



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **102711** (13) **U**

(51) МПК (2015.01)

C10G 50/00

C08F 2/04 (2006.01)

C08F 4/34 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (21) Номер заявки: u 2015 05644 | (72) Винахідник(и): Фуч Уляна Василівна (UA), Оробчук Оксана Михайлівна (UA), Дзіняк Богдан Остапович (UA), Субтельний Роман Олександрович (UA) |
| (22) Дата подання заявки: 08.06.2015 | |
| (24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.11.2015 | |
| (46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.11.2015, Бюл.№ 21 | (73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ЛЬВІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА", вул. Ст. Бандери, 12, м. Львів-13, 79013 (UA) |

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ НАФТОПОЛІМЕРНОЇ СМОЛИ

(57) Реферат:

Спосіб одержання нафтополімерної смоли включає радикальну олігомеризацію фракції C_9 рідких продуктів піролізу дизельного палива у присутності ініціатора та емульгатора, розчинених у воді, з наступним виділенням нафтополімерної смоли. Як ініціатор використовують персульфат калію. Радикальну олігомеризацію здійснюють в емульсії, а нафтополімерну смолу виділяють центрифугуванням з наступним досушуванням.

UA 102711 U

Корисна модель призначена для одержання нафтополімерних смол (НПС), які використовують у виробництві лакофарбових матеріалів, в целюлозно-паперовій промисловості, у гумотехнічній галузі, для заміни дорогівартісних і дефіцитних продуктів природного походження.

Відомий спосіб одержання НПС шляхом радикальної (термічної та ініційованої) олігомеризації фракцій рідких продуктів піролізу (РПП). [Думский, Ю.В. Химия и технология нефтеполимерных смол / Ю.В. Думский, Б.И. Но, Г.М. Бутов. - М.: Химия, 1999. - 312 с.].

Даний спосіб включає необхідність застосування високих температур реакції (453...473 К), тривалого часу реакції (6...8 год.), складного виділення цільових продуктів, отримання коолігомерів з невисокою молекулярною масою (600...900) та з достатньо значним забарвленням за йодометричною шкалою (ЙМШ) (40...100 мг I₂/100 мл), що суттєво обмежує можливість їх подальшого використання.

Відомий спосіб одержання нафтополімерної смоли, що включає радикальну олігомеризацію фракції C₉ рідких продуктів піролізу дизельного палива у присутності ініціатора з наступним виділенням нафтополімерної смоли [Патент № 66063А Україна, МПК: C10G 50/00, C08F2/04, C08F 4/34. Спосіб одержання нафтополімерної смоли / Субтельний Р.О., Дзіняк Б.О.; заявл. 18.07.2003; опубл. 15.04.2004, бюл. № 4].

Проте, для даного способу одержання НПС характерним є: тривале проведення реакції (6-8 год.), висока температура реакції 423 К, значна в'язкість реакційного середовища, що перешкоджає регулюванню теплового режиму процесу, високий показник кольору (40...60 мг I₂/100 мл), а також необхідність відгонки непрореагованих вуглеводнів у середовищі інертного газу спочатку при атмосферному тиску, а потім під вакуумом, що суттєво ускладнює виділення олігомеру.

В основу корисної моделі поставлено задачу створити спосіб отримання нафтополімерної смоли, в якому проведення олігомеризації у водному середовищі і використання водорозчинного ініціатора і стабілізатора емульсії, забезпечило б зменшення тривалості процесу, зниження температури, зменшення в'язкості реакційного середовища і, відповідно, покращення регулювання теплового режиму процесу, спрощення виділення НПС з реакційної суміші і одержання НПС з низьким показником кольору.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі одержання НПС, що включає радикальну олігомеризацію фракції C₉ рідких продуктів піролізу дизельного палива у присутності ініціатора та емульгатора, розчинених у воді, з наступним виділенням нафтополімерної смоли, згідно з корисною моделлю, як ініціатор використовують персульфат калію, радикальну олігомеризацію здійснюють в емульсії, а нафтополімерну смолу виділяють центрифугуванням з досушуванням.

При проведенні емульсійної олігомеризації як дисперсійне середовище використовують воду з розчиненим в ній ініціатором та емульгатором, а як дисперсійну фазу - фракцію C₉ РПП дизельного палива. Процес олігомеризації в емульсії дозволяє отримати олігомери з високою молекулярною масою при високій швидкості реакції та низькій температурі. Використання води як дисперсійного середовища забезпечує хорошу теплопередачу реакційної суміші, легке відведення тепла і підтримання ізотермічних умов у зоні реакції. Це забезпечує досягнення відносно високих виходів продукту НПС із високою температурою розм'якшення і молекулярною масою, невисоким бромним числом та світлим кольором, а також дозволяє знизити собівартість отриманих коолігомерів.

Спосіб одержання НПС включає радикальну олігомеризацію фракції C₉ рідких продуктів піролізу дизельного палива, здійснюють в емульсії у присутності ініціатора персульфату калію та емульгатора, розчинених у воді, а виділяють НПС центрифугуванням з досушуванням.

Для одержання НПС були використані: фракція Сд РПП дизельного палива з наступними фізико-хімічними характеристиками: густина 939 кг/м³; бромне число - 68 г Br₂/100 г; молекулярна маса - 102; вміст ненасичених сполук до 45,0 %, ініціатор радикальної олігомеризації - персульфат калію, емульгатор - Е-30 (суміш лінійних алкансульфонатів з довжиною вуглецевого ланцюга - C₁₅).

Для одержаних олігомерів визначали вихід (в перерахунку на ненасичені реакційноздатні сполуки) і фізико-хімічні показники. Бромне число визначали за методикою [Годовская К.И., Рябина Л.В., Новик Г.Ю., Гернер М.М. Технический анализ. - Высшая школа, 1972. - 487 с.], колір визначали згідно з ГОСТ 19266-79, температуру розм'якшення визначали за методом кільця та кульки згідно з ГОСТ 11506-73.

Приклад 1.

Олігомеризацію фракції C₉ у емульсії проводили у тригорлій колбі, оснащений мішалкою. У колбу подавали компоненти реакційної суміші у визначеному співвідношенні. Дослід проводили

при об'ємному співвідношенні [дисперсна фаза]:[дисперсійне середовище] - 1:2. У 0,05 л (46,25 г) фракції C_9 РПП дизельного палива додавали емульгатор Е-30 у кількості 0,7 % мас. від вихідної фракції (0,3286 г). У 0,1 л (100,00 г) води розчиняли ініціатор персульфат калію у кількості 1 % мас. від водної фази (1 г). Реакцію проводили впродовж 3 год. при температурі 323 К при інтенсивному перемішуванні 1400 об/хв. Одержану суміш відфільтровували, коолігомер досушували у вакуум-сушильній шафі при температурі 343К. Непрореаговані вуглеводні відділяли від дисперсійного середовища в центрифугі. В результаті одержано 6,06 г коолігомеру, вихід коолігомеру у перерахунку на ненасичені вуглеводні фракції C_9 складає 28,7 % мас. Одержана смола має наступні характеристики: бромне число - 40,8 г $Br_2/100$ г; температура розм'якшення 343К; колір за ЙМШ - 40мг $I_2/100$ мл. Смола повністю розчинна в уайт-спіриті.

Приклад 2.

Олігомеризацію фракції C_9 здійснювали аналогічно, як у прикладі 1, при об'ємному співвідношенні [дисперсна фаза]:[дисперсійне середовище] - 1:2 та при інтенсивному перемішуванні 1800 об./хв. В результаті одержано 7,04 г олігомери, вихід на ненасичені вуглеводні фракції C_9 складає 33,3 % мас. Одержана смола має наступні характеристики: бромне число - 38,2 г $Br_2/100$ г; температура розм'якшення 358К; колір за ЙМШ – 40 мг $I_2/100$ мл. Смола повністю розчинна в уайт-спіриті.

Приклад 3.

Олігомеризацію фракції C_9 здійснювали аналогічно, як у прикладі 1, при об'ємному співвідношенні [дисперсна фаза]:[дисперсійне середовище] - 1:2 і температурі реакції 323К. У 0,05 л (46,25 г) фракцію C_9 РПП дизельного палива додавали емульгатор Е-30 у кількості 0,2 % мас. від вихідної фракції (0,0939г), кількість обертів мішалки 1800. В результаті одержано 7,51 г олігомери, вихід на ненасичені вуглеводні фракції C_9 складає 35,6 % мас. Одержана смола має наступні характеристики: бромне число - 37,6 г $Br_2/100$ г; температура розм'якшення 357К; колір за ЙМШ - 40мг $I_2/100$ мл. Смола повністю розчинна в уайт-спіриті.

Приклад 4.

Олігомеризацію фракції C_9 здійснювали аналогічно як у прикладі 1, при об'ємному співвідношенні [дисперсна фаза]:[дисперсійне середовище] - 1:2, температурі реакції 338К і концентрації емульгатора Е-30 0,2 % мас. від вихідної фракції (0,0939г). В результаті одержано 7,65 г олігомеру, вихід на ненасичені вуглеводні фракції C_9 складає 36,2 % мас. Одержана смола має наступні характеристики: бромне число - 32,0 г $Br_2/100$ г; температура розм'якшення 343К; колір за ЙМШ - 40мг $I_2/100$ мл. Смола повністю розчинна в уайт-спіриті.

Одержані у всіх прикладах олігомери відповідають вимогам ТУ У 6-05743160.020-99 на смолу нафтополімерну лакофарбову синтетичну.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб одержання нафтополімерної смоли, що включає радикальну олігомеризацію фракції C_9 рідких продуктів піролізу дизельного палива у присутності ініціатора та емульгатора, розчинених у воді, з наступним виділенням нафтополімерної смоли, який **відрізняється** тим, що як ініціатор використовують персульфат калію, радикальну олігомеризацію здійснюють в емульсії, а нафтополімерну смолу виділяють центрифугуванням з наступним досушуванням.