

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

250034

(11)

(B1) ✓

(22) Prihlášené 05 11 85

(21) [PV 7925-85]

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 07 D 277/62  
C 08 K 5/47

(40) Zverejnené 13 09 86

(45) Vydané 15 05 88

[75]

Autor vynálezu

ARGALÁŠ PETER ing., LEŠKA ŠTEFAN, HAUSKRECHT PETER ing.,  
BRATISLAVA

## (54) Spôsob výroby 2,2'-dibenzthiazolyldisulfidu

1

Spôsob výroby 2,2'-dibenzthiazolyldisulfidu oxidáciou vápenatej soli 2-merkaptobenzthiazolu s vodným roztokom alkalického dusitanu v nadbytku kyseliny sírovej a v prítomnosti vzduchu.

Po ukončení oxidácie sa prebytočná kyselina sírová zneutralizuje s hydroxidom, kyslíčnikom alebo uhličitanom vápenatým. Po neutralizácii sa rozpustné nečistoty oddeľia a produkt sa vysuší. Získaný 2,2'-dibenzthiazolyldisulfid obsahuje ako nosič síru vápenatý a uhličitan vápenatý.

Riešenie nájde využitie pri výrobe altaxu na inertnom nosiči, ktorý nájde uplatnenie ako urýchľovač pri vulkanizácii gumárenských zmesí.

2

Vynález rieši spôsob výroby 2,2'-dibenzotiazolyldisulfidu oxidáciou vápenatej soli 2-merkaptobenzotiazolu s vodným roztokom alkalického dusitanu v nadbytku kyseliny sírovej.

2,2'-dibenzotiazolyldisulfid (altax) sa používa na urýchlenie sírnej vulkanizácie nenасыtených kaučukov. Aplikuje sa najmä pri výrobe pneumatík, vzdušnic, dopravných pásov, hadíc, obuvi, technickej gummy, podlahovín. Vyrába sa oxidáciou 2-merkaptobenzotiazolu (kaptaxu) s miernymi oxidačnými činidlami. Najčastejšie sa pripravuje oxidáciou sodnej soli kaptaxu roztokom alkalického dusitanu v nadbytku minerálnej kyseliny a získaný altax sa od rozpustných nečistôt oddelí.

Výroba altaxu nadväzuje na výrobu kaptaxu, ktorý sa pripraví reakciou anilínu síry a sírouhlika. Získaný kaptax sa čistí rozpúšťaním v hydroxide vápenatom na rozpustnú vápenatú soľ kaptaxu, ktorá sa oddelí od sprievodných nečistôt filtráciou. Pri výrobe altaxu sa z roztoku vápenatej soli kaptaxu pripraví sodná soľ kaptaxu pôsobením vodného roztoku uhličitanu sodného. Vyzrážaný uhličitan vápenatý sa odfiltruje. Získa sa roztok sodnej soli kaptaxu, z ktorého sa oxidáciou získa altax. Získaný altax obsahuje veľmi málo anorganických nečistôt.

Niektoré anorganické látky, ako napr. kremičitany, resp.  $\text{SiO}_2$ , krieda, baryt, niektoré druhy kaolínu, sádrovec a iné, sa používajú ako aktívne, či neaktívne plnivá pri príprave vulkanizačných zmesí alebo slúžia ako nosiče aktívnych látok.

Nevýhoda pri výrobe altaxu je, že sa pri výrobe zbavuje anorganických látok, ktoré môžu slúžiť ako plnivá gumárenských zmesí alebo ako inertný nosič gumárenských prísad.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom výroby 2,2'-dibenzotiazolyldisulfidu, podstata ktorého spočíva v tom, že 2,2'-dibenzotiazolyldisulfid sa získa oxidáciou 2-merkaptobenzotiazolu alkalickým dusitanom v nadbytku kyseliny sírovej, v prítomnosti vzdušného kyslíka. 2-merkaptobenzotiazol sa získa vyzrážaním z jeho vápenatej soli pôsobením kyseliny sírovej, pričom sa vyzráža i síran vápenatý, ktorý je ako inert. Po oxidácii sa z reakčnej zmesi roztok síranu sodného s prebytočnou kyselinou sírovou odfiltruje. Filtračný koláč sa premyje vodou a vysuší. Získaný 2,2'-dibenzotiazolyldisulfid obsahuje síran vápenatý najčastejšie vo forme hemihydrátu.

Po ukončení oxidácie kaptaxu na altax sa prebytočná kyselina sírová zneutralizuje s uhličitanom vápenatým. Molárny pomer uhličitanu vápenatého ku kyseline sírovej je 0,01 : 1 až 10 : 1. Pri molárnom pomere väčšom ako 1 : 1 obsahuje 2,2'-dibenzotiazolyldisulfid i nezreagovaný uhličitan vápenatý.

Po ukončení oxidácie kaptaxu na altax sa prebytočná kyselina sírová neutralizuje s hydroxidom alebo kysličníkom vápenatým, pričom molárny pomer kysličníka alebo hydroxidu vápenatého ku prebytočnej kyseline sírovej je 0,01 : 1 až 1 : 1.

Vynález nájde uplatnenie pri vulkanizácii kaučukových zmesí. Získaný produkt obsahuje okrem altaxu i anorganické látky, ktoré slúžia vo funkcii inertného nosiča, zabezpečujúce presnejšie dávkovanie a lepší rozptyl aktívnej zložky vo vulkanizačnej zmesi.

Oproti doterajšiemu spôsobu výroby vzniká pri výrobe oveľa menej rozpustných látok, predovšetkým síranu sodného, ktorý sa ako odpad vo forme roztoku vypúšťal do odpadných vôd. V súčasnosti sa prevažná väčšina síranových iónov využije na výrobu síranu vápenatého, ktorý je vo funkcii nosiča aktívnej látky. Zlepší sa kvalita odpadných vôd, čo má dopad na zlepšenie životného prostredia.

#### Príklad 1

Do banky sa dalo 1 000 ml vápenatej soli kaptaxu (koncentrácie 10,05 g kaptaxu na 100 ml roztoku). K roztoku sa pridalo 300 ml 20 % hmot.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Po vyzrážaní kaptaxu sa po dobu 4 hodín dávkovo 160 ml vodného roztoku dusitanu sodného o koncentracii 20 g/100 ml roztoku. Počas dávkovania dusitanu sodného sa do banky vháňal vzduch v množstve 0,7 l/min. Získaná suspenzia sa odfiltrovala a premyla 800 ml vody. Filtračný koláč sa vysušil. Získaný altax obsahoval 68,0 % hmot. 2,2'-dibenzotiazolyldisulfidu a 31,9 % hmot. síranu vápenatého.

#### Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že po ukončení oxidácie sa k reakčnej suspenzii pridalo 40 g mletého uhličitanu vápenatého.

Získaný kaptax obsahoval 50,8 % hmot. 2,2'-dibenzotiazolyldisulfidu, 35,9 % hmot. síranu vápenatého prevažne v hemihydrátovej forme a 13,3 % hmot.  $\text{CaCO}_3$ .

#### Príklad 3

Postupovalo sa podľa príkladu 2 s tým rozdielom, že miesto vápenca sa dalo 40 g 20 % hmot. suspenzie hydroxidu vápenatého.

Získaný kaptax obsahoval 60,6 % hmot. 2,2'-dibenzotiazolyldisulfidu, 39,4 % hmot. síranu vápenatého.

Vynález nájde uplatnenie pri výrobe altaxu na inertnom nosiči, ktorý nájde uplatnenie ako urýchľovač pri vulkanizácii gumárenských zmesí.

## PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob výroby 2,2'-dibenzthiazolyldisulfidu vyznačujúci sa tým, že z vápenatej soli 2-merkaptobenzthiazolu pôsobením nadbytku kyseliny sírovej sa vyzráža síran vápenatý a 2-merkaptobenzthiazol, ktorý sa oxiduje kyslíkom v prítomnosti nitrozných plynov vzniklých reakciou vodného roztoku dusitanu sodného a kyselinou sírovou a po ukončení oxidácie sa vzniklý 2,2'-dibenzthiazolyldisulfid so síranom vápenatým oddelí od matečného roztoku.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa

tým, že po ukončení oxidácie sa prebytočná kyselina sírová zneutralizuje s uhličitanom vápenatým, pričom molárny pomer uhličitanu vápenatého ku prebytočnej kyseline sírovej je 0,01 až 10 : 1.

3. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že po ukončení oxidácie sa prebytočná kyselina sírová zneutralizuje s hydroxidom alebo kysličníkom vápenatým, pričom molárny pomer kysličníka alebo hydroxidu vápenatého ku prebytočnej kyseline sírovej je 0,01 až 1 : 1.