

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201800182** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2019.10.31

(51) Int. Cl. **C01B 21/36** (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2018.04.02

(54) **УСОВЕРШЕНСТВОВАННЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕТРАОКСИДА АЗОТА ДЛЯ
ГЕНЕРАТОРА ОКИСЛИТЕЛЯ РАКЕТНОГО ТОПЛИВА**

(96) **2018000040 (RU) 2018.04.02**

(71)(72) Заявитель и изобретатель:
**РУДАКОВ ДМИТРИЙ
АЛЕКСАНДРОВИЧ (RU)**

(57) Изобретение относится к усовершенствованному способу синтеза оксида азота(IV) NO₂ и может быть использовано в неорганической и органической химии, а также при реализации в генераторе окислителя ракетного топлива марки НТО. При получении оксида азота(IV) NO₂ осуществляют реакцию между азотной кислотой и смесью уксусной кислоты и уксусного ангидрида в среде концентрированной серной кислоты в интервале объемных соотношений уксусной кислоты и уксусного ангидрида от 1.0:0.05 до 0:1.0 соответственно.

A1

201800182

201800182

A1

**Усовершенствованный способ получения тетраоксида азота для генератора
окислителя ракетного топлива**

Изобретение относится к области неорганической и органической химии, а также к области ракетостроения, т.е. к технологиям двойного назначения. Тетраоксид азота NO_2 применяется при синтезе органических нитросоединений (нитроалканов, нитроалкенов, нитроэфиров крахмала и др.) [1-5], нитрозосоединений [1], нитрозилсерной кислоты, перхлорат нитрозила, получении безводных нитратов металлов, аттрактанта насекомых [6], а также в качестве агента для ускоренных коррозионных испытаний металлов, диссоциирующего теплоносителя или растворителя.

Изобретение описывает усовершенствованный способ получения оксида азота(IV) NO_2 (тетраоксида азота) и предназначено для реализации в усовершенствованном генераторе окислителя ракетного топлива марки НТО для работы в низкотемпературных условиях, например в России (Сибирь) или в США (Аляска), т.е. при температуре ниже $+16.75^\circ\text{C}$ и до температуры замерзания азеотропа азотной кислоты (около -40°C).

В литературе описан метод Клейнера [7,8] и обратный метод Клейнера [9], которые можно рассматривать в качестве аналогов заявляемого изобретения. В основу метода Клейнера положена реакция разложения солей азотистой кислоты, а в обратный метод Клейнера основывается на окислительно-восстановительной реакции нитрита кальция с аскорбиновой кислотой. В обоих случаях образуется еще и газ NO , который необходимо окислять кислородом (кислородом воздуха). Метод Клейнера и обратный метод Клейнера дают большое количество жидких отходов, что не позволяет рассматривать их в качестве перспективных для промышленной реализации.

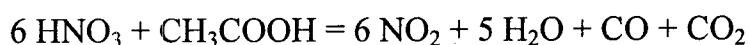
Известен также способ получения высококачественного безводного оксида азота(IV) NO_2 кипячением раствора серной и азотной кислот с использованием в качестве восстановителя уксусной кислоты [10] при оптимальном соотношении объемов кислот 80:40:6. Способ позволяет получать целевой продукт с высоким выходом и 100% конверсией азотной кислоты. Этот способ выбран в качестве прототипа заявляемого изобретения.

Недостаток способа – высокая температура замерзания уксусной кислоты ($T_{кр} = +16.75^{\circ}\text{C}$), что создает трудности в реализации данной технологии в условиях сурового климата, например Сибири или Аляски, где температура окружающей среды в зимний период может достигать -40°C . Замерзшая в трубопроводе уксусная кислота не только не позволяет работать генератору в штатном режиме и осуществлять процесс в условиях автоматизации, но и выведет его из строя до момента размораживания линии подачи уксусной кислоты в емкость смешения реагентов.

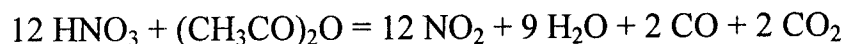
Задачей настоящего изобретения является создание модифицированного и усовершенствованного способа синтеза оксида азота(IV) NO_2 позволяющего работать генератору окислителя ракетного топлива марки НТО при низких температурах в условиях сурового климата России и других стран, при сохранении всех остальных характеристик исходного прототипа (высокого выхода продукта, наличии регенерации отработанного раствора).

Техническим результатом изобретения является отказ от подогрева трубопровода подачи реагента (уксусной кислоты) в емкость смешения реагентов в генераторе окислителя ракетного топлива при наработке тетраоксида азота в условиях низких температур.

Данная задача решается за счет того, что в качестве восстановителя используют смесь уксусной кислоты и уксусного ангидрида в интервале объемных соотношений от 1.0:0.05 до 0:1.0, соответственно. Окислительно-восстановительную реакцию с уксусной кислотой можно описать уравнением:



а в случае уксусного ангидрида реакция формально будет иметь вид:



Все характеристики заявляемого усовершенствованного способа получения тетраоксида азота (окислителя ракетного топлива) практически идентичны заявленному способу [10].

Способы получения оксида азота(IV) NO_2 приведены в примерах. Все работы необходимо проводить в лабораторном шкафу с вытяжкой и соблюдением всех мер предосторожности при работе с угарным газом!

Пример 1.

Берут 80 мл раствора H_2SO_4 ($\omega = 94\%$), 40 мл раствора HNO_3 ($\omega = 59\%$) и 6 мл раствора содержащего смесь ледяной уксусной кислоты и уксусного ангидрида в соотношении 1.0 : 0.05. Смесь перемешивают в колбе объемом 250 мл, нагревают и кипятят до окончания процесса образования NO_2 . Отработанный раствор подвергают перегонке до 80 мл и используют в реакции повторно. Суммарный выход жидкого и газообразного оксида азота(IV) NO_2 составляет 99-100%.

Пример 2.

Берут 80 мл раствора H_2SO_4 ($\omega = 100\%$), 40 мл раствора HNO_3 ($\omega = 59\%$) и 6 мл уксусного ангидрида. Смесь перемешивают в колбе объемом 250 мл, нагревают и кипятят до окончания процесса образования NO_2 . Отработанный раствор подвергают перегонке до 80 мл и используют в реакции повторно. Суммарный выход жидкого и газообразного оксида азота(IV) NO_2 составляет 99-100%.

Источники информации:

1. Shiri M., Zolfigol M.A., Kruger H.G., Tanbakouchian Z. *Tetrahedron*. 2010. Vol. 66, № 47. P. 9077-9106.
2. Патент ВУ 8456 Бутрим С.М., Юркштович Т.Л., Бильдюкевич Т.Д., Бутрим Н.С., Сидоренко Г.И., Недорезов В.Л., Арвига И.И. МКИ³ С 08В 31/18, 31/06, А 61Р 9/00, дата публикации: 30.06.2005.
3. Borodkin, G. I.; Shubin, V. G. *Russ. Chem. Rev.* 2001. Vol. 70, № 3. P. 211-230.
4. Shiri, M. Dinitrogen Tetroxide: N₂O₄. *Synlett*. 2006. № 11. P. 1789-1790.
5. Fisher, J. W. *The Chemistry of Dinitrogen Pentoxide in Nitro Compounds*; VCH:New York, NY, 1990.
6. Патент US 20060042155 Nolen J. МКИ А01М 1/22, А01М 1/02, А01М 1/06, Дата публикации: 2.03.2006.
7. *Inorganic laboratory preparations* by G.G. Schlessinger, 12, 1962.
8. Патент US 20040028596 Kleiner B. Int. Cl.⁷ C01B 21/20, Priority date: 12.08.2002.
9. Патент US 7288664 Kleiner B. Int. Cl.⁷ C07D 307/62, Priority date: 30.03.2004
10. Евразийская заявка №2001700017 Рудаков Д.А. МПК⁷ C01B 21/36, Евразийский бюллетень №4, 2018. Дата публикации: 30.04.2018.

Формула изобретения

(57) 1. Способ синтеза оксида азота(IV) включающий кипячение раствора серной и азотной кислот с органическим восстановителем, отличающийся тем, что в качестве восстановителя используют смесь уксусной кислоты и уксусного ангидрида в интервале объемных соотношений от 1.0:0.05 до 0:1.0, соответственно.

ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ
(статья 15(3) ЕАПК и правило 42
Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:
201800182

Дата подачи: 02 апреля 2018 (02.04.2018) | Дата испрашиваемого приоритета:
Название изобретения: Усовершенствованный способ получения тетраоксида азота для генератора окислителя ракетного топлива

Заявитель: РУДАКОВ Дмитрий Александрович

Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа)

Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ: C01B 21/36 (2006.01)

Согласно международной патентной классификации (МПК)

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК)
C01B 21/00-21/50

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:

В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
X	JP H062980 B2 (DEETA AKUSHON KK) 12.01.1994, с. 2, кол. 1	1
A	ОРЛОВА Е.Ю. Химия и технология бризантных взрывчатых веществ. Ленинград, "Химия", 1981, сс. 22-28	1
A	US 5120508 A (DALE G. JONES) 09.06.1992	1

последующие документы указаны в продолжении графы В

данные о патентах-аналогах указаны в приложении

* Особые категории ссылочных документов:

"А" документ, определяющий общий уровень техники

"Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

"О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета

"D" документ, приведенный в евразийской заявке

"Т" более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

"Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

"У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

"&" документ, являющийся патентом-аналогом

"L" документ, приведенный в других целях

Дата действительного завершения патентного поиска: 02 ноября 2018 (02.11.2018)

Наименование и адрес Международного поискового органа:
Федеральный институт
промышленной собственности

РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб., 30-1.

Факс: 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА

Уполномоченное лицо:

 Ю. Жилина

Телефон № (495) 531-6481