



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **104176** (13) **C2**

(51) МПК (2013.01)

C07C 15/46 (2006.01)

C07C 7/12 (2006.01)

C07B 63/00

C08F 12/00

C07C 4/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2011 13227	(72) Винахідник(и):	Авраменко Вячеслав Леонідович (UA), Лебедєв Павло Валерійович (UA)
(22) Дата подання заявки:	09.11.2011	(73) Власник(и):	НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", вул. Фрунзе, 21, м. Харків, 61002 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	10.01.2014	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	RU 2229472 C1, 27.05.2004 SU 925926 A1, 07.05.1982 SU 1320204 A1, 30.06.1987 WO 0031007 A1, 02.06.2000 US 6031143 A, 29.02.2000 CN 101613250 A, 30.12.2009
(41) Публікація відомостей про заявку:	10.07.2012, Бюл.№ 13		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	10.01.2014, Бюл.№ 1		

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ СТИРОЛУ

(57) Реферат:

Винахід належить до хімічної промисловості, зокрема технології пластичних мас. Спосіб очищення стиролу включає обробку стиролу розчином гідроксиду натрію, осушення, пропускання через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію, відповідно до винаходу перед пропусканням стиролу через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію, проводять окислення домішок розчином перекису водню в лужному середовищі у співвідношенні компонентів стирол:перекис водню: гідроксид натрію -1:(0,2-0,4):0,1 протягом 4-6 годин при кімнатній температурі. Стирол має високий ступінь чистоти і придатний для отримання полімерних виробів з високими оптичними властивостями, зокрема полімерних сцинтиляторів.

UA 104176 C2

Винахід належить до технології пластичних мас і може бути використаний для очищення стиролу перед його полімеризацією при виготовленні виробів з підвищеними оптичними характеристиками, зокрема полімерних сцинтиляторів.

Відомо, що вихідні вінільні мономери містять домішки, які уповільнюють їх полімеризацію або роблять її неможливою. Крім того, до складу вінільних мономерів завжди входять інгібітори, які виключають мимовільну полімеризацію мономерів. Тому перед полімеризацією вихідні мономери очищують від перелічених вище домішок.

Процес очищення мономерів набуває ще більш суттєвого значення, коли вони призначені для виготовлення виробів з високими оптичними характеристиками, наприклад полімерних сцинтиляторів. В цьому випадку навіть дуже незначна кількість домішок (декілька сотих відсотка) може обумовити пожовтіння полімеру та появу залишкових напруг, що суттєво знижує оптичну прозорість сцинтиляторів.

Відомі способи очищення стиролу від домішок ненасичених сполук [1], від інгібіторів [2].

Спосіб [1] полягає в проведенні реакції гідратації на платинових каталізаторах при температурах 70-90 °С. Спосіб дозволяє очистити мономер від ненасичених домішок, але не дає можливості очищення від інгібітора та води. Крім того, спосіб передбачає використання підвищених температур та дорогих платинових каталізаторів.

Спосіб [2] очищення стиролу від інгібіторів полягає в реакції інгібіторів з розчинами гідроксидів лужних металів. При цьому інгібітор знищується майже повністю, але вміст води залишається дуже високим і виникає необхідність перегонки стиролу.

Відомий також спосіб очищення стиролу від інгібітора та води, який є найбільш близьким до заявлюваного за суттю [3].

Відомий спосіб-прототип включає очищення стиролу шляхом адсорбції розчину стиролу в аліфатичному або ароматичному розчиннику на активованому оксиді алюмінію протягом 1-12 годин при -5-10 °С.

Недоліками даного способу є недостатній ступінь очищення від домішок ненасичених сполук при використанні технічного стиролу для виготовлення оптичних виробів, а також наявність в системі розчинника, що обумовлює необхідність його подальшого видалення для проведення полімеризації стиролу в масі з метою запобігання передачі ланцюга на розчинник, та необхідність застосування низьких температур.

Задачею даного винаходу є розробка способу очистки стиролу від інгібітора, домішок та води до ступеня чистоти, який би дозволяв отримувати полімерні вироби з високими оптичними властивостями.

Рішення поставленої задачі досягається тим, що для забезпечення високого ступеня очищення, стирол обробляється розчином гідроксиду натрію, осушується, пропускається через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію, причому перед пропусканням стиролу через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію, проводиться окислення домішок розчином перекису водню в лужному середовищі у співвідношенні компонентів - стирол:перекис водню:гідроксид натрію - 1:(0,2-0,4):0,1 протягом 4-6 годин при кімнатній температурі. Окислення збільшує полярність груп у домішках, що підвищує ступінь адсорбції домішок на активованому оксиді алюмінію.

Принциповою відмінністю запропонованого способу очистки стиролу, що включає обробку стиролу розчином гідроксиду натрію, осушення, пропускання через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію, є те, що перед пропусканням стиролу через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію, проводиться окислення домішок розчином перекису водню в лужному середовищі. Окислення збільшує полярність груп у домішках, що підвищує ступінь адсорбції домішок на активованому оксиді алюмінію.

Вибір розчину перекису водню в лужному середовищі як окислювача, обумовлений декількома факторами - він розпадається до атомарного кисню та води і не вносить до системи додаткових органічних і неорганічних домішок.

Спосіб здійснюють наступним чином:

В стирол, попередньо оброблений 10 % водним розчином гідроксиду натрію для видалення інгібітора, вводиться суміш 35 % розчину перекису водню із 10 % водним розчином гідроксиду натрію у співвідношенні стирол:перекис водню:гідроксид натрію - 1:(0,2-0,4):0,1. Суміш перемішують протягом 4-6 годин при кімнатній температурі. Після перемішування суміші дають відстоятися і після відстою відділяють шар мономеру. Після цього стирол промивають дистильованою водою до нейтрального значення рН. Для видалення води проводять осушення мономеру над хлоридом кальцію при кімнатній температурі протягом 8-10 год. Потім очищений таким чином стирол пропускають через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію.

Спосіб здійснювали за прикладами наведеними в табл. 1. (приклади 2-4 - за заявленими межами; 1, 5 - позамежні режими).

Таблиця 1

Приклади здійснення способу

Показник	Спосіб за прикладами				
	1	2	3	4	5
Вміст перекису водню, мас. % відносно стиролу	0,1	0,2	0,25	0,4	0,6
Час обробки, год.	8	6	5	4	2

5 Порівняння запропонованого способу та способу-прототипу наведено в табл. 2.

Таблиця 2

Дані порівняльних випробувань

Показник	Спосіб - прототип	Заявлюваний спосіб за прикладами				
		1	2	3	4	5
Вміст води, %	0,0010-0,0020	0,0015	0,0015	0,0013	0,0012	0,0012
Температура процесу очищення, °C	-5÷-10 °C	Кімнатна				
Об'ємна довжина згасання світла в очищеному стиролі, см	200	190	220	240	235	200

3 таблиці 2 видно, що застосування запропонованого способу дозволяє підвищити показники чистоти стиролу, призначеного для полімеризації. Застосування даного способу дає наступні переваги:

- Забезпечити більш високий ступінь чистоти стиролу (оптична прозорість більша на 20 %);
- Процес проводиться при кімнатній температурі;
- Вміст води не перевищує значення за способом-прототипом.

Спосіб очистки був апробований в лабораторії кафедри технології пластичних мас НТУ "ХП" та в інституті сцинтиляційних матеріалів НАН України.

Джерела інформації:

1. Патент JPS 62149634 по кл. C07C7/167, C07C1/00, 1987 р.
2. Патент FR 2109780 по кл. C07C7/148, 7/00, 1972 р.
3. Патент RU 2229472 по кл. C07C15/46, 7/12, 2002 р.

ФОРМУЛА ВІНАХОДУ

Спосіб очищення стиролу, що включає обробку стиролу розчином гідроксиду натрію, осушення, пропускання через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію, який відрізняється тим, що перед пропусканням стиролу через адсорбційну колонку, заповнену активованим оксидом алюмінію, проводять окислення домішок розчином перекису водню в лужному середовищі у співвідношенні компонентів стирол:перекис водню:гідроксид натрію-1:(0,2-0,4):0,1 протягом 4-6 годин при кімнатній температурі.

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601