Всесоюзная патентно-техническая библиотека МБА

СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 689174 A

4(51) C 07 D 277/80//C 08 J 3/24

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 2565916/23-04
(22) 09.01.78
(46) 15.05.85. Бюл. № 18
(72) П.А. Пирогов, Р.А. Акчурина, Р.С. Левина, Б.Н. Горбунов, В.И. Парамонов, С.Ю. Сизов, В.Г. Школьный, С.А. Аношин, Н.П. Утробин, С.В. Суханов и В.К. Рыков

(53) 547.789.6'.867.4.07(088.8)
(56) 1. Патент США № 3600398, кл. 260-306, опублик. 1971.

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ N-ОКСАДИЭТИЛЕНБЕНЗТИАЗОЛИЛ-2-СУЛЬФЕНАМИДА взаимодействием 2-меркаптобензтиазола с морфолином, взятым в избытке, в присутствии окислителя, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью упрощения технологии и улучшения качества продукта, в качестве окислителя используют перекись водорода и процесс ведут путем добавления перекиси водорода в морфолине к смеси 2-меркаптобензтиазола и морфолина.

(19) SU (11) 689174 A

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения N--оксадиэтиленбензтиазолил-2-сульфенамида (сульфенамида М), который используют в химической промышленности в качестве ускорителя вулканизации каучуков общего назначения.

Известен способ получения сульфенамида М, заключающийся в том, что смесь 2-меркаптобензтиазола и морфолина подвергают вазимодействию с окислителем в присутствии воды [1]. В качестве окислителей используется хлор, бром, йод или гипохлорид щелочного металла. Окисление проводят при температуре 25-40°С в течение 10-20 мин. Соотношение 2-меркаптобензтиазол:морфолин равно 1:(8-10). Выход 94-96%. Т.пл. 85°С.

Недостатком указанного способа является использование в процессе галогена, трудности регенерации избыточного морфолина ввиду получения большого количества минеральных солей.

Цель изобретения - упростить технологию получения сульфенамида М и улучшить качество продукта.

Для этого смесь 2-меркаптобензтиазола с морфолином обрабатывают перекисью водорода в морфолине.

Если перекись водорода добавлять к смеси 2-меркаптобензтиазола и морфолина без предварительного смешения ее с морфолином, то целевой продукт получается с низким выходом (70%, т. пл. 83-84°С). Проведение реакции через продукт взаимодействия морфолина с перекисью водорода исключает ряд побочных реакций, в результате чего повышается выход продукта и улучшается его качество (выход 90-94%, т. пл. 86-87°С).

Для проведения реакции 2-меркаптобензтиазол растворяют в морфолине (соотношение 2-меркаптобензтиазол: морфолин 1:5,6) и добавляют к полученному раствору смесь морфолина и перекиси водорода [соотношение морфолин:перекись водорода 1:(2,7-4)] в течение 5-7 мин.

Морфолин регенерируют с выходом 95% на колонне с затопленной насадкой в токе углекислоты, которая циркулирует в замкнутом цикле.

Пример 1. В трехгорлую колбу емкостью 350 мл, снабженную мешалкой и термометром, загружают 20 г (0,12 г-мол) 2-меркаптобензтиазола и 60 мл (0,68 г-мол) морфолина. Смесь нагревают до 60°С и выдерживают при этой температуре 10 мин. Полученный раствор охлаждают до 20°С и добавляют смесь 60 мл (0,68 г-мол) морфолина и 15 мл (0,168 г-мол) перекиси водорода в течение 5 мин. Температура в реакционной смеси поднимается до 75-80°С. Получают 28,4 г сульфенамида М (выход 94%, считая на 2-меркаптобензтиазол) с т. пл. 87°С.

Для выделения сульфенамида М из морфолинового раствора к последнему в течение 10 мин при 20-25°С прибавляют воду в количестве, равном количеству морфолина, которое остается в реакционной массе после окончания реакции окисления. Полученную суспензию отфильтровывают, промывают до pH-9 и сушат при 50°С.

Пример 2. В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой и термометром, загружают 20 г (0,12 г-мол) 2-меркаптобензтиазола и 60 мл (0,68 г-мол) морфолина. Смесь нагревают до 60°С и выдерживают при этой температуре 10 мин. Полученный раствор охлаждают до 20°С и добавляют смесь 40 мл (0,456 г-мол) морфолина и 15 мл (0,168 г-мол) перекиси водорода в течение 7 мин. Получают 27,2 г сульфенамида М (выход 90%, считая на 2-меркаптобензтиазол), т. пл. 86°С. Продукт выделяют как описано в примере 1.

Предлагаемый способ позволяет вести процесс непрерывно, обеспечивает получение целевого продукта высокого качества без дополнительной очистки (т.пл. 86-87°С).

ВНИИПИ Заказ 2841/4 Тираж 384 Подписное

Филиал ППП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4