



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

197 513 ✓

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlásené 25 08 77

(21) PV 5564-77

(51) Int. Cl.³

C 07 D 277/72

(40) Zverejnené 31 08 79

(45) Vydané 01 5 82

(75)

Autor vynálezu KAČÁNI STANISLAV ing. CSc., MAŠEK JÁN ing., KLÚČOVSKÝ PAVOL ing. CSc.,
RIŠKA MILOSLAV ing., KRÍŽIK KAROL ing., KARDOŠ EMIL RNDr., BRATISLAVA

(54) Spôsob kontinuálnej prípravy 2-merkaptobenzťiazolu

1

Vynález sa týka spôsobu kontinuálnej prípravy 2-merkaptobenzťiazolu z anilínu, sírouhlika a kvapalnej síry v trubkovom reaktore s vyčlenenou predohrievacou a reakčnou zónou, pri separátnom dávkovaní kvapalnej síry medzi výstup z predohrievacej a vstup do reakčnej zóny.

Obece sa 2-merkaptobenzťiazol vyrába tlakovou reakciou anilínu so sírouhlikom a sírou v diskontinuálnych miešaných, respektíve kontinuálnych trubkových reaktoroch, pričom sa najčastejšie používa anilín a roztok síry v sírouhliku v rôznych molárnych pomeroch.

Napríklad podľa USP 1 631 871 sa do autoklávu nadávajú jednorázove všetky suroviny a reakcia sa uskutoční za zvýšenej teploty a tlaku. Podľa kanadského patentu 938 296 sa anilín, sírouhlika a síra dávkujú súčasne do systému pozostávajúceho z dvoch trubkových, alebo miešaného a trubkového reaktora. Reakciou pri 200 až 300 °C a tlaku 7 až 15 MPA sa po odstránení prchavých zložiek získa 2-merkaptobenzťiazol vo výťažku 85 až 89 %. Podľa USP 3 818 025 sa za analogických podmienok pripraví produkt vo výťažku 85 až 88 % v systéme diskontinuálnych miešaných reaktorov. V žiadnom z patentovaných postupov prípravy 2-merkaptobenzťiazolu nie sú definované podmienky, pri ktorých sa až následne dávkuje do reakcie kvapalná síra, respektíve podmienky, pri ktorých sa uskutoční primárna reakcia anilínu so sírouhlikom.

197 513

Zistili sme, že kontinuálnou reakciou anilínu so sírouhľikom a sírou sa dá pripraviť 2-merkaptobenzotiazol vo vysokom výťažku a vysokej kvalite surovej taveniny pri použití systému dvoch trubkových telies, z ktorých prvé pracuje ako predohrievač reakčnej zmesi anilínu so sírouhľikom. Kvapalná siera z dávkovača sa dávkuje separátne do zmesi anilínu a sírouhľika predohriatej na 130 ° až 280 °C s výhodou 150 ° až 190 °C a reakcia sa uskutoční pri 280 ° až 290 °C v atmosfére vznikajúceho sírovodíka a odpovedajúcim tlaku 9,5 až 10,5 MPa.

Zariadenie k uskutočneniu vyššie uvedeného spôsobu kontinuálnej výroby 2-merkaptobenzotiazolu pozostáva z trubkovej predohrievacej zóny 3, spojenej s trubkovou reakčnou zónou 8. Reakčná zmes anilínu a sírouhľika vstupom 2 sa dávkuje do trubkovej predohrievacej zóny 3 dávkovačom 1. Medzi výstup 4 z trubkovej predohrievacej zóny 3 a vstup 7 do trubkovej reakčnej zóny 8 je umiestnený výstup 6 z dávkovača 2 kvapalnej síry. Odpovedajúci tlak 9,5 až 10,5 MPa sa v celom systéme udržiava redukčným ventilom 9.

Po expanzii a odstránení nižšievrúcich podielov včítane benzotiazolu v zmysle AO 197 512 sa získa surová tavenina s obsahom najviac 5% smolovitých kontaminujúcich zložiek pri celkovom výťažku 2-merkaptobenzotiazolu 92,0%. Jej rafináciou, napríklad amoniakálnou extrakciou v prítomnosti trichloretylénu, respektíve chlórbenzénu podľa AO 168 884 a vyzrážaním amonnej soli zriedenou kyselinou sírovou sa pripraví technický 2-merkaptobenzotiazol /Pneumax MBT, Kaptax/ a oxidačnou kondenzáciou amonnej soli chlórnanom sodným za prítomnosti cyklohexylamínu sa pripraví N-cyklohexyl-2-benzotiazylsulfenamid /Sulfenax CB/, pričom obidva finálne produkty vykazujú špičkovú analytickú a aplikačnú kvalitu.

Predstavu o výhodnosti nami navrhovaného kontinuálneho spôsobu výroby 2-merkaptobenzotiazolu je možné nadobudnúť z nasledujúcich príkladov.

Príklad 1:

Do predohrievacej zóny 3 trubkového reaktora o objeme 5,0 l sa dávkovačom 1 dávkuje za hodinu:

4,46 kg /0,0479 kmol/ anilínu a 3,70 kg /0,0480 kmol/ sírouhľika.

Reakčná zmes 2 sa udržiava na teplote 170 °C, pričom medzi výstup 4 z predohrievacej zóny 3 a vstup 7 do reakčnej zóny 8 sa dávkuje za hodinu 1,53 kg /0,0480 kmol/ kvapalnej síry vstupom 6 z dávkovača 2. V trubkovej reakčnej zóne 8, o objeme 12,0 l sa udržiava teplota 280 ° až 290 °C a redukčným ventilom 9 zaradeným na konci reakčnej zóny 8 sa v celom systéme udržiava tlak 9,5 až 10,5 MPa. Po expanzii a odstránení nižšievrúcich podielov včítane benzotiazolu sa získa surová tavenina s obsahom 4,10 % smolovitých kontaminujúcich zložiek v celkovom výťažku 2-merkaptobenzotiazolu 92,1 %.

Príklad 2 /porovnávací - zvyhodňujúci postup podľa 1/:

Do bezzonového trubkového reaktora o objeme 17,0 l sa dávkuje súčasne za hodinu:
6,32 kg /0,068 kmol/ anilínu 5,24 kg /0,069 kmol/ sírouhľika

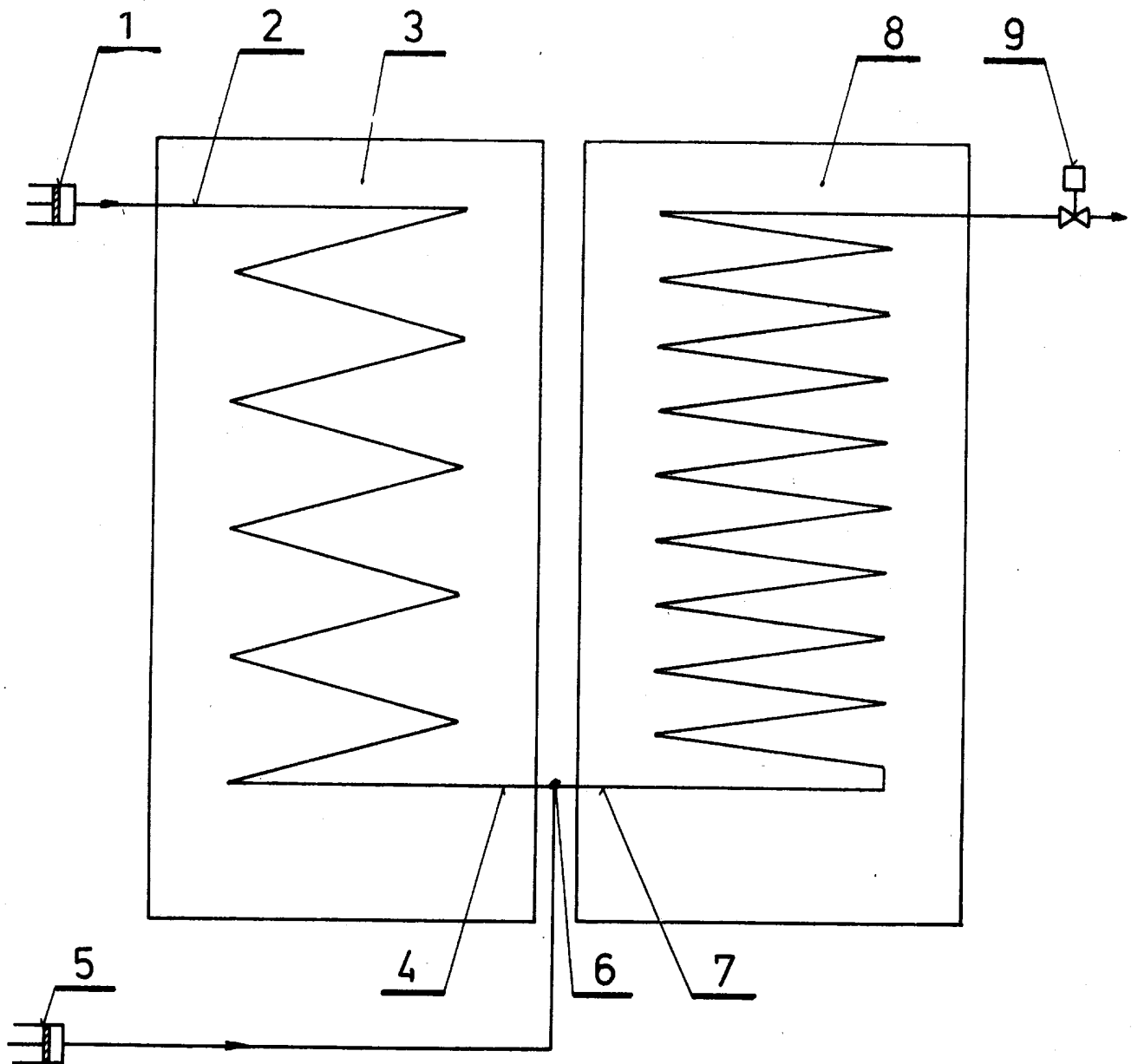
2,18 kg /0,068 kmol/ kvapalnej síry.

Zmes sa udržiava pri teplote 280 ° až 290 °C a tlaku 9,5 až 10,5 MPa. Po odstránení nižšievrúcich podielov vrátane benzotiazolu sa získa surová tavenina s obsahom 7,70 % smolovitých kontaminujúcich zložiek v celkovom výťažku 2-merkaptobenzotiazolu 86,2 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob kontinuálnej prípravy 2-merkaptobenzotiazolu z anilínu, sírouhlíka a kvapalnej síry vyznačený tým, že sa kvapalná síra dávkuje separátne do zmesi anilínu a sírouhlíka predohriatej na 130 ° až 280 °C s výhodou 150 ° až 190 °C a reakcia síry s predohriatou zmesou anilínu a sírouhlíka sa uskutoční pri 280 ° až 290 °C a odpovedajúcom tlaku 9,5 až 10,5 MPa.
2. Zariadenie k uskutočneniu spôsobu podľa bodu 1 vyznačené tým, že pozostáva z trubkovej predohrievacej zóny /3/ spojenej s trubkovou reakčnou zónou /8/, pričom medzi výstup /4/ z predohrievacej zóny /3/ a vstup /7/ do reakčnej zóny /8/ je umiestnený výstup /6/ z dávkovača /5/ kvapalnej síry.

1 výkres



Vytiskly Moravské tiskařské závody,
provoz 12, Leninova 15, Olomouc

Cena: 2,40 Kčs