



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 116102477 B

(45) 授权公告日 2025. 04. 01

(21) 申请号 202310159908.6

C07C 333/16 (2006.01)

(22) 申请日 2023.02.23

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 101121685 A, 2008.02.13

申请公布号 CN 116102477 A

CN 102030694 A, 2011.04.27

(43) 申请公布日 2023.05.12

审查员 陈宁

(73) 专利权人 蔚林新材料科技股份有限公司

地址 457163 河南省濮阳市化工产业集聚区

(72) 发明人 刘华群 史宗浩 何为盛 李宏喜  
王珂琪 张梦

(74) 专利代理机构 北京超凡宏宇知识产权代理有限公司 11463

专利代理师 王焕

(51) Int. Cl.

C07C 333/14 (2006.01)

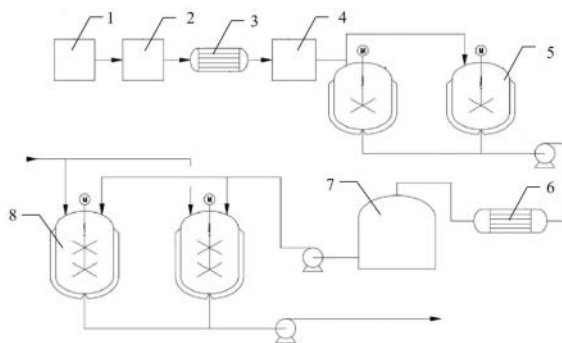
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一硫化四甲基秋兰姆的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及橡胶硫化促进剂制备技术领域,尤其是涉及一硫化四甲基秋兰姆的制备方法。本发明的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,包括如下步骤:(A)含氰化钠、NaOH和二甲胺的混合溶液与二硫化碳在微通道反应器中进行缩合反应后,经老化、冷却后得到缩合反应液;(B)将双氧水和硫酸溶液的混合液加入到所述缩合反应液中直至体系的pH为6.5~7,氧化反应后得到所述一硫化四甲基秋兰姆。本发明的制备方法反应转化率高,可高纯度、高收率的得到一硫化四甲基秋兰姆;整个反应工序能够实现连续化生产,极大地提高了生产效率;并且,该方法的废水排放量少。



1. 一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(A) 含有氰化钠、NaOH和二甲胺的混合溶液与二硫化碳在微通道反应器中进行缩合反应后,经老化、冷却后得到缩合反应液;

(B) 将双氧水和硫酸溶液的混合液加入到所述缩合反应液中直至体系的pH为6.5~7,氧化反应后得到所述一硫化四甲基秋兰姆。

2. 根据权利要求1所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)中,氰化钠溶液、NaOH溶液和水在第一微通道反应器中混合后进入第二微通道反应器,与二甲胺溶液在第二微通道反应器混合,冷却后,进入第三微通道反应器,与二硫化碳在第三微通道反应器中进行缩合反应。

3. 根据权利要求1所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)中,所述氰化钠、所述NaOH和所述二甲胺的摩尔比为(0.5~0.6):(0.5~0.6):1。

4. 根据权利要求2所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)中,所述水和所述二甲胺的质量比为(1.5~2):1。

5. 根据权利要求2所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)中,所述氰化钠溶液的浓度为25wt%~35wt%,所述NaOH溶液的浓度为30wt%~40wt%,所述二甲胺溶液的浓度为30wt%~45wt%。

6. 根据权利要求1所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)中,所述二甲胺和所述二硫化碳的摩尔比为1:(1.03~1.07)。

7. 根据权利要求1所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)中,所述缩合反应的温度为15~20°C,所述缩合反应的时间为5~100s。

8. 根据权利要求1所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)中,所述老化的时间为10~60min。

9. 根据权利要求1所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)所述二甲胺和步骤(B)所述混合液中的H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>的摩尔比为1:0.5~0.6。

10. 根据权利要求1所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(A)所述二甲胺和步骤(B)所述混合液中的H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的摩尔比为1:0.3~0.4。

11. 根据权利要求1所述的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,其特征在于,步骤(B)中,所述氧化反应的温度为15~25°C,所述氧化反应的时间为3.5~4.5h。

## 一硫化四甲基秋兰姆的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及橡胶硫化促进剂制备技术领域,尤其是涉及一硫化四甲基秋兰姆的制备方法。

### 背景技术

[0002] 一硫化四甲基秋兰姆(TMTM),为超速硫化促进剂,淡黄色粉末或颗粒,溶于苯、甲苯、丙酮、二氯乙烷、氯仿和二硫化碳,微溶于乙醇和乙醚,不溶于汽油和水,无臭、无味、无毒,储藏稳定。TMTM适用于天然橡胶、顺丁橡胶、异戊橡胶、丁苯橡胶、丁腈橡胶、丁基橡胶和三元丙橡胶的硫化加工过程。

[0003] 合成TMTM的路线包括如下两种,一种是以二甲胺、二硫化碳、氯气为原材料,在水溶液中经过缩合和氧化反应,生产中间产物二硫化四甲基秋兰姆(TMTD),然后再与氰化钠反应,脱硫生成TMTM。此工艺引入剧毒的氯气,安全风险高,对设备要求高,并且产品熔点低,外观发暗,收率低。

[0004] 另一种制备工艺是以二甲胺、二硫化碳、双氧水、氰化钠为原料,通过缩合反应和氧化反应制备TMTM。此工艺是制备TMTM的常用工艺,但存在如下问题:TMTM的收率较低,约为87%;反应不彻底,废水COD较高,在30000mg/L左右,给污水处理带来了极大的挑战;废水直接去污水处理,没有经过套用,水消耗量大;缩合反应和氧化反应均为间歇反应,反应时间较长,产品存在批次差异。

[0005] 有鉴于此,特提出本发明。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,该方法反应转化率高,可高纯度、高收率的得到一硫化四甲基秋兰姆;整个反应工序能够实现连续化生产,极大地提高了生产效率;该方法所需的时间较短;降低了废水排放量以及废水的COD。

[0007] 为了实现本发明的上述目的,特采用以下技术方案:

[0008] 本发明提供了一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,包括如下步骤:

[0009] (A) 含有氰化钠、NaOH和二甲胺的混合溶液与二硫化碳在微通道反应器中进行缩合反应后,经老化、冷却后得到缩合反应液;

[0010] (B) 将双氧水和硫酸溶液的混合液加入到所述缩合反应液中直至体系的pH为6.5~7,氧化反应后得到所述一硫化四甲基秋兰姆。

[0011] 进一步地,步骤(A)中,氰化钠溶液、NaOH溶液和水在第一微通道反应器中混合后进入第二微通道反应器,与二甲胺溶液在第二微通道反应器混合,冷却后,进入第三微通道反应器,与二硫化碳在第三微通道反应器中进行缩合反应。

[0012] 进一步地,步骤(A)中,所述氰化钠、所述NaOH和所述二甲胺的摩尔比为(0.5~0.6):(0.5~0.6):1。

[0013] 进一步地,步骤(A)中,所述水和所述二甲胺的质量比为(1.5~2):1。

[0014] 优选地,所述氰化钠溶液的浓度为25wt%~35wt%,所述NaOH溶液的浓度为30wt%~40wt%,所述二甲胺溶液的浓度为30wt%~45wt%。

[0015] 进一步地,步骤(A)中,所述二甲胺和所述二硫化碳的摩尔比为1:(1.03~1.07)。

[0016] 进一步地,步骤(A)中,所述缩合反应的温度为15~20°C,所述缩合反应的时间为5~100s。

[0017] 进一步地,步骤(A)中,所述老化的时间为10~60min。

[0018] 进一步地,步骤(B)中,所述二甲胺和所述混合液中的H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>的摩尔比为1:0.5~0.6。

[0019] 进一步地,步骤(B)中,所述二甲胺和所述混合液中的H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的摩尔比为1:0.3~0.4。

[0020] 进一步地,步骤(B)中,所述氧化反应的温度为15~25°C,所述氧化反应的时间为3.5~4.5h。

[0021] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:

[0022] 本发明的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,通过在缩合反应阶段添加氰化钠和NaOH,并采用微通道反应器进行反应,使得缩合反应更为彻底;通过在氧化反应阶段加入硫酸,使得氧化反应更彻底,反应转化率更高;从而使得产品的收率≥97%。本发明的制备方法制得的一硫化四甲基秋兰姆熔点为108°C,产品纯度≥99%。

[0023] 本发明的制备方法中,以水作为溶剂,产品离心时回收母液水,60%的母液水可以循环套用,从而减少废水排放;并且,废水的COD降低到8000mg/L左右,极大降低了污水处理压力。

[0024] 本发明通过微通道反应器,缩合反应实现连续生产,后续老化及氧化反应可以通过多釜自动切换,实现整个反应工序的连续化,极大地提高了生产效率。

## 附图说明

[0025] 为了更清楚地说明本发明具体实施方式或现有技术中的技术方案,下面将对具体实施方式或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图是本发明的一些实施方式,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0026] 图1为本发明实施一硫化四甲基秋兰姆的制备方法的装置的示意图。

[0027] 1-第一微通道反应器;2-第二微通道反应器;3-第一换热器;4-第三微通道反应器;5-老化罐;6-第二换热器;7-缩合液储存罐;8-氧化罐。

## 具体实施方式

[0028] 下面将结合附图和具体实施方式对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述,但是本领域技术人员将会理解,下列所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例,仅用于说明本发明,而不应视为限制本发明的范围。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0029] 下面对本发明实施例的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法进行具体说明。

[0030] 在本发明的一些实施方式中提供了一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,包括如下步骤:

[0031] (A) 含有氰化钠、NaOH和二甲胺的混合溶液与二硫化碳在微通道反应器中进行缩合反应后,经老化、冷却后得到缩合反应液;

[0032] (B) 将双氧水和硫酸溶液的混合液加入到缩合反应液直至体系的pH为6.5~7,氧化反应后得到一硫化四甲基秋兰姆。

[0033] 本发明的缩合反应,通过在微通道反应器中进行,液液分散效果好,反应物在微尺度上接触,反应转化效率高,同时也可实现缩合反应的连续运行,反应时间缩短到了秒级反应。通过在缩合反应过程中加入NaOH和氰化钠,NaOH是强碱,氰化钠是强碱弱酸盐,二甲基二硫代氨基甲酸转化为二甲基二硫代氨基甲酸钠,缩合反应转化率进一步提高,缩合液澄清透明,基本呈均一相,缩合液稳定,易于储存,为后续工艺的连续运行奠定了基础。由于缩合反应转化率的提高,不用再加入过量的二硫化碳,二硫化碳投料比大幅减小,更少的二硫化碳进入氧化反应中,氧化反应安全风险也大幅降低。

[0034] 本发明的氧化反应,将双氧水溶液和硫酸溶液的混合液滴加到缩合反应液中,前期滴加硫酸的目的是中和反应体系中过量的氢氧根离子,后期滴加硫酸的目的是为了抑制氰根离子的水解,避免TMTM在碱性条件下水解。加入硫酸后,将氧化反应的终点pH从8~9降低到6.5~7,反应体系基本呈中性,氧化反应也更加彻底,最终产品收率和品质得到明显提升。

[0035] 本发明缩合反应生产的缩合液性质稳定,能够长时间储存,可以实现将缩合反应和氧化反应分开进行。然后再通过生产装置的自动化控制,可以实现整个反应工序的连续换生产,提升生产效率和经济效益。

[0036] 本发明的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,产品的收率 $\geq 97\%$ ,产品的纯度 $\geq 99\%$ ,产品的熔点为108℃。

[0037] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,氰化钠溶液、NaOH溶液和水在第一微通道反应器中混合后进入第二微通道反应器,与二甲胺溶液在第二微通道反应器混合,冷却后,进入第三微通道反应器,与二硫化碳在第三微通道反应器中进行缩合反应。

[0038] 本发明的脱硫剂在缩合反应阶段加入,氰化钠强碱弱酸盐,水溶液成碱性,氰化钠在缩合反时加入,促进缩合反应进行,而起到脱硫作用的氰根离子不参与缩合反应,可以一直在反应体系内保持较高浓度,有利于后期氧化反应的进行。

[0039] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,氰化钠、NaOH和二甲胺的摩尔比为(0.5~0.6):(0.5~0.6):1;优选地,氰化钠、NaOH和二甲胺的摩尔比为0.51:0.5:1。

[0040] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,水和二甲胺的质量比为(1.5~2):1;典型但非限制性的,例如,水和二甲胺的质量比为1.5:1、1.6:1、1.7:1、1.8:1、1.9:1或者2:1等等;优选地,水和二甲胺的质量比为1.7:1。

[0041] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,氰化钠溶液为浓度为25wt%~35wt%的氰化钠水溶液;优选为30wt%的氰化钠水溶液。

[0042] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,NaOH溶液为浓度为30wt%~40wt%的NaOH水溶液;优选为32wt%的NaOH水溶液。

[0043] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,二甲胺溶液为浓度为30wt%~45wt%的

二甲胺水溶液;优选为40wt%的二甲胺水溶液。

[0044] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,二甲胺和二硫化碳的摩尔比为1:(1.03~1.07);典型但非限制性的,例如,二甲胺和二硫化碳的摩尔比为1:1.03、1:1.04、1:1.05、1:1.06或者1:1.07等等。

[0045] 本发明由于缩合反应转化率高,不用再加入过量的二硫化碳,二甲胺与二硫化碳的摩尔比率降低为1:1.03~1.07。

[0046] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,冷却至10~20°C,进入第三微通道反应器;优选地,冷却至15°C,进入第三微通道反应器。

[0047] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,缩合反应的温度为15~20°C,缩合反应的时间为5~100s。本发明的缩合反应时间缩短到了秒级反应。

[0048] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,老化的时间为10~60min;优选地,老化的时间为20~40min。

[0049] 在本发明的一些实施方式中,步骤(A)中,老化后,冷却至15~20°C,得到缩合反应液。

[0050] 在本发明的一些实施方式中,步骤(B)中,二甲胺和混合液中的H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>的摩尔比为1:0.5~0.6;优选地,二甲胺和混合液中的H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>的摩尔比为1:0.54。

[0051] 在本发明的一些实施方式中,步骤(B)中,二甲胺和混合液中的H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的摩尔比为1:0.3~0.4;优选地,二甲胺和混合液中的H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的摩尔比为1:0.34。

[0052] 在本发明的一些实施方式中,步骤(B)中,双氧水的浓度为25wt%~30wt%;优选地,双氧水的浓度为27.5wt%。

[0053] 在本发明的一些实施方式中,步骤(B)中,硫酸溶液为98%浓硫酸。

[0054] 在本发明的一些实施方式中,步骤(B)中,将双氧水溶液和硫酸溶液的混合液滴加到缩合反应液,滴加至体系的pH为6.5~7即为终点。

[0055] 在本发明的一些实施方式中,步骤(B)中,氧化反应的温度为15~25°C,氧化反应的时间为3.5~4.5h。

[0056] 本发明的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法所需的时间为4~5h,生产效率大幅提高。

[0057] 在本发明的一些实施方式中,一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,还包括:将氧化反应后得到的反应液进行离心、洗涤、烘干和粉碎得到一硫化四甲基秋兰姆。

[0058] 本发明以水作为溶剂,产品离心时回收母液水,60%的母液水可以循环套用,从而减少废水排放;并且,废水的COD降低到8000mg/L左右,极大降低了污水处理压力。

[0059] 参见图1在本发明的一些实施方式中还提供了实施上述一硫化四甲基秋兰姆的制备方法的装置,包括依次相连的第一微通道反应器1、第二微通道反应器2、第一换热器3、第三微通道反应器4、老化罐5、第二换热器6、缩合液储存罐7和氧化罐8。

[0060] 在本发明的一些具体的实施方式中,水、NaOH溶液、氰化钠溶液在第一微通道反应器1中混合,然后进入第二微通道反应器2,与二甲胺溶液在微通道反应器2中混合。第二微通道反应器2出口的混合液(包括水、NaOH、氰化钠、二甲胺)进入换热器3冷却到15°C后,进入第三微通道反应器4,与二硫化碳在第三微通道反应器4中发生缩合反应,反应后进入老化罐5老化0.5h,再通过换热器6冷却到15~20°C,降温后进入缩合液储存罐7储存。

[0061] 缩合液储存罐7中的缩合反应液进入氧化罐8后,滴加双氧水和硫酸溶液的混合液,进行氧化反应,滴加时间为3~4h,滴加至pH为6.5~7即为终点,终点后搅拌0.5h,全程控制氧化罐内液体温度为15~25℃。

[0062] 氧化反应后的反应液进行离心、洗涤、烘干、粉碎、包装,得到TMTM。离心的母液一部分套用,一部分去污水处理。离心时,TMTM需要用清水进行洗涤,到洗涤中后期时,洗涤液较为清澈洁净,这部分洗涤液可用于套用,一部分作为代替缩合反应时加入的清水,另一部分可用于下一次离心时代替清水洗涤进行洗涤。

[0063] 本发明通过微通道反应器,缩合反应实现连续生产,后续老化及氧化反应可以通过多釜自动切换,实现整个反应工序的连续化,极大地提高了生产效率。

[0064] 实施例1

[0065] 本实施例提供的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,包括如下步骤:

[0066] (A) 水、NaOH水溶液(32wt%)、氰化钠水溶液(30wt%)在第一微通道反应器1中混合,然后进入第二微通道反应器2,与二甲胺溶液(40wt%)在微通道反应器2中混合。第二微通道反应器2出口的混合液(包括水、NaOH、氰化钠和二甲胺,其中,NaOH、氰化钠和二甲胺的摩尔比为0.5:0.51:1,在第一微通道反应器1内添加的水和二甲胺的质量比为1.7:1)进入换热器3冷却到15℃后,进入第三微通道反应器4,与二硫化碳在第三微通道反应器4中发生缩合反应,二甲胺与二硫化碳的摩尔比率为1:1.05,反应后进入老化罐5老化0.5h,再通过换热器6冷却到20℃,降温后进入缩合液储存罐7储存。

[0067] (B) 缩合液储存罐7中的缩合反应液进入氧化罐8后,滴加浓度为27.5wt%双氧水和98%浓硫酸的混合液,二甲胺、混合液中的 $H_2O_2$ 和混合液中的 $H_2SO_4$ 的摩尔比为1:0.54:0.34,进行氧化反应,滴加时间为3.5h,滴加至pH为6.8即为终点,终点后搅拌0.5h,全程控制氧化罐内液体温度不超过20℃。

[0068] (C) 将氧化反应的反应液进行离心、水洗、烘干、粉碎、包装,得到TMTM。

[0069] 本实施例的产品的收率为97.8%,产品的纯度为99.4%,废水COD为7800mg/L。

[0070] 实施例2

[0071] 本实施例提供的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,包括如下步骤:

[0072] (A) 水、NaOH水溶液(32wt%)、氰化钠水溶液(30wt%)在第一微通道反应器1中混合,然后进入第二微通道反应器2,与二甲胺溶液(40wt%)在微通道反应器2中混合。第二微通道反应器2出口的混合液(包括水、NaOH、氰化钠和二甲胺,其中,NaOH、氰化钠和二甲胺的摩尔比为0.6:0.6:1,在第一微通道反应器1内添加的水和二甲胺的质量比为2:1)进入换热器3冷却到15℃后,进入第三微通道反应器4,与二硫化碳在第三微通道反应器4中发生缩合反应,二甲胺与二硫化碳的摩尔比率为1:1.03,反应后进入老化罐5老化0.5h,再通过换热器6冷却到15℃,降温后进入缩合液储存罐7储存。

[0073] (B) 缩合液储存罐7中的缩合反应液进入氧化罐8后,滴加浓度为27.5wt%双氧水和98%浓硫酸的混合液,二甲胺、混合液中的 $H_2O_2$ 和混合液中的 $H_2SO_4$ 的摩尔比为1:0.6:0.4,进行氧化反应,滴加时间为4h,滴加至pH为7即为终点,终点后搅拌0.5h,全程控制氧化罐内液体温度不超过25℃。

[0074] (C) 将氧化反应的反应液进行离心、水洗、烘干、粉碎、包装,得到TMTM。

[0075] 本实施例的产品的收率为97.3%,产品的纯度为99.1%,废水COD为8200mg/L。

[0076] 实施例3

[0077] 本实施例提供的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,包括如下步骤:

[0078] (A) 水、NaOH水溶液(32wt%)、氰化钠水溶液(30wt%)在第一微通道反应器1中混合,然后进入第二微通道反应器2,与二甲胺溶液(40wt%)在微通道反应器2中混合。第二微通道反应器2出口的混合液(包括水、NaOH、氰化钠和二甲胺,其中,NaOH、氰化钠和二甲胺的摩尔比为0.55:0.55:1,在第一微通道反应器1内添加的水和二甲胺的质量比为1.5:1)进入换热器3冷却到15°C后,进入第三微通道反应器4,与二硫化碳在第三微通道反应器4中发生缩合反应,二甲胺与二硫化碳的摩尔比率为1:1.07,反应后进入老化罐5老化0.5h,再通过换热器6冷却到15°C,降温后进入缩合液储存罐7储存。

[0079] (B) 缩合液储存罐7中的缩合反应液进入氧化罐8后,滴加浓度为27.5wt%双氧水和98%浓硫酸的混合液,二甲胺、混合液中的 $H_2O_2$ 和混合液中的 $H_2SO_4$ 的摩尔比为1:0.5:0.3,进行氧化反应,滴加时间为3h,滴加至pH为6.5即为终点,终点后搅拌0.5h,全程控制氧化罐内液体温度不超过20°C。

[0080] (C) 将氧化反应的反应液进行离心、水洗、烘干、粉碎、包装,得到TMTM。

[0081] 本实施例的产品的收率为97.1%,产品的纯度为99%,废水COD为8300mg/L。

[0082] 对比例1

[0083] 本对比例提供的一硫化四甲基秋兰姆的制备方法,包括如下步骤:

[0084] 向盛有纯水的反应釜内,搅拌状态下依次加入40wt%二甲胺水溶液和乳化剂OP-10,控制温度为10~35°C,开始滴加二硫化碳(总量的一半),进行缩合反应,反应至pH值为7~8,投入氰化钠水溶液(30wt%),开始滴加剩余的二硫化碳和双氧水(27.5wt%),二硫化碳早于双氧水滴完,双氧水滴完后,再反应一段时间后,进行固液分离、洗涤、烘干、粉碎、包装,得到TMTM。

[0085] 其中,二甲胺、二硫化碳、双氧水和氰化钠的摩尔比为1:1.2:0.54:0.51;固液分离、洗涤、烘干、粉碎、包装步骤与实施例1相同。

[0086] 本对比例的产品的收率为87%,产品的纯度为98.5%,废水COD为30000mg/L。

[0087] 最后应说明的是:以上各实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分或者全部技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的范围。

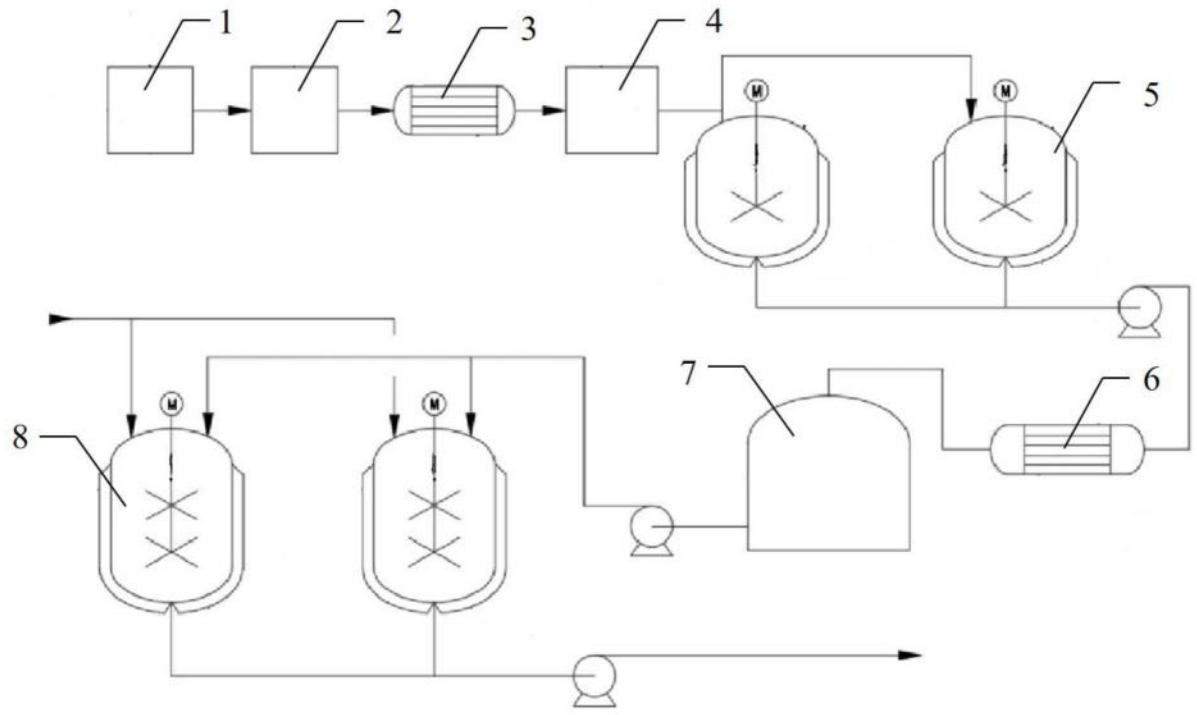


图1