



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **70039** (13) **U**
(51) МПК (2012.01)
B09B 3/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2011 13204	(72) Винахідник(и): Ранський Анатолій Петрович (UA), Тітов Тарас Сергійович (UA)
(22) Дата подання заявки: 09.11.2011	(73) Власник(и): ВІННИЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, Хмельницьке шосе, 95, м. Вінниця, 21021 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.05.2012	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.05.2012, Бюл.№ 10	

(54) СПОСІБ УТИЛІЗАЦІЇ СІРКОВУГЛЕЦЮ ГОЛОВНОЇ ФРАКЦІЇ СИРОГО БЕНЗОЛУ КОКСОХІМІЧНИХ ВИРОБНИЦТВ ТА ПЕСТИЦИДНИХ ПРЕПАРАТІВ НА ОСНОВІ ПОХІДНИХ ХЛОРВІСНИХ КАРБОНОВИХ КИСЛОТ

(57) Реферат:

Спосіб утилізації сірковуглецю головної фракції сирого бензолу коксохімічних виробництв та пестицидних препаратів на основі похідних хлорвісних карбонових кислот шляхом охолодження реакційної маси при інтенсивному перемішуванні та обробки водно-лужним розчином. В головну фракцію, що містить сірковуглець, додають водний розчин органічних добавок із класу амінів у вигляді солянокислих солей концентрацією 15-70 % мас., охолоджують реакційну масу при інтенсивному перемішуванні до температури 0-5 °С з наступним додаванням водно-лужного розчину.

UA 70039 U

Корисна модель належить до галузі коксохімічного виробництва, а саме переробки високотоксичного сірковуглецю головної фракції сирого бензолу та способів переробки непридатних до використання токсичних пестицидних препаратів, зокрема хлорвмісних арилокси-, арил- та алкілкарбонових кислот та їх похідних.

5 Відомий спосіб технічного очищення нафтового газу від сірковмісних сполук типу сірководню та сірковуглецю шляхом електролізу їх водних розчинів із виділенням на аноді елементного Сульфуру, а на катоді молекулярного Гідрогену та тонкодисперсного Карбону [Пат. РФ № 2287617, МПК⁶ C25B 1/100, B01D 53/48, B01D 53/52, C01B 17/05, опубл. 20.11.2006, Бюл. № 32, 2006 р].

10 Недоліками даного способу є наступні:

висока енергоємність процесу та утворення вторинних продуктів: тонкодисперсного Карбону та Сульфуру, виділення та розділення яких потребує додаткового хімічного обладнання та супроводжується утворенням значної кількості вторинних розчинів;

15 обмеженість використання в промисловості, оскільки заявлений спосіб стосується лише очищення газових сумішей $H_2S + CS_2$ нафтохімічного видобування та не стосується очищення головних фракцій сирого бензолу коксохімічних виробництв.

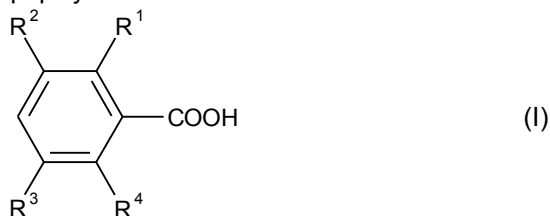
Відомий спосіб переробки пестицидних препаратів на основі похідних арилокси-, арил- та алкіл- карбонових кислот, який включає обробку водного розчину ПП амібен, банвел Д водним, водно-спиртовим або спиртовим розчином лугу NaOH, KOH або M_2CO_3 ($M^+ = K, Na$) та водними розчинами солей металів загальної формули MX_2 ($M^{2+} = Ni, Cu, Co, Zn$; $X^- = Cl, NO_3, \frac{1}{2}SO_4, CH_3COO$) з наступним виділенням солей складу $MY_2 \cdot nH_2O$ (Y - аніон органічної кислоти, яка входить до складу пестицидного препарату) [Пат. України № 75667, МПК⁶ B09B 3/00, A62D 3/00, опубл. 15.05.06, Бюл. № 5, 2006 р.].

20 Недоліками даного способу є:

25 здорожчення технології утилізації через використання водно-спиртових або спиртових розчинів;

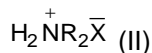
збільшення матеріальних та енергозатрат через двостадійність запропонованої технології утилізації з отриманням кінцевих солей хлорвмісних арилкарбонових кислот.

Відомий спосіб переробки пестицидних препаратів на основі похідних хлорвмісних арилкарбонових кислот шляхом обробки водним розчином кислоти HX ($X^- = Cl, NO_3, \frac{1}{2}SO_4$) концентрації 5-96 % мас. у мольному співвідношенні пестицидний препарат: HX = 1,0:1,1, витриманням реакційної маси при інтенсивному перемішуванні до 30 хв та температурі 40-90 °С, наступним її охолодженням та виділенням осаду арилкарбонової кислоти загальної формули I:



35 де $R^1 = R^3 = Cl, R^2 = NH_2, R^4 = H$;
 $R^1 = OCH_3, R^2 = R^4 = Cl, R^3 = H$;
 $R^1 = OCH_3, R^2 = R^3 = R^4 = Cl$.

Для виділення амонієвої солі загальної формули II:



40 де $R = CH_3, C_2H_5, X^- = Cl, NO_3, \frac{1}{2}SO_4$,

фільтрат додатково обробляють активованим вугіллям, нагрівають до температури 50-80 °С і фільтрують з наступним упарюванням, охолодженням та фільтруванням другого фільтрату.

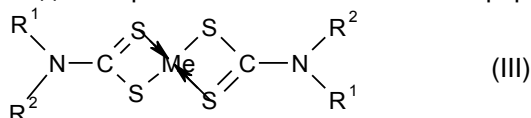
У випадку пестицидного препарату хлорамбен кислоту HX ($X^- = Cl, NO_3, \frac{1}{2}SO_4$) додають, контролюючи кислотність реакційної маси до pH=7 [Пат. України № 48145, МПК⁹ B09B 3/00, опубл. 10.03.2010, Бюл. № 5, 2010 р.].

45 Недоліками даного способу є:

обмежені можливості використання через отримання органічних амонієвих солей лише з алкільними радикалами CH_3 та C_2H_5 ;

50 втрати вторинних амінів через підвищену леткість внаслідок проведення реакції при температурах, вищих ніж температури кипіння цих речовин і, як наслідок, невисокий вихід кінцевих органічних амонієвих солей.

Найбільш близьким за технічною суттю є спосіб очищення головної фракції сирого бензолу коксохімічного виробництва від сірковуглецю шляхом обробки водно-лужним розчином, що містить полярні органічні добавки із класу амінів і амідів [Пат. України № 43462, МПК⁹ C01B 21/00, опубл. 25.08.2009, Бюл. № 16, 2009 р.], а саме - додаванням водно-лужного розчину, концентрацією 20-75 % мас., охолодженням реакційної маси при інтенсивному перемішуванні до температури 0-40 °С, наступним додаванням алкіл- та діалкіламінів HNR^1R^2 в кількості 1,15 моль на 1 моль сірковуглецю, витриманням реакційної маси протягом години та наступним додаванням до реакційної маси 0,55-0,65 моль водного розчину солі металу, інтенсивному перемішуванні при температурі 50-80 °С протягом 30 хв та виділенням із неї діалкілдитіокарбаматів металів загальної формули III:



де $\text{R}^1=\text{R}^2 = \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5, \text{C}_3\text{H}_7, \text{C}_4\text{H}_9$;

$\text{R}^1 = \text{H}, \text{R}^2 = \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5, \text{C}_3\text{H}_7, \text{C}_4\text{H}_9$;

$\text{Me}^{2+} = \text{Cu}, \text{Co}, \text{Zn}, \text{Ni}, \text{Mn}, \text{Fe}, \text{Sn}, \text{Pb}, \text{Hg}, \text{Cd}, \text{Mg}, \text{Ba}, \text{Ca}, \text{Sr}$.

Недоліками даного способу є наступне:

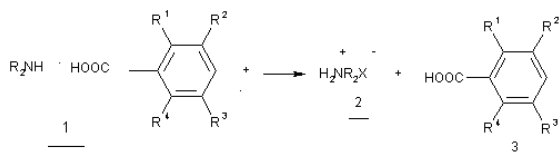
підвищена леткість реагентів внаслідок проведення реакції при температурі 0-40 °С та, в результаті, менший вихід кінцевих метал-хелатів S-, р- та d-металів;

обмеження практичного використання даного способу у різних технічних галузях та в органічному синтезі через непоказання можливості отримання метал-хелатів загальної формули $[\text{R}^1\text{R}^2\text{NC}(=\text{S})\text{S}]_n\text{Me}$, де $n=1,3$;

- значні витрати, пов'язані з використанням дорогих алкіл- та діалкіламінів при співвідношенні $\text{HNR}^1\text{R}^2 : \text{CS}_2=1,15:1,00$.

В основу корисної моделі поставлена задача створення способу утилізації сірковуглецю головної фракції сирого бензолу коксохімічних виробництв та пестицидних препаратів на основі похідних хлорвмісних карбонових кислот, в якому за рахунок введення нових операцій та їх послідовності досягається утворення діалкілдитіокарбаматів s-, р- та d-металів потенціальних поліфункціональних добавок до індустриальних мастил, ультраприскорювачів вулканізації гумових сумішей на основі натуральних та синтетичних каучуків дієнового типу та латексів, селективних флотаційних реагентів в гірничодобувній промисловості та ефективних протекторів радіаційного захисту, а стосовно хлорвмісних пестицидних препаратів - похідних арилкарбонових кислот як хімічних реагентів для хімічної синтетичної практики.

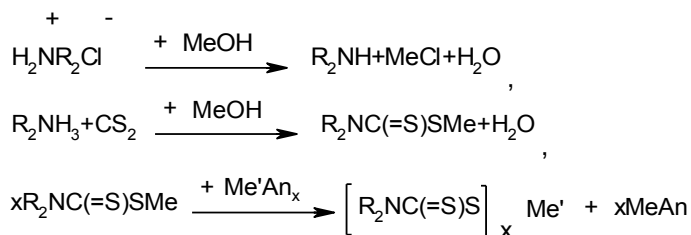
Позитивне рішення по способу утилізації сірковуглецю головної фракції сирого бензолу коксохімічних виробництв та пестицидних препаратів на основі похідних хлорвмісних карбонових кислот, що заявляється, досягається завдяки тому, що в раніше опублікованому способі переробки пестицидних препаратів на основі похідних хлорвмісних арилкарбонових кислот [Пат. України № 48145, МПК⁹ B09B 3/00, опубл. 10.03.2010, Бюл. № 5, 2010 р.] переробку пестицидних препаратів проводили за схемою:



де $\text{R}^1=\text{R}^3=\text{Cl}, \text{R}^2=\text{NH}_2, \text{R}^4=\text{H}; \text{R}^1=\text{OCH}_3, \text{R}^2=\text{R}^4=\text{Cl}, \text{R}^3=\text{H}; \text{R}^1=\text{OCH}_3, \text{R}^2=\text{R}^3=\text{R}^4=\text{Cl}; \text{R}=\text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5$, $\text{X}^- = \text{Cl}, \text{NO}_3, \frac{1}{2}\text{SO}_4$.

При цьому амінну складову виділяли у вигляді сполуки 2, а похідні хлорвмісних арилкарбонових кислот у вигляді сполуки 3, відділяючи їх фільтруванням. З фільтрату, додатково обробленим активованим вугіллям, нагрітим до 50-80 °С, упареним та знову охолодженим, виділяли амінну складову пестицидних препаратів у вигляді сполуки 2.

В заявленій корисній моделі запропонована більш глибока схема переробки похідних хлорвмісних карбонових кислот та сумісного хімічного зв'язування сірковуглецю головної фракції, що утворюється в процесі коксохімічного виробництва. В патенті на корисну модель, що заявляється, запропоновано використовувати водний розчин сполуки 2 у вигляді солянокислої солі $\text{H}_2\text{NR}_2\text{Cl}$ при обробці головної фракції коксохімічного виробництва наступним реагентним методом:



5 де R = CH₃, C₂H₅; Me = Na⁺, K⁺; Me' = Mg²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Sn²⁺, Pb²⁺, Cu²⁺, Zn²⁺, Co²⁺, Ni²⁺, Fe³⁺, Cr³⁺, Cd²⁺, Hg²⁺, Mn²⁺, Ag⁺; An⁻ = Cl, NO₃, 1/2SO₄; x=1-3.

10 Поставлена задача вирішується тим, що в способі утилізації сірковуглецю головної фракції сирого бензолу коксохімічних виробництв та пестицидних препаратів на основі похідних хлорвмісних карбонових кислот в головну фракцію, що містить сірковуглець, додають водний розчин органічних добавок із класу амінів у вигляді солянокислих солей концентрацією 15-70 % мас., охолоджують реакційну масу при інтенсивному перемішуванні до температури 0-5 °С з наступним додаванням водно-лужного розчину в сумарній кількості 0,20-0,25 моль луку на 0,1 моль солянокислої органічної амонієвої (амінної) солі та 0,1 моль сірковуглецю головної фракції, витримують реакційну масу протягом 1,0-2,0 год., нагрівають до 30-50 °С та додають еквівалентну кількість солей s-, p- та d-металів у вигляді водних розчинів; інтенсивно перемішують реакційну масу протягом 15-30 хв та виділяють із неї суміш діалкілдитіокарбаматів s-, p- та d-металів загальної формули [R₂NC(=S)S]_xMe', де R = CH₃, C₂H₅, Me' = Mg²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Sn²⁺, Pb²⁺, Cu²⁺, Zn²⁺, Co²⁺, Ni²⁺, Fe³⁺, Cr³⁺, Cd²⁺, Hg²⁺, Mn²⁺, Ag⁺; x=1-3 та хлоридів MeCl, де Me = Na⁺, K⁺.

20 Для розділення діалкілдитіокарбаматів [R₂NC(=S)S]_xMe' та хлоридів MeCl, їх суміш розчиняють в мінімальному об'ємі дистильованої води та відфільтровують погано розчинні діалкілдитіокарбамати s-, p- та d-металів.

Конкретні приклади реалізації способу, що заявляється.

Приклад 1. Переробка сірковуглецю головної фракції коксохімічного виробництва до диметилдитіокарбаматів s-металів (Me' = Mg, Ca, Sr, Ba).

25 В двогорлу колбу-реактор, обладнану механічною мішалкою, зворотним холодильником та льодовою банею, завантажують 0,1 моль сірковуглецю в складі головної фракції сирого бензолу та при інтенсивному перемішуванні додають водний розчин диметиламіну солянокислого в кількості 0,1 моль концентрацією 70 % мас, далі доводять температуру реакційної маси до 0-5 °С. До реакційної маси по краплинах додають водний розчин натрію гідроксиду в кількості 0,25 моль, розчиненому в мінімальній кількості води та при енергійному перемішуванні витримують реакційну масу протягом 1 год., далі нагрівають до 50 °С та додають еквівалентну кількість катіонів s-металів: Mg, Ca, Sr, Ba, інтенсивно перемішують протягом 30 хв та виділяють суміш диметилдитіокарбаматів s-металів [(CH₃)₂NC(=S)S]₂Me' та натрій хлориду. До відфільтрованої суміші доливають мінімальний об'єм дистильованої води, необхідний для повного розчинення натрій хлориду. Диметилдитіокарбамати s-металів фільтрують, ретельно промиваючи, висушують та зважують. Вихід диметилдитіокарбаматів s-металів складає 38,29-43,84 % (див. таблицю).

Приклад 2. Переробка сірковуглецю головної фракції коксохімічного виробництва до діалкілдитіокарбаматів p-металів (Me' = Sn, Pb).

40 В двогорлу колбу-реактор, обладнану механічною мішалкою, зворотним холодильником та льодовою банею, завантажують 0,1 моль сірковуглецю в складі головної фракції сирого бензолу та при інтенсивному перемішуванні додають водний розчин диметил- чи діетиламіну солянокислого в кількості 0,1 моль концентрацією 40 % мас., далі доводять температуру реакційної маси до 0-5 °С. До реакційної маси по краплинах додають водний розчин калій гідроксиду в кількості 0,2 моль, розчиненому в мінімальній кількості води та при енергійному перемішуванні витримують реакційну масу протягом 1,5 год., далі нагрівають до 40 °С та додають еквівалентну кількість катіонів p-металів: Sn, Pb, інтенсивно перемішують протягом 20 хв та виділяють суміш діалкілдитіокарбаматів p-металів [R₂NC(=S)S]_xMe' та калію хлорид. До відфільтрованої суміші доливають мінімальний об'єм дистильованої води, необхідний для повного розчинення калію хлориду. Діалкілдитіокарбамати p-металів фільтрують, ретельно промиваючи, висушують та зважують. Вихід діалкілдитіокарбаматів p-металів складає 77,63-93,11 % (див. таблицю).

Приклад 3. Переробка сірковуглецю головної фракції коксохімічного виробництва до діалкілдитіокарбаматів d-металів (Me' = Cu, Zn, Co, Ni, Fe, Cr, Cd, Hg, Mn, Ag).

В двогорлу колбу-реактор, обладнану механічною мішалкою, зворотним холодильником та льодовою банею, завантажують 0,1 моль сірковуглецю в складі головної фракції сирого бензолу та при інтенсивному перемішуванні додають водний розчин диметил- чи діетиламіну солянокислого в кількості 0,1 моль концентрацією 15 % мас., далі доводять температуру реакційної маси до 0-5 °С. До реакційної маси по краплинах додають водний розчин натрію гідроксиду в кількості 0,2 моль, розчиненому в мінімальній кількості води та при енергійному перемішуванні витримують реакційну масу протягом 2 год., далі нагрівають до 30 °С та додають еквівалентну кількість катіонів d-металів: Cu, Zn, Co, Ni, Fe, Cr, Cd, Hg, Mn, Ag, інтенсивно перемішують протягом 15 хв та виділяють суміш діалкілдитіокарбаматів d-металів $[R_2NC(=S)S]_xMe'$, де $x = 1-3$ та натрій хлориду. До відфільтрованої суміші доливають мінімальний об'єм дистильованої води, необхідний для повного розчинення натрію хлориду. Діалкілдитіокарбамати d-металів фільтрують, ретельно промиваючи, висушують та зважують. Вихід діалкілдитіокарбаматів d-металів складає 31,22-96,23 % (див. таблицю).

Таблиця

Фізико-хімічні характеристики діалкілдитіокарбаматів металів загальної формули $[R_2NC(=S)S]_xMe'$

Групи елементів згідно з положенням В ПС*	Метал		Замісники		Брутто-формула	M, г/моль	Колір сполуки	t _{пл.} (з розкл.) °С	Вихід, %	Вирахувано, % мас.		
	Me	X	R ¹	R ²						Знайдено, % мас.**		
										N	Me	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
s-метали	Mg	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Mg	264	білий	>250	42,56	10,58	9,18	
										10,27	8,92	
	Ca	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Ca	280	білий	>300	43,84	9,99	14,29	
											9,61	14,02
	Sr	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Sr	328	білий	>300	39,54	8,54	26,71	
										8,32	26,43	
	Ba	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Ba	377	білий	>250	38,29	7,42	36,35	
										7,27	36,06	
p-метали	Sn	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Sn	359	жовтий	153-156	88,31	7,80	33,05	
										7,46	32,69	
	Pb	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Pb	447	світло-сір.	172-177	77,63	6,26	46,28	
											5,93	46,12
		2	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₀ H ₂₀ S ₄ N ₂ Pb	503	жовтув.-білий	192-195	93,11	5,56	41,13	
										5,36	40,84	
d-метали	Cu	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Cu	304	коричневий	182-187	96,23	9,22	20,90	
										8,97	20,61	
		2	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₀ H ₂₀ S ₄ N ₂ Cu	360	коричневий	191-195	95,41	7,78	17,65	
										7,42	17,48	
	Zn	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Zn	305	білий	255-260	92,08	9,16	21,38	
											8,95	20,98
		2	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₀ H ₂₀ S ₄ N ₂ Zn	361	білий	149-159	93,23	7,74	18,06	
										7,56	17,71	
	Co	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Co	299	зелений	259-263	80,46	9,36	19,68	
											9,03	19,47
		2	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₀ H ₂₀ S ₄ N ₂ Co	355	зелений	225-230	78,06	7,88	16,58	
											7,67	16,18
	Ni	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Ni	299	світло-зел.	267-274	92,75	9,37	19,62	
											9,17	19,28
	2	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₀ H ₂₀ S ₄ N ₂ Ni	355	світло-зел.	222-225	95,39	7,89	16,52		
										7,53	16,38	
Fe	3	CH ₃	CH ₃	C ₉ H ₁₈ S ₆ N ₃ Fe	416	чорний	127-134	67,23	10,09	13,41		
										9,78	13,99	
	3	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₅ H ₃₀ S ₆ N ₃ Fe	500	чорний	178-180	81,21	8,39	11,15		
										8,19	10,72	
Cr	3	CH ₃	CH ₃	C ₉ H ₁₈ S ₆ N ₃ Cr	412	темно-зел.	>200	78,88	10,18	12,60		
										9,88	12,28	

Продовження таблиці

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
d-метали	Cr	3	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₅ H ₃₀ S ₆ N ₃ Cr	496	синій	>300	31,22	8,46 8,24	10,47 10,18
	Cd	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Cd	352	світло-жов.	>300	90,30	7,94 7,73	31,85 31,66
		2	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₀ H ₂₀ S ₄ N ₂ Cd	408	білий	221-223	94,08	6,85 6,42	27,48 27,06
	Hg	2	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₂ S ₄ N ₂ Hg	441	сірий	159-163	72,65	6,35 6,11	45,48 45,20
	Mn	3	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₅ H ₃₀ S ₆ N ₃ Mn	499	кор.-фіол.	65-71	90,67	8,41 8,35	10,99 10,67
	Ag	1	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₅ H ₁₀ S ₂ NAg	256	жовто-біл.	125-129	92,11	5,47 5,29	42,11 41,93

Примітки: * - перелік прийнятих скорочень: ПС - періодична система хімічних елементів Д. І. Менделєєва, біл. - білий, жов. - жовтий, жовтув. - жовтуватий, зел. - зелений, кор. - коричневий, рож. - рожевий, сір. - сірий, фіол. - фіолетовий;

** - вміст Нітрогену визначали методом К'ельдаля [Климова В. А. Основные микрометоды анализа органических соединений. Изд. 2-е доп. - М.: Химия.-1975 р. - С. 94-104], а металів - атомно-адсорбційним методом.

Наведені вище приклади способу утилізації сірковуглецю головної фракції сирого бензолу коксохімічних виробництв та пестицидних препаратів на основі похідних хлорвмісних карбонових кислот свідчать про можливість ефективного очищення головної фракції від сірковуглецю з утворенням діалкілдитіокарбаматів S-, p- та d-металів потенціальних поліфункціональних добавок до індустриальних мастил, ультраприскорювачів вулканізації гумових сумішей на основі натуральних та синтетичних каучуків дієногового типу та латексів, селективних флотаційних реагентів в гірничодобувній промисловості та ефективних протекторів радіаційного захисту, а у випадку хлорвмісних пестицидних препаратів - похідних арилкарбонових кислот як хімічних реагентів для хімічної синтетичної практики.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб утилізації сірковуглецю головної фракції сирого бензолу коксохімічних виробництв та пестицидних препаратів на основі похідних хлорвмісних карбонових кислот шляхом охолодження реакційної маси при інтенсивному перемішуванні та обробки водно-лужним розчином, який **відрізняється** тим, що в головну фракцію, що містить сірковуглець, додають водний розчин органічних добавок із класу амінів у вигляді солянокислих солей концентрацією 15-70 % мас., охолоджують реакційну масу при інтенсивному перемішуванні до температури 0-5 °С з наступним додаванням водно-лужного розчину в сумарній кількості 0,20-0,25 моль лугу на 0,1 моль солянокислої органічної амонієвої (амінної) солі та 0,1 моль сірковуглецю головної фракції, витримують реакційну масу протягом 1,0-2,0 год., нагрівають до 30-50 °С та додають еквівалентну кількість солей s-, p- та d-металів у вигляді водних розчинів; інтенсивно перемішують реакційну масу протягом 15-30 хв та виділяють із неї суміш діалкілдитіокарбаматів s-, p- та d-металів загальної формули [R₂NC(=S)S]_xMe', де R = CH₃, C₂H₅, Me' = Mg²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Sn²⁺, Pb²⁺, Cu²⁺, Zn²⁺, Co²⁺, Ni²⁺, Fe³⁺, Cr³⁺, Cd²⁺, Hg²⁺, Mn³⁺, Ag⁺; x=1-3, та хлоридів MeCl, де Me=Na⁺,K⁺.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що для розділення діалкілдитіокарбаматів [R₂NC(=S)S]_xMe' та хлоридів MeCl, їх суміш розчиняють в мінімальному об'ємі дистильованої води та відфільтровують погано розчинні діалкілдитіокарбамати s-, p- та d-металів.

Комп'ютерна верстка Л. Купенко

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