



УКРАЇНА

(19) UA (11) 48885 (13) A

(51) 6 C01B17/12

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОЛІМЕРНОЇ СІРКИ З ТІОСУЛЬФАТІВ

1

2

(21) 2002031963

(22) 12 03 2002

(24) 15 08 2002

(46) 15 08 2002, Бюл. № 8, 2002 р.

(72) Гура Григорій Зеновійович, Дацко Роман Петрович, Маркович Богдан Львович, Пашковський Василь Васильович, Хіцяк Петро Васильович, Чеботарьов Валентин Павлович

(73) ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ "ЛІСЕЛЬ"

(57) Спосіб отримання полімерної сірки із тiosульфатів, що включає їх розклад розбавленою сірчаною кислотою, який відрізняється тим, що з метою отримання сірки з високим вмістом полімеру та високою термостабільністю, розклад тiosульфату ведуть розбавленою азотною кислотою в присутності стабілізатора в межах температур 30-100° С при концентрації азотної кислоти 40-60 %

Винахід "Спосіб отримання полімерної сірки із тiosульфатів" відноситься до хімічної технології переробки сірковмісних матеріалів

Відомі різні способи отримання полімерної сірки, їх можна розділити на три основні групи

- із швидкоохолоджуваних розплавів сірки,
- шляхом швидкого охолодження пари сірки,
- при взаємодії сірчастого газу із сірководнем в сірководню

Аналогом отримання полімерної сірки із тiosульфатів є спосіб отримання полімеру при взаємодії SO_2 з H_2S . Відомі способи отримання полімерної сірки по цьому методу зводяться до того, що газ, який вміщує H_2S і SO_2 в стехіометричному співвідношенні 2:1 пропускають через реактор барабанного типу. Середовищем для проведення реакції служать вода або граничні спирти з додатком мінеральних кислот. Отриманий продукт представляє собою в'язкотекучу масу і складається із різних алотропних форм сірки. Продукт відділяють від рідкого середовища і витримують на протязі 3 - 10 діб до завершення процесу кристалізації полімерної сірки. Потім одержаний продукт мелють, видаляють розчинні алотропні форми сірки екстракцією. Різницею між способами отримання полімерної сірки, запропонованими різними авторами, наприклад, патент Польщі № 98843 (1 07 76 - 23 08 77) "Спосіб отримання елементарної сірки, нерозчинної у сірководнеці" [1] полягає, в основному, у складі середовища, в якому проводять реакцію

Вказаний спосіб відрізняється тим, що реакцію проводять в метанолі, підкисленому сірчаною кислотою, переважно в кількості 15 - 30% мас у перерахунку на монодрат

Другим найбільш близьким аналогом одержання полімерної сірки є патент Польщі за № 127585 (7 03 80 - 30 11 85) [2]. Спосіб відрізняється тим, що первинний продукт реакції між H_2S і SO_2 в розчині, наприклад, CH_3OH , підкисленому концентрованою H_2SO_4 у співвідношенні 1 об.ч. H_2SO_4 на 5 об.ч. CH_3OH , нагрівають в CCl_4 або аналогічному із хлорпохідних, що кипить

Основним недоліком вказаних методів є відносно низький вміст полімеру (60 - 65%) і його невисока термостабільність 35 - 40% (реверсія полімеру в розчиннику тетраліні при 105°С на протязі 15хв.), складність технологічного процесу

Найбільш близьким по суті способом одержання полімерної сірки до запропонованого є метод отримання колоїдного розчину сірки при розкладанні тiosульфату, наприклад натрію, розбавленою сірчаною кислотою (Ремі Г. "Курс неорганічної хімії", том 1, М. 1963г., стр. 755) [3]. В підручнику сказано, що за даними Френдліха, отримані таким способом гідрозолі сірки містять в якості дисперсної фази полімерну. Стійкість таких гідрозолей зумовлюється вмістом у них пентатіонової кислоти $\text{H}_2\text{S}_5\text{O}_6$, аніони якої адсорбуються на частинках S_m і надають їм від'ємний заряд

(13) A

(11) 48885

(19) UA

На практиці проводився вказаний експеримент. Отримано полімерну сірку із вмістом полімеру 35 - 40% і термостабільністю 16 - 25%.

Задачею винаходу було одержання сірки з високим вмістом полімеру та високою термостабільністю.

Поставлена задача досягається тим, що розклад тiosульфату ведуть азотною кислотою при температурі 40 - 80°C. При цьому отримуємо сірку з вмістом полімеру 76 - 88% і термостабільністю 50 - 55%. Розклад тiosульфату ведуть у кислому середовищі в присутності стабілізатора галогену, наприклад, бромі. Для реакції беруть промислову, так звану слабку азотну кислоту концентрації 52 - 54%. Експериментами встановлено, що концентрація азотної кислоти в межах 40 - 54% і відповідно температура реакції 80 - 40°C суттєво не впливають на показники полімерної сірки.

Встановлено, що при понижених концентраціях кислоти потрібно піднімати температуру реакції. Результати експерименту наведені в таблиці № 1.

Експериментальне встановлено, що найбільш оптимальними умовами одержання полімеру є концентрація кислоти 50% і температура 55°C. Підвищення температури вище 80°C веде до зниження вмісту полімеру. Аналогічно проходить процес і з пониженням температури нижче 40°C.

ЛІТЕРАТУРА

1. Польський патент № 98843 (1 07 76 - 23 08 77) "Спосіб отримання елементарної сірки, нерозчинної у сірковуглеці".

2. Польський патент № 127585 (7 03 80 - 30 11 85).

3. Ремі Г. "Курс неорганічної хімії", том 1, М. 1963 р. стр. 755.

Таблиця 1

№ з/п	Концентрація азотної кислоти, %	Температура реакції, °C	Вміст полімеру, S _μ , % мас	Термостабільність полімеру, S _μ , % мас
1	2	3	4	5
1	40	40	76,50	42,30
2	40	80	87,52	54,40
3	50	55	88,95	55,70
4	50	40	88,73	53,30
5	50	80	87,60	51,70
6	54	40	87,50	52,80
7	54	80	87,90	51,40
8	54	90	77,63	48,30

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)

вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна

(044) 456 - 20 - 90

ТОВ "Міжнародний науковий комітет"

вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна

(044) 216 - 32 - 71