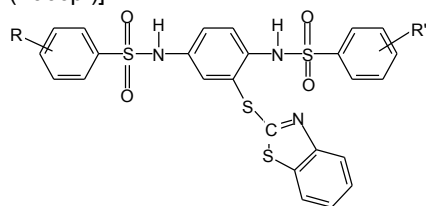


Корисна модель відноситься до способу одержання багатофункціональних присадок до змазок, які використовуються, наприклад, у важко навантажених вузлах тертя ковзання та коливання, а також у абразивних та обводнених середовищах, діючих при підвищених температурах (до 420°C).

Відомо використання для цих цілей присадок наступної формули [Патент України на винахід №76857 (2006р.)]



R, R'=H, 4-CH₃

Відомий спосіб одержання цих сполук, прийнятий за прототип, шляхом реакції приєднання 2-меркаптобензтіазолу до 1,4-хінондибензосульфоніміду в присутності каталізаторів (триетаноламін, сірчана кислота або її комплекс із діоксаном), як правило, в середовищі хлороформу, з наступним виділенням кінцевого продукту поступовим упарюванням його розчину у хлороформі, промивкою осаду ефіром або петролейним ефіром (т. кип. (35-45)°C. Вихід технічного продукту становить (52-65)%, температура плавлення технічного продукту - (145-152)°C, очищеного - (169,5-172)°C. [R. Adams, E.F. Elslager and T.E. Young // J. Am. Chem. Soc. 1953, Vol. 75, p.664]

До основних недоліків цього способу одержання слід віднести наступне:

- використання як вихідного продукту технологічно важкодоступного 1,4-хінондибензосульфоніміду, так як останній одержують окисленням 1,4-фенілендибензосульфаміду біхроматами лужних металів або Pb₃O₄ з наступним виділенням фільтрацією, промивкою, сушкою і перекристалізацією із етилацетату [R. Adams, A.S. Nagarkatti // J. Am. Chem. Soc. 1950, Vol. 72, p.4601], що призводить до втрати продукту, додатковій кількості відходів і збільшенні матеріального індексу процесу;

- використання як розчинника для проведення реакції приєднання хлороформу визиває труднощі при виділенні продукту, так як цільовий продукт (2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендибензосульфамід) не кристалізується із хлороформу, а утворюється у вигляді смолоподібної маси, яку важко вивантажувати із апарата, крім цього, хлороформ має наркотичні властивості, а також є озоноруйнівною сполукою, що утруднює його використання як з екологічних причин, так і у зв'язку з вимогами охорони праці [Лазарев Н.В. «Вредные вещества в промышленности», Химия, 1976 г., стор.190-196];

- низький вихід цільового продукту.

Задачею корисної моделі є використання більше доступного вихідного продукту і більше технологічного розчинника, а також підвищення виходу цільового продукту.

Поставлена задача вирішується способом одержання багатофункціональних присадок до змазок вище наведеної формули (відповідного 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендибензосульфаміду), згідно з яким як вихідну сполуку використовують відповідний 1,4-хінондибензосульфонімід у вигляді реакційної маси, одержаної окисленням відповідного 1,4-фенілендибензосульфаміду в оцтовій кислоті, заміни хлороформу на технологічно більш придатний розчинник - оцтову кислоту.

Як окислювач 1,4-фенілендибензосульфаміду використовують сполуки чотиривалентного свинцю, наприклад, свинцевий сурик, діоксид свинцю, тетраацетат свинцю.

Реакцію приєднання проводять в присутності каталітичної кількості сірчаної або соляної кислоти.

Процес ведуть у такий спосіб.

Відповідний 1,4-фенілендибензосульфамід піддають окисленню в середовищі оцтової кислоти в присутності сполуки чотиривалентного свинцю при кімнатній температурі протягом 2-х годин. Після закінчення окислення до реакційної маси додають каталітичну кількість сірчаної або соляної кислоти, 2-меркаптобензтіазол (каптакс) і дають видержку протягом 3-х годин. Після закінчення реакції приєднання реакційну масу фільтрують, промивають до нейтрального середовища промивних вод і сушать одержаний 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендибензосульфамід. Вихід готового продукту становить більше 95%, якість продукту така сама як і продукту, одержаного в умовах прототипу (з використанням 1,4-хінондибензосульфоніміду, після виділення із реакційної маси як вихідної сполуки).

Пропонуємий метод одержання 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендибензосульфаміду дозволяє використовувати більш доступну вихідну сировину, більше технологічний розчинник - оцтову кислоту із якої цільовий продукт добре кристалізується і підвищити вихід цінного продукту за рахунок виключення втрат як при виділенні 1,4-хінондибензосульфоніміду, так і при виділенні цільового продукту.

Порівняння рішення, що заявляється, із прототипом показує, що заявляється спосіб одержання багатофункціональної присадки до змазок (відповідного 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендибензосульфаміду) відрізняється від прототипу використанням як вихідної сировини 1,4-хінондибензосульфоніміду у вигляді реакційної маси, одержаної окисленням відповідного 1,4-фенілендибензосульфаміду в оцтовій кислоті; проведенням реакції приєднання в середовищі оцтової кислоти в присутності каталітичної кількості сірчаної або соляної кислоти.

У відкритих літературних джерелах не знайдено інформації відносно можливості одержання вище наведеної сполуки способом, що заявляється. Отже пропонуємий спосіб одержання відповідає критеріям новизни й винахідницького рівня.

Наступні приклади ілюструють пропонуємий спосіб одержання 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендибензосульфаміду.

Приклад 1

До 49г оцтової кислоти додають 7,4г свинцевого сурику, нагрівають масу до (55-60)°C і дають витримку протягом 20хв. Далі масу охолоджують до 20°C, додають 3,8г 1,4-фенілендибензосульфаміду і дають видержку при температурі (20-25)°C протягом 2-х годин. По закінченню окислення до реакційної маси додають 0,047г сірчаної кислоти, 1,8г 2-меркаптобензтіазолу і дають видержку при (20-25)°C протягом 3-х годин. Далі до маси

додають 50 г води, суспензію розмішують впродовж 30 хв., фільтрують, промивають водою до нейтрального середовища, сушать.

Одержують 5,24г 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендібензосульфаміду з виходом 96,7% і температурою плавлення 146-152°C, після перекристалізації із етанолу або оцтової кислоти температура плавлення становить 169,5-172°C.

Приклад 2

Проводять аналогічно прикладу 1, але на окислення додають 4,07г 1,4-фенілендітолілсульфаміду.

Одержують 5,46г 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендітолілсульфаміду з виходом 96% і температурою плавлення 146-152°C, після перекристалізації із етанолу температура плавлення становить 170-172°C.

Приклад 3

Проводять аналогічно прикладу 1, але як каталізатор приєднання використовують 0,13г 27,5 % соляної кислоти.

Одержують 5,17г 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендібензосульфаміду з виходом 95,3% і температурою плавлення 145-151°C, після перекристалізації із етанолу або оцтової кислоти температура плавлення становить 169,0-171,5°C.

Приклад 4

Проводять аналогічно прикладу 1, але на окислення додають 4,4г тетраацетату свинцю.

Одержують 5,25г 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендібензосульфаміду з виходом 97,0% і температурою плавлення 148-152°C, після перекристалізації із етанолу або оцтової кислоти температура плавлення становить 170,0-172°C.

Приклад 5

Проводять аналогічно прикладу 1, але на окислення додають 2,36г діоксиду свинцю.

Одержують 5,15г 2-меркаптобензтіазоліл-1,4-фенілендібензосульфаміду з виходом 95,0% і температурою плавлення 145-151°C, після перекристалізації із етанолу або оцтової кислоти температура плавлення становить 169,5-171,5°C.