



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **93608** (13) **U**
(51) МПК (2014.01)
C01B 21/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2014 04292</p> <p>(22) Дата подання заявки: 22.04.2014</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.10.2014</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.10.2014, Бюл.№ 19</p>	<p>(72) Винахідник(и): Ранський Анатолій Петрович (UA), Тітов Тарас Сергійович (UA), Прокопчук Сергій Павлович (UA), Авдієнко Тетяна Миколаївна (UA)</p> <p>(73) Власник(и): ВІННИЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, Хмельницьке шосе, 95, м. Вінниця, 21021 (UA)</p>
--	--

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ГОЛОВНОЇ ФРАКЦІЇ СИРОГО БЕНЗОЛУ КОКСОХІМІЧНОГО ВИРОБНИЦТВА ВІД СІРКОВУГЛЕЦЮ

(57) Реферат:

Спосіб очищення головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва від сірковуглецю шляхом обробки хімічними реагентами, перемішуванням реакційної маси з наступним охолодженням. До реакційної маси додають метанольний розчин калій гідроксиду та інтенсивно перемішують протягом 10-30 хв. при мольному співвідношенні метанол:калій гідроксид:сірковуглець 2:1:1 та виділяють технічний калій алкілксантогенат загальної формули $ROC(=S)SK$, де $R = CH_3, C_2H_5$.

UA 93608 U

Корисна модель належить до галузі коксохімічного виробництва та способів переробки високотоксичних речовин, зокрема сірковуглецю, як вторинного продукту переробки хімічних продуктів коксування, шляхом хімічної обробки головної фракції сирого бензолу.

Відомий спосіб отримання ксантогенату калію або натрію з одночасним отриманням бензолу шляхом переробки сірковуглецевої фракції, отриманої при ректифікації сирого бензолу, що уловлюється з прямого коксового газу [А.С. СРСР № 46573, кл. 12 о, 23, Опубл. 30.04.1936].

Недоліками даного способу є:

обмеженість даного способу через використання лише технічного сірковуглецю (з вмістом CS_2 не менше 63 %) коксохімічного виробництва;

подорожчання способу через надмірне використання спиртового складника при співвідношенні $C_2H_5OH: KOH: CS_2=13:1:1$.

Відомий спосіб отримання ксантогенатів калію та натрію шляхом взаємодії сірковуглецю з спиртовим розчином лугу, при пропусканні через останній повітря, насичене парами сірковуглецю до отримання густої маси з наступним відділенням від маточного розчину звичайними методами, наприклад центрифугуванням, та переробленням маточного розчину до лужного ксантогенату. При цьому пари спирту із відхідного газу уловлюють за допомогою води [А.С. СРСР № 31438, кл. 12 о, 23, Опубл. 31.08.1933].

Недоліками даного способу є:

підвищення небезпеки технологічного процесу внаслідок використання високотоксичної повітряно-сірковуглецевої суміші та утворення відхідних газів;

подорожчання способу через певні втрати спиртового компоненту внаслідок видудання його з розчину.

Найбільш близьким аналогом є спосіб очищення головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва від сірковуглецю шляхом обробки алкіл-, алкіларил- та діалкіламінами HNR_1R_2 та водно-лужним розчином, перемішуванням реакційної маси з наступним охолодженням до температури 0-5 °С, інтенсивним перемішуванням протягом 1,5-2,0 год. при мольному співвідношенні сірковуглець: алкіламін (алкіларил- чи діалкіламін) 1,1:1,0, нагріванням до температури 50-75 °С та витриманням ще протягом 15-30 хв, охолодженням та виділенням з неї алкіл-, алкіларил- та діалкілдитіокарбаматів $(R_1R_2)NC(=S)SMe$, де $(R_1 = R_2 = CH_3, C_2H_5, C_3H_7, C_4H_9, i-C_5H_{11}, Me=Na^+; R_1 = H, R_2 = CH_3, C_2H_5, C_3H_7, C_4H_9, C_6H_5CH_2, Me=K^+, R_1NH_3^+)$.

Для більш повного виділення із реакційної маси алкіл-, алкіларил- та діалкілдитіокарбаматів $(R_1R_2)NC(=S)SMe$, до реакційної маси після витримання з повторним охолодженням протягом 0,5-1,0 год. додатково додають суміш гексану та 1,2-дихлоралкану при співвідношенні 1:1 [Патент України № 69639, МПК⁸ C01B 21/00, опубл. 10.05.2012, Бюл. № 9].

Недоліками даного способу є:

зменшення виходу цільових сполук та утворення побічних продуктів внаслідок проведення процесу при підвищених температурах;

подорожчання процесу через використання відносно дорогих алкіл-, алкіларил- та діалкіламінів;

обмеженість даного реагентного методу внаслідок використання вихідних сполук лише з класу амінів.

В основу корисної моделі поставлена задача створення способу очищення головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва від сірковуглецю, в якому за рахунок введення нових реагентів та їх співвідношення, зміни температури та часу реакції досягається утворення алкілксантогенатів калію як селективних флотаційних реагентів в гірничодобувній промисловості, ультраприскорювачів вулканізації гумових сумішей на основі натуральних та синтетичних каучуків дієнового типу та латексів, а також потенційних поліфункціональних добавок до індустріальних олиф.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі очищення головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва від сірковуглецю, до неї додають спиртовий розчин калій гідроксиду та, з наступним охолодженням до температури 0-8 °С, інтенсивно перемішують реакційну масу протягом 10-30 хв при мольному співвідношенні спирт: калій гідроксид: сірковуглець 2: 1: 1 та виділяють технічний калій алкілксантогенат загальної формули $ROC(=S)SK$, де $R = CH_3, C_2H_5$. Наведені умови є оптимальними для забезпечення найкращого виходу калій алкілксантогенату з мінімальним вмістом домішок.

Наводимо конкретні приклади реалізації способу, що заявляється.

Приклад 1. Переробка сірковуглецю головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва до калій метилксантогенату.

В реактор, обладнаний механічною мішалкою, зворотнім холодильником та льодовою банею для охолодження реакційної маси, завантажують 0,1 моль калій гідроксиду, попередньо розтертого до порошку, далі 8,1 мл метанолу та розчиняють протягом 1 год. при температурі 20-26 °С. Далі реакційну масу охолоджують до 0-8 °С та при енергійному перемішуванні по краплинам додають 26 мл (вміст CS₂ - 31,7 %) головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва та витримують ще протягом 10 хв. Утворений осад відфільтровують та просушують. Вихід технічного калій метилксантогенату складає 11,96 г (81,9 % мас, див. таблицю). Більш чистий продукт отримують перекристалізацією з ізопропілового спирту.

Приклад 2. Переробка сірковуглецю головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва до калій етилксантогенату.

В реактор, обладнаний механічною мішалкою, зворотнім холодильником та льодовою банею для охолодження реакційної маси, завантажують 0,1 моль калій гідроксиду, попередньо розтертого до порошку, далі 12 мл етанолу (вміст C₂H₅OH - 94 %) та розчиняють протягом 1,5 год. при температурі 20-26 °С. Далі реакційну масу охолоджують до 0-8 °С, та при енергійному перемішуванні по краплинам додають 26 мл (вміст CS₂ - 31,7 %) головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва та витримують ще протягом 30 хв. Утворений осад відфільтровують та просушують. Вихід технічного калій етилксантогенату складає 10,85 г (67,8 % мас, див. таблицю). Більш чистий продукт отримують перекристалізацією з ізопропілового спирту.

Фізико-хімічні характеристики отриманих сполук наведено в таблиці.

Таблиця

Фізико-хімічні характеристики алкілксантогенатів ROC(=S)SK

№ п/п	R	Колір	Вихід, % мас.	Т _{пл. з розкладом} , °С	Знайдено, % мас.		Брутто-формула	Вираховано, % мас.	
					S	Me		S	Me
1.	CH ₃	світло-жовтий	81,9	233-237	43,64	26,62	C ₂ H ₃ OS ₂ K	43,84	26,73
2.	C ₂ H ₅	світло-жовтий	72,8	206-218	39,86	24,17	C ₃ H ₅ OS ₂ K	40,01	24,39

Наведені вище приклади способу очищення головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва від сірковуглецю свідчать про можливість отримання селективних флотаційних реагентів в гірничодобувній промисловості, ультраприскорювачів вулканізації гумових сумішей на основі натуральних та синтетичних каучуків дієвого типу та латексів, а також потенційних поліфункціональних добавок до індустріальних олиф.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб очищення головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва від сірковуглецю шляхом обробки хімічними реагентами, перемішуванням реакційної маси з наступним охолодженням, який **відрізняється** тим, що до реакційної маси додають метанольний розчин калій гідроксиду та інтенсивно перемішують протягом 10-30 хв. при мольному співвідношенні метанол:калій гідроксид:сірковуглець 2:1:1 та виділяють технічний калій алкілксантогенат загальної формули ROC(=S)SK, де R = CH₃, C₂H₅.

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601