



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

209 578

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 31 03 80

(21) PV 2221-80

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 07 C 155/

(40) Zverejnené 27 02 81

(45) Vydané 15 02 82

(75)

Autor vynálezu POČR RÓBERT ing. CSc.

POLACH JÁN, BRATISLAVA a

SANDTNER STANISLAV ing., MODRA

(54)

Spôsob výroby dimetylditiokarbamidánu sodného

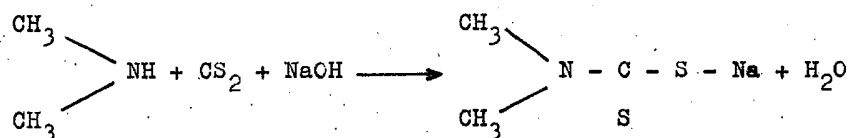
Spôsob výroby dimetylditiokarbamidánu sodného vo forme vodného roztoku kondenzáciou dimetylamínu, hydroxidu sodného a sirouhlíka vyznačujúci sa tým, že sa kondenzuje 36 až 14% vodný roztok dimetylamínu, 30 až 45% vodný roztok hydroxidu sodného a sirouhlík, pričom molárny pomer reagujúcich zložiek dimetylamín : hydroxid sodný : sirouhlík je 1 : 1 : 1,0 až 1,03, pri teplote 5 až 25 °C, počas 1 až 3 h dávkovania sirouhlíka do vodného roztoku dimetylamínu a hydroxidu sodného s nasledným doreagovaním reakčnej zmesi počas 1 h.

Vynález sa týka spôsobu výroby dimetylditiokarbamidánu sodného, kondenzáciou dimetylamínu, hydroxidu sodného a sírouhlíka pri ekvimolárnom dávkovaní reakčných komponent.

Vodný roztok dimetylditiokarbamidánu sodného sa používa pri polymerizácii kaučuku.

Podľa dosiaľ zaužívaného postupu výroby sa dimetylditiokarbamidán sodný vyrába vo forme vodného roztoku, kondenzáciou dimetylamínu, sírouhlíka a hydroxidu sodného.

Kondenzácia prebieha vo vodnom prostredí pri teplote + 15 °C až + 20 °C za normálneho tlaku po dobu 8 hodín reakcie.



Podľa dosiaľ zaužívaného postupu výroby sa dávkuje sírouhlík v molovom pomere k dimetylamínu 1,09 až 1,2 ku 1.

Nezreagovaný sírouhlík po kondenzácii sa necháva po odstavení miešania sedimentovať.

Doba sedimentácie je v priemere 2 h. Nevýhodou postupu je, nutný proces sedimentácie nezreagovaného CS<sub>2</sub>, jeho oddelenie, vracanie späť do výrobného cyklu, pričom je znečistený reakčnými splodinami, vlhkosťou a podobne.

Sedimentovaný sírouhlík spolu s rozpustnými reakčnými zložkami a časť vodou sa vracia späť do zásobníka CS<sub>2</sub>, čím sa zvyšuje jeho znečistenie, čo je nevýhodou.

Ďalšou nevýhodou je, že samotný vodný roztok želaného dimetylditiokarbamidánu sodného obsahuje voľný nezreagovaný sírouhlík niekedy až v množstve 2,0 kg/m<sup>3</sup>, čo predstavuje jednak straty nezreagovanej suroviny v produkte, ale zhoršuje i podmienky spracovania vodného roztoku dimetylditiokarbamidánu sodného vzhľadom na všeobecne známe toxické podmienky CS<sub>2</sub>.

Nevýhodou dosiaľ zaužívaného spôsobu výroby je i to, že do kondenzácie dimetylamínu so sírouhlíkom a NaOH sa nadávkováva hydroxid sodný v prebytku.

Dosiaľ používaný molárny pomer dimetylamínu a hydroxidu sodného je 1 ku 1,02.

Prebytočný hydroxid sodný ostáva z časti nezreagovaný a prechádza do vodného roztoku sodnej soli ditiokarbamatu, v niektorých prípadoch až v množstve 4,0 kg/m<sup>3</sup>.

Nezreagovaný NaOH predstavuje straty suroviny v produkte, ale i zhoršenie podmienok spracovania vodného roztoku sodnej soli dimetylditiokarbamidánu.

Ďalšia nevýhoda dosiaľ zaužívaného spôsobu výroby súvisí s predávkovaním sírouhlíka a hydroxidu sodného voči dimetylamínu počas kondenzácie, tým sú vytvorené podmienky pre ich vzájomnú reakciu. Reakciou prebytočného sírouhlíka a hydroxidu sodného dochádza ku vzniku nežiadúceho tritiokarbamatu sodného Na<sub>2</sub>CS<sub>3</sub>, ktorý spôsobuje zhoršenú kvalitu dimetylditiokarbamidánu sodného.

Ako vedľajší a neželateľný produkt reakcie zhoršuje zfarbenie roztoku dimetylditiokarbamidánu sodného.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob výroby dimetylditiokarbamidánu sodného vo forme vodného roztoku kondenzáciou dimetylamínu, hydroxidu sodného a sírouhlíka podľa vynálezu,

ktorého podstatou je, že sa kondenzuje vodný roztok dimetylamínu o koncentrácii 36 až 41% hmotnostných, vodný roztok hydroxidu sodného o koncentrácii 36 až 45 % hmotnostných a sírouhlík, pričom molárny pomer reagujúcich zložiek, dimetylamín : hydroxid sodný : sírouhlík je 1 : 1: 1,0 až 1,03, pri teplote 5 až 25 °C počas 1 až 3 hodín dávkovania sírouhlíka do vodného roztoku dimetylamínu a hydroxidu sodného s nasledným doreagovaním reakčnej zmesi počas 1 h.

Postupom podľa vynálezu sa zjednodušuje technologický postup výroby v tom, že odpaďá proces sedimentácie a operácie súvisiace s vracaním  $\text{CS}_2$  do výrobného procesu.

Ďalej sa pri postupe podľa vynálezu nedostáva  $\text{CS}_2$  do výsledného produktu.

V prípade použitia mierneho prebytku  $\text{CS}_2$  na kondenzáciu /prebytok 0,01 až 0,03 ml/, predstavuje tento zčasti manipulačné straty a len málo z neho sa dostáva rozpustné v roztoku dimetylditiokarbamidánu sodného.

Tým, že sa hydroxid sodný dávkuje v ekvimolárnom pomere voči dimetylamínu resp. i voči sírouhlíku, nedostáva sa voľný NaOH do výsledného produktu.

Pri postupe podľa vynálezu sa nepredávkováva hydroxid sodný a sírouhlík voči dimetylamínu, tým sa zabráni tvorbe nežiadúceho tri-tiokarbamatu sodného, čím sa podstatne zlepši čistota želaného produktu, ale i farebnosť roztoku.

Uvedeným postupom sa zabráni oranžovo-červenému sfarbeniu roztoku, pričom sa získa priehľadný, bezfarebný roztok sodnej soli ditiokarbamidánu sodného.

#### Príklad 1

Do 1 l trojhrdlovej banky opatrenej miešadlom a teplomerom, nadávkovacím lievikom na suroviny sa postupne nadávkovalo 47 ml vody, ďalej sa pridalo 93,7 g 100% NaOH vo forme vodného roztoku, 104,3 g dimetylamínu 100% vo forme 40% vodného roztoku.

Počas pridávania sa udržiavala vodným kúpeľom teplota v rozmedzí +15 až +20 °C.

Po nadávkovaní týchto surovín sa zmes miešala po dobu 30 min. pri uvedenej teplote.

Ďalej sa začal pridávať  $\text{CS}_2$  po dobu 3 hodín, pričom sa pridalo celkovo 183 g  $\text{CS}_2$ , počas pridávania sa reakčná zmes miešala a chladila vodným kúpeľom tak, aby teplota neprestúpila +20 °C.

Po ukončení pridávania  $\text{CS}_2$  sa roztok dimetylditiokarbamidánu sodného miešal cca 1,5 h a pridalo sa 53 ml vody.

Z roztoku bola odobraná vzorka, pričom sa zistilo:

|                                              |              |
|----------------------------------------------|--------------|
| koncentrácia dimetylditiokarbamidánu sodného | 40,35% hmot. |
| voľnealkálie vyjadrené ako NaOH              | 0%           |
| obsah $\text{CS}_2$                          | 0,75 g/l     |
| mechanické nečistoty stopy                   |              |
| číry a bezfarebný roztok                     |              |

#### Príklad 2

Do 1 l trojhrdlovej banky opatrenej miešadlom a teplomerom, dávkovacím lievikom na suro-

viny sa postupne nadávkovalo 47 ml vody, ďalej sa pridalo 92,7 g /2,32 mol/ 100% NaOH vo forme vodného roztoku, 104,3 g /2,32 mol/ dimetylamínu 100 % vo forme 40% vodného roztoku.

Počas pridávania sa udržiavala vodným kúpeľom teplota v rozmedzí +15 až 20 °C.

Po nadávkovaní týchto surovín sa zmes miešala po dobu 30 minút pri uvedenej teplote.

Ďalej sa začal pridávať CS<sub>2</sub> po dobu 1 hodiny, pričom sa celkove pridalo 183 g CS<sub>2</sub>/2,4 mol/.

Počas pridávania sa reakčná zmes miešala a chladila vodným kúpeľom tak, aby teplota neprekročila +20 °C.

Z hľadiska ďalšieho využitia sa roztok dimetylditiokarbamidánu sodného zriedil 53 ml vody.

Po odobratí vzorky sa zistilo:

koncentrácia dimetylditiokarbamidánu sodného 40,33% hmot.

voľné alkálie vo forme NaOH 0 % hmot.

obsah CS<sub>2</sub> 0,64 g/l

mechanické nečistoty stopy

číry bezfarebný roztok

### Príklad 3

Do 1 l trojhrdlovej bankyopatrenej miešadlom, teplomerom a dávkovacím lievikom na suroviny sa postupne nadávkovalo 47 ml vody.

Ďalej sa pridalo 92,7 g /2,32 mol/ 100% NaOH vo forme vodného roztoku.

Počas pridávania sa udržiavala teplota vodným kúpeľom v rozmedzí +8 až +20 °C.

Po nadávkovaní týchto surovín sa zmes miešala po dobu 20 minút pri uvedenej teplote.

Ďalej sa pridával CS<sub>2</sub> po dobu 1 hodiny, pričom sa celkove pridalo 178,3 g /2,32 mol/ CS<sub>2</sub>.

Počas pridávania sa reakčná zmes miešala a chladila vodným kúpeľom tak, aby teplota neprekročila +20 °C.

Ďalej sa roztok zriedil 53 ml vody a odobrala sa vzorka, pričom sa zistilo:

koncentrácia dimetylditiokarbamidánu

sodného bola 40,57%

voľné alkálie vo forme NaOH 0

obsah CS<sub>2</sub> stopy

roztok bol číry bezfarebný

### P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob výroby dimetylditiokarbamidánu sodného vo forme vodného roztoku kondenzáciou dimetylamínu, hydroxidu sodného a sírouhlíka vyznačujúci sa tým, že sa kondenzuje 36 až 14% vodný roztok dimetylamínu, 30 až 45% vodný roztok hydroxidu sodného a sírouhlík, pričom molárny pomer reagujúcich zložiek dimetylamín : hydroxid sodný : sírouhlík je 1 : 1 : 1,0 až 1,03,

pri teplote 5 až 25 °C,

počas 1. až 3 h dávkovania sírouhlika do vodného roztoku dimetylamínu a hydroxidu sodného s nasledným doreagovaním reakčnej zmesi počas 1 h.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa kondenzuje dimetylamín, hydroxid sodný a sírouhlík v molárnom pomere 1 : 1 : 1.
3. Spôsob podľa bodu 1 a 2 vyznačujúci sa tým, že sa kondenzácia uskutočňuje počas 1 h bez doreagovania.