 sa oddelí voľný 2-merkaptobenzťiazol.