



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 95781

(13) C2

(51) МПК (2011.01)
C07C 205/00ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ БРОМПІКРИНУ

1

(21) а200803490

(22) 22.08.2006

(24) 12.09.2011

(86) PCT/IL2006/000978, 22.08.2006

(31) 60/711,272

(32) 26.08.2005

(33) US

(46) 12.09.2011, Бюл.№ 17, 2011 р.

(72) ОРЕН ДЖЕЙКОБ, IL, ГОЛАН ЛІЧ, IL, ФРІМ
РОН, IL

(73) БРОУМІН КОМПАУНДС ЛТД., IL

(56) US 3159686 A, 01.12.1964

US 5043489 A, 27.08.1991

(57) 1. Спосіб одержання бромпикрину, який вклю-
чає:

забезпечення суміші нітрометану та бром;
після вказаного забезпечення додавання водного
розчину лужної речовини до вказаної суміші, таким
чином, отримуючи реакційну суміш, що містить
бромпикрин, причому вказана лужна речовина є
гідроксидом лужного металу і додавання здійсню-
ють у такий спосіб, щоб надмірна кількість вказа-
ної лужної речовини не потрапляла до вказаної
реакційної суміші під час вказаного додавання; та
збирання бромпикрину із вказаної реакційної сумі-
ші.

2. Спосіб за п. 1, в якому вказане одержання вка-
заної суміші нітрометану та бром здійснюють та-
ким чином, щоб вказана суміш була позбавлена
органічного розчинника.

3. Спосіб за п. 1, в якому під час вказаного одер-
жання вказаної суміші нітрометану та бром тем-
пература вказаної суміші знаходиться в діапазоні
між 10 °C та 50 °C.

4. Спосіб за п. 1, в якому під час вказаного одер-
жання вказаної суміші нітрометану та бром тем-
пература вказаної суміші нітрометану та бром
знаходиться в діапазоні між 20 °C та 25 °C.

5. Спосіб за п. 1, в якому вказане одержання вка-
заної суміші здійснюють з використанням моляр-
ного співвідношення бром та нітрометану у діапа-
зоні між 3 та 4.

6. Спосіб за п. 1, в якому вказане одержання вка-
заної суміші здійснюють з використанням моляр-
ного співвідношення бром та нітрометану у діапа-
зоні між 3 та 3,5.

7. Спосіб за п. 1, в якому вказана суміш нітромета-
ну та бром додатково містить воду.

2

8. Спосіб за п. 7, в якому вказане одержання вка-
заної суміші здійснюють відповідно до послідовно-
сті додавання вказаного нітрометану до вказаної
води, що супроводжують додаванням вказаного
бром до вказаного нітрометану та вказаної води,
таким чином формуючи вказану суміш.

9. Спосіб за п. 7, в якому вказане одержання вка-
заної суміші здійснюють з використанням масового
співвідношення вказаного нітрометану та вказаної
води у діапазоні між 0,25 та 4.

10. Спосіб за п. 7, в якому вказане одержання вка-
заної суміші здійснюють з використанням масового
співвідношення вказаного нітрометану та вказаної
води у діапазоні між 0,5 та 2.

11. Спосіб за п. 1, в якому вказаний гідроксид луж-
ного металу вибирають з групи, яка складається з
гідроксиду літію, гідроксиду натрію, гідроксиду ка-
лію та їхнього поєднання.

12. Спосіб за п. 1, в якому вказаний гідроксид луж-
ного металу вибирають з групи, яка складається з
гідроксиду натрію, гідроксиду калію та їхнього по-
єднання.

13. Спосіб за п. 11, в якому вказана лужна речови-
на являє собою гідроксид натрію.

14. Спосіб за п. 1, в якому концентрація вказаної
лужної речовини у вказаному водному розчині вка-
заної лужної речовини знаходиться в діапазоні між
5 масовими відсотками та 50 масовими відсотками
(маса вказаної лужної речовини / маса вказаного
водного розчину).

15. Спосіб за п. 1, в якому концентрація вказаної
лужної речовини у вказаному водному розчині вка-
заної лужної речовини знаходиться в діапазоні між
25 масовими відсотками та 40 масовими відсотка-
ми (маса вказаної лужної речовини / маса вказано-
го водного розчину).

16. Спосіб за п. 1, в якому концентрація вказаної
лужної речовини у вказаному водному розчині вка-
заної лужної речовини становить 35 масових від-
сотків (маса вказаної лужної речовини / маса вка-
заного водного розчину).

17. Спосіб за п. 1, в якому перед вказаним дода-
ванням вказаного водного розчину до вказаної
суміші температура вказаної суміші знаходиться в
діапазоні між 10 °C та 50 °C.

18. Спосіб за п. 1, в якому температуру вказаної
реакційної суміші підтримують під час вказаного

(13) C2

(11) 95781

(19) UA

додавання вказаного водного розчину до вказаної суміші в діапазоні між 20 °C та 50 °C.

19. Спосіб за п. 1, в якому температура вказаної реакційної суміші підтримується під час вказаного додавання вказаного водного розчину до вказаної суміші в діапазоні між 35 °C та 45 °C.

20. Спосіб за п. 1, в якому вказане додавання вказаного водного розчину до вказаної суміші здійснюють протягом періоду часу в діапазоні між 0,5 годинами та 24 годинами.

21. Спосіб за п. 1, в якому вказане додавання вказаного водного розчину до вказаної суміші здійснюють протягом періоду часу в діапазоні між 1 годиною та 10 годинами.

22. Спосіб за п. 1, в якому вказане додавання вказаного водного розчину до вказаної суміші здійс-

нюють протягом періоду часу в діапазоні між 2 годинами та 6 годинами.

23. Спосіб за п. 1, в якому вказане збирання бромпикрину із вказаної реакційної суміші здійснюють за допомогою вільного або примусового дренажу чи відкачування органічної фази із вказаної реакційної суміші.

24. Спосіб за п. 1, який крім вказаного збирання бромпикрину, додатково включає збирання водної фази з вказаної реакційної суміші та хімічну обробку вказаної водної фази, таким чином забезпечуючи очищену форму вказаної водної фази.

25. Спосіб за будь-яким з пп. 1-24, де бромпикрин має чистоту, яка дорівнює або перевищує 96 масових відсотків.

26. Спосіб за п. 25, де бромпикрин має чистоту, яка дорівнює або перевищує 99 масових відсотків.

Даний винахід стосується сфери хімічного синтезу та виробництва, зокрема, процесу приготування бромпикрину та бромпикрину високого ступеню чистоти, виготовленого відповідно до цього способу.

Бромпикрин, що синонімічно також відомий як 1,1,1-трибромнітрометан (метан, трибромнітро-), нітротрибромометан (метан, нітротрибромометан), та нітробромформа, має хімічну формулу CBr_3NO_2 , молекулярну формулу Br_3CNO_2 , молекулярну вагу 297.728, точку плавлення 10°C, точку кипіння 89 - 90°C (при 20 мм ртуті Hg), питому вагу 2.79, розчинність у воді близько 1.5 грамів на літр води при 20°C, та проявляється у вигляді призматичних кристалів у твердій фазі, або у вигляді маслянистої безбарвної рідини. Бромпикрину присвоєно реєстраційний номер CAS (Хімічної реферативної служби) № 464-10-8, номер у довідникові Бейлштайна № 4-01-00-00106, та може розглядатися як такий, що належить до загальної хімічної родини галонітроалканів (або еквівалентно, нітрогалоканів), включаючи, наприклад, моно-, ди- та три-, бромнітроалкани та моно-, ди- та три-, хлорнітроалкани, такі як моно-, ди- та три-, бромнітрометани та моно-, ди- та три-, хлорнітрометани, відповідно.

Загалом, бромнітрометани, такі як трибромнітрометан (бромпикрин) та монобромнітрометан, відомі як такі, що використовуються самі по собі у якості "кінцевого продукту", або у поєднанні чи формулі кінцевого продукту, або у якості "витратного" первинного чи проміжного реагенту чи інгредієнту у процесі підготовки (синтезування або/та виготовлення) іншої композиції чи формули. Такі хімічні речовини та матеріали, що містять, або походять від бромнітрометанів, є добре відомими та широко використовуються як антибактеріальні, біоцидні або/та антисептичні агенти, у різних сферах, наприклад, сільському господарстві, садівництві та загалом у промисловості. Бромнітрометани відомі як досить корисні, ефективні та відносно безпечні, що при застосуванні у сільському господарстві забезпечують знищення або/та попередження ґрунтових сільськогосподарських шкідни-

ків, та під час промислового застосування сприяють знищенню або/та попередженню шкідливих мікроорганізмів. Зокрема, щодо комерційного застосування, у тих випадках, коли пріоритетними вважаються такі фактори, як безпека праці та здоров'я робітників та безпека навколишнього середовища, бромнітрометани та види їх застосування були розроблені як дієві, ефективні та безпечні заміники чи альтернативи ефективних, але екологічно проблематичних хімічних речовин, таких як метил бромід, 1,3-дихлорпропен, метил ізотіоціанатів, метил йодид (йодометан), пропаргил бромід, серед інших.

Застосування бромпикрину та пов'язаних бромнітрометанів:

Обрані приклади бромнітрометанів, такі як бромпикрин, що зазначені як такі, що можуть використовуватися самі по собі або як кінцевий продукт, або у поєднанні чи формулі кінцевого продукту, розглядаються у положеннях нещодавно зареєстрованої Тимчасової патентної заявки США за номером 60/634.525, що зареєстрована 10 грудня 2004 року, заявником/уповноваженою особою заявника даного винаходу; Патенті США за номером 5.866.511, на ім'я Далмайера та інших; Патенті США за номером 5.591.759, на ім'я Іто та інших, Патентах США за номерами 5.411.990 та 5.397.804, кожен на ім'я Тсужі та інших; Патенті США за номером 5.013.762, на ім'я Сміта та інших; та Патентах США за номерами 4.039.731; 4.020.249; 4.017.666; та 3.968.096, кожен на ім'я Фрідманата інших.

У нещодавно зареєстрованій Тимчасовій патентній заявці США за номером 60/634.525 розкриваються способи, формули та вироби, у яких використовуються формули, що містять бромпикрин або його аналоги для ефективної, надійної та безпечної дезінфекції речовин, продуктів або структур та/або контролю шкідливих рослин, таких як грибки, бактерії, комахи або бур'яни.

У Патенті США за номером 5.866.511 розкривається спосіб пригнічення розвитку мікробів у водному середовищі, що передбачає додавання

до водного середовища, яке містить мікроби, кислотного розчину (моно) бромнітромагану $[\text{CH}_2\text{BrNO}_2]$ у кількості, достатній для пригнічення розвитку мікробів (бактерій, водоростей, грибків) у середовищі.

У Патенті США за номером 5.591.759 розкривається формула водного ізотіазолону, що застосовується для антисептичної або протигрибкової обробки різних синтетичних полімерних емульсій, що включає (а) спеціальну суміш ізотіазолону, (b) воду або водний розчинник та (с) спеціальну суміш нітроброму, наприклад, трибромнітромаган (бромпін) або суміш ціаноброму.

У Патентах США за номерами 5.411.990 та 5.397.804 розкриваються промислові бактерицидні або мікробіостатичні агенти та відповідні способи їхнього використання з метою знищення мікробів чи пригнічення розвитку мікробів для промислового застосування, що є ефективними для антисептичної, мікробіцидної або мікробіостатичної обробки різних середовищ та речовин, таких як вода, що використовується у виробничих процесах у целюлозо-паперовій промисловості; вода для охолодження та промивки у різних видах промисловості; мазутний осад; рідина для металообробки; текстильне мастило; фарба; фарба для захисту від гниття; покривельний матеріал для паперу; лак; та адгезивні матеріали. У Патенті США за номером 5.411.990 розкривається зразковий варіант промислового бактерицидного матеріалу, якому надається перевага, що включає принаймні одну похідну галоглюксу, принаймні один відомий промисловий мікробіцидний інгредієнт, такий як, суміш органігалогену, наприклад, органічну бромнітросуміш, наприклад, трибромнітромаган (бромпін), що є ефективним інгредієнтом, та може виконувати роль носія чи розчинника. У Патенті США за номером 5.397.804 розкривається зразковий варіант промислового бактерицидного матеріалу, якому надається перевага, що включає хлорбензалдоксим у якості активного інгредієнту, та відомий промисловий мікробіцидний інгредієнт, такий як суміш органіброміну, наприклад, трибромнітромаган (бромпін).

У Патенті США за номером 5.013.762 розкривається спосіб обробки нематодів (червоподібних організмів, що зустрічаються у ґрунті) шляхом внесення у ґрунт препарату, що містить монобромнітромаган у кількості, необхідній для знищення нематодів.

У Патентах США за номерами 4.039.731; 4.020.249; 4.017.666 та 3.968.096 розкриваються композиції (пластик), що відрізняються здатністю до фотодеградації, які містять поліолефін та близько від 0.1 до 10 відсотків, на основі маси поліолефіну, добавки, наприклад, що містить бором та азотну групу, наприклад, галонітроалкан, такий як трибромнітромаган (бромпін).

Слід зазначити, що у кожному з вищезазначених патентів, бромнітромаган, тобто, монобромнітромаган або трибромнітромаган (бромпін), не синтезується та не виготовляється, а, швидше отримується та використовується як легко доступний вихідний хімічний реагент. Крім того, варто зазначити, що окрім Тимчасової патентної заявки

США за номером 60/634.525, зареєстрованої заявником/уповноваженою особою заявника даного винаходу, у якій бромпін, що використовується, належить до аналітичної марки, у жодній з попередньо зазначених існуючих технік, не згадується будь-яким чином ступінь чистоти або джерело трибромнітромагану (бромпін).

Обрані приклади трибромнітромагану (бромпін) $[\text{CBr}_3\text{NO}_2]$, зазначені як такі, що можуть використовуватися у якості "витратного" реагенту чи інгредієнту у процесі підготовки іншої композиції чи формули, розкриваються у положеннях Патентів США за номерами 5.219.938 та 5.128.416, кожен з яких зареєстрований на ім'я Імаї та інших, та має назву: "Модифікована полідієнова гума"; та Патентів США за номерами 5.015.692 та 4.957.976, кожен з яких зареєстрований на ім'я Такао та інших, та має назву: "Процес приготування полідієнкової гуми".

Слід зазначити, що окрім Патенту США за номером 4.922.030, у якому монобромнітромаган спеціально синтезується з метою подальшого використання у розкритому процесі приготування композиції або формули монобромнітроспирту, у кожному з вищезазначених винаходів, бромнітромаган не синтезується, а, швидше отримується та використовується як легко доступний вихідний хімічний реагент. Крім того, варто зазначити, що у жодній з попередньо зазначених існуючих технік, не згадується будь-яким чином ступінь чистоти або джерело трибромнітромагану (бромпін).

Приготування монобромнітромагану:

Загалом, способи або процеси синтезування або/та виготовлення галонітроалканів (нітрогалоланів) є добре відомими та описані, наприклад, у Черняка, у Річному довідникові № 180, стор. 128-130 (1876); Патенті США за номером 2.309.806, на ім'я Тіндала; Патенті США за номером 2.633.776 на ім'я Слага; Патенті США за номером 4.922.030 на ім'я Ночіто та інших; Патенті США за номером 5.043.489 на ім'я Ночіто та інших; та Патенті США за номером 5.180.859 на ім'я Тімберлейка та інших.

Оскільки бромпін (трибромнітромаган) належить до тієї ж самої групи, що і бромнітроалкани, такі як монобромнітромаган, як зразки галонітроалканів, дехто може очікувати, що попередні існуючі способи приготування монобромнітромагану або можуть передбачати, або/та очевидно можуть застосовуватися щодо способів приготування бромпін. Проаналізувавши вищезазначені попередньо існуючі способи або процеси приготування монобромнітромагану, а також відомих та широко використовуваних бромнітроалкенів, стало очевидним, що це не відповідає дійсності. В дійсності, виявляється, що у нещодавно згаданих описах способів та процесів приготування монобромнітромагану, продукти реакції - бромпін (трибромнітромаган) та дибромнітромаган описуються як такі, що були сформовані тільки у контексті небажаних побічних продуктів полігалогенованого нітромагану з низьким виходом або домішок бажаного продукту монобромнітромагану. У жодному з нижчезазначених розкритих винаходів не має опису процесу або процедури приготу-

вання чистого бромпikрину у якості цільового продукту із високим ступенем виходу.

Як попередньо зазначалося, у вищезазначених описах способів або процесів приготування монобромнітрометану, продукти реакції - бромпikрин (трибромнітрометан) та дибромнітрометан описуються як такі, що були сформовані тільки у контексті небажаних побічних продуктів полігалогенізованого нітрометану з низьким виходом або домішок бажаного продукту монобромнітрометану. У жодному з нижчезазначених розкритих винаходів не має опису процесу або процедури приготування чистого бромпikрину у якості цільового продукту із високим ступенем виходу.

Приготування бромпikрину (трибромнітрометану):

Приготування бромпikрину шляхом дистиляції водної суміші пікринової кислоти, гідрооксиду кальцію та бром у перше було розкрито Стенхаусом, у Річному довідникові № 91, стор. 307 (1854). Також із попередніх існуючих винаходів відомо, що бромпikрин може готуватися шляхом реакції пікринової кислоти із основним гіпобромітом металу та ізолювання продукту бромпikрину з високим рівнем виходу шляхом дистиляції.

Раніше відомі способи або процеси приготування бромпikрину мають кілька суттєвих недоліків та обмежень, що стосуються приготування чистого бромпikрину з високим рівнем виходу способом, що є придатним для промислового застосування, та є відтворюваним, безпечним, екологічно чистим та економічно ефективним. По-перше, пікринова кислота є потенційно вибухонебезпечною навіть у не досить екстремальних умовах, а отже, використання пікринової кислоти у якості реагенту передбачає роботу у потенційно небезпечних умовах. По-друге, окрім пікринової кислоти, бромпikрин є відносно високо енергетичною сумішшю (тобто бромпikрин має відносно високий рівень екзотермічної теплоти розкладення (HOD); під час його розкладення вивільнюється близько 1700 джоулів/грам) та є потенційно небезпечним за певних умов, а отже, вилучення та очищення бромпikрину з реакційної суміші шляхом дистиляції також передбачає роботу у потенційно небезпечних умовах. По-третє, в разі використання екстракції розчинником замість дистиляції для вилучення та очищення бромпikрину з продукту реакції, процедура екстрагування, включаючи застосування та видалення відповідного органічного розчинника, наприклад, метиленхлорид, потребує інтеграції у загальний процес. Проте, подібна інтеграція призводить до введення органічного розчинника у процес, що по суті є вільним від застосування органічного розчинника, тобто призводить до додаткових витрат у загальному процесі, створює небезпеку для здоров'я та потребує менеджменту відходів органічного розчинника. По-четверте, окрім потенційної вибухонебезпечності та загрози здоров'ю, що пов'язані з отриманням високого виходу чистого бромпikрину шляхом дистиляції або екстракції, існує також фактор економічної ефективності, що пов'язаний із переходом до промислових процесів великих обсягів при застосуванні подібних способів вилучення та очищення. Для отримання висо-

кого виходу чистого бромпikрину можливе виникнення потреби у відносно дорогому обладнанні для дистиляції або екстракції, що також передбачає відповідні витрати на експлуатацію та обслуговування такого обладнання.

Як попередньо зазначалося, у положеннях нещодавно зареєстрованої Тимчасової патентної заявки США за номером 60/634.525, на ім'я заявника/уповноваженої особи заявника даного винаходу, розкриваються нові способи, формули та виробы, у яких використовуються формули, що містять бромпikрин або його аналоги для ефективної, надійної та безпечної дезінфекції речовин, продуктів або структур та/або контролю шкідників рослин, таких як грибки, бактерії, комахи або бур'яни.

Виходячи з потенційно нового широкого комерційного використання та запровадження бромпikрину у якості ефективного та відносно безпечного антимікробного, біоцидного або/та антисептичного агента у різноманітних сферах, таких як сільське господарство, садівництво та загалом у промисловості, існує нагальна потреба у придатних для промислового застосування, відтворюваних, безпечних, екологічно чистих та економічно ефективних способах або процесах приготування бромпikрину високого ступеню чистоти.

Таким чином, з огляду на вищезазначені суттєві недоліки та обмеження, пов'язані з попередніми існуючими способами або процесами приготування бромпikрину високого ступеню чистоти з високим рівнем виходу на промисловій основі, існує потреба у розробці вдосконалених або/та нових способів або процесів приготування бромпikрину високого ступеню чистоти, зокрема з високим рівнем виходу. Існує нагальна потреба у такому винаході, що включає придатну для промислового застосування, відтворювану, безпечну, екологічно чисту та економічно ефективну процедуру збору бромпikрину високого ступеню чистоти, виготовленого відповідно до даного винаходу. Крім того, існує також потреба у такому винаході, що дозволяє отримувати бромпikрин з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та сягає до 99 відсотків.

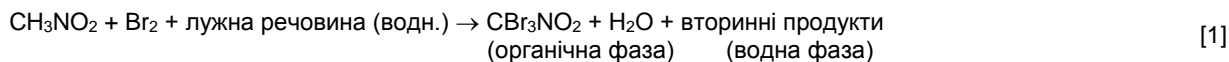
Даний винахід стосується процесу приготування бромпikрину, та бромпikрину високого ступеню чистоти, виготовленого відповідно до цього процесу. Процес відповідно до даного винаходу ґрунтується на додаванні водного розчину лужних речовин, наприклад, лужної металевої основи, такої як гідрооксид натрію, до суміші нітрометану та бром у, переважно, без присутності органічного розчинника, та збирання органічної фази, що містить безпосередньо бромпikрин, зокрема, за допомогою гравітації (наприклад, шляхом вільного або примусового дренажу або відкачування), з реакційної суміші, без застосування до органічної фази дистиляції чи екстракції, з метою отримання майже кількісного (теоретичного стехіометричного) виходу бромпikрину з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 відсотків, та може сягати 99 вагових відсотків (вага бромпikрину / загальна вага органічної фази).

Процес приготування бромпікрину, відповідно до даного винаходу, включає наступні основні процедури: (а) забезпечення суміші нітродметану та бром, (b) після отримання суміші, додавання водного розчину лужної речовини до суміші, таким чином, забезпечуючи реакційну суміш, що містить бромпікрин, причому додавання виконується таким чином, щоб до реакційної суміші не потрапила надмірна кількість лужної речовини під час додавання водного розчину, та (с) збирання бромпікрину з реакційної суміші. Бромпікрин, виготовлений за допомогою процесу відповідно до даного винаходу, має чистоту, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків. Крім того, шляхом застосування процесу відповідно до даного винаходу може бути отримано бромпікрин із чистотою, що дорівнює або перевищує 99 вагових відсотків. Даний винахід є придатним для промислового використання, відтворюваним, безпечним, екологічно чистим та економічно ефективним.

Вибір реакції для виготовлення бромпікрину залежить від ряду параметрів процесу. Первинні параметри процесу, що впливають на селективність реакції є наступними: (1) молярне співвідно-

шення бром та нітродметану, що використовуються для отримання суміші нітродметану та бром (через процедуру (а)), та (2) температура реакції (що також згадується як температура реакції (T_R)) при формуванні бромпікрину, що відповідає температурі реакційної суміші, яка містить бромпікрин, сформований таким чином, та підтримується шляхом додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітродметану та бром, або, переважно, до суміші води, нітродметану та бром (через процедуру (b)). Вторинні параметри процесу є наступними: (1) концентрація лужної речовини у її водному розчині (через процедуру (b)), та (2) тривалість реакції (що також згадується як час реакції), що відповідає проміжку часу, який триває від початку до завершення додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітродметану та бром, або, переважно, до суміші води, нітродметану та бром (через процедуру (b)).

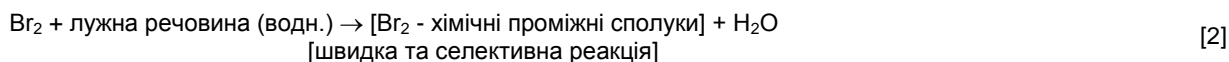
Загальний процес приготування бромпікрину, відповідно до даного винаходу, може бути узагальнений за допомогою наступного "узагальнюючого" хімічного рівняння [1]:



У процедурі (а), отримання суміші нітродметану та бром переважно здійснюється без додавання будь-якого органічного розчинника до нітродметану та бром, таким чином, щоб суміш була по суті позбавлена органічного розчинника. Переважно, процедура (а) виконується таким чином, щоб суміш нітродметану та бром також містила воду. Загалом, вода не потрібна у суміші нітродметану та бром для початку подальшої реакції між нітродметаном та лужною речовиною, що додається до суміші нітродметану та бром відповідно до наступної процедури, процедури (b). Проте, у процедурі (а), переважно, вода додається до суміші нітродметану та бром, та в основному виконує функцію теплопровідності, абсорбуючи екзотермічне тепло, що виділяється під час подальшої реакції між лужною речовиною, що додається у процедуру (b), та сумішню нітродметану та бром.

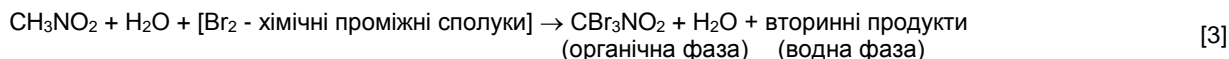
У процедурі (а), для отримання суміші нітродметану та бром, найбільш прийнятним порядком чи послідовністю змішування нітродметану, бром та води є додавання нітродметану до води, з метою формування суміші води та нітродметану, що супроводжується додаванням бром до суміші води та нітродметану, з метою формування суміші води, нітродметану та бром.

У процедурі (b), лужна речовина є переважно будь-яким типом лужного матеріалу, що здатен швидко та селективно вступати у реакцію з бром, який міститься у суміші нітродметану та бром (причому у присутності води та нітродметану), з метою формування однієї або більшої кількості хімічних проміжних сполук, що містять бром, наприклад, гіпоброміт металу, сформований шляхом реакції між гідроксидом лужного металу, таким як гідроксид натрію або гідроксид калію та бромом, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [2]:



У свою чергу, одна або кілька хімічних проміжних сполук, що містять бром, у присутності води, селективно вступають у реакцію з вже присутнім нітродметаном з метою селективного формування

бажаного продукту бромпікрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [3]:



Процедура (b) виконується таким чином, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші, що містить бромпікрин, під час додавання водного розчину лужної речовини. Відповідно, відсутність надмірної кількості лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпік-

рин, запобігає будь-якій можливій небажаній реакції між надмірною кількістю лужної речовини та бромпікрином, таким чином, запобігаючи формуванню домішок та максимізуючи чистоту та вихід бромпікрину.

Для виконання процедури (b) відповідно до процесу серійного випуску, протягом усього періоду часу або тривалості додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бромиду, переважно, суміші нітрометану та бромиду, та відповідно, реакційна суміш води, нітрометану, бромиду, лужної речовини, та сформований бромпикрин, у хімічному реакторі, постійно змішувалися, наприклад, шляхом перемішування у хімічному реакторі, наприклад, за допомогою механічного або електромеханічного змішувача з автоматичним управлінням.

Змішування реакційної суміші у хімічному реакторі протягом усього періоду часу або тривалості додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бромиду максимізує контакт, а отже, реакцію між лужною речовиною та сумішшю нітрометану та бромиду. Подібне змішування реакційної суміші у хімічному реакторі також дозволяє уникнути формування локалізованих ділянок або точок лужної речовини у хімічному реакторі, таким чином, виконуючи важливу умову або обмеження процедури (b), відповідно до яких не повинна утворюватися надмірна кількість лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпикрин, під час додавання водного розчину лужної речовини. Подібне змішування реакційної суміші у хімічному реакторі також дозволяє забезпечити рівномірний розподіл тепла по всьому об'єму хімічного реактора, таким чином, забезпечуючи хімічне середовище у хімічному реакторі для виготовлення бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

У процедурі (b), повне зникнення від червоного до коричневого кольору реакційної суміші води, нітрометану, бромиду, лужної речовини та сформованого бромпикрину (що має вигляд маслянистої безбарвної рідини при кімнатній температурі), чітко та точно вказує на завершення реакції лужної речовини з бромом, та відповідно з нітрометаном, у реакційній суміші, з метою формування бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом. Це також співпадає із завершенням тривалості реакції (часом реакції), при якому завершується додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші води, нітрометану, бромиду, лужної речовини та сформованого бромпикрину.

При завершенні процедури (b) у загальному процесі приготування бромпикрину, реакційна суміш, що містить бромпикрин, більше не має значущої кількості бромиду чи лужної речовини. Бром є відсутнім у реакційній суміші, оскільки бром повністю вступив у реакцію (був спожитий) з лужною речовиною, та відповідно з нітрометаном, з метою формування бромпикрину. Лужна речовина також відсутня у реакційній суміші, оскільки лужна речовина повністю вступила у реакцію з бромом, та відповідно з нітрометаном, з метою формування бромпикрину. Додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші було припинено, таким чином, запобігаючи введенню додаткової лужної речовини до реакційної суміші, а отже, забезпечуючи відсутність надмірної кількості лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпик-

рин. Як бром, так і лужна речовина повністю вступили у реакцію одне з одним, у присутності води, з метою формування однієї або більшої кількості хімічних проміжних сполук, що містять бром, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [2]. У свою чергу, одна або кілька хімічних проміжних сполук, що містять бром, у присутності води, селективно вступають у реакцію з вже присутнім нітрометаном з метою селективного формування продукту бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [3].

Таким чином, при завершенні процедури (b), реакційна суміш, що містить бромпикрин, відрізняється тим, що включає у якості первинних продуктів: бромпикрин $[\text{CBr}_3\text{NO}_2]$ та воду, а у якості вторинних продуктів: неорганічні солі, зокрема, бромідні солі; неорганічні окислювачі, зокрема, гіпоброміт, броміт та бромат, оксиданти; та мікрокількість органічних або/та неорганічних матеріалів. Звичайно фактичний тип та розподіл вторинних продуктів залежить від фактичного типу лужної речовини, що включена до водного розчину лужної речовини, що додається до суміші нітрометану та бромиду, та залежить від фактичних робочих умов та параметрів процесу, що використовуються для здійснення процедур (a) та (b).

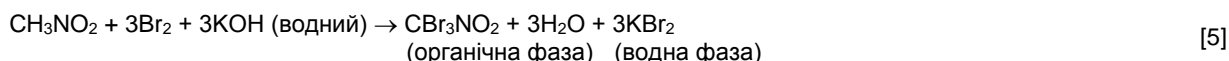
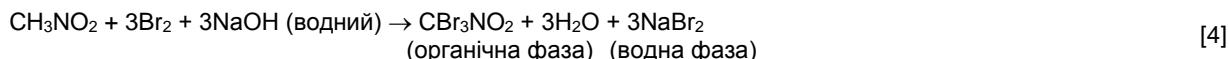
Змішування, шляхом перемішування, реакційної суміші, що містить бромпикрин, завершується, та реакційна суміш проходить фазу сепарації та фазу урівноваження. Під час фази сепарації та урівноваження, первинний продукт бромпикрину, що має розчинність у воді близько 1.5 грамів на літр води при температурі 20°C , та питому вагу 2.79, мігрує та стає важчою (нижчою) органічною фазою, тоді як первинний продукт води та вторинні продукти мігрують та стають легшою (вищою) водною фазою реакційної суміші. Відповідно, обидві фази, тобто, важча (нижня) органічна фаза (що містить бромпикрин) та легша (верхня) водна фаза (що містить воду та вторинні продукти) реакційної суміші, піддаються сепарації одне від одного та досягають фази урівноваження.

Згідно процесу приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу, виконуючи процедури (a) та (b), бромпикрин, виготовлений таким способом, являє собою тільки органічну суміш із значущою кількістю, що міститься у важчій (нижчій) органічній фазі реакційної суміші. Оскільки бромпикрин у реакційній суміші має чистоту, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та сягає 99 вагових відсотків (вага бромпикрину / загальна вага органічної фази), то важча (нижня) органічна фаза реакційної суміші складається в основному тільки з бромпикрину. Таким чином, виконання процедури (c) збирання бромпикрину з реакційної суміші по суті відповідає збиранню важчої (нижньої) органічної фази (що містить бромпикрин) з реакційної суміші, що забезпечується процедурою (b).

У процедурі (c), важча (нижня) органічна фаза (що містить бромпикрин) реакційної суміші безпосередньо збирається з реакційної суміші. Переважно, важча (нижня) органічна фаза, що містить бромпикрин, безпосередньо збирається за допомо-

гою гравітації, наприклад, шляхом вільного або форсованого дренажу чи відкачування з реакційної суміші.

Процес приготування бромпікрину відповідно до даного винаходу може включати будь-яку кількість та типи можливих додаткових процедур, що залежать принаймні частково від фактичних робочих умов та параметрів процесу, що використовуються для реалізації процесу, та від результатів, отриманих за допомогою цього процесу, а також залежать від фактичних потреб, вимог та цілей



Таким чином, відповідно до даного винаходу, забезпечується процес приготування бромпікрину, причому процес включає: отримання суміші нітрометану та бром; після отримання суміші, додавання водного розчину лужної речовини до суміші, щоб таким чином забезпечити реакційну суміш, що містить бромпікрин, причому додавання здійснюється у такий спосіб, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші під час додавання водного розчину; та збирання бромпікрину з реакційної суміші.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, приготування суміші нітрометану та бром здійснюється таким чином, щоб суміш була по суті позбавлена органічного розчинника.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, під час приготування суміші нітрометану та бром, температура суміші знаходиться в діапазоні між близько 10°C та 50°C.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, температура суміші нітрометану та бром знаходиться в діапазоні між близько 20°C та 25°C.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, приготування суміші здійснюється з використанням молярного співвідношення бром та нітрометану у діапазоні між близько 3 та 4.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, приготування суміші здійснюється з використанням молярного співвідношення бром та нітрометану у діапазоні між близько 3 та 3.5.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, суміш нітрометану та бром також містить воду.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, приготування суміші здійснюється відповідно до послідовності додавання нітрометану до води, що супроводжується додаванням бром до нітрометану та води, таким чином, формуючи суміш.

конкретного варіанту застосування, що передбачає реалізацію даного винаходу.

Для зразка варіанту, якому надається перевага, процесу приготування бромпікрину, відповідно до даного винаходу, у якому лужна речовина є, наприклад, лужною металевою основою, такою як гідрооксид натрію або гідрооксид калію, загальний процес приготування бромпікрину, відповідно до даного винаходу, узагальнюється наступними хімічними рівняннями [4] та [5], для гідрооксиду натрію та гідрооксиду калію, відповідно:

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, приготування суміші здійснюється з використанням вагового співвідношення нітрометану та води у діапазоні між близько 0.25 та 4.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, приготування суміші здійснюється з використанням вагового співвідношення нітрометану та води у діапазоні між близько 0.5 та 2.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, лужна речовина вибирається з групи, яка складається з гідрооксидів лужних металів, гідрооксидів лужних ґрунтів та їхнього поєднання.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, гідрооксид лужних металів вибирається з групи, яка складається з гідрооксиду літію, гідрооксиду натрію, гідрооксиду калію та їхнього поєднання.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, гідрооксид лужних металів вибирається з групи, яка складається з гідрооксиду натрію, гідрооксиду калію та їхнього поєднання.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, лужна речовина являє собою гідрооксид натрію.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, гідрооксид лужних ґрунтів вибирається з групи, яка складається з гідрооксиду магнію, гідрооксиду кальцію, гідрооксиду стронцію, та гідрооксиду барію.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, концентрація лужної речовини у водному розчині лужної речовини знаходиться в діапазоні між близько 5 ваговими відсотками та 50 ваговими відсотками (вага лужної речовини / вага водного розчину).

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, концентрація лужної речовини у водному розчині лужної речовини знаходиться в діапа-

зоні між близько 25 ваговими відсотками та 40 ваговими відсотками (вага лужної речовини / вага водного розчину).

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, концентрація лужної речовини у водному розчині лужної речовини становить близько 35 вагових відсотків (вага лужної речовини / вага водного розчину).

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, перед додаванням водного розчину до суміші, температура суміші знаходиться в діапазоні між близько 10°C та 50°C.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, температура реакційної суміші підтримується під час додавання водного розчину до суміші в діапазоні між близько 20°C та 50°C.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, температура реакційної суміші підтримується під час додавання водного розчину до суміші в діапазоні між близько 35°C та 45°C.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, додавання водного розчину до суміші здійснюється протягом періоду часу в діапазоні між близько 0.5 годинами та 24 годинами.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, додавання водного розчину до суміші здійснюється протягом періоду часу в діапазоні між близько 1 годиною та 10 годинами.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, додавання водного розчину до суміші здійснюється протягом періоду часу в діапазоні між близько 2 годинами та 6 годинами.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, збирання бромпикрину з реакційної суміші здійснюється за допомогою вільного або примусового дренажу чи відкачування органічної фази з реакційної суміші.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, після збирання бромпикрину, здійснюється збирання водної фази з реакційної суміші та хімічна обробка водної фази, таким чином, забезпечуючи очищену форму водної фази.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, очищена форма водної фази використовується у процедурі ізолювання бромиду натрію, виготовлення броду або виготовлення бромистоводневої кислоти.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, виготовляється бромпикрин, приготований відповідно до вищезазначеного процесу.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, бромпикрин має чистоту, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків (вага бромпик-

рину / загальна вага органічної фази реакційної суміші).

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, бромпикрин має чистоту, що дорівнює або перевищує 99 вагових відсотків.

Відповідно до іншого аспекту даного винаходу, виготовляється бромпикрин із чистотою, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків.

Відповідно до подальших характеристик нижчеописаних варіантів винаходу, яким надається перевага, чистота бромпикрину дорівнює або перевищує 99 вагових відсотків.

Даний винахід може бути реалізовано шляхом виконання процедур, етапів та підетапів, у спосіб, що вибирається з групи, яка складається з ручного, напівавтоматичного, повністю автоматичного способів та їхнього поєднання, що передбачає використання та роботу обладнання та матеріалів, у спосіб, що вибирається з групи, яка складається з ручного, напівавтоматичного, повністю автоматичного способів та їхнього поєднання. Крім того, відповідно до фактичних процедур, етапів, підетапів, обладнання та матеріалів, що використовуються для реалізації конкретних варіантів розкритого винаходу, процедури, етапи та підетапи здійснюються з використанням технічних засобів, програмного забезпечення або/та їхнього інтегрованого поєднання, та обладнання і матеріали функціонують з використанням технічних засобів, програмного забезпечення або/та їхнього інтегрованого поєднання.

Даний винахід описано на основі прикладів з посиланням на супроводжуючі фігури. Зокрема, розглядаючи більш докладно фігури, слід зазначити, що деталі зображені тільки у якості прикладу та з метою ілюстративного опису варіантів даного винаходу, яким надається перевага, та представлені таким чином, щоб надати у найбільш корисній та легкодоступній формі опис принципів та концептуальних аспектів даного винаходу. З огляду на вищезазначене, відсутні будь-які спроби ілюстрації структурних деталей даного винаходу у більш докладному викладі, ніж це потрібно для фундаментального розуміння винаходу; опис разом з фігурами розкриває фахівцям даної галузі можливості реалізації на практиці різних форм винаходу. Фігури складаються з:

Фігури 1, що представляє блок-схему фактичної структури та процедури зразка реалізації даного винаходу у лабораторному масштабі, з використанням хімічного реактору ємністю 1 літр, відповідно до умов реакції та результатів зразкової серії дослідів, Серія дослідів № 38585-3, описаних у розділі "Приклади" відповідно до даного винаходу; та

Фігури 2, що представляє блок-схему фактичної структури та процедури зразка реалізації даного винаходу у масштабі міні-дослідної установки, з використанням хімічного реактору ємністю 16 літрів, відповідно до умов реакції та результатів зразкової серії дослідів, Серія дослідів № BP-2005-7, описаних у розділі "Приклади" відповідно до даного винаходу.

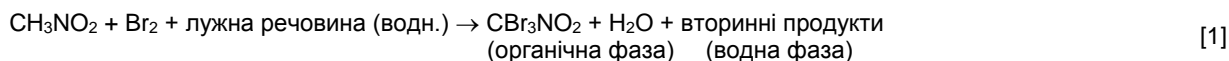
Даний винахід стосується процесу приготування бромпikрину, та бромпikрину високого ступеню чистоти, виготовленого відповідно до цього процесу. Процес відповідно до даного винаходу ґрунтується на додаванні водного розчину лужної речовини, наприклад, лужної металевої основи, такої як гідроксид натрію, до суміші нітрометану та бром, переважно, без присутності органічного розчинника, та збирання органічної фази, що містить безпосередньо бромпikрин, зокрема, за допомогою гравітації (наприклад, шляхом вільного або примусового дренажу або відкачування), з реакційної суміші, без застосування до органічної фази дистиляції чи екстракції, з метою отримання майже кількісного (теоретичного стехіометричного) виходу бромпikрину з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 відсотків, та може сягати 99 вагових відсотків (вага бромпikрину / загальна вага органічної фази).

Процес приготування бромпikрину, відповідно до варіантів даного винаходу, включає наступні основні процедури: (а) приготування суміші нітрометану та бром, (б) після отримання суміші, додавання водного розчину лужної речовини до суміші, таким чином, отримуючи реакційну суміш, що містить бромпikрин, причому додавання здійснюється таким чином, щоб до реакційної суміші не потрапила надмірна кількість лужної речовини під час додавання водного розчину, та (с) збирання бромпikрину з реакційної суміші. Бромпikрин, виготовлений за допомогою процесу відповідно до даного винаходу, має чистоту, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків. Крім того, шляхом

застосування процесу відповідно до даного винаходу може бути отримано бромпikрин із чистотою, що дорівнює або перевищує 99 вагових відсотків. Даний винахід є придатним для промислового використання, відтворюваним, безпечним, екологічно чистим та економічно ефективним.

Вибір реакції для виготовлення бромпikрину залежить від ряду параметрів процесу. Первинні параметри процесу, що впливають на селективність реакції є наступними: (1) молярне співвідношення бром та нітрометану, що використовуються для отримання суміші нітрометану та бром (через процедуру (а)), та (2) температура реакції (що також згадується як температура реакції (T_R)) при формуванні бромпikрину, що відповідає температурі реакційної суміші, яка містить бромпikрин, сформований таким чином, та підтримується шляхом додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бром, або, переважно, до суміші води, нітрометану та бром (через процедуру (б)). Вторинні параметри процесу є наступними: (1) концентрація лужної речовини у її водному розчині (через процедуру (б)), та (2) тривалість реакції (що також згадується як час реакції), що відповідає проміжку часу, який триває від початку до завершення додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бром, або, переважно, до суміші води, нітрометану та бром (через процедуру (б)).

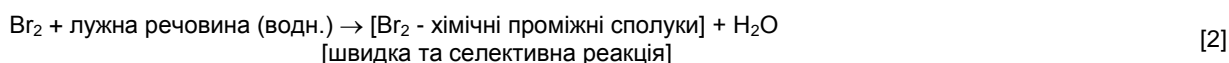
Загальний процес приготування бромпikрину, відповідно до даного винаходу, може бути узагальнений за допомогою наступного "узагальнюючого" хімічного рівняння [1]:



У процедурі (а), отримання суміші нітрометану та бром переважно здійснюється без додавання будь-якого органічного розчинника до нітрометану та бром, таким чином, щоб суміш була по суті позбавлена органічного розчинника. Переважно, процедура (а) виконується таким чином, щоб суміш нітрометану та бром також містила воду. Загалом, вода не потрібна у суміші нітрометану та бром для початку подальшої реакції між нітрометаном та лужною речовиною, що додається до суміші нітрометану та бром відповідно до наступної процедури, процедури (б). Проте, у процедурі (а), переважно, вода додається до суміші нітрометану та бром, та в основному виконує функцію тепловідводу, абсорбуючи екзотермічне тепло, що виділяється під час подальшої реакції між лужною речовиною, що додається у процедурі (б), та сумішшю нітрометану та бром.

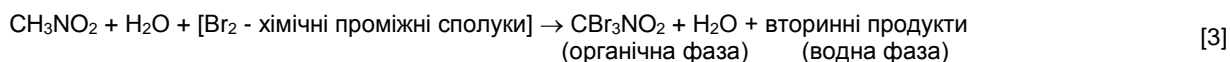
У процедурі (а), для отримання суміші нітрометану та бром, найбільш прийнятним порядком чи послідовністю змішування нітрометану, бром та води є додавання нітрометану до води, з метою формування суміші води та нітрометану, що супроводжується додаванням бром до суміші води та нітрометану, з метою формування суміші води, нітрометану та бром.

У процедурі (б), лужна речовина є переважно будь-яким типом лужного матеріалу, що здатен швидко та селективно вступати у реакцію з бромом, який міститься у суміші нітрометану та бром (причому у присутності води та нітрометану), з метою формування однієї або більшої кількості хімічних проміжних сполук, що містять бром, наприклад, гіпоброміт металу, сформований шляхом реакції між гідроксидом лужного металу, таким як гідроксид натрію або гідроксид калію та бромом, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [2]:



У свою чергу, одна або кілька хімічних проміжних сполук, що містять бром, у присутності води, селективно вступають у реакцію з вже присутнім нітрометаном з метою селективного формування

бажаного продукту бромпikрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [3]:



Процедура (b) виконується таким чином, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші, що містить бромпикрин, під час додавання водного розчину лужної речовини. Відповідно, відсутність надмірної кількості лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпикрин, запобігає будь-якій можливій небажаній реакції між надмірною кількістю лужної речовини та бромпикрином, таким чином, запобігаючи формуванню домішок та максимізуючи чистоту та вихід бромпикрину.

Для виконання процедури (b) відповідно до процесу серійного випуску, протягом усього періоду часу або тривалості додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бромиду, переважно, суміші нітрометану та бромиду; та відповідно, реакційна суміш води, нітрометану, бромиду, лужної речовини, та сформований бромпикрин, у хімічному реакторі, постійно змішувалися, наприклад, шляхом перемішування у хімічному реакторі, наприклад, за допомогою механічного або електромеханічного змішувача з автоматичним управлінням.

Змішування реакційної суміші у хімічному реакторі протягом усього періоду часу або тривалості додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бромиду максимізує контакт, а отже, реакцію між лужною речовиною та сумішшю нітрометану та бромиду. Подібне змішування реакційної суміші у хімічному реакторі також дозволяє уникнути формування локалізованих ділянок або точок лужної речовини у хімічному реакторі, таким чином, виконуючи важливу умову або обмеження процедури (b), відповідно до яких не повинна утворюватися надмірна кількість лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпикрин, під час додавання водного розчину лужної речовини. Подібне змішування реакційної суміші у хімічному реакторі також дозволяє забезпечити рівномірний розподіл тепла по всьому об'єму хімічного реактора, таким чином, забезпечуючи хімічне середовище у хімічному реакторі для виготовлення бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

У процедурі (b), повне зникнення від червоного до коричневого кольору реакційної суміші води, нітрометану, бромиду, лужної речовини та сформованого бромпикрину (що має вигляд маслянистої безбарвної рідини при кімнатній температурі), чітко та точно вказує на завершення реакції лужної речовини з бромом, та відповідно з нітрометаном, у реакційній суміші, з метою формування бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом. Це також співпадає із завершенням тривалості реакції (часом реакції), при якому завершується додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші води, нітрометану, бромиду, лужної речовини та сформованого бромпикрину.

При завершенні процедури (b) у загальному процесі приготування бромпикрину, реакційна суміш, що містить бромпикрин, більше не має значу-

щої кількості бромиду чи лужної речовини. Бром є відсутнім у реакційній суміші, оскільки бром повністю вступив у реакцію (був спожитий) з лужною речовиною, та відповідно з нітрометаном, з метою формування бромпикрину. Лужна речовина також відсутня у реакційній суміші, оскільки лужна речовина повністю вступила у реакцію з бромом, та відповідно з нітрометаном, з метою формування бромпикрину. Додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші було припинено, таким чином, запобігаючи введенню додаткової лужної речовини до реакційної суміші, а отже, забезпечуючи відсутність надмірної кількості лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпикрин. Як бром, так і лужна речовина повністю вступили у реакцію одне з одним, у присутності води, з метою формування однієї або більшої кількості хімічних проміжних сполук, що містять бром, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [2]. У свою чергу, одна або кілька хімічних проміжних сполук, що містять бром, у присутності води, селективно вступають у реакцію з вже присутнім нітрометаном з метою селективного формування продукту бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [3].

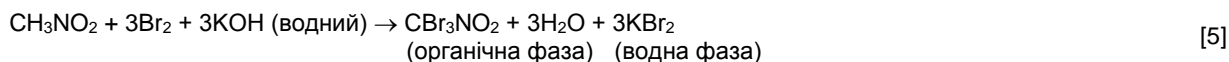
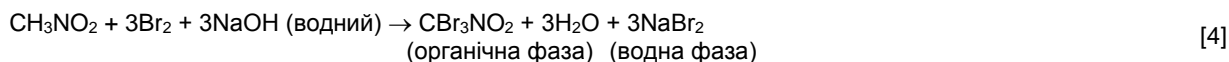
Таким чином, при завершенні процедури (b), реакційна суміш, що містить бромпикрин, відрізняється тим, що включає у якості первинних продуктів: бромпикрин [CBr₃ISb] та воду, а у якості вторинних продуктів: неорганічні солі, зокрема, бромідні солі; неорганічні окислювачі, зокрема, гіпоброміт, броміт та бромат, оксиданти; та мікрокількість органічних або/та неорганічних матеріалів. Звичайно фактичний тип та розподіл вторинних продуктів залежить від фактичного типу лужної речовини, що включена до водного розчину лужної речовини, що додається до суміші нітрометану та бромиду, та залежить від фактичних робочих умов та параметрів процесу, що використовуються для здійснення процедур (a) та (b).

Змішування, шляхом перемішування, реакційної суміші, що містить бромпикрин, завершується, та реакційна суміш проходить фазу сепарації та фазу урівноваження. Під час фази сепарації та урівноваження, первинний продукт бромпикрину, що має розчинність у воді близько 1.5 грамів на літр води при температурі 20°C, та питому вагу 2.79, мігрує та стає важчою (нижчою) органічною фазою, тоді як первинний продукт води та вторинні продукти мігрують та стають легшою (вищою) водною фазою реакційної суміші. Відповідно, обидві фази, тобто, важча (нижня) органічна фаза (що містить бромпикрин) та легша (верхня) водна фаза (що містить воду та вторинні продукти) реакційної суміші, піддаються сепарації одне від одного та досягають фази урівноваження.

Згідно процесу приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу, виконуючи процедури (a) та (b), бромпикрин, виготовлений таким способом, являє собою тільки органічну суміш із значущою кількістю, що міститься у важчій (нижчій) ор-

ганічній фазі реакційної суміші. Оскільки бромпikрин у реакційній суміш має чистоту, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та сягає 99 вагових відсотків (вага бромпikрину / загальна вага органічної фази), то важча (нижня) органічна фаза реакційної суміші складається в основному тільки з бромпikрину. Таким чином, виконання процедури (с) збирання бромпikрину з реакційної суміші по суті відповідає збиранню важчої (нижньої) органічної фази (що містить бромпikрин) з реакційної суміші, що забезпечується процедурою (b).

У процедурі (с), важча (нижня) органічна фаза (що містить бромпikрин) реакційної суміші безпосередньо збирається з реакційної суміші. Переважно, важча (нижня) органічна фаза, що містить бромпikрин, безпосередньо збирається за допомогою гравітації, наприклад, шляхом вільного або форсованого дренажу чи відкачування з реакційної суміші.



Деталі зразкового варіанту реалізації процесу приготування бромпikрину, відповідно до даного винаходу, у якому лужна речовина є лужною металевою основою, наприклад, гідроокисом натрію або гідроокисом калію, як зазначено у хімічних рівняннях [4] та [5], відповідно, викладені нижче у розділі "Приклади", що супроводжує розділ "Опис".

Даний винахід відрізняється кількома аспектами новизни та винахідливості, кілька з яких зазначені нижче.

Основний аспект новизни та винахідливості даного винаходу полягає в тому, що процес дозволяє отримати майже кількісний (теоретичний стехіометричний) вихід бромпikрину із чистотою, що дорівнює або перевищує 96 відсотків, та сягає 99 вагових відсотків (вага бромпikрину / загальна вага органічної фази).

Інший основний аспект новизни та винахідливості даного винаходу полягає в тому, що процес включає придатну для промислового використання, відтворювану, безпечну, екологічно чисту та економічно ефективну процедуру збирання бромпikрину високого ступеню чистоти, виготовленого відповідно до цієї процедури. Органічна фаза, що містить бромпikрин безпосередньо збирається, зокрема, за допомогою гравітації (наприклад, шляхом вільного або примусового дренажу чи відкачування), з реакційної суміші, без піддавання органічної фази дистиляції чи екстракції, з метою отримання майже кількісного (теоретичного стехіометричного) виходу бромпikрину з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 відсотків, та може сягати 99 вагових відсотків. Цей аспект дозволяє уникнути потреби у застосуванні процедури дистиляції або екстракції разом з використанням відносно дорогого обладнання для дистиляції або екстракції, що також передбачає відповідні витрати на експлуатацію та обслуговування такого обладнання. Цей аспект також дозволяє уникнути

Процес приготування бромпikрину відповідно до даного винаходу може включати будь-яку кількість та типи можливих додаткових процедур, що залежать принаймні частково від фактичних робочих умов та параметрів процесу, що використовуються для реалізації процесу, та від результатів, отриманих за допомогою цього процесу, а також залежать від фактичних потреб, вимог та цілей конкретного варіанту застосування, що передбачає реалізацію даного винаходу.

Для зразку варіанту, якому надається перевага, процесу приготування бромпikрину, відповідно до даного винаходу, у якому лужна речовина є, наприклад, металевою лужною основою, такою як гідрооксид натрію або гідрооксид калію, загальний процес приготування бромпikрину, відповідно до даного винаходу, узагальнюється наступними хімічними рівняннями [4] та [5], для гідрооксиду натрію та гідрооксиду калію, відповідно:

потреби у вирішенні та приділенні уваги впливу, зокрема, на здоров'я та безпеку, потенційно небезпечного (високо енергетичного) продукту бромпikрину під час дистиляції або екстракції, а також потенційно небезпечного екстракційного розчинника, що призводить до виникнення відходів.

Іншим основним аспектом новизни та винахідливості даного винаходу є переважна відсутність органічного розчинника у цілому процесі приготування бромпikрину. Відповідно, органічний розчинник по суті є відсутнім у початковій суміші нітromeтану та бром у подальшій реакційній суміші, що містить бромпikрин, сформований за допомогою цієї суміші. Цей аспект дозволяє уникнути можливого введення домішок або/та небажаних реакційних проміжних сполук та побічних продуктів у процесі, що можуть мати місце внаслідок присутності органічного розчинника, та дозволяє уникнути потреби у вирішенні та приділенні уваги впливу, зокрема, на здоров'я та безпеку, внаслідок використання органічного розчинника під час будь-якого етапу процесу приготування бромпikрину.

Слід зазначити, що даний винахід не обмежується у своєму застосуванні подробицями щодо порядку чи послідовності та кількості процедур, етапів та підетапів функціонування чи реалізації процесу, або подробицями щодо обладнання, реагентів та матеріалів, що використовуються під час реалізації процесу, визначеного у наступному ілюстративному описі, супроводжувальних фігурах та прикладах, якщо інше чітко не зазначене у даному документі. Даний винахід має інші варіанти втілення та може реалізовуватися на практиці або впроваджуватися різними способами. Попри те, що процедури, етапи, підетапи, обладнання, реагенти та матеріали, подібні чи еквівалентні тим, що з метою ілюстрації описані у даному документі, можуть використовуватися для практичної реалізації чи випробування даного винаходу, відповідні проце-

дури, етапи, підетапи, обладнання, реагенти, та матеріали, що з метою ілюстрації описані у даному документі.

Слід також зазначити, що всі технічні та наукові слова, терміни або/та фрази, що вживаються у даному описі, мають або ідентичне, або подібне значення до того, що загально прийняте серед фахівців даної галузі, яких цей винахід стосується, якщо інше чітко не зазначене у даному документі. Фразеологія, термінологія та система позначень використовуються у даному документі для цілей опису та не повинні розглядатися як обмежуючі. Крім того, всі технічні та наукові слова, терміни або/та фрази, що були використані, визначені, описані або/та проілюстровані у вищезазначеному розділі "Сфера та передумови винаходу", наприклад, стосовно синонімів бромпikрину, так само або подібним чином вживаються в ілюстративному описі варіантів, яким надається перевага, прикладах та формулі винаходу, що додається.

У тому значенні, в якому вживається у даному документі, термін "близько" означає ± 10 відсотків від пов'язаного значення. Крім того, у тому значенні, в якому вживається у даному документі, фраза "при кімнатній температурі" стосується температури, що знаходиться в діапазоні між близько 20°C та 25°C .

Процедури, етапи, підетапи, обладнання, реагенти, матеріали та реалізація ілюстративних варіантів, яким надається перевага, альтернативних варіантів, яким надається перевага, спеціальні конфігурації та додаткові і можливі аспекти, характеристики чи особливості, що стосуються процесу приготування бромпikрину та бромпikрину високого ступеню чистоти, виготовленого відповідно до цього процесу, в рамках даного винаходу, є краще зрозумілими завдяки посиланню на наступний ілюстративний опис та супроводжувальні фігури. У всьому наступному ілюстративному описі та на супроводжувальних фігурах однакові номери посилання або/та позначення стосуються однакових компонентів.

До наступного ілюстративного опису процесу відповідно до даного винаходу, включено основні або головні процедури, етапи, підетапи, обладнання, реагенти та матеріали, необхідні для достатнього розуміння належного "імплементацийного" використання та впровадження розкритого процесу. Відповідно, опис різних можливих необхідних або/та додаткових попередніх, проміжних, несуттєвих процедур, етапів, підетапів, обладнання, реагентів або/та матеріалів, що мають другорядне значення для забезпечення впровадження винаходу, що вже добре відомі фахівцям із звичайним рівнем кваліфікації, або/та які є доступними у попередніх існуючих техніках та технічній літературі, що стосується хімічного синтезу та виготовлення, в основному тільки поверхнево згадуються у цьому документі.

Таким чином, відповідно до основного аспекту даного винаходу, забезпечується процес приготування бромпikрину, що включає наступні основні процедури: (а) приготування суміші нітрометану та бромі, причому у суміші по суті є відсутнім органічний розчинник, (б) додавання водного розчину

лужної речовини до суміші, щоб таким чином приготувати реакційну суміш, що містить бромпikрин, причому додавання здійснюється у такий спосіб, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші під час додавання водного розчину, та (с) збирання бромпikрину з реакційної суміші.

Детальний опис виконання кожної основної процедури (а), (б) та (с), як частини опису привілейованого ілюстративного прикладу реалізації процесу приготування бромпikрину відповідно до даного винаходу, викладено безпосередньо далі у документі. Процес приготування бромпikрину та реалізація цього процесу, відповідно до даного винаходу, загалом описані та зокрема описані у контексті ілюстративного способу реалізації серійного процесу хімічної реакції.

(а) Приготування суміші нітрометану та бромі:

З метою виконання процедури (а) приготування суміші нітрометану та бромі, змішується кількість нітрометану [хімічна формула: CH_3NO_2 , молекулярна вага: 61.0 грам/моль; густина: 1.137 грамів/мл.; точка плавлення: -29°C ; точка кипіння: 101.2°C ; розчинність у воді: 9.5 грамів/100 мл.] та кількість бромі [хімічна формула: Br_2 , молекулярна вага: 159.8 грамів/моль; густина: 3.119 грамів/мл.; точка плавлення: -7.2°C ; точка кипіння: 58.7°C ; розчинність у воді: 3.5 грамів/100 мл]. Для здійснення цієї процедури відповідно до серійного процесу, кількість нітрометану [CH_3NO_2] та кількість бромі [Br_2] кожен окремо додається до хімічного реактору серійного типу, що далі, більш стисло згадується як "хімічний реактор".

У процедурі (а), загалом, отримання суміші нітрометану та бромі здійснюється з додаванням або без додавання будь-якого органічного розчинника до нітрометану та бромі. Переважно, процедура (а) здійснюється без додавання будь-якого органічного розчинника до нітрометану та бромі, таким чином, щоб суміш по суті була позбавлена органічного розчинника. Відповідно, у процедурі (а), переважно, органічний розчинник є відсутнім у початковій суміші нітрометану та бромі, або у подальшій реакційній суміші, що містить бромпikрин, сформований відповідно до наступної процедури, процедури (б). Цей аспект даного винаходу дозволяє уникнути можливості введення домішок або/та небажаних реакційних проміжних сполук та побічних продуктів у процес, внаслідок присутності органічного розчинника, а також дозволяє уникнути потреби у вирішенні та приділенні уваги впливу, зокрема, на здоров'я та безпеку, внаслідок використання органічного розчинника під час будь-якого етапу процесу приготування бромпikрину.

Переважно, процедура (а) виконується таким чином, щоб суміш нітрометану та бромі також містила воду. Загалом, вода не потрібна у суміші нітрометану та бромі для початку подальшої реакції між нітрометаном та лужною речовиною, що додається до суміші нітрометану та бромі відповідно до наступної процедури, процедури (б). Проте, у процедурі (а), переважно, вода додається до суміші нітрометану та бромі, де вода виконує дві основних функції. Перша основна функція стосується потенційної небезпеки мати хімічний реак-

тор, наповнений великим об'ємом рідинної фази органічного матеріалу, наприклад, нітрометаном, без присутності води. Друга основна функція стосується води, що служить теплопроводом, шляхом абсорбції екзотермічного тепла, що виділяється під час подальшої реакції між лужною речовиною, що додається у процедурі (b), та сумішшю нітрометану та бромом. Таким чином, переважно, процедура (a) приготування суміші нітрометану та бромом призводить до отримання суміші води, нітрометану та бромом, причому отримана суміш по суті позбавлена органічного розчинника.

У варіанті процесу, якому надається перевага, відповідно до даного винаходу, при додаванні води до суміші нітрометану та бромом, загалом, процедура (a) приготування суміші нітрометану та бромом здійснюється у такий спосіб, що порядок або послідовність змішування нітрометану, бромом та води може варіюватися. Найбільша перевага надається порядку або послідовності, при яких додавання нітрометану до води, з метою формування суміші води та нітрометану, супроводжується додаванням бромом до суміші води та нітрометану, з метою формування суміші води, нітрометану та бромом. Зрозуміло, що можливі альтернативні порядки або послідовність перемішування цих реагентів одне з одним з метою отримання суміші нітрометану та бромом. Для виконання процедури (a) відповідно до серійного типу процесу, порядок або послідовність, яким надається перевага, додавання цих реагентів до хімічного реактору є наступними: вода, нітрометан, бром. Зрозуміло, що можливі альтернативні порядки або послідовність додавання цих реагентів до хімічного реактору з метою формування суміші води, нітрометану та бромом у хімічному реакторі.

Загалом, (початкова) температура суміші нітрометану та бромом, (без води або з водою) може варіюватися. Загалом, (початкова) температура суміші нітрометану та бромом, (без води або з водою), знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 10°C та 50°C, та краще між близько 20°C та 25°C (що відповідає кімнатній температурі).

Переважно, процедура (a) приготування суміші нітрометану та бромом здійснюється у такий спосіб, що вода, нітрометан та бром, кожен спочатку знаходяться у рідинній фазі, та залишаються у рідинній фазі під час формування суміші води, нітрометану та бромом. Відповідно, переважно, вода, нітрометан та бром, кожен спочатку знаходяться та залишаються при температурі у діапазоні, що обумовлений їхніми відповідними точками плавлення та кипіння, під час формування суміші води, нітрометану та бромом. Краще, вода, нітрометан та бром, кожен спочатку знаходяться та залишаються при кімнатній температурі (між близько 20°C та 25°C), під час формування суміші води, нітрометану та бромом.

Для виконання процедури (a) відповідно до серійного типу процесу, відповідно, переважно, вода, нітрометан та бром, кожен спочатку знаходяться та залишаються при температурі у діапазоні, що обумовлений їхніми відповідними точками плавлення та кипіння, при додаванні до хімічного

реактору, та залишаються у рідинній фазі під час формування суміші води, нітрометану та бромом у хімічному реакторі. Відповідно, переважно, вода, нітрометан та бром, кожен спочатку знаходяться та залишаються при температурі у діапазоні, що обумовлений їхніми відповідними точками плавлення та кипіння, під час формування суміші води, нітрометану та бромом. Краще, вода, нітрометан та бром, кожен спочатку знаходяться та залишаються при кімнатній температурі (між близько 20°C та 25°C), коли додаються до хімічного реактору та під час формування суміші води, нітрометану та бромом у хімічному реакторі.

Як описано далі та проілюстровано нижче, молярне співвідношення бромом та нітрометан, що використовується для приготування суміші нітрометану та бромом, є первинним параметром процесу для визначення вибору реакції з метою виготовлення бромпікрину. На цьому етапі загального процесу приготування бромпікрину важливим завданням є створення хімічного середовища у суміші нітрометану та бромом, у якому молярне співвідношення бромом та нітрометану є помітно вищим за одиницю, так щоб на початку наступної процедури (тобто, процедури (b)) додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бромом, лужна речовина миттєво та селективно вступала у реакцію з бромом, як зазначено у хімічному рівнянні [2], вище.

Процедура (a) приготування суміші нітрометану та бромом здійснюється з використанням молярного співвідношення бромом та нітрометану в межах унікального, визначеного емпіричним шляхом, відносно вузького оптимального діапазону. Молярне співвідношення бромом та нітрометану, що використовується для приготування суміші, знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 3 та 4, краще, між близько 3 та 3.5. Оптимальне молярне співвідношення бромом та нітрометану, що використовується для приготування суміші, становить близько 3.15.

Наприклад, для ілюстративного варіанту процесу відповідно до даного винаходу, у якому лужна речовина являє собою гідрооксид лужних металів, таких як гідрооксид натрію або гідрооксид калію, як зазначено у хімічних рівняннях [4] та [5], відповідно, молярне співвідношення бромом та нітрометану, що використовується для приготування суміші нітрометану та бромом, є помітно вищим за одиницю, наприклад, близько 3, так щоб на початку наступної процедури додавання водного розчину гідрооксиду лужних металів (гідрооксиду натрію або гідрооксиду калію) до суміші нітрометану та бромом, гідрооксид лужних металів (гідрооксид натрію або гідрооксид калію) миттєво та селективно вступав у реакцію з бромом з метою селективного формування гіпоброміту лужних металів (гіпоброміту натрію [NaBrO] або гіпоброміту калію [KBrO], відповідно), як загалом зазначено у хімічному рівнянні [2], вище у даному документі, та надалі описано і проілюстровано нижче.

Для варіанту процесу, якому надається перевага, відповідно до даного винаходу, в якому, вода включена до суміші нітрометану та бромом, виконання процедури (a) включає використання певної

кількості води, що характеризується концентрацією. Концентрація води може виражатися у термінах, наприклад, вагового коефіцієнту нітродметану та води, що відповідає співвідношенню ваги нітродметану та ваги води, що використовується для приготування суміші нітродметану та броду, при додаванні води.

Загалом, ваговий коефіцієнт нітродметану та води, що використовується для приготування суміші нітродметану та броду, при додаванні води, може варіюватися. Ваговий коефіцієнт нітродметану та води, що використовується для приготування суміші нітродметану та броду, при додаванні води, знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 0.25 та 4, краще, між близько 0.5 та 2.

Для виконання процедури (а) відповідно до серійного процесу, загалом, (початкова) температура хімічного реактору, що використовується для приготування суміші нітродметану та броду, може змінюватися. (Початкова) температура хімічного реактору, що використовується для приготування суміші нітродметану та броду, знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 10°C та 50°C, та краще, між близько 20°C та 25°C (що відповідає кімнатній температурі).

Для виконання процедури (а) відповідно до серійного процесу, переважно, під час та після додавання води, нітродметану та броду до хімічного реактору, додані вода, нітродметан та бром, постійно змішуються, наприклад, шляхом перемішування, у хімічному реакторі. У такий спосіб, вода, нітродметан та бром, що постійно змішуються або перемішуються, формують рівномірну або однорідну рідинну фазу суміші по усьому об'єму хімічного реактору.

Загалом, по суті будь-який тип хімічного реактору для серійного процесу може використовуватися для виконання процедури (а) приготування суміші нітродметану та броду. Переважно, хімічний реактор функціонально сконструйований або оснащений обладнанням, наприклад, кожухом хімічного реактору з температурним контролем, для забезпечення ручного, напівавтоматичного або повністю автоматичного температурного контролю об'єму всередині хімічного реактору, для попередньо визначеного діапазону температур, наприклад, з можливістю задавання настройок температури всередині хімічного реактору в межах загального діапазону між близько 10°C та 50°C. У такому варіанті, переважно, обладнання з температурним контролем функціонально приєднане до ручного, напівавтоматичного або повністю автоматичного, відповідно, температурного контролера, наприклад, до пристрою температурного контролера автоматичного хімічного реактору "Lauda", що працює зі змінними уставками температур хімічного реактора, що у свою чергу, функціонально приєднаний до відповідного джерела живлення. Крім того, переважно, хімічний реактор функціонально сконструйований або оснащений обладнанням, наприклад, механічним або електромеханічним змішувачем, для забезпечення ручного, напівавтоматичного або повністю автоматичного контролю змішування або перемішування об'єму всередині хімічного реактору, для попередньо ви-

значеного діапазону швидкості змішування або перемішування, та для попередньо визначених режимів чи конфігурацій змішування або перемішування. У такому варіанті, переважно, обладнання з контролем змішування або перемішування функціонально приєднується до ручного, напівавтоматичного або повністю автоматичного, відповідно, контролера змішування або перемішування, що у свою чергу, функціонально приєднаний до відповідного джерела живлення.

Суміш нітродметану та броду, (без води чи з водою), сформована таким чином та приготована відповідно до процедури (а), є по суті неактивною сумішшю двох речовин рідинної фази (без води) або трьох речовин рідинної фази (з водою).

Суміш нітродметану та броду, (без води чи з водою), сформована таким чином та приготована відповідно до процедури (а), має колір від червоного до коричневого, внаслідок кольору від червоного до коричневого рідкого броду, разом з водою та нітродметаном, що є безбарвними рідинами. Як далі описується у наступній процедурі (тобто, процедурі (б)), зникнення від червоного до коричневого кольору початкової суміші води, нітродметану та броду, та подальшої реакційної суміші води, нітродметану, броду та бромпікрину (що є маслянистою безбарвною рідиною при кімнатній температурі), сформованого таким способом, є належним та точним (відтворюваним) індикатором завершення реакції лужної речовини з бромом, та відповідно, з нітродметаном, у реакційній суміші з метою формування бромпікрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

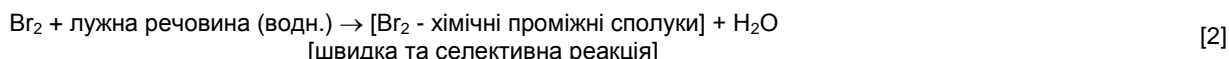
(б) Після приготування суміші, додавання водного розчину лужної речовини до суміші, щоб, таким чином, приготувати реакційну суміш, що містить бромпикрин, додавання здійснюється у такий спосіб, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші під час додавання водного розчину:

У процедурі (б), додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітродметану та броду, що відповідно була сформована та приготована відповідно до попередньої процедури (тобто, процедури (а)), щоб, у такий спосіб, забезпечити реакційну суміш, що містить бромпикрин. Відповідно, для варіанту процесу, якому надається перевага, відповідно до даного винаходу, у випадку використання води у суміші нітродметану та броду, процедура (б), переважно, передбачає додавання водного розчину лужної речовини до суміші води, нітродметану та броду, що сформована та приготована відповідно до попередньої процедури (тобто, процедури (а)), щоб у такий спосіб приготувати реакційну суміш, що містить бромпикрин.

Переважно, лужна речовина є по суті будь-яким типом лужного матеріалу, що здатен швидко та селективно вступати у реакцію з бромом, який міститься у суміші нітродметану та броду (причому у присутності води та нітродметану), з метою формування однієї або більшої кількості хімічних проміжних сполук, що містять бром, наприклад, гіпоброміт металу, сформований шляхом реакції між гідроокисом лужного металу, таким як гідрооксид

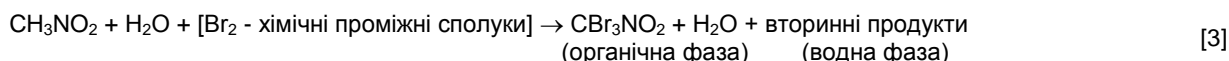
натрію або гідроксид калію та бромом, як загалом

зазначено у хімічному рівнянні [2]:



У свою чергу, одна або кілька хімічних проміжних сполук, що містять бром, у присутності води, селективно вступають у реакцію з вже присутнім нітрометаном з метою селективного формування

бажаного продукту бромпікрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [3]:



Наприклад, лужна речовина вибирається з групи, яка складається з гідроксиду лужних металів, гідроксиду лужних ґрунтів та їхнього поєднання. Зразком гідроксиду лужних металів є гідроксид літію [LiOH], гідроксид натрію [NaOH] та гідроксид калію [KOH]. Зразком гідроксиду лужних ґрунтів є гідроксид магнію [Mg(OH)₂], гідроксид кальцію [Ca(OH)₂], гідроксид стронцію [Sr(OH)₂] та гідроксид барію [Ba(OH)₂].

Для виконання процедури (b) процесу відповідно до даного винаходу, переважно, лужна речовина є гідроксидом лужних металів, що вибирається з групи, яка складається з гідроксиду натрію [NaOH], гідроксиду калію [KOH] та їхнього поєднання. Краще, коли лужна речовина є гідроксидом лужних металів, що вибирається з групи, яка складається з гідроксиду натрію [NaOH], гідроксиду калію [KOH] та їхнього поєднання. Найкраще, коли лужна речовина є гідроксидом натрію [NaOH].

Перевага надається гідроксиду натрію над гідроксидом калію для виконання цієї процедури, що ґрунтується в основному на економічних показниках хімічного процесу. Гідроксид натрію аналогічної якості (чистоти) та концентрації коштує менше ніж гідроксид калію.

Як описано далі та проілюстровано нижче, концентрація лужної речовини у водному розчині лужної речовини, що додається до суміші нітрометану та бромиду (без води або з водою), є вторинним параметром процесу для визначення селективності реакції для виготовлення бромпікрину.

Лужна речовина у водному розчині лужної речовини (що додається до суміші нітрометану та бромиду) має концентрацію, що може виражатися в одиницях, наприклад, відсотків (вага/вага) або (в/в), що відповідає вираженню у відсотках співвідношення ваги лужної речовини та ваги водного розчину лужної речовини (тобто, комбінованої ваги лужної речовини у водному розчині та ваги води у водному розчині).

Загалом, концентрація лужної речовини у водному розчині лужної речовини може варіюватися. Концентрація лужної речовини у водному розчині лужної речовини знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 5 відсотками (вага/вага) та близько 50 відсотками (вага/вага), краще, між близько 25 відсотками (вага/вага) та близько 40 відсотками (вага/вага). Оптимальна концентрація лужної речовини у водному розчині лужної речовини становить близько 35 відсотків (вага/вага).

Для ілюстративного варіанту процесу відповідно до даного винаходу, у випадку, коли лужна речовина є гідроксидом лужних металів, таких як гідроксид натрію або гідроксид калію, концентрація гідроксиду лужних металів (гідроксиду натрію або гідроксиду калію) у водному розчині гідроксиду лужних металів знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 5 відсотками (вага/вага) та близько 50 відсотками (вага/вага), краще, між близько 25 відсотками (вага/вага) та близько 40 відсотками (вага/вага). Оптимальна концентрація гідроксиду лужних металів (гідроксиду натрію або гідроксиду калію) у водному розчині гідроксиду лужних металів становить близько 35 відсотків (вага/вага).

Як попередньо описано нижче, загалом, (початкова) температура суміші нітрометану та бромиду, (без води або з водою), що сформована та приготована відповідно до процедури (a), може змінюватися, та знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 10°C та 50°C, та краще, між близько 20°C та 25°C (при кімнатній температурі). Краще, коли перед виконанням процедури (b), температура суміші нітрометану та бромиду, (без води або з водою), знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 10°C та близько 50°C. Відповідно, для виконання процедури (b) відповідно до серійного процесу, перед виконанням процедури (b), переважно, температура суміші нітрометану та бромиду, (без води або з водою), у реакторі знаходиться в діапазоні між близько 10°C та близько 50°C.

У процедурі (b), температура реакції (реакційна температура (T_R)) при формуванні бромпікрину відповідає температурі реакційної суміші, що містить бромпікрин, сформований у такий спосіб, та підтримується на протязі усього періоду додавання водного розчину лужної речовини до суміш нітрометану та бромиду, або, переважно, протягом додавання водного розчину лужної речовини до суміші води, нітрометану та бромиду. Температура реакції (реакційна температура (T_R)) є первинним параметром процесу для визначення вибору реакції для виготовлення бромпікрину. Зрозуміло, температура реакції (реакційна температура (T_R)) визначає кінетику, а отже, швидкість реакції для виготовлення бромпікрину, та є, таким чином, первинним параметром процесу для визначення вибору реакції для виготовлення бромпікрину.

Загалом, температура реакції (реакційна температура (T_R)), що підтримується протягом додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бромиду, або, переважно, протягом

додавання водного розчину лужної речовини до суміші води, нітродметану та броду, та відповідно, протягом формування реакційної суміші, що містить бродпкін, може варіюватися. У процедури (b), температура реакції (реакційна температура (T_R)) підтримується в діапазоні, переважно, між близько 20°C та 50°C, та краще, між близько 35°C та 45°C.

Для виконання процедури (b), фактична температура реакції (реакційна температура (T_R)), та її діапазон, підтримуються на рівні значень, що залежать від кількох факторів. Двома основними факторами є величина, та швидкість, відповідно, виділення можливого екзотермічного тепла під час подальшої реакції між доданою лужною речовиною та сумішшю нітродметану та броду, оскільки реакційна суміш, що містить бродпкін, формується, як загалом зазначено у хімічних рівняннях [2] та [3], вище. Додаткові два основні фактори, що доповнюють щойно згадані два основні фактори, включають величину та швидкість, відповідно, розсіювання, передачі або/та контролю екзотермічного тепла, що виділяється під час реакції формування бродпкіну. Наприклад, для виконання процедури (b) відповідно до серійного процесу, залежно від щойно згаданих основних факторів, температура реакції (реакційна температура (T_R)) та її діапазон, контролюються та підтримуються на попередньо визначеному рівні шляхом регулювання уставок пристрою контролера температури автоматичного хімічного реактору відповідно до попередньо визначених уставок.

У процедурі (b), водний розчин лужної речовини під контролем додається до суміші нітродметану та броду, або, переважно, під контролем додається до суміші води, нітродметану та броду, сформованої та приготованої відповідно до процедури (a), у такий спосіб, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші, що містить бродпкін, під час додавання водного розчину лужної речовини.

Перша причина для такого контролю полягає в тому, що процедура (b) здійснюється таким чином, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші, що містить бродпкін, під час додавання водного розчину лужної речовини. Як далі описано більш докладно, залежно від фактичної лужної речовини, що використовується для виконання процедури (b), присутність надмірної лужної речовини у реакційній суміші, що містить бродпкін, може призвести до небажаної реакції між надмірною лужною речовиною та бродпкіном, формуючи домішки, що таким чином зменшують чистоту та вихід бродпкіну. Друга причина для подібного контролю полягає в тому, що залежно від фактичних робочих умов та параметрів процесу, реакція між лужною речовиною та сумішшю нітродметану та броду для формування реакційної суміші, що містить бродпкін, може бути відносно швидкою та супроводжуватися відповідним швидким вивільненням екзотермічного тепла, а отже, потребує контролю.

Відповідним параметром, що використовується для контрольованого додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітродметану та

броду, або, переважно, контрольованого додавання до суміші води, нітродметану та броду, є тривалість реакції (що у даному документі також згадується як час реакції). Тривалість реакції (час реакції) є вторинним параметром процесу для визначення вибору реакції для виготовлення бродпкіну. Зрозуміло, що тривалість реакції (часу реакції) пов'язана з кінетикою, а отже, швидкістю реакції для виготовлення бродпкіну.

У процедурі (b), тривалість реакції (час реакції) відповідає періоду часу, витраченого чи використаного, і таким чином, триває від початку додавання водного розчину лужної речовини до суміші води, нітродметану та броду, до завершення додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші води, нітродметану, броду, лужної речовини, та сформованого бродпкіну. Наприклад, або при завершенні тривалості реакції (часу реакції), що відповідає кінцеві або завершенню додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші води, нітродметану, броду, лужної речовини, та сформованого бродпкіну, брод повністю вступив у реакцію (був спожитий) з лужною речовиною, та відповідно, повністю вступив у реакцію (був спожитий) з нітродметаном, для формування продукту бродпкіну. Тривалість реакції (час реакції) виражається у одиницях часу, наприклад, хвилинах або годинах.

Загалом, тривалість реакції (час реакції) для формування бродпкіну може змінюватися. У процедурі (b), тривалість реакції (час реакції) знаходиться в діапазоні, переважно, між близько 0.5 годинами та 24 годинами, краще, між близько 1 годиною та 10 годинами, та найкраще, між близько 2 годинами та 6 годинами.

Для виконання процедури (b) відповідно до процесу серійного випуску, протягом усього періоду часу або тривалості додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітродметану та броду, переважно, суміші нітродметану та броду, та відповідно, реакційна суміш води, нітродметану, броду, лужної речовини, та сформований бродпкін, у хімічному реакторі, постійно змішувалися, наприклад, шляхом перемішування у хімічному реакторі, наприклад, за допомогою механічного або електричного змішувача з автоматичним управлінням.

Змішування реакційної суміші у хімічному реакторі протягом усього періоду часу або тривалості додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітродметану та броду максимізує контакт, а отже, реакцію між лужною речовиною та сумішшю нітродметану та броду. Подібне змішування реакційної суміші у хімічному реакторі також дозволяє уникнути формування локалізованих ділянок або точок лужної речовини у хімічному реакторі, таким чином, виконуючи важливу умову або обмеження процедури (b), відповідно до яких не повинна утворюватися надмірна кількість лужної речовини у реакційній суміші, що містить бродпкін, під час додавання водного розчину лужної речовини. Подібне змішування реакційної суміші у хімічному реакторі також дозволяє забезпечити рівномірний розподіл тепла по всьому об'єму хімічного реакто-

ра, таким чином, забезпечуючи хімічне середовище у хімічному реакторі для виготовлення бромпікрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

Як попередньо було описано у даному документі, у процедурі (а), суміш води, нітрометану та бромиду має колір від червоного до коричневого, внаслідок кольору від червоного до коричневого рідкого бромиду, разом з водою та нітрометаном, що є безбарвними рідинами. У процедурі (б), по мірі додавання лужної речовини до суміші, та відповідно, її реакції, для формування реакційної суміші, що містить бромпикрин, червоний - коричневий колір поступово стає більш блідим та зрештою зникає з реакційної суміші. Повне зникнення від червоного до коричневого кольору у реакційній суміші води, нітрометану, бромиду, лужної речовини, та сформованого бромпікрину (що є маслянистою безбарвною рідиною при кімнатній температурі) є належним та точним (відтворюваним) індикатором завершення реакції лужної речовини з бромом, та відповідно, з нітрометаном, у реакційній суміші з метою формування бромпікрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

У процедурі (б), колір реакційної суміші, що містить бромпикрин може контролюватися та вимірюватися, переважно, безперервно, з метою точного визначення завершення реакції доданої лужної речовини з бромом, та відповідно, з нітрометаном у реакційній суміші. Загалом, контроль та вимірювання кольору реакційної суміші, що містить бромпикрин, може здійснюватися за допомогою зорової системи людини або/та машинних засобів (приладу) візуального контролю та вимірювання кольору. Наприклад, хімічний реактор, що може використовуватися для здійснення процесу відповідно до даного винаходу, може бути функціонально сконструйованим або обладнаним, або/та функціонально приєднуватися до обладнання, наприклад, засобів машинного візуального контролю та вимірювання кольору, з метою забезпечення ручного, напівавтоматичного або повністю автоматичного контролю та вимірювання кольору об'єму всередині хімічного реактору, протягом додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бромиду. У такий спосіб, повне зникнення червоного - коричневого кольору реакційної суміші води, нітрометану, бромиду, лужної речовини, та сформованого бромпікрину (що є маслянистою безбарвною рідиною при кімнатній температурі), що зазвичай, супроводжується швидким формуванням жовтуватого кольору, може бути належно та точно (відтворюваним чином) визначено, разом з належним та точним свідченням про завершення реакції лужної речовини з бромом, та відповідно, з нітрометаном, у реакційній суміші з метою формування бромпікрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

Як попередньо зазначалося у даному документі, процедура (б) виконується таким чином, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші, що містить бромпикрин, під час додавання водного розчину лужної речовини.

Відповідно, відсутність надмірної кількості лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпикрин, запобігає будь-якій можливій небажаній реакції між надмірною кількістю лужної речовини та бромпикрином, таким чином, запобігаючи формуванню домішок та максимізуючи чистоту та вихід бромпікрину.

У процедурі (б), повне зникнення від червоного до коричневого кольору реакційної суміші води, нітрометану, бромиду, лужної речовини та сформованого бромпікрину (що має вигляд маслянистої безбарвної рідини при кімнатній температурі), чітко та точно вказує на завершення реакції лужної речовини з бромом, та відповідно з нітрометаном, у реакційній суміші, з метою формування бромпікрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом. Це також співпадає із завершенням тривалості реакції (часом реакції), при якому завершується додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші води, нітрометану, бромиду, лужної речовини та сформованого бромпікрину.

Виходячи з вищеописаного способу виконання процедури (а), та виконання процедури (б), та ґрунтуючись на явищі хімічної реакції, що має місце під час процедури (б), на цьому етапі процедури (б) у загальному процесі приготування бромпікрину, реакційна суміш, що містить бромпикрин, більше не має значущої кількості бромиду чи лужної речовини.

Бром є відсутнім у реакційній суміші, оскільки бром повністю вступив у реакцію (був спожитий) з лужною речовиною, та відповідно з нітрометаном, з метою формування бромпікрину. Лужна речовина також відсутня у реакційній суміші, оскільки лужна речовина повністю вступила у реакцію з бромом, та відповідно з нітрометаном, з метою формування бромпікрину. Додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші було припинено, таким чином, запобігаючи введенню додаткової лужної речовини до реакційної суміші, а отже, забезпечуючи відсутність надмірної кількості лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпикрин. Як бром, так і лужна речовина повністю вступили у реакцію одне з одним, у присутності води, з метою формування однієї або більшої кількості хімічних проміжних сполук, що містять бром, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [2], вище у даному документі. У свою чергу, одна або кілька хімічних проміжних сполук, що містять бром, у присутності води, вступають у реакцію з вже присутнім нітрометаном з метою формування бромпікрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом, як загалом зазначено у хімічному рівнянні [3], вище у даному документі.

Таким чином, на цьому етапі процедури (б), реакційна суміш, що містить бромпикрин, відрізняється тим, що включає у якості первинних продуктів: бромпикрин $[\text{CBr}_3\text{NO}_2]$ та воду, а у якості вторинних продуктів: неорганічні солі, зокрема, бромідні солі; неорганічні окислювачі, зокрема, гіпоброміт, броміт та бромат, оксиданти; та мікрокількість органічних або/та неорганічних матеріалів. Звичайно, фактичний тип та розподіл вторин-

них продуктів залежить від фактичного типу лужної речовини, що включена до водного розчину лужної речовини, що додається до суміші нітрометану та бромиду, та залежить від фактичних робочих умов та параметрів процесу, що використовуються для здійснення процедур (а) та (б).

Виходячи з вищезазначених температур реакції, яким надається перевага, та найбільша перевага, (реакційної температури (T_R)), безпосередньо після завершення тривалості реакції (часу реакції), температура реакційної суміші, що містить бромпикрин, становить переважно понад близько 20°C, та краще понад близько 35°C, відповідно. Таким чином, на цьому етапі процедури (б), на вибір, та переважно, безпосередньо після завершення тривалості реакції (часу реакції), температура реакційної суміші, що містить бромпикрин, знижується сама по собі, або знижується під контролем, до рівня кімнатної температури (між близько 20°C та 25°C).

Як попередньо зазначалося у даному документі, для виконання процедури (б), протягом усього періоду часу або тривалості додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітрометану та бромиду, переважно, суміші нітрометану та бромиду, та відповідно, реакційна суміш води, нітрометану, бромиду, лужної речовини, та сформований бромпикрин, у хімічному реакторі, постійно змішувалися. Таким чином, безпосередньо після завершення тривалості реакції (часу реакції), що відповідає безпосередньому завершенню додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші, змішування реакційної суміші, що містить бромпикрин, у хімічному реакторі може бути припинене.

На вибір, та переважно, безпосередньо після завершення тривалості реакції (часу реакції), що відповідає безпосередньому завершенню додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші, змішування реакційної суміші, що містить бромпикрин, реакційна суміш далі змішується, протягом періоду часу, наприклад, в діапазоні між близько 0.25 годинами та близько 0.5 годинами. Переважно, це подальше змішування реакційної суміші здійснюється при зниженні температури реакційної суміші, що містить бромпикрин, самої по собі або під контролем до рівня кімнатної температури.

Подальше змішування реакційної суміші, що містить бромпикрин, безпосередньо після завершення тривалості реакції (часу реакції), що відповідає безпосередньому завершенню додавання водного розчину лужної речовини до реакційної суміші, далі максимізує вірогідність того, що залишок або найдрібніші частки бромиду або/та лужної речовини, або/та нітрометану вступають у реакцію одне з одним або, зокрема, у всьому об'ємі хімічного реактору, таким чином, забезпечуючи хімічне середовище у хімічному реакторі для виготовлення бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

По завершенні вищезазначеного періоду часу змішування реакційної суміші, що містить бромпикрин, на цьому етапі виконання процедури (б), змішування припиняється. Реакційна суміш, що міс-

тить бромпикрин, тобто, що включає суміш первинних продуктів: бромпикрин $[CBr_3NO_2]$ та воду, та вторинних продуктів: неорганічні солі, неорганічні окислювачі та мікрокількість органічних або/та неорганічних матеріалів, проходить фазу сепарації та фазу урівноваження.

Під час фази сепарації та урівноваження, первинний продукт бромпикрину, що має розчинність у воді близько 1.5 грамів на літр води при температурі 20°C, та питому вагу 2.79, мігрує та стає важчою (нижчою) органічною фазою, тоді як первинний продукт води та вторинні продукти мігрують та стають легшою (вищою) водною фазою реакційної суміші. Відповідно, обидві фази, тобто, важча (нижня) органічна фаза (що містить бромпикрин) та легша (верхня) водна фаза (що містить воду та вторинні продукти) реакційної суміші, піддаються сепарації одне від одного та досягають фази урівноваження.

Згідно з процесом приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу, після виконання вищезазначених описаних процедур (а) та (б), зазвичай, дві фази, тобто, важча (нижня) органічна фаза (що містить первинний продукт бромпикрину) та легша (верхня) водна фаза (що містить первинний продукт води та вторинні продукти) реакційної суміші набувають відмінних різних кольорів, тобто, таких що можуть розрізнятися людиною-оператором або/та машинним обладнанням (пристроєм).

Важча (нижня) органічна фаза (що містить по суті чистий бромпикрин) є зазвичай безбарвною (або злегка забарвленою, залежно від типу та кількості домішок, присутніх у бромпикрині), оскільки чистий бромпикрин являє собою маслянисту безбарвну рідину при кімнатній температурі. Легша (верхня) водна фаза (що містить воду та вторинні продукти) є зазвичай забарвленою, завдяки присутності вторинних продуктів у воді. Наприклад, для ілюстративного варіанту процесу відповідно до даного винаходу, у якому лужна речовина являє собою гідрооксид лужних металів, такий як гідрооксид натрію, важча (нижня) органічна фаза (що містить по суті чистий бромпикрин, з відносно низьким вмістом домішок) набуває жовтуватого кольору, тоді як легша (верхня) водна фаза (що містить воду та вторинні продукти) набуває помаранчевого або подібного до помаранчевого кольору. Зрозуміло, що це явище може використовуватися як надійний (належний та точний) індикатор того, що реакційна суміш досягла повної фази сепарації та урівноваження.

Загалом, контроль та вимірювання відмінних різних кольорів двох фаз реакційної суміші, що містить бромпикрин, може здійснюватися за допомогою зорової системи людини або/та машинних засобів (приладу) візуального контролю та вимірювання кольору. Наприклад, хімічний реактор, що може використовуватися для здійснення процесу відповідно до даного винаходу, може бути функціонально сконструйованим або обладнаним, або/та функціонально приєднуватися до обладнання, наприклад, засобів машинного візуального контролю та вимірювання кольору, з метою забезпечення ручного, напівавтоматичного або повністю

автоматичного контролю та вимірювання кольору об'єму всередині хімічного реактору, при досягненні реакційною сумішшю повної фази сепарації та урівноваження. У такий спосіб, досягнення повної фази сепарації та урівноваження двох фаз реакційної суміші, що містить бромпикрин, може бути належно та точно (відтворюваним чином) визначено, максимізуючи, таким чином, вихід бромпикрину високого ступеню чистоти, що міститься у реакційній суміші.

З метою досягнення повної фази сепарації та урівноваження, реакційна суміш, що містить бромпикрин, настоюється (без перемішування) протягом періоду часу принаймні близько 1 хвилини, краще, принаймні близько 10 хвилин, при кімнатній температурі (між близько 20°C та 25°C).

Після досягнення повної фази сепарації та урівноваження, реакційна суміш, що містить бромпикрин, більше не є сумішшю двох рідинних фаз, а, швидше складається з двох "відокремлених" рідинних фаз, тобто, важкої (нижньої) органічної фази (що містить бромпикрин) та легшої (верхньої) водної фази (що містить воду та вторинні продукти):

Органічна фаза: первинний продукт бромпикрину (що має чистоту, яка дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та сягає 99 вагових відсотків, у термінах (вага бромпикрину / загальна вага органічної фази)).

Водна фаза: первинний продукт води та вторинні продукти: неорганічні солі, зокрема, бромідні солі; неорганічні окислювачі, зокрема, гіпоброміт, броміт та бромат, оксиданти; та мікрокількість органічних або/та неорганічних матеріалів.

(с) Збирання бромпикрину з реакційної суміші:

У процедурі (с), відбувається збирання бромпикрину з реакційної суміші, що містить бромпикрин, отриманий відповідно до процедури (b). Як зазначалося вище у даному документі, реакційна суміш, що містить бромпикрин, більше не є сумішшю двох рідинних фаз, а, швидше складається з двох "відокремлених" рідинних фаз, тобто, важкої (нижньої) органічної фази (що містить бромпикрин) та легшої (верхньої) водної фази (що містить воду та вторинні продукти).

Загалом, для виконання процедури (с) по суті може використовуватися будь-яка кількість та типи хімічних процедур, способів або технік збирання, включаючи, наприклад, дистиляцію або екстракцію, разом із відповідним хімічним обладнанням та придатними технічними засобами для збирання, що відомі у сфері збирання (рідинної фази) органічних хімічних речовин з органічної (рідинної) фази рідинної суміші, що містить дві окремі (рідинні) фази (тобто, органічну рідинну фазу та водну рідинну фазу).

Згідно процесу приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу, виконуючи вищеписані процедури (a) та (b), бромпикрин, виготовлений таким способом, являє собою тільки органічну суміш із значущою кількістю, що міститься у важкій (нижній) органічній фазі реакційної суміші. Оскільки бромпикрин у реакційній суміші має чистоту, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та сягає 99 вагових відсотків (вага бромпикрину / за-

гальна вага органічної фази), то важча (нижня) органічна фаза реакційної суміші складається в основному тільки з бромпикрину. Таким чином, виконання процедури (с) збирання бромпикрину з реакційної суміші по суті відповідає збиранню важкої (нижньої) органічної фази (що містить бромпикрин) з реакційної суміші, що забезпечується процедурою (b).

Відповідно, загалом, для виконання процедури (с) по суті може використовуватися будь-яка кількість та типи хімічних процедур, процесів або технік збирання, включаючи, наприклад, дистиляцію або екстракцію, разом із відповідним хімічним обладнанням та придатними технічними засобами для збирання, що відомі у сфері збирання органічної (рідинної) фази з рідинної суміші, що містить дві окремі (рідинні) фази (тобто, органічну рідинну фазу та водну рідинну фазу).

Для виконання процедури (с), важча (нижня) органічна фаза (що містить бромпикрин) реакційної суміші безпосередньо збирається з реакційної суміші. Переважно, важча (нижня) органічна фаза, що містить бромпикрин, безпосередньо збирається за допомогою гравітації, наприклад, шляхом вільного або примусового дренажу чи відкачування з реакційної суміші. Оскільки у реакційній суміші органічна фаза, що містить бромпикрин, є важчою (нижчою) фазою, а водна фаза, що містить воду та вторинні продукти, є легшою (верхньою) фазою, органічна фаза може легко збиратися шляхом використання природної сили гравітації.

Наприклад, реалізуючи процес приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу в рамках серійного процесу, зазвичай хімічний реактор розміщується вертикально, причому, у хімічному реакторі, важча (нижня) фаза реакційної суміші є органічною фазою, що містить бромпикрин, та легша (верхня) фаза реакційної суміші є водною фазою, що містить воду та вторинні продукти. Відповідно, у такому варіанті, важча (нижня) органічна фаза, що містить бромпикрин, може селективно, вільно або примусово дренуватися або відкачуватися з нижньої частини або через вихід хімічного реактору, при цьому залишаючи легшу (верхню) водну фазу (що містить воду та вторинні продукти) у хімічному реакторі для можливого подальшого аналізу, обробки або/та утилізації.

Наприклад, такий дренаж або відкачування може здійснюватися шляхом належного контролю відкриття клапану, що функціонально розміщується або приєднується до нижньої частини або до виходу хімічного реактору, та збирання або отримання органічної фази у функціонально розміщеній або приєднаній ємності чи контейнері для збирання або отримання, що виготовлені з матеріалу (наприклад, скла), який, переважно, є по суті хімічно інертним до органічної фази, що містить бромпикрин.

Одночасно, здійснюється контроль та вимірювання принаймні однієї властивості, наприклад, кольору, провідності або/та щільності, зібраної рідини, що точно та відтворюваним чином характеризує зібрану рідину, тобто, важчу (нижчу) органічну фазу, що містить бромпикрин, до тих пір, поки не з'явиться знак або ознака, що органічна фаза

більше не залишилася у нижній частині хімічного реактору. Переважно, це відповідає тому, що безпосередньо перед тим, як з'являється перший знак або ознака, що водна фаза потрапляє до нижньої частини або виходу хімічного реактору, у цей час припиняється дренаж або відкачування важчої (нижньої) органічної фази, що містить бромпикрин, з хімічного реактору шляхом належного контролю закриття клапану,

Зібрана органічна фаза, що містить бромпикрин, використовується у такому вигляді "як вона є", зберігається у такому вигляді "як вона є" у ємності або контейнері для збирання або отримання, або переважано зберігається у більш придатну ємності або контейнер для зберігання, та потім зберігається у відповідному хімічному середовищі для зберігання. Придатні умови для зберігання бромпикрину передбачають зберігання у контейнері, що слабо пропускає світло (наприклад, матова коричнева скляна пляшка), переважно зберігається далі від сонячного світла, при кімнатній температурі (тобто, між близько 20°C та 25°C), та далі від потенційно пожежонебезпечних та вибухонебезпечних умов. За таких умов зберігання, бромпикрин є відносно стабільним та залишається надзвичайно чистим протягом принаймні кількох місяців.

Процедура (с) у процесі приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу є придатною для промислового використання, відтворюваною, безпечною, екологічно чистою та економічно ефективною процедурою збирання бромпикрину високого ступеню чистоти, виготовленого відповідно до цього процесу. Органічна фаза, що містить бромпикрин, безпосередньо збирається з реакційної суміші, без піддавання органічної фази дистиляції чи екстракції, з метою отримання майже кількісного (теоретичного стехіометричного) виходу бромпикрину з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та може сягати 99 вагових відсотків. Цей аспект даного винаходу дозволяє уникнути потреби у застосуванні процедури дистиляції або екстракції разом з використанням відносно дорогого обладнання для дистиляції або екстракції, що також передбачає відповідні витрати на експлуатацію та обслуговування такого обладнання. Цей аспект також дозволяє уникнути потреби у вирішенні та приділенні уваги впливу, зокрема, на здоров'я та безпеку, потенційно небезпечного (високо енергетичного) продукту бромпикрину під час дистиляції або екстракції, а також потенційно небезпечного екстракційного розчинника, що призводить до виникнення відходів.

Можливі додаткові процедури процесу приготування бромпикрину:

Загалом, процес приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу може включати будь-яку кількість та типи можливих додаткових процедур, що залежать принаймні частково від фактичних робочих умов та параметрів процесу, що використовуються для реалізації процесу, та від результатів, отриманих за допомогою цього процесу, а також залежать від фактичних потреб, вимог та цілей конкретного варіанту застосування, що передбачає реалізацію даного винаходу.

Дві зразкові категорії таких можливих додаткових процедур приготування бромпикрину, відповідно до даного винаходу, ґрунтуються на різних типах або способах обробки бромпикрину та обробки водної фази, отриманих відповідно до процедури (с). Перша зразкова категорія таких можливих додаткових процедур ґрунтується на проведенні аналізу кількісного складу бромпикрину та водної фази, отриманих відповідно до процедури (с), зокрема, стосовно кількісного визначення складу бромпикрину та водної фази. Друга зразкова категорія таких можливих додаткових процедур ґрунтується на обробці водної фази, отриманої відповідно до процедури (с), зокрема, стосовно обробки неорганічних окислювачів та органічних матеріалів, що містять бром, які знаходяться у водній фазі. Кожна з цих зразкових категорій таких можливих додаткових процедур приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу описана безпосередньо нижче.

Аналіз кількісного складу бромпикрину, отриманого відповідно до процедури (с):

На вибір, та переважно, можливе виконання аналізу кількісного складу бромпикрину (що відповідає важчій (нижчій) фазі реакційної суміші), зібраного під час процедури (с), основна ціль якого полягає у визначенні фактичної чистоти зібраного бромпикрину. Загалом, для виконання цієї процедури може використовуватися будь-яка кількість та типи хімічних або/та фізичних аналітичних процедур, процесів або технік, включаючи, наприклад, хроматографію (зокрема, газову хроматографію (ГХ)) або/та спектроскопію, разом із відповідним придатним хімічним або/та фізичним аналітичним обладнанням, приладами, реагентами та відповідними технічними засобами і програмним забезпеченням, що є відомі у сфері проведення аналізу кількісного складу рідинної фази органічних сумішей з високим ступенем чистоти, що містять відносно незначну кількість (наприклад, менше близько 5 вагових відсотків) різних органічних або/та неорганічних хімічних речовин.

Виконання цієї процедури призводить до визначення того факту, що бромпикрин, приготований за допомогою процесу відповідно до даного винаходу, зазвичай має рівень чистоти, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та сягає 99 вагових відсотків, у термінах вага бромпикрину / загальна вага органічної фази. Зазвичай, основна незначна кількість домішок у бромпикрині являє собою органічні суміші, зокрема, реагент нітromeтану $[\text{CH}_3\text{NO}_2]$, та реакційні побічні продукти дибромнітromeтану $[\text{CHBr}_2\text{NO}_2]$ та тетрабромдинітromeтану $[\text{C}_2\text{Br}_4(\text{NO}_2)_2]$ або $[\text{NO}_2\text{Br}_2\text{C} - \text{CBr}_2\text{NO}_2]$.

Реакційні побічні продукти тетрабромдинітromeтану найбільш вірогідно формуються під час процедури (b) додавання водного розчину лужної речовини до суміші нітromeтану та броду, в результаті реакції між бромпикрином та лужною речовиною. Таким чином, обґрунтовуючи потребу у включенні до процедури (b) умов щодо того, щоб процедура (b) здійснювалася у такий спосіб, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші, що містить бромпикрин, під час додавання водного розчину лужної

речовини. Відсутність надмірної лужної речовини у реакційній суміші, що містить бромпикрин, запобігає будь-якій можливий небажаній реакції між надмірною лужною речовиною та бромпикрином, таким чином запобігаючи формуванню домішок, таких як реакційні побічні продукти дибромнітрометану та тетрабромдинітроетану, таким чином максимізуючи чистоту та вихід бромпикрину.

Аналіз кількісного складу водної фази, отриманої відповідно до процедури (с):

Як зазначалося вище, при виконанні процедури (с), важча (нижня) органічна фаза, що містить бромпикрин, селективно, вільно або примусово дренується або відкачується з нижньої частини або виходу хімічного реактору, при цьому залишаючи легшу (верхню) водну фазу (що містить воду та вторинні продукти) у хімічному реакторі для можливого подальшого аналізу, обробки або/та утилізації.

Таким чином, на вибір, переважно, здійснюється збирання легшої (верхньої) водної фази (що містить воду та вторинні продукти), що залишилася у хімічному реакторі, та виконується аналіз кількісного складу зібраної водної фази, основна ціль якого полягає у визначенні хімічного складу та структури водної фази. Загалом, для виконання цієї процедури може використовуватися будь-яка кількість та типи хімічних або/та фізичних аналітичних процедур, процесів або технік, разом із відповідним придатним хімічним або/та фізичним аналітичним обладнанням, приладами, реагентами та відповідними технічними засобами і програмним забезпеченням, що є відомі у сфері проведення аналізу кількісного складу рідинної фази матеріалу, що містить різні органічні або/та неорганічні хімічні речовини.

Виконання цієї процедури призводить до визначення того факту, що вторинні продукти, які містяться у водній фазі, отриманій за допомогою процесу відповідно до даного винаходу, зазвичай являють собою неорганічні солі, зокрема, бромідні солі; неорганічні окислювачі, зокрема, гіпоброміт, броміт та бромат, оксиданти; та мікрокількість органічних або/та неорганічних матеріалів. Наприклад, для ілюстративного варіанту процес у відповідно до даного винаходу, у якому лужна речовина є гідроокисом лужних металів, таких як гідрооксид натрію, як зазначено у хімічному рівнянні [4], вище, зазвичай, до основних вторинних продуктів, що містяться у водній фазі, належать неорганічна сіль броміду натрію [NaBr]; неорганічні окислювачі, що містять бром, [NaBrO], [NaBrO₂], та [NaBrO₃]; та органічні матеріали у відносно незначній кількості, тобто, до близько 1000 проміле, на основі бромпикрину [CBr₃NO₂].

Обробка водної фази, отриманої відповідно до процедури (с):

Як зазначалося вище, при виконанні процедури (с), важча (нижня) органічна фаза, що містить бромпикрин, селективно, вільно або примусово дренується або відкачується з нижньої частини або виходу хімічного реактору, при цьому залишаючи легшу (верхню) водну фазу (що містить воду та вторинні продукти: неорганічні солі, неорганічні окислювачі та мікрокількість органічних

або/та неорганічних матеріалів) у хімічному реакторі для можливого подальшого аналізу, обробки або/та утилізації.

Якщо не було визначене корисне використання такої водної фази, отриманої відповідно до процедури (с), або корисне використання обробленої форми такої водної фази, наприклад, через повторне використання у деяких інших промислових варіантах застосування, зазвичай, водна фаза вважається відходом та утилізується з використанням відповідної процедури, процесу або техніки утилізації відходів, разом з належними відповідними реагентами, обладнанням та приладами для утилізації відходів, що є відомі у сфері утилізації водної фази матеріалів, які можуть містити різні неорганічні та органічні хімічні речовини. Проте, перед виконанням утилізації водної фази, потрібно розглянути та взяти до уваги можливий вплив, зокрема, на здоров'я та безпеку, під час утилізації такої водної фази. Наприклад, державні або/та місцеві нормативно-правові акти щодо захисту навколишнього середовища можуть обмежувати або забороняти утилізацію певного або кількох неорганічних або/та органічних компонентів або матеріалів водної фази, отриманої відповідно до процедури (с), при рівнях концентрації, що зазвичай притаманні водній фазі. Відповідно, може виникнути потреба в обробці водної фази, отриманої відповідно до процедури (с).

Таким чином, на вибір, переважно, здійснюється збирання легшої (верхньої) водної фази (що містить воду та вторинні продукти), що залишилася у хімічному реакторі, та обробка зібраної водної фази, основна ціль якої полягає у отриманні обробленої форми водної фази, що є більш придатною та екологічно безпечнішою для утилізації порівняно із необробленою формою зібраної водної фази, або, яка є придатною чи потенційно придатною, наприклад, для повторного використання у деяких інших промислових процедурах або варіантах застосування, наприклад, для ізолювання броміду натрію [NaBr], виготовлення броду [Br₂] або/та виготовлення бромисто-водневої кислоти (броміду водню) [HBr].

Загалом, для виконання цієї процедури може використовуватися будь-яка кількість та типи хімічних або/та фізичних процедур, процесів або технік обробки, разом із відповідним придатним хімічним або/та фізичними реагентами, обладнанням та приладами для обробки, що є відомі у сфері хімічної або/та фізичної обробки водної фази матеріалу, що містить різні неорганічні або/та органічні хімічні речовини. Переважно, хімічна обробка водної фази, отриманої відповідно до процедури (с), наприклад, шляхом додавання принаймні одного реагенту для хімічної обробки до водної фази, отриманої відповідно до процедури (с). Основна ціль хімічної обробки водної фази полягає у хімічній обробці (наприклад, шляхом нейтралізації або/та реакцій редукції) неорганічних окислювачів, що містять бром (наприклад, [NaBrO], [NaBrO₂] та [NaBrO₃]), та органічних матеріалів ([CBr₃NO₂], [CNaBr₂NO₂], [CHNaBrNO₂] та [CH₂NaNO₂], разом із відносно незначною кількістю, на рівні близько 1000 проміле, бромпикрину [CBr₃NO₂]).

Відповідно, для виконання цієї процедури, загалом, можуть використовуватися реагенти для хімічної обробки будь-якого типу або форм (рідина, тверда або/та газоподібна фази) матеріалів, що є придатними для хімічної обробки водної фази матеріалу, який включає неорганічні окислювачі, що містять галоген- (зокрема, бром-), та різні органічні матеріали, у такий спосіб, щоб забезпечувалося усунення або принаймні мінімізація сили окислення таких неорганічних окислювачів, та знижувалася потенційна небезпека або токсичність органічних матеріалів у водній фазі (тобто, у поєднанні з реагентом для хімічної обробки), без надання водній фазі інших потенційно небажаних або/та небезпечних характеристик, властивостей або поведінки. Зразком реагенту для хімічної обробки, що є придатним для хімічної обробки водної фази, отриманої відповідно до процедури (с), є водний розчин гідросульфату натрію (бісульфату натрію) $[\text{NaHSO}_3]$, наприклад, з концентрацією бісульфату натрію близько 20 вагових відсотків (вага бісульфату натрію / загальна вага водного розчину).

Хімічна обробка водної фази у вищезазначеному способі зазвичай призводить до формування водної суміші різних однієї або кількох неорганічних солей, що містять бром, наприклад, бромиду натрію $[\text{NaBr}]$; гідросульфату натрію $[\text{NaHSO}_4]$, та сульфату натрію $[\text{Na}_2\text{SO}_4]$; органічного матеріалу, наприклад, нітрометану $[\text{CH}_3\text{NO}_2]$; та кислоти, що містить бром, зокрема, бромисто-водневої кислоти (бромід водню) $[\text{HBr}]$. В результаті формування $[\text{NaHSO}_4]$ та бромисто-водневої кислоти $[\text{HBr}]$, рН хімічно обробленої водної фази може зменшуватися до рівня менше 1. Таким чином, у цьому випадку, на вибір, та переважно, відбувається нейтралізація кислотності хімічно обробленої водної фази, шляхом додавання реагенту для нейтралізації кислоти до хімічно обробленої водної фази. Відповідно, наприклад, здійснюється додавання водного розчину лужної речовини, такого як водний розчин гідроксиду лужних металів, наприклад, гідроксиду натрію $[\text{NaOH}]$ або гідроксиду калію $[\text{KOH}]$, до хімічно обробленої водної фази.

Відповідно, наприклад, для ілюстративного варіанту процесу відповідно до даного винаходу, у якому лужна речовина (для хімічної обробки) являє собою гідроксид лужних металів, такий як гідроксид натрію, здійснюється додавання водного розчину гідроксиду натрію (наприклад, з концентрацією близько 35 відсотків (вага/вага) або (в/в), що відповідає вираженню у відсотках співвідношення ваги лужної речовини та ваги води у водному розчині лужної речовини) до хімічно обробленої водної фази. $[\text{NaHSO}_4]$ та бромисто-воднева кислота $[\text{HBr}]$, присутні у хімічно обробленій водній фазі, вступають у реакцію з гідроксидом лужних металів, наприклад, гідроксидом натрію $[\text{NaOH}]$, з метою формування $[\text{NaBr}]$, $[\text{Na}_2\text{SO}_4]$ та $[\text{Na}_2\text{SO}_3]$, у отриманій нейтралізованій хімічно обробленій водній фазі, разом з підвищенням її рівня рН до значення в діапазоні, переважно, між близько 6 та 8.

На вибір, переважно, здійснюється хімічний або/та фізичний аналіз вищезазначених отрима-

них хімічно обробленої або/та нейтралізованої форм водної фази, основна ціль якого кількісне визначення хімічного складу та структури цієї фази.

Таким чином, легша (верхня) водна фаза (що містить воду та вторинні продукти) реакційної суміші, що була отримана шляхом виконання процесу приготування бромпикрину, відповідно до даного винаходу, проходить хімічну обробку та, на вибір, переважно, нейтралізується з метою конвертування у форму, що є більш придатною та екологічно безпечнішою для утилізації порівняно із необробленою формою зібраної водної фази, або, яка є придатною чи потенційно придатною, наприклад, для повторного використання у деяких інших промислових варіантах застосування.

Відповідно до іншого основного аспекту даного винаходу, здійснюється приготування бромпикрину з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків. Крім того, за допомогою процесу відповідно до даного винаходу можливо отримати бромпикрин з чистотою, що дорівнює або перевищує 99 вагових відсотків.

Згідно з процесом приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу, шляхом виконання вищеописаних процедур (а), (b) та (с), де, під час процедури (а) та (b) бромпикрин формується у реакційній суміші, та під час процедури (с) бромпикрин збирається з важкої (нижньої) органічної фази (що містить бромпикрин) реакційної суміші, що готується під час процедури (b), забезпечується отримання майже кількісного (теоретичного стехіометричного) виходу бромпикрину з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та може сягати 99 вагових відсотків (вага бромпикрину / загальна вага органічної фази).

Проведення хімічного або/та фізичного аналізу бромпикрину, зібраного під час процедури (с), що описана вище, та проілюстрована на основі прикладів нижче, призвело до визначення факту, що бромпикрин, приготований згідно з процесом відповідно до даного винаходу, зазвичай має чистоту, що дорівнює або перевищує 96 вагових відсотків, та сягає 99 вагових відсотків. Зазвичай, основна незначна кількість домішок у бромпикрині представлена органічними сумішами, зокрема, реагентом нітрометану $[\text{CH}_3\text{NO}_2]$, та реакційними побічними продуктами дибромнітрометану $[\text{CHBr}_2\text{NO}_2]$ та тетрабромдинітроетану $[\text{C}_2\text{Br}_4(\text{NO}_2)_2]$ або $[\text{NO}_2\text{Br}_2\text{C}-\text{CBr}_2\text{NO}_2]$.

Бромпикрин, отриманий за допомогою процесу відповідно до даного винаходу, використовується у такому вигляді "як він є" або зберігається у такому вигляді "як він є" у ємності або контейнері, у відповідному хімічному середовищі для зберігання. Придатні умови для зберігання бромпикрину передбачають зберігання у контейнері, що слабо пропускає світло (наприклад, матова коричнева скляна пляшка), переважно зберігається далі від сонячного світла, при кімнатній температурі (тобто, між близько 20°C та 25°C), та далі від потенційно пожежонебезпечних та вибухонебезпечних умов. За таких умов зберігання, бромпикрин є відносно стабільним та залишається надзвичайно чистим протягом принаймні кількох місяців.

Вищеописані ілюстративні аспекти новизни та винахідливості, а також їхні характеристики та переваги, відповідно до даного винаходу, стануть більш очевидними для фахівців даної галузі звичайного рівня кваліфікації після ознайомлення з наступними прикладами, що не мають на меті обмежити цей винахід. Крім того, кожен з різних вищезазначених варіантів та аспектів даного винаходу, що включені до формули винаходу нижче, знаходить експериментальне підтвердження у наступних прикладах. Далі у специфікації розглядаються наступні приклади, що разом із вищезазначеним описом, ілюструють винахід, при цьому не обмежуючи його.

Процес приготування бромпикрину, та бромпикрин високого ступеню чистоти, приготований за допомогою цього процесу, відповідно до даного винаходу, що з метою ілюстрації було описано та представлено на основі прикладів вище у даному документі, мають ряд переваг та корисних аспектів, характеристик або властивостей, що ґрунтуються, крім того або внаслідок, на вищеописаних основних аспектах новизни та винахідливості.

ПРИКЛАДИ

Приготування бромпикрину з використанням гідрооксиду лужних металів у якості лужної речовини, та бромпикрин, приготований відповідно до цього способу

Бромпикрин високого рівня чистоти, приготований відповідно до даного винаходу, з використанням гідрооксиду лужних металів, зокрема, гідрооксиду натрію, у якості лужної речовини, у водному розчині лужної речовини, що додається до суміші нітродиметану та бромиду, як зазначено у хімічному рівнянні [4], вище у даній специфікації, де вода включена до суміші. Було проведено серію окремих експериментальних дослідів, що реалізують даний винахід, з використанням лабораторного типу хімічного реактору ємністю 1 літр та дослідної міні-установки хімічного реактору ємністю 16 літрів.

МАТЕРІАЛИ ТА ПРОЦЕС ЕКСПЕРИМЕНТУ

Хімічні реагенти:

Нітродиметан [CH_3NO_2], у рідинній фазі, було отримано від виробника "Fluka" (зразок, що має принаймні 97 вагових відсотків) та від виробника "Aldrich" (зразок, що має принаймні 96 вагових відсотків). Гідрооксид натрію [NaOH], у формі гранул, зразок якого має принаймні 97 відсотків, було отримано від виробника "Frutarom", Ізраїль. Гідрооксид калію [KOH], у формі пластівців, зразок AR (аналітичний реагент), було отримано від виробника "Frutarom", Ізраїль. Бром [Br_2], у рідинній фазі, зразок якого має принаймні 99 вагових відсотків, було отримано від виробника "Dead Sea Bromine Group" (DSBG), Ізраїль. Гідросульфат натрію (бісульфат натрію - SBS) [NaHSO_3], з мінімальним вмістом SO_2 58.5 відсотків, було отримано від виробника "Aldrich".

Для виконання аналітичних процедур (газової хроматографії) використовувалися наступні додаткові хімічні реагенти:

Бромпикрин [CBr_3NO_2], монобромнітродиметан [CH_2BrNO_2], дибромнітродиметан [CHBr_2NO_2] та тетрабромдінітроетан [$\text{C}_2\text{Br}_4(\text{NO}_2)_2$] були отримані з

органічної фази продукту, зібраної під час виконання процесу відповідно до даного винаходу. Зразки зібраної органічної фази (що містили бромпикрин) продукту реакційної суміші піддавалися вакуумній дистиляції, а відповідні фракції чистої суміші збиралися. Ідентичність кожної чистої суміші перевірялася з використанням газової хроматографії - мас-спектрометрії (GC-MS) та за допомогою ядерного магнітного резонансу (NMR).

Дихлорметан (метиленхлорид), зразок аналітичного реагенту, було отримано від виробника "Frutarom", Ізраїль.

Хімічні реактори:

Використовувалося два вертикально розташованих хімічних реактори з різним об'ємом: хімічний реактор лабораторного типу ємністю 1 літр та дослідна міні-установка хімічного реактору ємністю 16 літрів. Кожен вертикально розташований хімічний реактор було обладнано теплозахисним кожухом та функціонально оснащено механічним змішувачем, та автоматичним приладом контролера температури у хімічному реакторі "Lauda", що функціонує зі змінними уставками температури у хімічному реакторі, який у свою чергу функціонально було підключено до відповідного джерела живлення.

Аналітичні процедури:

Процедура хімічного аналізу на основі газової хроматографії застосовувалася до важкої (нижньої) органічної фази (що містить бромпикрин) реакційної суміші, зібраної під час процесу, з метою визначення чистоти та складу бромпикрину. Для цієї процедури використовувався газовий хроматограф HP 5890.

Температурна програма (процес ВРК): Початкова температура 50°C; підтримувалася протягом 2 хвилин; потім підвищувалася до 300°C зі швидкістю 10°C на хвилину та підтримувалася протягом 5 хвилин.

Інжектор: 200°C.

Детектор: 325°C.

Коефіцієнт розчеплення: 1:100.

Об'єми впорскування: 1 мл. (20 - 25 %, вага/вага розчину у дихлорметані).

Колонка: RTx-1 капілярна, 15 м × 0.25 мм × 0.25 м, набивка із 100 % диметилполісілоксану. Калібрувальна крива була накреслена для нітродиметану, на основі якої було розраховано коефіцієнт реакції.

Час витримки у колонці для різних компонентів був наступним: для нітродиметану - 0.9 хвилин; для монобромнітродиметану - 2.0 хвилини; для трибромнітродиметану - 3.8 хвилин; для бромпикрину - 6.8 хвилин та для тетрабромдінітроетану - 8.9 хвилин.

Стандартні типи хімічних процедур мокрого аналізу застосовувалися до легкої (верхньої) водної фази (що містить воду та вторинні продукти) реакційної суміші, зібраної під час процесу, та до обробленої водної фази, з метою визначення їхнього хімічного складу та структури.

Приготування бромпикрину:

Застосовувався наступний загальний процес виконання кожного із серії експериментальних дослідів, з використанням вищеописаних вертика-

льно розміщених хімічних реакторів лабораторного масштабу ємністю 1 літр та дослідної міні-установки ємністю 16 літрів для процесу серійного типу. З метою забезпечення стислості викладу зі збереженням чіткості розуміння Прикладів, опис процедур або умов реакції, притаманних дослідом, що здійснювалися з використанням хімічного реактору лабораторного масштабу ємністю 1 літр безпосередньо супроводжувався фразою у дужках (хімічний реактор лабораторного масштабу ємністю 1 літр), а опис процедур або умов реакції, притаманних дослідом, що здійснювалися з використанням хімічного реактору масштабу дослідної міні-установки ємністю 16 літрів безпосередньо супроводжувався фразою у дужках (хімічний реактор масштабу дослідної міні-установки ємністю 16 літрів).

При кімнатній температурі (між близько 20 °C та 25 °C) та при постійному перемішуванні, суміш води, нітродметану та броду, з молярним співвідношенням броду та нітродметану близько 3, була приготавана шляхом додавання певної кількості води до вертикально розміщеного хімічного реактору, що супроводжувалося додаванням певної кількості нітродметану до води, з метою формування суміші води та нітродметану у хімічному реакторі, що супроводжувалося додаванням певної кількості броду до суміші води та нітродметану у хімічному реакторі. До суміші у хімічному реакторі не додавалося жодного органічного розчинника. Суміш води, нітродметану та броду набула кольору від червоного до коричневого.

Під час постійного перемішування суміші води, нітродметану та броду у хімічному реакторі, перед додаванням водного розчину гідроксиду натрію, температура суміші зазвичай підвищувалася (хімічний реактор лабораторного масштабу ємністю 1 літр), або зазвичай зменшувалася (хімічний реактор масштабу дослідної міні-установки ємністю 16 літрів), шляхом настройки автоматичного контролера температури у хімічному реакторі "Lauda" на спрацювання при попередньо визначеній уставці температури у хімічному реакторі.

Продовжуючи постійне перемішування вмісту хімічного реактору, після формування суміші води, нітродметану та броду у хімічному реакторі, під контролем додавався водний розчин гідроксиду натрію, що мав концентрацію близько 34-35 вагових відсотків (вага гідроксиду натрію/вага водного розчину), зі швидкістю вагового споживання близько 100 г/година (хімічний реактор лабораторного масштабу ємністю 1 літр), або зі швидкістю вагового споживання близько 1.28 кг/година (хімічний реактор масштабу дослідної міні-установки ємністю 16 літрів), до суміші води, нітродметану та броду у хімічному реакторі, таким чином, формуючи реакційну суміш, що містить бромпикрин. Ця процедура здійснювалася у такий спосіб, щоб надмірна кількість лужної речовини не потрапляла до реакційної суміші, що містить бромпикрин, під час додавання водного розчину лужної речовини. Перемішування реакційної суміші у хімічному реакторі допомагає забезпечити відсутність формування локалізованих ділянок або точок лужної речовини у хімічному реакторі, під час додавання водного

розчину гідроксиду натрію, таким чином, запобігаючи небажаній реакції між надмірною кількістю гідроксиду натрію та новоутвореним бромпикрином, який міг мати сформовані домішки. Таке перемішування також дозволяє забезпечити рівномірний розподіл тепла по всьому об'єму хімічного реактору, таким чином, формуючи хімічне середовище у хімічному реакторі для виготовлення бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

Продовжуючи постійне перемішування вмісту хімічного реактору, температура реакції (реакційна температура (T_R)) під час додавання водного розчину лужної речовини до суміші води, нітродметану та броду, та відповідно, під час формування реакційної суміші, що містить бромпикрин, підтримувалася в діапазоні між близько 24 °C та 48 °C (хімічний реактор лабораторного масштабу ємністю 1 літр), або в діапазоні між близько 22 °C та 45 °C (хімічний реактор масштабу дослідної міні-установки ємністю 16 літрів).

Після додавання гідроксиду натрію до суміші, та відповідно його реакції із сумішшю, з метою формування реакційної суміші, що містить бромпикрин, червоний - коричневий колір поступово слабшав та фактично зник з реакційної суміші. Реакція була екзотермічною та дуже швидкою і завершилася безпосередньо після припинення додавання водного розчину гідроксиду натрію. Повне зникнення червоного - коричневого кольору реакційної суміші води, нітродметану, броду, гідроксиду натрію та сформованого бромпикрину, що, зазвичай, швидко супроводжувалося формуванням жовтуватого кольору, використовувалося як точний та чіткий (відтворюваний) показник завершення реакції гідроксиду натрію з бромом, та відповідно з нітродметаном, у реакційній суміші, з метою формування бромпикрину високого ступеню чистоти з високим (по суті, теоретичним стехіометричним) виходом.

Тривалість реакції (час реакції або Час (як зазначено у Таблицях нижче), що відповідає періоду часу, який триває від початку додавання водного розчину гідроксиду натрію до суміші води, нітродметану та броду до завершення додавання водного розчину гідроксиду натрію до реакційної суміші води, нітродметану, броду, гідроксиду натрію та сформованого бромпикрину, під час якого бром повністю вступив у реакцію (був спожитий) із гідроксидом натрію, та відповідно повністю вступив у реакцію (був спожитий) із нітродметаном, з метою формування продукту бромпикрину, знаходилася в діапазоні між близько 3.5 годинами та близько 4 годинами (хімічний реактор лабораторного масштабу ємністю 1 літр), або знаходилася в діапазоні між близько 4 годинами та близько 6 годинами (хімічний реактор масштабу дослідної міні-установки ємністю 16 літрів).

Безпосередньо після завершення тривалості реакції (часу реакції), що відповідає безпосередньо наступному завершенню додавання водного розчину гідроксиду натрію до реакційної суміші, реакційна суміш, що містить бромпикрин, у хімічному реакторі, надалі перемішувалася протягом періоду часу близько 30 хвилин, причому темпера-

тура реакційної суміші, що містить бромпикрин, зменшувалася до кімнатної температури (між близько 20°C та 25°C).

Перемішування реакційної суміші, що містить бромпикрин, було припинено. Реакційна суміш, що містить бромпикрин, тобто, що містить суміш первинних продуктів: бромпикрин $[\text{CBr}_3\text{NO}_2]$ та воду, та вторинних продуктів: неорганічні солі, неорганічні окислювачі та мікрокількість органічних або/та неорганічних матеріалів, проходила фазу сепарації та урівноваження. Первинний продукт бромпикрину, що має розчинність у воді близько 1.5 грамів на літр води при 20°C, та питому вагу 2.79, мігрує та стає важчою (нижньою) органічною фазою, тоді як первинний продукт води та вторинні продукти мігрують та стають легшою (вищою) водною фазою реакційної суміші.

Важча (нижня) органічна фаза, що містить бромпикрин, селективно збирається, шляхом дренажу або відкачування, з нижньої частини або виходу вертикально розміщеного хімічного реактору, при цьому спочатку залишаючись поза легшою (верхньою) водною фазою (що містить воду та вторинні продукти) у хімічному реакторі. Одночасно, здійснюється контроль та вимірювання принаймні однієї властивості, наприклад, кольору, провідності або/та щільності зібраної рідини, що точно та у відтворюваний спосіб характеризує зібрану рідину, тобто, важчу (нижню) органічну фазу, що містить бромпикрин, до тих пір, поки не з'явиться знак або ознака того, що у нижній частині хімічного реактору більше не залишилося органічної фази. Це відповідає тому, що безпосередньо перед тим, як з'являється перший знак або ознака, що водна фаза потрапляє до нижньої частини або виходу хімічного реактору, у цей час припиняється дренаж або відкачування важчої (нижньої) органічної фази, що містить бромпикрин, з хімічного реактору.

Таким чином, легша (верхня) водна фаза (що містить воду та вторинні продукти), що спочатку залишалася у хімічному реакторі, збирається з хімічного реактору з метою визначення хімічного складу та структури водної фази.

Зібрана важча (нижня) органічна фаза (що містить бромпикрин) реакційної суміші піддавалася вищеописаній процедурі хімічного аналізу за допомогою газової хроматографії, з метою визначення чистоти та складу бромпикрину. Зібрана ле-

гша (верхня) водна фаза (що містить воду та вторинні продукти) реакційної суміші піддавалася стандартним хімічним процедурам мокрого аналізу.

Зібрана водна фаза проходила хімічну обробку з використанням водного розчину гідросульфату натрію (бісульфату натрію - SBS) $[\text{NaHSO}_3]$, при цьому концентрація SBS становить близько 20 вагових відсотків (вага SBS/загальна вага водного розчину), що нейтралізує або/та скорочує неорганічні окислювачі, що містять бром. Оброблена водна фаза також піддавалася стандартним хімічним процедурам мокрого аналізу.

Хімічна обробка водної фази призводить до формування водної суміші $[\text{NaHSO}_4]$ та бромистоводневої кислоти (броміду водню) $[\text{HBr}]$, разом із зменшенням рівня pH хімічно обробленої водної фази приблизно на 1. Таким чином, кислотність хімічно обробленої водної фази була нейтралізована з використанням водного розчину гідроксиду натрію $[\text{NaOH}]$ (концентрація близько 34-35 відсотків (вага гідроксиду натрію/вага водного розчину)).

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ

Лабораторний масштаб (1 хімічний реактор ємністю 1 літр):

Вага вихідних матеріалів (реагентів) та продуктів, а також умови реакції зазначені у Таблиці 1. Аналіз складу зібраної важчої (нижньої) органічної фази (що містить бромпикрин) реакційної суміші вказано у Таблиці 2. У Таблиці 2, чистота бромпикрину (BP) зазначена у вагових відсотках, що відповідає співвідношенню ваги бромпикрину у (зібраній) органічній фазі та загальної ваги (зібраної) органічної фази. Аналіз складу зібраної легшої (верхньої) водної фази (що містить воду та вторинні продукти) реакційної суміші, перед та після виконання хімічної обробки, вказано у Таблиці 3. Фігура 1 представляє блок-схему фактичної структури та процедури зразка реалізації даного винаходу у лабораторному масштабі, з використанням хімічного реактору ємністю 1 літр, відповідно до умов реакції та результатів зразкової серії дослідів, Серія дослідів № 38585-3, (зазначені жирним шрифтом у Таблицях 1, 2 та 3). На Фігурі 1, г = грами; % = відсотки; год. = години; КТ = кімнатна температура; уст. - уставка температури; орг. = органічний; вод. = водний; г = густина; мл. = мілілітр; Зразок = чистота; та О = оброблений.

Таблиця 1

Вага вихідних матеріалів та продуктів, а також умови реакції

№ досліду	H ₂ O грамів	NM грамів	Br ₂ грамів	Водний NaOH		T _R °C	Час годин	BP грамів	Водна фаза грамів
				відсотків	грамів				
38479-33	100	61	499	34.2	398	24-29	3.5	273	781
38479-35	100	61	499	34.2	394	33-38	3.5	274	769
38585-2	100	61	500	34.2	390	33-37	4.0	277	763
38585-3	100	61	500	34.2	390	35-39	4.0	278	762

Продовження таблиці 1

38585-5	100	61	500	35.3	373	35-39	4.0	279	743
38585-6	100	61	500	35.3	372	42-48	4.0	279	742

T_R - температура реакції (реакційна температура).

NM = нітрометан, BP = бромпикрин.

Таблиця 2

Аналіз органічної фази (що містить бромпикрин).

Проба №	Вага грамів	Склад, відсотків відповідно до ГХ*			
		NM	DBNM	BP	TBDNE
38479-33-орг.	273	0.8	0.1	98.6	0.5
38479-35-орг.	274	0.6	1.0	98.3	0.1
38585-2-орг.	111	0.8	1.1	97.1	1.0
38585-3-орг.	278	0.7	0.3	97.8	1.2
38585-5-орг.	279	0.9	0.3	98.6	0.2
38585-6-орг.	279	0.8	0.6	98.3	0.3

* Вагових відсотків для NM та відсотків площі для DBNM, BP та TBDNE.

NM = нітрометан, DBNM = дибромнітрометан $[\text{CHBr}_2\text{NO}_2]$, BP = бромпикрин, TBDNE = тетрабромдиніт-роетан $[\text{C}_2\text{Br}_4(\text{NO}_2)_2]$ або $[\text{NO}_2\text{Br}_2\text{C}-\text{CBr}_2\text{NO}_2]$.

На основі результатів з використанням хімічного реактору лабораторного масштабу ємністю 1 літр, бачимо, що селективність реакції з метою формування бромпикрину становила понад 97 відсотків, а вихід склав 92.6 ± 1.0 відсотків, коли температура реакції (реакційна температура (T_R)) під час додавання водного розчину гідрооксиду натрію до суміші води, нітрометану та бромиду, та відповідно, під час формування реакційної суміші, що містить бромпикрин, підтримувалася в діапазоні між близько 24°C та 39°C . Слід зазначити, що температура реакції (реакційна температура (T_R)) у більш високому діапазоні між близько 42°C та 48°C не скорочує селективність або вихід бромпикрину.

До основних вторинних продуктів, що зазвичай містяться у водній фазі, належать неорганічні солі бромиду натрію $[\text{NaBr}]$; неорганічні окислювачі, що містять бром $[\text{NaBrO}]$, $[\text{NaBrO}_2]$ та $[\text{NaBrO}_3]$; та мік-

рокількість органічних матеріалів $[\text{CBr}_3\text{NO}_2]$, $[\text{CNaBr}_2\text{NO}_2]$, $[\text{CHNaBrNO}_2]$ та $[\text{CH}_2\text{NaNO}_2]$.

Зібрана водна фаза проходила хімічну обробку з використанням водного розчину гідросульфату натрію (бісульфату натрію - SBS) $[\text{NaHSO}_3]$, що нейтралізує або/та скорочує неорганічні окислювачі, що містять бром.

Внаслідок присутності $[\text{NaHSO}_4]$ та бромисто-водневої кислоти (броміду водню) $[\text{HBr}]$, разом зі зниженням рівня pH до близько 1, кислотність хімічно обробленої водної фази була нейтралізована з використанням водного розчину гідрооксиду натрію, що має 34-35 вагових відсотків. $[\text{NaHSO}_4]$ та бромисто-воднева кислота $[\text{HBr}]$, присутні у хімічно обробленій водній фазі, вступили у реакцію з гідрооксидом натрію з метою формування $[\text{NaBr}]$, $[\text{Na}_2\text{SO}_3]$ та $[\text{Na}_2\text{SO}_4]$, в отриманій нейтралізованій хімічно обробленій водній фазі, разом з підвищенням її рівня pH до значення в діапазоні між близько 7 та 12.

Таблиця 3

Аналіз водної фази перед та після хімічної обробки (Т).

Проба №	Вага грамів	Окислювачі, BrO	SO_3^{2-} відсотків	pH	Na^+ відсотків	Br^- відсотків	TOC ppm
38479-33-вод.	781	3.7	-	5.0	9.7	32.0	333
38479-33- вод.-О	917	-	0.26	6.5	9.9	29.8	323
38479-35- вод.	769	3.3	-	4.7	9.4	32.7	253
38479-35- вод.-О	897	-	0.26	5.7	9.8	30.2	247
38585-2- вод.	763	3.1	-	4.9	8.4	34.5	260
38585-2- вод.-О	945	-	0.17	7.3	7.9	29.6	254
38585-3- вод.	762	3.0	-	4.9	9.2	32.3	234
38585-3- вод.-О	943	-	0.24	5.9	9.0	28.8	173

Продовження таблиці 3

38585-5- вод.	743	3.0	-	4.6	9.5	33.0	300
38585-5- вод.-О	927	-	0.18	11.9	8.5	28.7	277
38585-6- вод.	742	3.0	-	4.7	9.6	34.9	263
38585-6-вод.-О	955	-	0.02	8.7	8.9	28.0	237

Для даних, зазначених у Таблиці 3, з метою забезпечення повного скорочення вмісту окислювачів, брався до уваги надлишок близько 15 відсотків від розрахункової величини скорочення окислювачів. ТОС - загальний вміст органічного вуглеводу, ppm - проміле.

Масштаб дослідної міні-установки (хімічний реактор ємністю 16 літрів):

Вага вихідних матеріалів (реагентів) та продуктів, а також умови реакції зазначені у Таблиці 4. Аналіз складу зібраної важкої (нижньої) органічної фази (що містить бромпикрин) реакційної суміші вказано у Таблиці 5. У Таблиці 5, чистота бромпикрину (BP) зазначена у вагових відсотках, що відповідає співвідношенню ваги бромпикрину у (зібраній) органічній фазі та загальної ваги (зібраної)

органічної фази. Аналіз складу зібраної легшої (верхньої) водної фази (що містить воду та вторинні продукти) реакційної суміші, перед та після виконання хімічної обробки, вказано у Таблиці 6. Фігура 2 представляє блок-схему фактичної структури та процедури зразка реалізації даного винаходу у масштабі дослідної міні-установки хімічного реактору ємністю 16 літрів, відповідно до умов реакції та результатів зразкової серії дослідів, Серія дослідів № 2005-7, (зазначені жирним шрифтом у Таблицях 4, 5 та 6). На Фігурі 2, г = грами; % = відсотки; год. = години; КТ = кімнатна температура; уст. = уставка температури; орг. = органічний; вод. = водний; г = густина; мл. = мілілітр; Зразок = чистота; та О = оброблений.

Таблиця 4

Вага вихідних матеріалів та продуктів, а також умови реакції

Проба № BP-2005-	H ₂ O кг	NM кг	Br ₂ кг	Водний NaOH		T _R °C	Час годин	Сирий BP кг	Водна фаза кг
				відсотків	кг				
1	2.00	1.22	9.98	35.0	7.65	25-40	4.0	5.64	15.15
2	2.00	1.22	10.05	35.1	7.75	35-38	4.0	5.64	15.35
3	2.00	1.22	10.00	35.1	7.65	22-39	4.0	5.65	15.19
4	2.00	1.22	10.02	35.1	7.70	23-39	4.0	5.65	15.25
5	2.00	1.22	10.00	35.1	7.77	25-45	4.5	5.58	15.27
6	2.00	1.22	10.08	35.0	7.72	25-45	4.0	5.68	15.28
7	2.00	1.22	10.08	35.0	7.69	22-39	6.0	5.69	15.27

кг = кілограм. TR = T_R = температура реакції (реакційна температура).

NM = нітрометан, BP = бромпикрин.

Таблиця 5

Аналіз органічної фази (що містить бромпикрин).

Проба № BP-2005-	Вага кг	Склад, відсотків відповідно до ГХ*			
		NM	DBNM	BP	TBDNE
1- орг.	5.64	<1.0	0.6	98.4	дані відсутні
2 орг.	5.64	<1.0	0.8	98.2	дані відсутні
3- орг.	5.65	<1.0	0.7	98.3	дані відсутні
4- орг.	5.65	<1.0	дані відсутні	99.0	дані відсутні
5- орг.	5.58	<1.0	0.3	98.7	дані відсутні
6- орг.	5.68	<1.0	0.3	98.7	дані відсутні
7- орг.	5.69	<1.0	0.7	98.3	дані відсутні

* Вагових відсотків для NM та відсотків площі для DBNM, BP та TBDNE.

NM = нітрометан, DBNM = дибромнітрометан [CHBr₂NO₂], BP = бромпикрин, TBDNE = тетрабромдинітроетан [C₂Br₄(NO₂)₂] або [NO₂Br₂C-CBr₂NO₂].

На основі результатів з використанням хімічного реактору масштабу дослідної міні-установки ємністю 16 літрів, бачимо, що селективність реакції з метою формування бромпикрину становила понад 98 відсотків, а вихід склав 94.5 ± 1.0 відсотків, коли температура реакції (реакційна температура

цієї з метою формування бромпикрину становила понад 98 відсотків, а вихід склав 94.5 ± 1.0 відсотків, коли температура реакції (реакційна температура

тура (T_R) під час додавання водного розчину гідрооксиду натрію до суміші води, нітрометану та бромиду, та відповідно, під час формування реакційної суміші, що містить бромпикрин, підтримувалася в діапазоні між близько 22 °C та 40 °C. Слід зазначити, що температура реакції (реакційна температура (T_R)) у діапазоні близько 45 °C не скорочує селективність або вихід бромпикрину, але вихід бромпикрину становив близько 93 відсотків.

До основних вторинних продуктів, що зазвичай містяться у водній фазі, належать неорганічні солі бромиду натрію [NaBr]; неорганічні окислювачі, що містять бром [NaBrO], [NaBrO₂] та [NaBrO₃]; та мікрокількість органічних матеріалів [CBr₃NO₂], [CNaBr₂NO₂], [CHNaBrNO₂] та [CH₂NaNO₂].

Зібрана водна фаза проходила хімічну обробку з використанням водного розчину гідросульфа-

ту натрію (бісульфату натрію - SBS) [NaHSO₃], що нейтралізує або/та скорочує неорганічні окислювачі, що містять бром.

Внаслідок присутності [NaHSO₄] та бромисто-водневої кислоти (бромиду водню) [HBr], разом зі зниженням рівня pH до близько 1, кислотність хімічно обробленої водної фази була нейтралізована з використанням водного розчину гідрооксиду натрію, що має 34-35 вагових відсотків. [NaHSO₄] та бромисто-воднева кислота [HBr], присутні у хімічно обробленій водній фазі, вступили у реакцію з гідроокисом натрію з метою формування [NaBr], [Na₂SO₃] та [Na₂SO₄], у отриманій нейтралізованій хімічно обробленій водній фазі, разом з підвищенням її рівня pH до значення в діапазоні між близько 7 та 12.

Таблиця 6

Аналіз водної фази перед та після хімічної обробки (Т).

Проба № BP-2005-	Вага, кг	Окислювачі, BrO	SO ₃ ⁻² відсотків	pH	Na ⁺ відсотків	Br ⁻ відсотків
1-aq	15.15	3.23	-	4.7	10.5	34.7
1-aq-O	19.78	-	0.37	7.5	8.8	27.3
2-aq	15.35	3.39	-	4.6	10.4	35.5
2-aq-O	19.62	-	0.21	10.4	9.1	26.5
3-aq	15.19	3.19	-	4.5	10.4	34.4
3-aq-O	19.90	-	0.37	10.9	9.3	26.7
4-aq	15.25	3.37	-	4.5	10.4	34.6
4-aq-O	19.93	-	0.29	12.0	9.4	27.0
5-aq	15.27	3.51	-	4.5	10.2	34.4
5-aq-O	20.46	-	0.27	10.8	9.2	26.8
6-aq	15.28	3.26	-	4.5	10.0	34.2
6-aq-O	20.20	-	0.26	11.9	9.3	26.7
7-aq	15.27	3.12	-	4.8	10.9	34.7
7-aq-O	19.91	-	0.28	11.9	9.6	27.4

Для даних, зазначених у Таблиці 6, з метою забезпечення повного скорочення окислювачів, брався до уваги надлишок близько 15 відсотків від розрахункової величини скорочення окислювачів.

Процес приготування бромпикрину, та бромпикрин високого ступеню чистоти, приготований за допомогою цього процесу, відповідно до даного винаходу, що з метою ілюстрації було описано та представлено на основі прикладів вище у даному документі, мають ряд переваг та корисних аспектів, характеристик або властивостей, що ґрунтуються, крім того або внаслідок, на вищеповисаних основних аспектах новизни та винахідливості.

По-перше, процес приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу забезпечує придатний для промислового використання, відтворюваний, безпечний, екологічно чистий та економічно ефективний спосіб виготовлення бромпикрину з майже кількісним (теоретичним стехіометричного) виходом бромпикрину з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 відсотків, та сягає 99 вагових відсотків (вага бромпикрину / загальна вага органічної фази).

По-друге, процес приготування бромпикрину відповідно до даного винаходу включає придатну

для промислового використання, відтворювану, безпечну, екологічно чисту та економічно ефективну процедуру збирання бромпикрину високого ступеню чистоти, виготовленого відповідно до цього процесу. Органічна фаза, що містить бромпикрин, безпосередньо збирається, зокрема, за допомогою гравітації (наприклад, шляхом вільного або примусового дренажу або відкачування), з реакційної суміші, без застосування до органічної фази дистиляції чи екстракції, з метою отримання майже кількісного (теоретичного стехіометричного) виходу бромпикрину з рівнем чистоти, що дорівнює або перевищує 96 відсотків, та сягає 99 вагових відсотків. Цей аспект дозволяє уникнути потреби у застосуванні процедури дистиляції або екстракції разом з використанням відносно дорогого обладнання для дистиляції або екстракції, що також передбачає відповідні витрати на експлуатацію та обслуговування такого обладнання. Цей аспект також дозволяє уникнути потреби у вирішенні та приділенні уваги впливу, зокрема, на здоров'я та безпеку, потенційно небезпечного (високо енергетичного) продукту бромпикрину під час дистиляції або екстракції, а також потенційно небезпечного

екстракційного розчинника, що призводить до виникнення відходів.

По-третє, у процесі приготування бромпікрину, отримання суміші нітродетану та броду здійснюється без додавання будь-якого органічного розчинника до нітродетану та броду, таким чином, що суміш по суті позбавлена органічного розчинника. Відповідно, у процесі органічний розчинник є відсутнім у початковій суміші нітродетану та броду, або у подальшій реакційній суміші, що містить бромпікрин, сформований відповідно до цього процесу. Цей аспект даного винаходу дозволяє уникнути можливості введення домішок або/та небажаних реакційних проміжних сполук та побічних продуктів у процес, внаслідок присутності органічного розчинника, а також дозволяє уникнути потреби у вирішенні та приділенні уваги впливу, зокрема, на здоров'я та безпеку, внаслідок використання органічного розчинника під час будь-якого етапу процесу приготування бромпікрину.

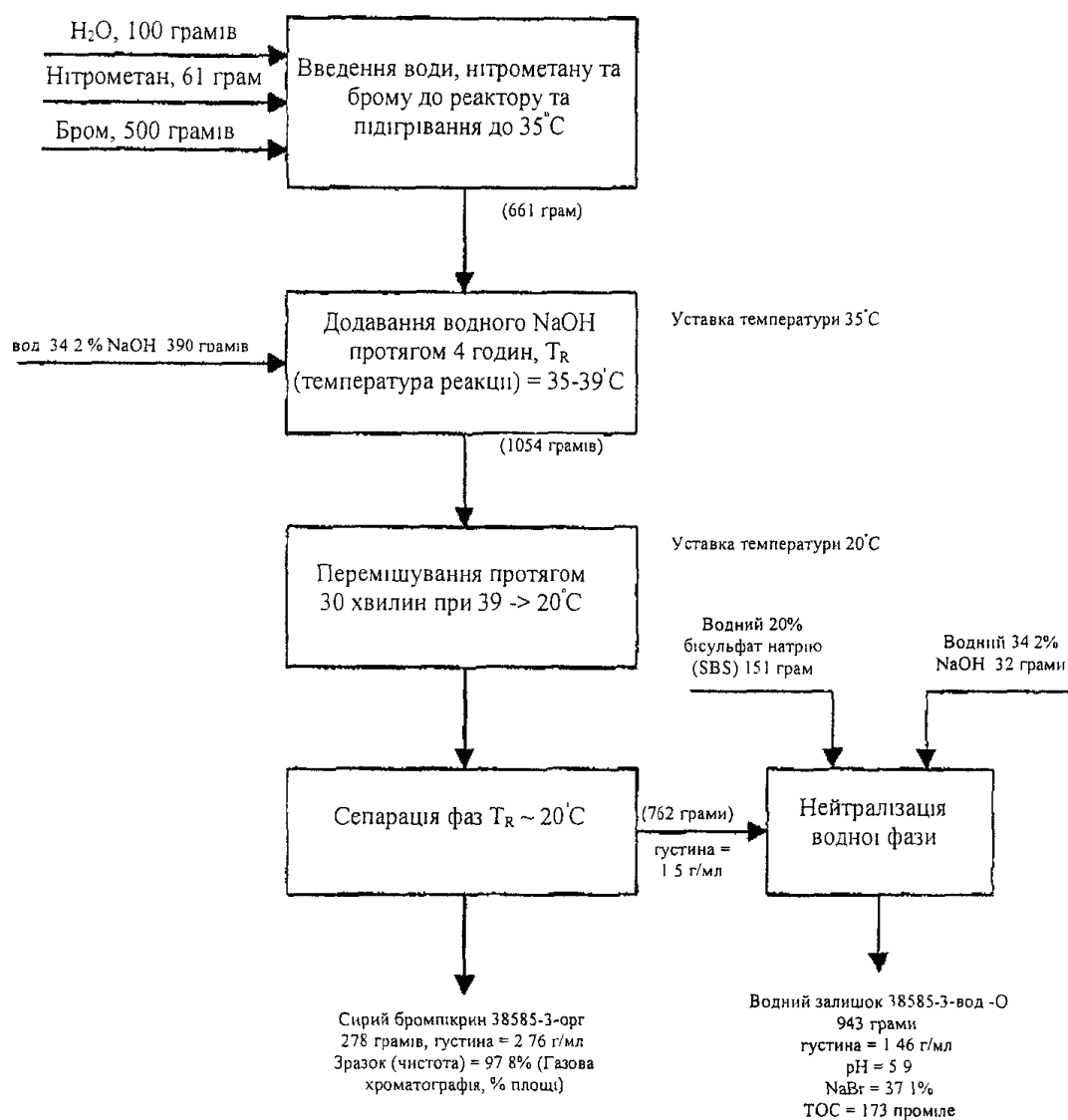
Таким чином, даний винахід успішно розглядає та вирішує кілька недоліків та обмежень, а також розширює обсяг відомих існуючих способів приготування бромпікрину, та є придатним до комерційного застосування.

Слід також зазначити, що певні аспекти та характеристики винаходу, що для кращого розуміння

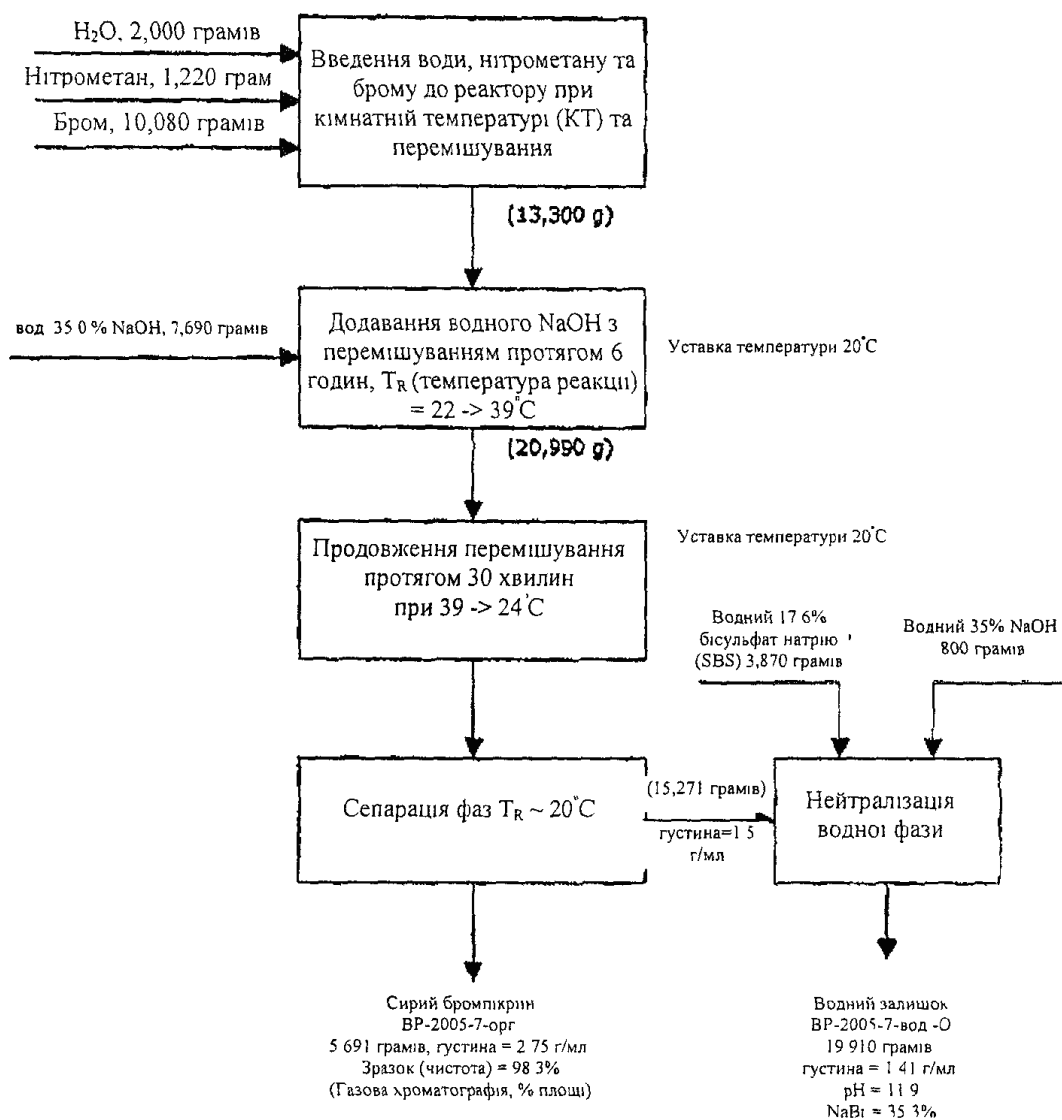
описані у контексті окремих варіантів застосування, можуть також забезпечуватися у поєднанні в межах одного варіанту застосування. Навпаки, різні аспекти та характеристики винаходу, що для більш стислого викладу описані у контексті одного варіанту застосування, можуть також забезпечуватися окремо або у будь-якій придатній субкомбінації.

Усі публікації, патенти та патентні заявки, що згадуються у цій специфікації, у повному обсязі включені до неї шляхом посилання, таким чином, ніби кожна окрема публікація, патент або патентна заявка була конкретно зазначена та окремо вказана як така, що включена до цієї специфікації шляхом посилання. Крім того, згадування або визначення будь-якого посилання у даній патентній заявці не повинне тлумачитися, як припущення того, що це посилання являє собою прототип даного винаходу.

Оскільки винахід було описано у зв'язку з конкретними варіантами застосування та прикладами, слід зазначити, що багато альтернатив, модифікацій та варіантів будуть очевидними для фахівців даної галузі. Відповідно, передбачається включити усі ці альтернативи, модифікації та варіанти, що підпадають під сутність та загальний об'єм формули винаходу, що додається.



Фіг.1



Фіг.2