



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **54123** (13) **U**
(51) МПК (2009)
C08F 240/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ НАФТОПОЛІМЕРНОЇ СМОЛИ З КАРБОКСИЛЬНИМИ ГРУПАМИ

1

2

(21) u201005476

(22) 05.05.2010

(24) 25.10.2010

(46) 25.10.2010, Бюл.№ 20, 2010 р.

(72) ГРИНИШИН ОЛЕГ БОГДАНОВИЧ, БРАТИЧАК
МИХАЙЛО МИКОЛАЙОВИЧ, КРИНИЦЬКИЙ ВО-
ЛОДИМИР ВАСИЛЬОВИЧ, ДОНЧАК ВОЛОДИМИР
АНДРІЙОВИЧ(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ЛЬВІВСЬКА
ПОЛІТЕХНІКА"

(57) Спосіб одержання нафтополімерної смоли з карбоксильними групами, що включає ініційовану олігомеризацію ненасичених вуглеводнів фракції C_9 рідких продуктів піролізу вуглеводневої сировини в присутності ініціатора та відділення непрореагованих вуглеводнів, який **відрізняється** тим, що як ініціатор олігомеризації використовують дитрет-бутилдиперпіромелітат.

Корисна модель відноситься до високомолекулярних сполук, які одержують реакцією олігомеризації ненасичених сполук, що входять до складу фракції C_9 рідких продуктів піролізу (РПП) сировини нафтового походження, зокрема до одержання нафтополімерних смол (НПС), що використовуються в целюлозно-паперовій, гумовотехнічній та інших галузях промисловості, а також як компонент різноманітних покриттів та модифікуюча добавка до нафтових бітумів.

Відомий спосіб одержання нафтополімерної смоли з карбоксильними групами (НПСК), що включає ініційовану олігомеризацію ненасичених вуглеводнів фракції C_9 рідких продуктів піролізу вуглеводневої сировини в присутності ініціатора та відділення непрореагованих вуглеводнів [Братичак М.М. Використання рідких продуктів піролізу вуглеводневої сировини для одержання нафтополімерних смол з карбоксильними групами / Братичак М.М., Чайківський О.В., Топільницький П.І. // Нафтова і газова промисловість. - 1998. - №8. - С.63-64]. НПСК синтезували при температурі 60-90°C впродовж 50 год в присутності ініціатора - 4,4'-азобіс-(4-ціанпентанової) кислоти (АЗК) в кількості 2-10% мас. на сировину. Одержані НПСК мали молекулярну масу 400-1200, бромне число 12,0-23,0 мг Br_2 /г, кислотне число 45-84 г КОН/100 г.

Але вказаний азоініціатор має високу вартість і не забезпечує одержання НПС з високими виходом і функційністю за карбоксильними групами.

В основу корисної моделі поставлене завдання вдосконалити спосіб одержання нафтополімерних смол з карбоксильними групами, в якому вико-

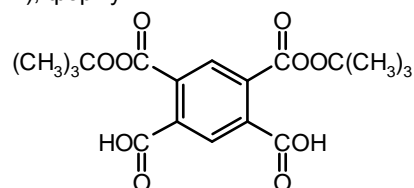
ристання нового ініціатора забезпечило б можливість одержання НПСК з вищими функційністю за карбоксильними групами та виходом, а також здешевило б НПСК.

Поставлене завдання вирішується тим, що в спосіб одержання НПСК, що включає ініційовану олігомеризацію ненасичених вуглеводнів фракції C_9 рідких продуктів піролізу в присутності ініціатора та відділення непрореагованих вуглеводнів, згідно з корисною моделлю, як ініціатор олігомеризації використовують дитрет-бутилдиперпіромелітат.

За рахунок наявності в структурі дитрет-бутилдиперпіромелітату пероксидних груп з високою реакційною здатністю одержують НПСК з вищою функційністю за карбоксильними групами і вищим виходом. При цьому НПСК, одержані в присутності дитрет-бутилдиперпіромелітату є дешевшими, ніж НПСК, одержані в присутності АЗК.

Для одержання НПСК були використані:

- фракція C_9 рідких продуктів піролізу вуглеводневої сировини з такими характеристиками: густина - 908 кг/м³; бромне число - 112 мг Br_2 /г; вміст ненасичених вуглеводнів - 52,1% мас;
- ініціатор - дитрет-бутилдиперпіромелітат (ППМ), формули:

(13) **U**(11) **54123**(19) **UA**

синтезований за методикою [А. с. СССР №578308. Симметричный дитрет-бутилдиперпиромеллитат - отвердитель эпоксиодно-полиэфирных композиций / Федорова В.А., Дончак В.А., Пучин В.А., Братычак М.Н. Шибанов В.В. Романов В.А. / Оупбл. Б. И., 1977. - №40. - С.72] з такими показниками: молекулярна маса - 398; кислотне число - 281 мг КОН/г.

Молекулярну масу нафтополімерних смол визначали кріоскопічним методом в бензолі за стандартною методикою [Исагулянц В. И. Химия нефти / Исагулянц В.И., Егорова Г.М. - М.: Химия, 1965. - 517с.].

Бромне і кислотне числа нафтополімерних смол визначали за стандартною методикою [Одабашян Г.В. Лабораторный практикум по химии и технологии основного органического и нефтехимического синтеза / Одабашян Г.В. - М: Химия, 1982 - 240с.].

Температуру розм'якшення визначали методом "кільця та кулі" за стандартною методикою (ГОСТ 11506-73).

Функційність за карбоксильними групами розраховували за методикою, описаною в [Криницький В.В. Модифікація нафтових бітумів нафтополімерними смолами. Дис. на здобуття наук. ступ. канд. техн. наук. НУ "Львівська політехніка". Львів, 2008. - 20с].

Приклад 1

До 100 г фракції C_9 додавали 2,5 г (2,5% мас.) ініціатора (ППМ) і проводили перемішування до повного розчинення. Реакційну суміш завантажували в стальну капсулу, продували інертним газом для видалення повітря і герметично закривали. Капсулу поміщали в термостат. Процес олігомери-

зації проводили при температурі 120°C протягом 50 год. Непрореаговані вуглеводні відділяли осадженням в парафіністому розчиннику (петролейному етері) і висушували при температурі 80°C у вакуумі до постійної маси. В результаті одержано 15,4 г НПСК. Умови процесу одержання і основні показники НПСК наведені в таблиці.

Приклад 2

Процес одержання НПСК проводили аналогічно, як у прикладі 1 при температурі 140°C протягом 50 год. в присутності 2,5% мас. ППМ. В результаті одержано 17,9г НПСК. Умови процесу одержання і основні показники НПСК наведені в таблиці.

Приклад 3

Процес одержання НПСК проводили аналогічно, як у прикладі 1 при температурі 140°C протягом 30год. в присутності 5,0% мас. ППМ. В результаті одержано 19,5г НПСК. Умови процесу одержання і основні показники НПСК наведені в таблиці.

Приклад 4

Процес одержання НПСК проводили аналогічно, як у прикладі 1 при температурі 140°C протягом 10год. в присутності 5,0% мас. ППМ. В результаті одержано 18,5г НПСК. Умови процесу одержання і основні показники НПСК наведені в таблиці.

Приклад 5

Процес одержання НПСК проводили аналогічно, як у прикладі 1 при температурі 140°C протягом 30год. в присутності 5,0% мас. ППМ. В результаті одержано 14,7 г НПСК. Умови процесу одержання і основні показники НПСК наведені в таблиці.

Таблиця

Умови одержання, вихід та основні фізико-хімічні характеристики НПСК

Показник	Найближчий аналог*	Приклад				
		1	2	3	4	5
Умови одержання						
Вміст ініціатора, % мас.	5,0	2,5	2,5	5,0	5,0	5,0
Температура, °C	70	120	140	140	140	140
Тривалість, год.	50	50	50	50	30	10
Вихід НПСК, % мас.	12,8	15,4	17,9	19,5	18,5	14,7
Властивості НПСК						
Молекулярна маса	970	1290	1100	1030	950	840
Бромне число, г Br_2 /100 г	18,5	22,4	16,2	11,7	7,0	3,8
Кислотне число, г КОН/100 г	67,8	52,3	75,0	96,3	115,5	147,1
Температура розм'якшення, °C	82	87	86	85	84	83
Функційність	1,17	1,20	1,47	1,77	1,96	2,20

*нафтополімерна смола з карбоксильними групами, отримана на основі фракції C_9 рідких продуктів піролізу дизельного палива в присутності 5,0% мас. АЗК при температурі 70°C протягом 50 год.