



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

197 512 ✓
(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené

(21)

30 11 76

PV 7731-76

(51) Int. Cl.³

C 07 D 277/72

(40) Zverejnené

(45) Vydané

31 08 79

01 5 82

(75)

Autor vynálezu KAČÁNI STANISLAV ing. CSc., KLUČOVSKÝ PAVOL ing. CSc., KRIŽÍK KAROL ing.,
RIŠKA MILOSLAV ing., KARDOŠ EMIL RNDr., BRATISLAVA a VRBA LUBOMÍR ing.,
PRAHA

(54)

Spôsob predčistenia surovej taveniny 2-merkaptobenzťiazolu

1

Vynález popisuje spôsob predčistenia surovej taveniny 2-merkaptobenzťiazolu, vyrábaného obvykle tlakovou reakciou anilínu so sírouhlíkom a sírou pri vysokých teplotách a tlakoch. Na princípe tejto reakcie pripravená surová tavenina 2-merkaptobenzťiazolu je po expanzii na hranicu atmosferického tlaku znečistená nielen prítomnosťou vysokomolekulových smolovitých látok neznámeho zloženia, ale aj celým radom relatívne prchavých zložiek ako sú zvyšky vstupných surovín, benzťiazol, tiokarbanilid, fenylizotiokyanát a 2-fenylaminobenzťiazol. Pri bežných postupoch jej ďalšieho spracovania sa prchavé kontaminujúce zložky nákladne odstraňujú a podľa potreby recyklujú, čím sa zvýšia výťažky 2-merkaptobenzťiazolu vzťahované na vstupné suroviny. Nedokonalým oddelením prímiesi zo surovej taveniny sa negatívne ovplyvňuje životné prostredie a to množstvom a zložením odpadu pri jej spracovaní na následné deriváty komerčného charakteru. Predčistenie surovej taveniny 2-merkaptobenzťiazolu oddelením prímiesi a ich recirkulácia je napríklad predmetom patentového spisu US 2 090 233, podľa ktorého sa tavenina vystupujúca z reaktora prepiera sírouhlíkom a roztok kontaminujúcich zložiek v extrahovadle sa vracia do reakcie. Pri zhoršení kvality výstupnej taveniny sa recyklovaný sírouhlík destiluje. Nevýhodou postupu je použitie veľkého množstva sírouhlíka a pokles výťažkov 2-merkaptobenzťiazolu vplyvom jeho strát vo zvyškoch po destilácii rozpúšťadla.

V pat. spise US 2 658 846 a 2 730 528 a jap. pat. 4 886/1955 je popísaný spôsob oddelenia prímiesí, pri ktorom sa surová tavenina 2-merkaptobenzťiazolu temperuje prehriatou vodnou parou pri 170 až 240 °C. Po kondenzácii sa organická fáza oddelí a recykluje. Nevýhodou týchto postupov je tvorba veľkého množstva odpadných vôd. V japonskom patente 2 022 569 sa popisuje oddelenie prímiesí od 2-merkaptobenzťiazolu rozdestilovaním surovej taveniny pri tlaku 65 až 650 Pascal a teplote 200 až 220 °C kontinuálnym spôsobom. Získané prímiesi sa použijú v recykle do reaktora. Nevýhodou je nutnosť prevádzky pri nízkych tlakoch a možnosť vzniku výbušných zmesí netesnosťou zariadenia.

Výskumom sa zistilo, že k predčisteniu surovej taveniny 2-merkaptobenzťiazolu sa dá využiť plynný intaktný nosič s výhodou sírovodík, ktorý vzniká priamo v procese syntézy účinnej látky. Prúdom recyklovaného sírovodíka sa z taveniny odstráni takmer úplne sírouhlík, anilín, benzťiazol, fenyľizotiokyanát, tiokarbanilid a čiastočne aj 2-fenylaminobenzťiazol. Postup zachováva všetky výhody oddelenia prchavých zložiek, zvýšenia výťažkov a zlepšenia životného prostredia, ktoré sú spomenuté v úvode. Tavenina 2-merkaptobenzťiazolu spracovaná uvedeným spôsobom zjednodušuje postupy pri jej spracovaní na vodné roztoky solí 2-merkaptobenzťiazolu a zvyšodňuje výrobu komerčných derivátov na jeho báze.

Problém predčistenia surovej taveniny 2-merkaptobenzťiazolu odstránením prchavých látok rieši spôsob podľa vynálezu spočívajúci v tom, že sa plynný sírovodík privádza do spodnej časti kolony, kde sa dostáva do styku s protiprúdnou prichádzajúcou surovou taveninou. Pre tento účel môže byť použitá kolona náplňová alebo etážová. Sírovodík nasýtený prchavými zložkami odchádza hlavou a surová tavenina zbavená prchavých podielov spodom použitej kolony. Prchavé podiely sa zo sírovodíka oddelia vykon- denzovaním, absorpciou alebo adsorpciou. Takto získané prchavé podiely sa použijú znova na syntézu 2-merkaptobenzťiazolu. K predčisteniu na požadovaný stupeň sa použije 0,2 až 10 kg sírovodíka na 1 kg 2-merkaptobenzťiazolu v surovej tavenine. Sírovodík zbavený prchavých podielov sa transportným zariadením vracia späť do spodu kolony. Transportným zariadením môže byť ventilátor, dmýchadlo, kompresor, turbodmýchadlo. Výber je určený tlakovou stratou v sírovodíkovom okruhu.

Príklad:

Surová tavenina 2-merkaptobenzťiazolu z vysokotlakového trubkového reaktora AO 197 513 s obsahom 80,7 % hmotnostných 2-merkaptobenzťiazolu sa cez redukčný ventil 1 kontinuálne privádza na hlavu náplňovej kolony 2. Kolona 2 pracuje pri atmosferickom tlaku a teplote 200°C na hlave. Do spodnej časti kolony 2 sa ventilátorom 4 privádza plynný sírovodík v množstve 0,7 kg na 1 kg 2-merkaptobenzťiazolu. Zo spodnej časti kolony 2 vystupuje predčistená tavenina, ktorá má v hmotnostných % zloženie:

2-merkaptobenzťiazol	92,3
2-fenylaminobenzťiazol	2,7

benztiazol	0,3
síra	0,5
smolovité kontaminujúce	
zložky	4,1

Sírovodík odchádzajúci z hlavy kolony 2, do ktorého prešli prchavé zložky zo surovej taveniny 2-merkaptobenztiazolu, sa ochladí v zväzkovom trubkovom chladiči 3 na teplotu 30 °C. Vykonzenzovaný podiel obsahujúci 78,5 hmotnostných % benztiazolu odchádza spodom chladiča 3 a vracia sa späť do reaktora na syntézu 2-merkaptobenztiazolu. Sírovodík sa za chladičom 3 delí. Časť odchádza zo systému na ďalšie spracovanie, druhá časť sa ventilátorom 4 vháňa do kolony 2. Schéma zapojenia aparátov používaných k predčisteniu surovej taveniny 2-merkaptobenztiazolu je znázornená na priloženom výkrese.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob predčistenia surovej taveniny 2-merkaptobenztiazolu sa vyznačuje tým, že sa prchavé kontaminujúce zložky odstránia pôsobením reakciou vznikajúceho sírovodíka v množstve 0,2 až 10 kg s výhodou 0,5 až 1 kg na 1 kg 2-merkaptobenztiazolu pri teplote 160 až 250 °C s výhodou 190 až 210 °C.
2. Spôsob podľa bodu 1 sa vyznačuje tým, že sa prchavé zložky unášané prúdom sírovodíka oddelia a využijú pri výrobe 2-merkaptobenztiazolu.

1 výkres

