



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

242167
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 277/80

(22) Prihlášené 23 07 84
(21) (PV 5633-84)

(40) Zverejnené 22 08 85

(45) Vydané 15 09 87

[75]

Autor vynálezu

ĎURIŠ JURAJ ing., BRATISLAVA; DEMOVIČ STANISLAV ing., PEZINOK;
VRBA DUŠAN ing.; HAUSKRECHT PETER ing.; POSPECH DUŠAN ing.;
ZAHRADNÍK MILOSLAV ing.; POÓR ALEXANDER, BRATISLAVA

(54) Spôsob spracovania smolovitých látok z výroby N-cyklohexylbenzťiazol-2-sulfénamidu

1

2

Predmetom riešenia je spracovanie smolovitých látok z výroby N-cyklohexylbenzťiazol-2-sulfénamidu, ktorý sa používa ako urýchlovač v gumárenskom priemysle.

Smolovité látky zreagujú s hydroxidom alkalických kovov alebo hydroxidom alebo oxidom kovov alkalických zemín za uvoľnenia cyklohexylamínovej vodnej vrstvy, ktorá sa oddelí. Po reakcii smolovitých látok s hydroxidom alebo oxidom kovov alkalických zemín reakčná zmes zreaguje s kremičitanom alkalických kovov a smolovité látky sa naviažu na vzniknutý kremičitan kovu alkalických zemín, ktorý sa oddelí od vodného roztoku. Reakcia prebieha výhodne pri teplote 50°C až teplote varu zmesi.

Vynález rieši spôsob spracovania smolovitých látok z výroby N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu, ktorý sa používa v gumárenskom priemysle pri spracovaní prírodných a syntetických kaučukov ako bezpečný urýchľovač s oneskoreným účinkom.

N-Cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamid ako účinná látka produktu známeho pod obchodným názvom Sulfenax CB/K sa vyrába postupmi uvedenými v AO čísl. 215 179 a 225 046, ktoré spočívajú v reakcii 2-merkaptobenzotiazolu s nadbytkom cyklohexylamínu a následnej oxidácii vzniknutej cyklohexylamínovej soli s oxidačným činidlom, napr. chlórňanom sodným. Výhodou tohoto postupu je skutočnosť, že všetky vedľajšie látky vznikajúce v procese oxidačnej kondenzácie oxidačným činidlom v nadbytku cyklohexylamínu ostávajú rozpustené v cyklohexylamíne a od výsledného produktu sa oddeľujú filtráciou.

V čs. AO č. 221 005 sa rieši spracovanie matečných roztokov po filtrácii N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu. Po oddestilovaní cyklohexylamínu, ktorý sa vracia do výrobného procesu ostávajú vedľajšie látky vo forme smôl, ktoré ostávajú nepríjemným odpadom. Okrem toho ostáva určitá časť cyklohexylamínu aj po destilácii v odpadných smolách, kde je chemicky viazaná.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom spracovania smolovitých látok z výroby N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu, ktorého podstata spočíva v tom, že smolovité látky reagujú vo vodnom prostredí s hydroxidom alkalického kovu alebo oxidom alebo hydroxidom kovov alkalických zemín. Hmotnostný pomer smôl ku hydroxidom alkalického kovu alebo oxidu alebo hydroxidom kovov alkalických zemín je 1:0,05 až 1:3. Teplota počas reakcie je v rozmedzí 50 °C až teplota varu reakčnej zmesi. Reakciou uvoľnený cyklohexylamín sa vo forme vodného roztoku oddeľí od zvyšku smôl. Z vodného roztoku je možné získať cyklohexylamín bežnými operáciami napríklad destiláciou alebo rektifikáciou.

Po reakcii smolovitých látok s oxidom alebo hydroxidom kovov alkalických zemín sa k reakčnej zmesi pridá kremičitan alkalického kovu. Mólový pomer hydroxidom alebo oxidu kovu alkalických kovov ku kremičitanu alkalického kovu je 0,3:1 až 3:1. Na vzniknutý kremičitan kovu alkalických zemín sa naviažu produkty hydrolýzy smolovitých látok a kremičitan kovu alkalických zemín sa od vodného roztoku oddeľí. Z vodného roztoku je možné získať destiláciou alebo rektifikáciou cyklohexylamín. Po reakcii sa získa kremičitan kovov alkalických zemín s naviazanými zvyškami smolovitých látok a vo vzniknutej suspenzii sa po filtrácii získa produkt, v ktorom sú zvyšky smôl viazané na veľkom povrchu natoľko pevne, že nedochádza k ich vratnému uvoľňovaniu. Získaný produkt má po vysušení práškovitý charakter.

Postupom podľa vynálezu je možné získať predovšetkým z odpadných smôl cyklohexylamín, ktorý je cennou surovinou. Okrem toho pri použití hydroxidu alebo oxidu kovu alkalických zemín s následným vyzrážaním s vodným roztokom kremičitanu alkalického kovu sa získa dobre filtrovateľná zrazenina s možnosťou izolácie pevného produktu, ktorého vlastnosti sú z ekologického a manipulačného hľadiska v porovnaní s odpadovými smolami ďaleko výhodnejšie. Taktiež prichádza do úvahy využitie tohoto materiálu v stavebníctve, resp. v iných odvetviach priemyslu.

Príklad 1

70 g technického oxidu vápenatého sa zmieša s 150 ml vody a po dosiahnutí teploty 95 °C sa k zmesi pridá 50 g organických smolovitých látok z výroby N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu. Po homogenizácii pri teplote varu zmesi a následnej hydrolýze odpadných smôl sa k zmesi pridá 50 g vodného roztoku kremičitanu sodného (vodné sklo) a 30 ml vody. Po ochladení zmesi a odfiltrovaní vzniknutej zrazeniny sa získa pevná látka nelepivej konzistencie a filtrát, obsahujúci 8128 mg/l cyklohexylamínu.

Príklad 2

Postupuje sa s tým rozdielom, že miesto 70 g technického oxidu vápenatého sa použije 93 gramov technického hydroxidu vápenatého a do studeného vápenného mlieka sa pridáva odpadná smola z výroby N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu zohriata na teplotu 120 °C. Po hydrolýze smôl a následnej adsorpcii rozkladného produktu smôl na vyzrážacom kremičitane sa získa okrem pevného produktu filtrát obsahujúci 6243 mg/l cyklohexylamínu.

Príklad 3

Postupuje sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že po hydrolýze odpadných smôl sa vodná vrstva s obsahom 7250 mg/l cyklohexylamínu oddeľí ešte pred pridaním vodného roztoku kremičitanu sodného. Po vyzrážaní kremičitanu vápenatého s adsorbovanými zvyškami smôl a odfiltrovaní zrazeniny sa v druhom filtráte nachádza 87 mg/l cyklohexylamínu.

Príklad 4

Postupuje sa podľa príkladu 1 ale namiesto oxidu vápenatého sa použije 45 g hydroxidu sodného. Po reakcii obsahuje vodná vrstva, ktorá sa od reakčnej zmesi oddeľí 8050 mg/l cyklohexylamínu.

Vynález je možné použiť pri výrobe N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu, ktorý sa používa ako urýchlovač vulkanizácie. Postupom podľa vynálezu sa získa cyklohexylamín, ktorý možno regenerovať a vracáť do

výrobného procesu. Súčasne sa získava inertný, pevný a dobre manipulovateľný odpadný produkt s možnosťou ďalšieho využitia, napr. v stavebnom priemysle.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob spracovania smolovitých látok z výroby N-cyklohexylbenzotiazol-2-sulfénamidu vyznačujúci sa tým, že vo vodnom prostredí sa na smolovité látky pôsobí hydroxidom alkalického kovu, alebo oxidom alebo hydroxidom kovov alkalických zemín, pričom hmotnostný pomer smôl ku hydroxidu alkalického kovu, alebo oxidu alebo hydroxidu kovov alkalických zemín je 1 : 0,05 až 1 : 3, teplota je v rozmedzí 50 °C až teplota varu reakčnej zmesi, pričom sa reakciou uvoľnený cyklohexylamín vo forme vodného roztoku oddelí od zvyšku smôl.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že po reakcii smolovitých látok s oxidom alebo hydroxidom kovov alkalických zemín sa k reakčnej zmesi pridá kremičitan alkalického kovu, pričom mólový pomer hydroxidu alebo oxidu kovu alkalických zemín ku kremičitanu alkalického kovu je 0,3 : 1 až 3 : 1 a po tej čo sa na vzniknutý kremičitan kovu alkalických zemín naviažu produkty hydrolýzy smolovitých látok, kremičitan kovu alkalických zemín sa od vodného roztoku oddelí.