



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **69635** (13) **U**
(51) МПК (2012.01)
B09B 3/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2011 11881</p> <p>(22) Дата подання заявки: 10.10.2011</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.05.2012</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.05.2012, Бюл.№ 9</p>	<p>(72) Винахідник(и): Ранський Анатолій Петрович (UA), Петрук Роман Васильович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): ВІННИЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, Хмельницьке шосе, 95, м.Вінниця, 21021 (UA)</p>
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

(54) СПОСІБ ПЕРЕРОБКИ ВИСОКОТОКСИЧНОГО ФОСФОРОВІСНОГО ПЕСТИЦИДНОГО ПРЕПАРАТУ ДИМЕТОАТ

(57) Реферат:

Спосіб переробки високотоксичного фосфоровмісного пестицидного препарату диметоат шляхом обробки водно-лужним розчином з послідуєчим його нагріванням та гідролізом.

UA 69635 U

Корисна модель належить до області екології, а саме до способів утилізації непридатних до цільового використання пестицидних препаратів (ПП) і може бути використана для зменшення кількості токсичних ПП класу фосфоровмісних органічних сполук, що накопичені у складах України та чинять значне екологічне навантаження на довкілля.

5 Відомий спосіб переробки ПП па основі похідних хлорвмісних піридилкарбонових кислот шляхом обробки водним розчином кислоти НХ пестицидних препаратів та витримуванні їх протягом 30 хв. при температурі 40-90 °С з послідовним охолодженням та фільтруванням [Патент України № 48146, М. кл. В09В3/00. Опубл. 10.03.2010, бюл. № 5].

10 Недоліком цього способу є обмежена галузь застосування, так як в заявленому способі відсутня можливість переробки непридатних ПП із класу фосфоровмісних органічних сполук. Додаткова перекристалізація виділених піридилдикарбонових кислот з використанням активованого вугілля приводить до подорожчання даного способу, упарювання отриманого розчину з додатковим контролем кислотності середовища (рН=7), що приводить до ускладнення технології переробки таких технічних об'єктів.

15 Відомий спосіб переробки багатоконпонентних пестицидних препаратів із класу тіурамдисульфідів, який включає взаємодію сірковмісного ПП з сульфідно-лужним розчином, послідовною обробкою солями перехідних металів, фільтруванням осаду та його висушуванням [Патент України № 76472, М. кл. В09В3/00. Опубл. 15.08.2006, бюл. № 8].

20 Недоліком цього способу є використання високотоксичної сульфідно-лужної суміші, а також додаткове використання ароматичних вуглеводнів, нижчих аліфатичних спиртів та/або високотоксичного 1,2-дихлоретану, що веде до подорожчання даного способу.

Найбільш близьким за технічною суттю до способу, що заявляється, є спосіб очистки промислових стічних вод, який включає коректування величини рН середовища, додавання стехіометричної кількості фосфат-іонів, відстоювання осаду подвійних солей та їх виділення, причому в стічних водах коректування рН середовища ведуть додаванням солей NF_4^+ або аміачної води, або фосфат-іонів і/або одного чи кількох іонів перехідних металів M^{2+} , де $\text{M}^{2+} = \text{Fe}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Mn}^{2+}$ та Mg^{2+} у вигляді водних розчинів для забезпечення стехіометричного співвідношення $\text{M}^{2+}:\text{NH}_4^+:\text{PO}_4^{3-}=1:1:1$. Як джерело PO_4^{3-} -іонів застосовують розчини Na_3PO_4 , H_3PO_4 , амофосу або іншої фосфатовмісної сировини. Добуті осади подвійних солей типу MNH_4PO_4 виділяють, а фільтрат повертають у технологічний цикл або подають на скидання. Добуті осади подвійних солей типу MNH_4PO_4 піддають піролізу при 400-700 °С, а фільтрати повертають у технологічний цикл або подають на скидання вод [Пат. № 56618 України, А. кл С02F 1/62, опубл. 15.05.2003р, Бюл. № 5].

35 Недоліком цього способу є вузька галузь застосування, зокрема промислові стічні води, стічні води гальванічних та хімічних підприємств, що не дає змогу утилізувати високотоксичні фосфоровмісні органічні препарати. Ще одним недоліком даного способу є необхідність проведення високотемпературного піролізу утворених подвійних солей типу MNH_4PO_4 , що приводить до великих енергетичних затрат і є економічно недоцільним.

40 В основу корисної моделі поставлено задачу створення способу переробки високотоксичного фосфоровмісного пестицидного препарату диметоат, в якому за рахунок введення нових операцій, їх параметрів та режимів досягається утворення подвійних солей 3d-металів та їх можливе використання як мікродобрив в сільському господарстві.

45 Поставлена задача вирішується тим, що в способі переробки високотоксичного фосфоровмісного пестицидного препарату диметоат, шляхом обробки водно-лужним розчином при мольному співвідношенні пестицидного препарату: $\text{NaOH} = 1:7$, витримують реакційну масу при інтенсивному перемішуванні та температурі 85-105 °С протягом 180-210 хвилин, охолоджують до 20-25 °С, додають еквівалентну кількість амонію гідроксиду або розчинених у воді амонійних солей неорганічних кислот, після чого додають еквівалентну кількість розчинних у воді солей неорганічних кислот деяких 3d-металів, фільтрують утворений осад подвійних солей MNH_4PO_4 , де $\text{M}^{2+} = \text{Mg}, \text{Fe}, \text{Zn}, \text{Mn}, \text{Cu}, \text{Co}, \text{Ni}, \text{Hg}$.

Додатково для утворення подвійної солі MNH_4PO_4 забезпечують еквівалентну кількість амонійного катіону шляхом його попереднього кількісного визначення.

Додатково для утворення подвійної солі MNH_4PO_4 забезпечують еквівалентну кількість катіонів металів шляхом її попереднього кількісного визначення.

55 Наведемо конкретні приклади реалізації способу, що заявляється.

Приклад 1.

60 52,5 мл 40 % мас. розчину пестицидного препарату диметоат завантажують в реактор і невеликими порціями додають 140 мл 20 % мас. розчину лугу NaOH . Реакційну масу витримують при перемішуванні та нагріванні до 105 °С протягом 180 хвилин. Після визначення рН середовища доводять значення до 10 та при перемішуванні додають еквівалентну NH_4OH та

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Реакційну суміш відстоюють протягом 4,0 годин, відділяють від осаду декантацією, залишок відфільтровують та висушують на повітрі. Отримані дані по синтезу купруму амонію ортофосфату наведено у таблиці.

Приклад 2.

- 5 52,5 мл 40 % мас. розчину пестицидного препарату диметоат завантажують в реактор і невеликими порціями додають 140 мл 20 % мас. розчину лугу NaOH. Реакційну масу витримують при перемішуванні та нагріванні до 105 °C протягом 180 хвилин. Після визначення рН середовища доводять значення до 10 та при перемішуванні додають еквівалентну кількість NH_4OH та ZnCl_2 .
- 10 Реакційну суміш відстоюють протягом 4,0 годин, відділяють від осаду декантацією, залишок відфільтровують та висушують на повітрі. Отримані дані по синтезу цинку амонію ортофосфату наведено у таблиці.

Таблиця

Фізико-хімічні характеристики подвійних солей ортофосфорної кислоти загальної формули MNH_4PO_4

№ т/п	Сполука	Мол. вага	Колір	$t_{\text{пл}}, ^\circ\text{C}$	Знайдено Визначено, %			Вихід, % мас.
					P	N	M	
1	$\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	245,40	білий	розкл.	$\frac{12,23}{12,61}$	$\frac{5,39}{5,70}$	$\frac{9,21}{9,91}$	98,0
2	$\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	155,35	білий	розкл.	$\frac{19,44}{19,93}$	$\frac{8,80}{9,01}$	$\frac{14,93}{15,65}$	98,1
3	$\text{FeNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	186,88	зелен.	>200	16,32	$\frac{7,03}{7,49}$	$\frac{28,05}{29,89}$	98,3
4	$\text{ZnNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	196,45	білий	>200	$\frac{15,14}{15,76}$	$\frac{6,76}{7,13}$	$\frac{31,93}{33,29}$	96,6
5	$\text{MnNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	186,02	рожев.	розкл.	$\frac{16,32}{16,64}$	$\frac{7,17}{7,52}$	$\frac{28,56}{29,53}$	98,0
6	$\text{CuNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	194,57	блакитн.	>200	$\frac{15,83}{15,91}$	$\frac{6,85}{7,19}$	$\frac{32,08}{32,66}$	98,2
7	$\text{CoNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	189,97	фіол.	>200	$\frac{16,01}{16,30}$	$\frac{7,03}{7,36}$	$\frac{30,67}{31,03}$	99,2
8	$\text{HgNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	331,61	жовт.	розкл.	$\frac{8,76}{9,34}$	$\frac{3,99}{4,22}$	$\frac{60,03}{60,48}$	98,8
9	$\text{NiNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	189,71	зелен.	розкл.	$\frac{15,87}{16,32}$	$\frac{7,14}{7,38}$	$\frac{30,27}{30,93}$	96,5

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

15

1. Спосіб переробки високотоксичного фосфоровмісного пестицидного препарату диметоат, шляхом обробки водно-лужним розчином з послідовним його нагріванням та гідролізом, який **відрізняється** тим, що гідроліз проводять при мольному співвідношенні пестицидного препарату: $\text{NaOH}=1:7$, витримують реакційну масу при інтенсивному перемішуванні та температурі 85-105 °C протягом 180-210 хвилин, охолоджують до 20-25 °C, додають еквівалентну кількість амонію гідроксиду або розчинених у воді амонійних солей неорганічних кислот, після чого додають еквівалентну кількість розчинних у воді солей неорганічних кислот деяких 3d-металів, та фільтрують утворений осад подвійних солей MNH_4PO_4 , де $\text{M}^{2+}=\text{Mg}, \text{Fe}, \text{Zn}, \text{Mn}, \text{Cu}, \text{Co}, \text{Ni}, \text{Hg}$.

20

25

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що для утворення подвійної солі MNH_4PO_4 забезпечують еквівалентну кількість амонійного катіону шляхом його попереднього кількісного визначення.

30

3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що для утворення подвійної солі MNH_4PO_4 забезпечують еквівалентну кількість катіонів металів шляхом її попереднього кількісного визначення.

Комп'ютерна верстка Л.Литвиненко

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