



(19) **UA** (11) **48 885** (13) **A**
(51)МПК ⁷ **С 01В 17/12 А**

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ДЕКЛАРАЦИОННОМУ ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: 2002031963, 12.03.2002

(24) Дата начала действия патента: 15.08.2002

(46) Дата публикации: 15.08.2002

(72) Изобретатель:

Гуга Григорий Зеновьевич, UA,
Дацко Роман Петрович, UA,
Маркович Богдан Львович, UA,
Пашковский Василий Васильевич, UA,
Хицjak Петр Васильевич, UA,
Чеботарев Валентин Павлович, UA

(73) Патентовладелец:

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ
ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ "ЛИСЕЛЬ", UA

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИМЕРНОЙ СЕРЫ ИЗ ТИОСУЛЬФАТОВ

(57) Реферат:

Способ получения полимерной серы из тиосульфатов включает в себя их разложение разбавленной серной кислотой. Разложение тиосульфата производят разбавленной азотной кислотой в присутствии стабилизатора в пределах температур 30-100° С при концентрации азотной кислоты 40-60 %.

Официальный бюллетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2002, N 8, 15.08.2002. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **48 885** (13) **A**
(51) Int. Cl.⁷ **C 01B 17/12 A**

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) DESCRIPTION OF DECLARATIVE PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION

(21), (22) Application: 2002031963, 12.03.2002

(24) Effective date for property rights: 15.08.2002

(46) Publication date: 15.08.2002

(72) Inventor:

Huha Hryhorii Zenoviiiovych, UA,
Datsko Roman Petrovych, UA,
Markovych Bohdan L"vovych, UA,
Pashkovs"kyi Vasyl" Vasyllovych, UA,
Khitslak Petro Vasyllovych, UA,
Chebotarlov Valentyn Pavlovych, UA

(73) Proprietor:

COMPANY LIMITED "LISEL"", UA

(54) METHOD FOR PRODUCING OF POLYMERIC SULFUR FROM THIOSULFATES

(57) Abstract:

Method for producing polymeric sulfure from thiosulfates Includes its decomposition by dilute sulphuric acid. Decomposition of thiosulfate is carries out by dilute nitric acid in presence of stabilizer at temperature range 30-100°C with nitric acid concentration 40-60 %.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of Integrated circuits", 2002, N 8, 15.08.2002. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **48 885** (13) **A**
(51)МПК ⁷ **C 01B 17/12 A**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
2002031963, 12.03.2002

(24) Дата набуття чинності: 15.08.2002

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 15.08.2002

(72) Винахідник(и):

Гуга Григорій Зеновійович, UA,
Дацко Роман Петрович, UA,
Маркович Богдан Львович, UA,
Пашковський Василь Васильович, UA,
Хіцяк Петро Васильович, UA,
Чеботарьов Валентин Павлович, UA

(73) Власник(и):

ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ "ЛІСЕЛЬ", UA

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОЛІМЕРНОЇ СІРКИ З ТІОСУЛЬФАТІВ

(57) Реферат:

Спосіб отримання полімерної сірки із
тіосульфатів включає їх розклад розбавленою
сірчаною кислотою. Розклад тіосульфату ведуть

розбавленою азотною кислотою в присутності
стабілізатора в межах температур 30-100° С при
концентрації азотної кислоти 40-60 %.

Опис винаходу

Винахід "Спосіб отримання полімерної сірки із тіосульфатів" 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 сірчистого газу із сірководнем в кислому водному середовищі.

Аналогом отримання полімерної сірки із тіосульфатів 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 барботажного 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 моногідрат.

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 1об.ч. H_2SO_4 на 5об.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°C на протязі 15хв.), складність технологічного процесу.

Найбільш близьким по суті способом одержання полімерної сірки до запропонованого є метод отримання колоїдного розчину сірки при розкладанні тіосульфату, наприклад натрію, розбавленого 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_μ і надають їм від'ємний заряд.

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 тіосульфату ведуть азотною кислотою при температурі 40 - 80°C. При цьому отримуємо сірку з вмістом полімеру 76 - 88% і термостабільністю 50 - 55%. Розклад тіосульфату ведуть у кислому середовищі в присутності стабілізатора галогену, наприклад, бром. 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 концентрації кислоти потрібно піднімати температуру реакції. Результати експерименту наведені в таблиці № 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

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 сірководнеці".
2. Польський патент № 127585 (7.03.80 - 30.11.85).
3. Ремі Г. "Курс неорганічної хімії", том 1, М. 1963 р. стр. 755.

Формула винаходу

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

10 Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2002, N 8, 15.08.2002. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65