



УКРАЇНА

(19) UA (11) 17827 (13) A

(51)6 C 01 B 17/12

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ  
НА ВІНАХІДбез проведення експертизи по суті  
на підставі Постанови Верховної Ради України  
№ 3769-XII від 23.XII. 1993 р.Публікується  
в редакції заявника

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОЛІМЕРНОЇ СІРКИ

1

(21) 93006816  
(22) 07.12.93  
(24) 03.06.97  
(46) 31.10.97. Бюл. № 5  
(47) 03.06.97  
(72) Сеньків Степан Іванович, Худ Михайло Іванович, Глова Василь Васильович, Парасюк Василь Михайлович  
(73) Відкрите акціонерне товариство "Інститут гірничо-хімічної промисловості" (UA)  
(57) Спосіб одержання полімерної сірки хімічною взаємодією речовин, який від-

2

різняється тим, що вихідні речовини, в якості яких використовують сірчанолужний розчин, наприклад, полісульфід натрію та мінеральну кислоту, наприклад, сірчану, соляну змішують у співвідношенні, що забезпечує кислу реакцію середовища і температуру не менше 159°C, одержану суспензію охолоджують шляхом дроселювання за рахунок досягнутого тиску і відділяють полімерну сірку відомим методом, наприклад, фільтрацією.

Винахід відноситься до області одержання полімерної сірки, зокрема до її виробництва хімічною взаємодією речовин.

Відомий спосіб одержання полімерної сірки шляхом взаємодії двоокису сірки і сірководню у водному середовищі в присутності соляної кислоти і солей натрію [1].

Спосіб потребує наявності виробництва вказаних продуктів для взаємодії і відповідно викликає труднощі при їх зберіганні та дозуванні.

Найближчим способом до технічного рішення, що заявляється, є спосіб одержання полімерної сірки взаємодією двоокису сірки і сірководню в метанолі, підкисленому сірчаною кислотою [2].

Крім вказаних вище недоліків спосіб потребує застосування великої кількості дорогого і шкідливого метанолу.

В основу винаходу поставлена задача створення способу одержання полімерної сірки, який, на відміну від прототипу, забезпечує одержання дешевої полімерної сірки в тонкодисперсному виді і повністю виключає використання дорогої і шкідливої речовини – метанолу.

Поставлена задача вирішується тим, що вихідні речовини, в якості яких використовують сірчанолужний розчин, наприклад, полісульфід натрію та мінеральну кислоту, наприклад, сірчану, соляну змішують у співвідношенні, що забезпечує кислу реакцію середовища і температуру не менше 159°C, одержану суспензію охолоджують шляхом дроселювання за рахунок досягнутого тиску і відділяють полімерну сірку відомим методом, наприклад, фільтрацією.

(19) UA (11) 17827 (13) A

Використання в якості вихідних речовин доступної сировини – полісульфіду натрію та сірчаної чи соляної кислоти – спрощує і підвищує економічність процесу в цілому.

Охолодження суспензії шляхом дроселювання за рахунок досягнутого тиску значно зменшує витрати на дану стадію і спрощує її.

Таким чином, запропонований спосіб є простим і економічним, здійснюється лише двома технологічними прийомами: осадженням і фільтрацією, виключаючи складні стадії охолодження, екстракції, помелу і стабілізації.

Отже, застосування сукупності суттєвих ознак, що заявляються, забезпечить досягнення такого технічного результату:

– створення простого і дешевого способу одержання полімерної сірки по короткій схемі в простому технологічному обладнанні;

– можливість одержання полімерної сірки з високим вмістом нерозчинної модифікації (73–91%) в тонкодисперсному виді.

Для підтвердження промислової придатності винаходу та можливості одержання вказаного технічного результату наведемо послідовність виконання операцій технологічного процесу та приклади конкретного виконання.

Спосіб здійснюють таким чином.

В герметичний реактор з обігрівом загрузають сірчану кислоту. В другий реактор загрузають сірчанолужний розчин, наприклад, полісульфід натрію. Контролюючи температуру і тиск в реактор з кислотою подають сірчанолужний розчин. Температуру, яка піднімається за рахунок взаємодії вихідних речовин, підтримують на рівні умов полімеризації сірки, тобто не менше 159°C. Тиск, досягнутий в результаті взаємодії, визначається тиском водяних парів, що утворились при досягнутій температурі.

Після змішування, яке проводять при кислій реакції середовища, суспензію, що утворилася в реакторі, дроселюють за рахунок досягнутого тиску. При цьому суспензія різко охолоджується. Одержану при цьому полімерну сірку відділяють відомим методом, наприклад, фільтрацією. Кек фільтрації висушують і аналізують на вміст нерозчинної модифікації.

Приклад 1. В герметичний реактор з електрообігрівом, об'ємом 0,5 л, загрузають 100 мл концентрованої сірчаної кислоти (вміст моногідрату 95,4%).

З другого реактора під тиском, що перевищує тиск в апараті з кислотою, подають сірчанолужний розчин в кількості 150 мл. Останній одержують шляхом варки сірки при температурі 80°C в 35%-ному розчині луку (гідроксиду натрію в співвідношенні  $\text{NaOH} : \text{S} = 1 : 0,7$ ). Температура в герметичному реакторі підвищилася до 187°C, тиск в реакторі складав 5,3 атм. Після досягнення стабільності температурного режиму і тиску, одержану суспензію охолодили, дроселюючи в холодну воду, і профільтрували на вакуум-фільтрі. Кек фільтрації висушили і проаналізували на вміст нерозчинної модифікації, яка складає 73%.

Кількість дисперсної сірки 47 г. Сірка у вигляді в'язкотекучої маси 15 г з вмістом полімерної модифікації 91%, рН фільтрату 1,0.

Приклад 2. В герметичний реактор з електрообігрівом загрузають 100 мл концентрованої сірчаної кислоти і нагрівають до 165°C. Під тиском 3 атм з другого реактора подають 150 мл (аналогічно прикладу 1) полісульфідного розчину. Температура в герметичному реакторі підвищилася до 218°C, тиск складав 8,5 атм. Після досягнення стабільності температурного режиму і тиску, суспензію охолоджують і відфільтровують аналогічно прикладу 1. Кек фільтрації висушили і проаналізували на вміст нерозчинної модифікації, що складала 83%. Кількість дисперсного продукту 39 г, у вигляді в'язкотекучої маси 21 г, з вмістом полімерної сірки 91%.

Результати експериментальних досліджень заявлюваного способу приведені в таблиці.

Як видно з результатів таблиці, застосування запропонованого способу дає можливість одержувати полімерну сірку з великим вмістом нерозчинної модифікації 73–91% в простому технологічному обладнанні і по короткій схемі. На відміну від відомих методів, які включають складні і енергоємні стадії охолодження, екстракції, помелу та стабілізації, даний спосіб здійснюється в однотипному обладнанні простими технологічними прийомами. Крім того, заявлюваний спосіб дає можливість одержати полімерну сірку в тонкодисперсному виді.

№ дослід	Температу- ра, °C	Тиск в апа- раті, атм	Масова кількість дисперсної сірки, г	Середній вміст не- розчинної мо- дифікації, %	pH фільтрату	Примітки
1	187	5,3	62	85	2,0	З додатко- вим підігрівом
2	188	5,5	60	87	2,0	
3	190	6,0	58	87	1,5	
4	188	6,5	54	98	1,0	
5	218	8,5	55	91	1,0	
6	210	7,8	57	90	1,0	— " —
7	220	8,8	53	92	1,0	— " —

Упорядник

Техред М. Келемеш

Коректор М. Самборська

Замовлення 4252

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,  
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101

