



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **72965** (13) **U**
(51) МПК (2012.01)
C06B 45/00
C07F 17/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2011 15057	(72) Винахідник(и): Нестерова Олена Юріївна (UA), Косіцина Олена Сергіївна (UA), Яловикова Альона Ігорівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 19.12.2011	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.09.2012	(73) Власник(и): ДНІПРОПЕТРОВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ОЛЕСЯ ГОНЧАРА, Пр. Гагаріна, 72, м. Дніпропетровськ, 49010 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.09.2012, Бюл.№ 17	

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ 1,1'-ДІЕТИЛФЕРОЦЕНУ ЯК КАТАЛІЗАТОРА ШВИДКОСТІ ГОРІННЯ ВИБУХОВИХ ВИСОКОЕНЕРГЕТИЧНИХ КОМПОЗИЦІЙ

(57) Реферат:

Спосіб одержання 1,1'-діетилфероцену як каталізатора швидкості горіння вибухових високоенергетичних композицій шляхом відновлення 1,1'-діацетилфероцену. Відновлення проводять під дією водного гідрозингідрату та гідроксиду калію при 120-130 °С у середовищі діетиленгліколю протягом 2-3 годин.

UA 72965 U

Корисна модель належить до ракетно-космічної галузі і стосується сумішевих твердих ракетних палив (СТРП), а саме - виробництва штатного регулятора швидкості горіння вибухових високоенергетичних композицій, наприклад 1,1'-діетилфероцену.

СТРП, які містять у своєму складі неорганічний окиснювач, порошок алюмінію, низькомолекулярний каучук з функціональними гідроксильними або карбоксильними групами є найбільш поширеними [1]. Швидкість горіння таких палив регулюється частково за рахунок каталізаторів горіння [2]. До ефективних каталізаторів горіння таких композицій належать фероцен та його похідні, серед яких найпоширенішим є 1,1'-діетилфероцен (ДАФ-2).

Відомі способи одержання 1,1'-діетилфероцену передбачають відновлення 1,1'-діацетилфероцену (ДАФ) із застосуванням як відновлювачів - алюмогідридів лужних металів [3] або гідридів бору в присутності кислот Бренстеда [4]. Наведені способи мають суттєві недоліки, серед яких можна зазначити застосування дорогих відновлювачів; органічних зневожених розчинників та присутності інертного газу, що приводить до підвищення ціни виробництва. Процес відновлення та розкладання реакційної маси є вибухо- та пожежонебезпечним і потребує застосування спеціального обладнання та підвищених засобів техніки безпеки. Продуктами розкладу гідридних відновлювачів є оксиди відповідних металів, які потребують системи очищення та утилізації.

Найбільш близьким до запропонованого рішення за технічною сутністю є спосіб, який передбачає відновлення 1,1'-діацетилфероцену (ДАФ) до 1,1'-діетилфероцену воднем під тиском у присутності платинових каталізаторів [5]. Відповідно до прототипу в автоклаві змішують метанольний розчин 1,1'-діацетилфероцену з каталізатором, що містить 5 % платини, та насичують його воднем 24 години під тиском 40 атмосфер. Суміш відфільтровують від каталізатора, розчинник відганяють, продукт двічі переганяють при зниженому тиску. Вихід продукту - 60 %, температура кипіння 87-89 °C при 0,15 mm, $n_D^{25}=1,5761$.

Спосіб-прототип має наступні недоліки: низький вихід цільового продукту; використання у технологічному процесі дорогого металу - платини, що приводить до підвищення собівартості продукту, застосування газоподібного водню під тиском, що потребує спеціального обладнання та застосування додаткових засобів вогне- та вибухозабезпечення.

В основу корисної моделі поставлено задачу підвищення виходу 1,1'-діетилфероцену, спрощення процесу відновлення, забезпечення економічності та пожежної безпеки технологічного процесу за рахунок використання дешевих та безпечних компонентів.

Поставлена задача вирішується тим, що відновлення 1,1'-діацетилфероцену проводять під дією водного гідразингідрату та гідроксиду калію при 120-130°C у середовищі діетиленгліколю протягом 2-3 годин.

Приклад виконання способу: у тригорлу круглодонну колбу, оснащену термометром та холодильником, завантажили 0,0074 моль ДАФ, 0,0948 моль діетиленгліколю, 0,0997 моль гідразингідрату, 0,0713 моль КОН. Нагрівали суміш протягом 2-3 годин над колбонагрівачем при температурі 120-130 °C. Реакційну суміш виливали у воду, нейтралізували водним розчином HCl до pH=7, екстрагували толуолом. Розчинник відганяли при зниженому тиску, потім очищали шляхом перегонки і знову використовували як екстрагент. Залишок після видалення розчинника переганяли у вакуумі при температурі 134 °C (12 мм.рт.ст.) і отримували рідину темно-червоного кольору з характерним запахом камфори. Вихід 1,1'-діетилфероцена 68-72%, $n_D = 1,5760$.

Інші приклади виконання способу наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Приклад	Час нагрівання суміші, години	Температура, °C	Вихід продукту, %
1.	2,0	120	68
2.	2,5	125	70
3.	3,0	130	72

Суттєвою ознакою заявленого технічного рішення є підвищення безпеки процесу відновлення 1,1'-діацетилфероцену, що пов'язано з відсутністю горючого та вибухонебезпечного водню, зі спрощенням апаратурного оформлення технологічного процесу, який не потребує використання складного та вибухонебезпечного автоклава, спеціально обладнаного приміщення для роботи з апаратами під тиском та спеціально підготовленого персоналу. Підвищення виходу цільового продукту та зменшення його собівартості досягається за рахунок використання дешевих екологічно безпечних речовин та

рециклінгу органічних розчинників. Реакція відновлення 1,1'-діацетилфероцену до 1,1'-діетилфероцену відбувається за рахунок розкладу гідразину під дією лугу до газоподібного нітрогену, який є екологічно безпечною речовиною.

Джерела інформації:

- 5 1.Смирнов Л.А. Создание смесевых твердых топлив. / Л.А. Смирнов, Г.В. Клубухов. - М.: МГАХМ, 1997. - Ч. 1.
- 2.Перевалова Э.Г. Методы элементоорганической химии. Железоорганические соединения. Ферроцен./ Э.Г. Перевалова, М.Д.Решетова, К.И. Грандберг, М.: «Наука», 1983. -С. 442-444.
3. Пат. 5550267 США, МКИ C07F 17/02, C07F 17/00. Спосіб синтезу галоалкілфероценів / Graindorge Herve (FR), Mondet Jean-Claude (FR), Vincent Charles-Henry (FR); Poudres & Explosifs Ste Nale (FR). - №19940007223 Заявл. 14.06.1994; Опубл. 27.08.1996.
- 10 4. Пат. 1948325 КНР, МКИ C07F 17/02, C07F 17/00. Метод синтезу етилдициклопентадієнілу заліза / He Koubao Yuan (CN); Shanghai Tnst Of Chemical Reag (CN). - №20051030390 Заявл. 11.10.2005; Опубл. 18.04.2007.
- 15 5. Martin Vogel, Marvin Rausch, Harold Rosenberg. Похідні фероцену. III. Одержання деяких ацилфероценів та алкілфероценів // J. Org. Chem. - 1957. - 22 (9).-PP. 1016-1018.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 20 Спосіб одержання 1,1'-діетилфероцену як каталізатора швидкості горіння вибухових високоенергетичних композицій шляхом відновлення 1,1'-діацетилфероцену, який **відрізняється** тим, що відновлення проводять під дією водного гідразингідрату та гідроксиду калію при 120-130 °С у середовищі діетиленгліколю протягом 2-3 годин.

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

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