



УКРАЇНА

(19) UA (11) 18152 (13) A

(51) C 08 K 5/09, 5/17

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДбез проведення експертизи по суті
на підставі Постанови Верховної Ради України
№ 3769-XII від 23.XII. 1993 р.Публікується
в редакції заявника

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ МОДИФІКАТОРА ГУМ

1

(21) 93006435
(22) 18.10.93
(24) 01.07.97
(46) 31.10.97. Бюл. № 5
(47) 01.07.97
(72) Василишин Євген Володимирович, Литвин Борис Львович, Курівчак Ярослав Васильович, Редей Юрій Юрійович, Соколик Василь Михайлович
(73) Івано-Франківська фірма "БАРВА" (UA)
(57) Спосіб одержання модифікатора гум шляхом взаємодії малеїнового ангідриду з

2

діаміном в органічному розчиннику з наступною обробкою продукту реакції фільтруванням та сушкою, який відрізняється тим, що як діамін використовують гексаметилендіамін, продукт реакції обробляють сіллю гексаметилендіаміну і карбонової кислоти C₁₀-C₂₀ і процес ведуть при масовому співвідношенні гексаметилендіамін: малеїновий ангідрид: сіль, яке дорівнює 1: (1,69-1,75):(0,02-0,368).

Винахід відноситься до галузі органічної хімії, зокрема до способу одержання модифікуючих добавок, які підвищують міцність з'єднання гуми з армуючими матеріалами і може бути використаний в хімічній промисловості.

Відомо спосіб одержання модифікатора гуми, який являє собою молекулярний комплекс резорцину з гексаметилентетраміном. Спосіб заключається у взаємодії резорцину з гексаметилентетраміном у водному розчині дінатрієвої солі етилендіамінтетраоцтової кислоти з добавкою поліоксіпропіленгліколевого ефіру н-бутилового спирту в кількості 0,12-0,45% від суми загрузених сухих реагентів.

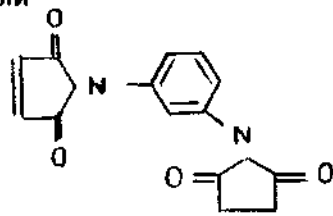
Одержаний продукт - порошкоподібна речовина з пилячою здатністю 1%. Міцність зв'язку гуми амідним кордом по н-методу

при нормальних умовах 12,2 кН/м, після саріння - 10,9 кН/м. Розхід продукту на 100 мас.ч. каучука - 2 мас.ч.

Недоліком даного способу є те, що при виробництві утворюються стічні води, що містять резорцин та продукти його окислення. У виробництві використовується сировина, яку закупляють по імпорту за валюту. При його використанні можлива підвulkanізація гуми на підготовчих стадіях, тому використовують спеціальну добавку - антискорінги, щоб запобігти передчасній підвulkanізації гуми. Для цієї мети використовують: N - нітрозодифеніламін, який є дуже шкідливою хімічною речовиною. Крім того при його застосуванні в гумових сумішах утворюються пори, що знижує якість гуми; N - циклогексилтіофталемід (сантогард PUY), який закупляють по імпорту за валюту.

(19) UA (11) 18152 (13) A

По технічній суті і досягаемому ефекту до заявляемого способу найбільш близьким є спосіб одержання модифікатора гум формули



який одержують взаємодією метакетиленадіаміну і малеїнового ангідриду в ацетоні, наступною обробкою реакційної маси при нагріванні з оцтовим ангідридом, охолодженням, фільтруванням суспензії малеїміду, введенням попередньо приготовленої зв'язуючої добавки, знову фільтрацією сушкою, гранулюванням і охолодженням сформованої маси в гранули. Кінцевий продукт являє собою гранули з масовою долею основної речовини $75 \pm 2\%$, вихід $66,9\%$. Міцність з'єднання гуми з кордом при дозуванні 2 мас.ч. при нормальних умовах – $17,3$ кн/м, після старіння $15,2$ кн/м.

Недоліком вищеописаного способу є:

– складність технологічного процесу (9 стадій);

– утворення в процесі виробництва великої кількості стоків ($24,6 \text{ м}^3/\text{т}$) що складаються з води, ацетону та оцтової кислоти. Регенерація цих стоків являє собою складний процес.

Крім того використання даного модифікатора в гумах не виключає застосування додатково антискорчинга.

Технічним завданням винаходу є спрощення технології, збільшення виходу кінцевого продукту, зменшення шкідливих стоків при збереженні якості та споживчих властивостей модифікатора.

Поставлене завдання досягається тим, що згідно винаходу модифікатор гум одержують взаємодією малеїнового ангідриду і гексаметилендіаміну в органічному розчиннику, наприклад, в ацетоні, з наступною обробкою продукту реакції солями карбонових кислот і гексаметилендіаміну, фільтруванням і сушкою при масовому співвідношенні гексаметилендіамін: малеїновий ангідрид: сіль карбонової кислоти і гексаметилендіаміну рівному $1:(1,69-1,75):(0,02-0,368)$.

При цьому завдання досягається при дотримуванні всіх ознак разом. Якщо малеїнового ангідриду брати менше ніж нижній граничний рівень, знижуються споживчі властивості продукту по міцності з'єднання гуми з кордом, а при масовому

співвідношенні більше $1:1,75$ – збільшується розхід сировини, а якість продукту не змінюється. Якщо для обробки продукту реакції малеїнового ангідриду і гексаметилендіаміну брати солі карбонових кислот і гексаметилендіаміну менше нижнього граничного рівня, то погіршуються санітарні умови на виробництві при виготовленні і споживанні продукту, а при

більшому ніж верхній граничний рівень продукт злежується і ускладнюється його використання, не можливе механізоване дозування.

П р и к л а д 1. 100 г гексаметилендіаміну, розчиненого в 200 мл ацетону, приливають при перемішуванні до 169 г малеїнового ангідриду, розчиненого в 450 мл ацетону. До реакційної маси додають 10 г суспензії в ацетоні, яка містить 2,0 г солі жирної кислоти $C_{17} - C_{20}$ і гексаметилендіаміну. Реакційну масу фільтрують і сушать. Вихід 89% . Міцність з'єднання гуми з кордом по н-методу при його дозі 1,5 мас.ч.: при нормальних умовах – $19,1$ кн/м; після старіння (120°C , 12 годин) – $16,0$ кн/м.

П р и к л а д 2. В 500 мл фільтрату, одержаного від фільтрації продукту, розчиняють 175 г малеїнового ангідриду. До розчину додають 100 г гексаметилендіаміну, розчиненого в 200 мл ацетону. Одержану суспензію гексаметилендіаміномалеїнової кислоти обробляють 184 г суспензії в ацетоні солі синтетичних жирних кислот $C_{17} - C_{20}$ і гексаметилендіаміну концентрації 200 г/л фільтрують і сушать. Вихід 93% . Міцність з'єднання гуми з кордом при нормальних умовах – $18,9$ кн/м; після старіння (120°C , 12 годин) – $16,2$ кн/м.

П р и к л а д 3. Процес ведуть як описано в прикладі 2, тільки малеїнового ангідриду беруть 172 г, а обробку гексаметилендіаміномалеїнової кислоти проводять 97 г суспензії солі гексаметилендіаміну і синтетичних жирних кислот $C_{14} - C_{16}$ в ацетоні концентрації 200 г/л. Вихід 91% . Міцність з'єднання гуми з кордом при нормальних умовах – $18,8$ кн/м; після старіння (120°C , 12 годин) – $16,1$ кн/м.

П р и к л а д 4. Процес ведуть як описано в прикладі 2, тільки утворену гексаметилендіаміномалеїнову кислоту обробляють 97 г суспензії в ацетоні солі гексаметилендіаміну і синтетичних жирних кислот $C_{10} - C_{13}$ концентрації 200 г/л. Вихід 92% . Міцність з'єднання гуми з кордом при нормальних умовах – $18,7$ кн/м; після старіння (120°C , 12 годин) – $16,0$ кн/м.

П р и к л а д 5. Процес ведуть як описано в прикладі 2, тільки малеїнового ангідриду беруть 168 г. Вихід 90% . Міцність з'єднання

гуми з кордом при нормальних умовах – 17,9 кН/м; після старіння (120°C, 12 годин) – 15,3.

Приклад 6. Процес ведуть як описано в прикладі 2, тільки maleinowego ангідриду беруть 176 г. Вихід 89%. Міцність зв'язку гуми з кордом при нормальних умовах – 18,8 кН/м; після старіння (120°C, 12 годин) – 16,2 кН/м.

Приклад 7. Процес ведуть як описано в прикладі 2, тільки для обробки гексаметиленmaleinОВОЇ кислоти беруть 9 г суспензії в ацетоні солі гексаметилендіаміну і синтетичної жирної кислоти C₁₇-C₂₀ 1,8 г концентрації 200 г/л. Вихід 88%. Міцність зв'язку гуми з кордом при нормальних умовах – 17,9 кН/м; після старіння (120°C, 12 годин) – 15,8 кН/м.

Приклад 8. Процес ведуть як описано в прикладі 2, тільки для обробки гексаметилендіmaleinОВОЇ кислоти беруть 190 г суспензії в ацетоні солі гексаметилендіаміну і

синтетичних жирних кислот C₁₇ – C₂₀. Вихід 93%. Міцність зв'язання гуми з кордом при нормальних умовах – 16,7 кН/м; після старіння (120°C, 12 годин) – 14,1 кН/м.

5

Впровадження способу одержання модифікатора гум на основі гексаметилендіmaleinОВОЇ кислоти дає можливість порівняно з прототипом спростити технологію, зменшити кількість стоків з 24,6 т до 1,08 т на одиницю продукції, тобто в 24 рази і підвищити вихід продукту з 66,9% до 91% при однакових якісних показниках.

10

15

При застосуванні модифікатора для гум на основі гексаметилендіmaleinОВОЇ кислоти, обробленої сіллю гексаметилендіаміну і карбонових кислот, в гумових сумішах відпадає необхідність в застосуванні уповільнювачів підвulkanізації при збереженні технологічних властивостей гуми.

20

Упорядник

Техред М.Келемеш

Коректор М. Керецман

Замовлення 4269

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101

