

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** (11)**2508304** (13) **C1**

(51) МПК  
**C08L95/00** (2006.01)  
**C09D195/00** (2006.01)  
**C08K5/541** (2006.01)  
**C08K3/24** (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: по данным на 07.07.2015 - может прекратить свое действие  
 Пошлина:

(21), (22) Заявка: **2012136801/05, 29.08.2012**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**29.08.2012**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **29.08.2012**(45) Опубликовано: [27.02.2014](#)

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
 поиске: **RU 2074224 C1, 27.02.1997. RU 2368637 C1,  
 27.09.2009. RU 2407764 C2, 27.12.2010. WO  
 2010095916 A1, 26.08.2010. RU 2443751 C1, 27.02.2012.**

Адрес для переписки:

**410000, г. Саратов, Главпочтамт, а/я 62 ООО  
 "ПатентВолгаСервис" Н.В. Романовой**

(72) Автор(ы):

**Решетов Вячеслав Александрович (RU),  
 Ромаденкина Светлана Борисовна (RU),  
 Навотный Олег Игоревич (RU),  
 Стекольников Анатолий Анатольевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Общество с ограниченной  
 ответственностью "Кристон" (RU)**

**(54) ИЗОЛЯЦИОННАЯ КОМПОЗИЦИЯ И СПОСОБ ЕЕ ПОЛУЧЕНИЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области химии и нефтехимического производства и может быть использовано для защиты магистральных трубопроводов от коррозии, в дорожном строительстве, для аккумуляторной промышленности, в машиностроении и гражданском строительстве. Изоляционная композиция содержит битум, абсорбент, окислитель и дополнительно содержит полисилоксановую жидкость. При этом в качестве окислителя используют насыщенный раствор сульфата железа (III) или концентрированную серную, и/или ортофосфорную, и/или азотную кислоту. Содержание компонентов следующее, мас. %: битум - 77-75; абсорбент - 2-15; полисилоксановая жидкость - 0,001-0,01; окислитель - остальное. Способ получения композиции включает смешивание битума и абсорбента при нагревании до получения однородной смеси, прикапывание окислителя, дальнейшее нагревание и выдерживание при температуре, необходимой для стабилизации. Причем до прикапывания окислителя в процессе смешивания битума и абсорбента добавляют полисилоксановую жидкость, а прикапывание начинают при температуре 130°C. Результатом является исключение вскипания реакционной смеси и, соответственно, выбраковывания целевого продукта, что повышает выход продукта в 1,5-2 раза. 2 н.з. и 2 з.п. ф-лы, 1 табл., 13 пр.

Группа изобретений относится к области химии и нефтехимического производства и может быть использована для магистральных трубопроводов в качестве антикоррозионной защиты, в дорожном строительстве в качестве битумного вяжущего, для аккумуляторной промышленности в качестве адгезионной мастики, в машиностроении для соединения элементов воздушных фильтров и в гражданском строительстве как преобразователь ржавчины.

Известен способ получения асфальтосмолистого олигомера (Асмол-1) при переработке асфальта деасфальтизации гудрона пропаном, смешиваемого с кубовыми остатками производства изопрена стадии регенерации диметилформамида и технической серной кислотой (см. авт. св. № 1696454, МПК С10С 3/02, опубл. 07.12.1991 г.).

Процесс проводят при температуре 120-130°C в течение 120-180 мин. Полученный продукт предназначен для использования в качестве антикоррозионного материала и имеет следующий состав; мас. %:

Асфальт деасфальтизации гудрона пропаном	10-45
Кубовый остаток регенерации диметилформамида	5-15
Серная кислота	остальное

Недостатками данного изобретения являются отсутствие на российском рынке исходных продуктов, низкие эксплуатационные свойства получаемого антикоррозионного материала и ограниченная область применения.

Известен способ получения асфальтосмолистых олигомеров (Асмол-2) при смешении асфальта деасфальтизации гудрона пропаном (АПД) с кубовыми остатками производства изопрена стадии регенерации диметилформамида (КОРД) и серной кислотой (см. заявку на изобретение RU 94002502, МПК С10С 3/02, опубл. 10.05.1996 г.).

Способ включает подачу в реактор битума (АПД) при 90°C и КОРДа, перемешивание в течение 0,5 часа. Прикапывание серной кислоты, не превышая температуру 120-128°C в течение 3 часов. Затем поднимают температуру до 150°C и перемешивают в течение 4 часов. Далее температуру поднимают до 160°C и перемешивают в течение 4 часов для стабилизации продукта. После окончания реакции полученный продукт охлаждают до 120°C и сливают.

Полученный продукт предназначен для использования в антикоррозионных покрытиях для изоляции магистральных трубопроводов и защиты от коррозии нефтяных резервуаров и имеет состав, мас. %:

Битум или асфальт деасфальтизации гудрона пропаном	85-75
Тяжелая смола (КОРД)	10-15
Серная кислота	5-10

Недостатками данного изобретения являются отсутствие на рынке некоторых исходных продуктов (в частности, АПД и КОРДа), энергоемкость и длительность операций, а также низкий выход продукта.

Известен способ получения противокоррозионной мастики, используемой для защиты стальных поверхностей, изоляции и ремонта подземных трубопроводов различного назначения, подземных резервуаров, гидроизоляции бетонных и каменных поверхностей, а также в качестве связующего в дорожном строительстве. Процесс заключается в получении асфальтосмолистого олигомера и введения полимерных добавок - технического масла, бутилкаучука и термоэластопласта. Противокоррозионную мастику получают, проводя процесс в едином технологическом цикле. Процесс включает загрузку битума при температуре 130°C. Затем прикапывают техническую серную кислоту 1,5-2 ч при температуре 130°C. Далее проводят стабилизацию продукта при 150°C 4 ч. Затем вводят добавки - масло техническое, бутилкаучук, термоэластопласт - при температуре 140°C. При этом компоненты постоянно перемешивают после каждой операции цикла от 60 до 180 мин. В результате происходит улучшение физико-химических характеристик получаемой антикоррозионной мастики за счет совершенствования ее состава и оптимизации технологии получения (см. патент RU 2407773, МПК С10С 3/02, опубл. 27.12. 2010).

Состав получаемой мастики, мас. %:

Битум	71-80
Тяжелая смола	2-3
Кислота серная техническая	4-6
Масло техническое	9-11
Бутилкаучук	1-2
Термоэластопласт	4-6

Недостатками данного способа являются: высокая энергоемкость технологического процесса и длительность процесса; низкий выход продукта. Введение полимерных добавок в асфальтосмолистые соединения хоть и улучшают некоторые технические характеристики продукта, такие как температура размягчения, хрупкости, эластичность, но, в то

же время, ухудшают другие, такие как адгезия, пенетрация. Кроме того, увеличивают время изготовления и себестоимость продукции.

Наиболее близким к заявляемому по составу и способу изготовления является способ получения асфола путем взаимодействия битума или асфальта деасфальтизации гудрона пропаном с абсорбентом, получаемым в производстве бутадиена, изопрена, изобутилена в присутствии серной кислоты (см. патент RU 2443751, МПК С10С 3/02, опубл. 27.02.2012). Получаемый продукт может быть использован для защиты магистральных трубопроводов от почвенной и электрохимической коррозии.

Состав, мас. %:

<b>Битум или АПД</b>	<b>75-85</b>
<b>Абсорбент</b>	<b>8-22</b>
<b>Серная кислота</b>	<b>остальное</b>

Способ осуществляют в 3 стадии. На первой стадии перемешивают битум или АПД с абсорбентом при температуре 100-115°C, после чего в реакционную смесь прикалывают серную кислоту в течение 5-6 часов до достижения температуры смеси 120-130°C.

На второй стадии полученную смесь перемешивают в течение 2-2,5 часов, затем повышают температуру смеси до 135-140°C, после чего перемешивают ее в течение 4-5 часов. На третьей стадии температуру смеси повышают до 145-155°C и при достижении этой температуры смесь перемешивают в течение 4-6 часов с образованием целевого продукта.

Недостатками данного способа являются длительность процесса, высокая энергоемкость, низкий выход продукта, высокая себестоимость продукции по сравнению с конкурентными аналогами, ограниченная область применения.

Задачей группы изобретений является совершенствование состава изоляционной композиции, расширение области ее применения и улучшение технологических параметров способа ее получения, приводящих к повышению выхода продукта, снижению времени протекания и энергозатратности процесса, повышение конкурентоспособности продукта за счет снижения его себестоимости.

Технический результат заключается в исключении вскипания реакционной смеси и соответственно выбраковывания целевого продукта, что повышает выход продукта в 1,5-2 раза.

Поставленная задача решается тем, что изоляционная композиция, содержащая битум, абсорбент и окислитель, согласно решению дополнительно содержит полисилоксановую жидкость, а в качестве окислителя - насыщенный раствор сульфата железа (III) или концентрированную серную кислоту и/или ортофосфорную, и/или азотную, при следующем содержании компонентов, мас. %:

<b>битум</b>	<b>77-95</b>
<b>абсорбент</b>	<b>2-15</b>
<b>полисилоксановую жидкость</b>	<b>0,001-0,01</b>
<b>окислитель</b>	<b>остальное</b>

Изоляционная композиция может дополнительно содержать неионогенное ПАВ в количестве 1-3 мас. %.

Поставленная задача решается также тем, что в способе получения изоляционной композиции, включающем смешивание битума и абсорбента при нагревании до получения однородной смеси, прикапывание окислителя, дальнейшее нагревание и выдерживание при температуре, необходимой для стабилизации, согласно решению до прикапывания окислителя в процессе смешивания битума и абсорбента добавляют полисилоксановую жидкость, прикапывание начинают при температуре 130°C, при этом в качестве окислителя используют насыщенный раствор сульфата железа (III) или концентрированную ортофосфорную, и/или азотную и/или серную кислоту, процесс ведут при следующем соотношении компонентов, мас. %:

<b>битум</b>	<b>77-95</b>
<b>абсорбент</b>	<b>2-15</b>
<b>полисилоксановая жидкость</b>	<b>0,001-0,01</b>
<b>окислитель</b>	<b>остальное</b>

До прикапывания окислителя в процессе смешивания битума, абсорбента и полисилоксановой жидкости может быть добавлено неионогенное ПАВ в количестве 1-3 мас. %.

Предлагаемый способ получения изоляционной композиции осуществляют следующим способом.

Загруженный в реактор битум в количестве 77-95 мас.% разогревают, добавляют абсорбент в количестве 2-15%, полисилоксановую жидкость типа ПМС-100 (в количестве 0,01-0,001%), неионогенное поверхностно-активное вещество, например ОП-10, и перемешивают смесь в течение 5-10 минут. В нагретую смесь при 130°C прикалывают окислитель (серную кислоту или смесь кислот или добавляют в смесь водный раствор сернокислого железа (III)). Соотношение  $Fe_2(SO_4)_3$  к воде - 4:1. Время прикалывания - 5-10 минут. После чего в течение 20-25 минут повышают температуру смеси в реакторе до 150°C и проводят стабилизацию продукта в течение 10-15 минут (до достижения полноты реакции). Процесс проводится при постоянном перемешивании со скоростью вращения мешалки 80-100 об/мин. После чего происходит слив готового продукта.

Примеры конкретного исполнения композиции и характеристики полученных продуктов приведены в таблице.

В таблице примеры приведены для вариантов, которые соответствуют составам при следующих диапазонах:

1. Битум 77-95

Абсорбент 2-15

Серная кислота - остальное

2. Битум 77-95

Абсорбент 2-15

ПМС-100 в количестве 0,001-0,01 мас.%.

Серная кислота - остальное

3. Битум 77-95

Абсорбент 2-15

ПМС-100 в количестве 0,001-0,01 мас.%.

Неионогенное ПАВ (ОП-10) 1-3

Серная кислота - остальное

4. Битум 77-95

Абсорбент 2-15

Серная или ортофосфорная или азотная кислота, или используется смесь кислот - остальное (примеры 5 и 8 с ПМС)

5. Битум 77-95

ПМС-100 в количестве 0,001-0,01 мас.%.

Абсорбент 2-15

Насыщенный раствор  $Fe_2(SO_4)_3$  (сульфат железа (III)) - остальное

При определении технических характеристик использовался ГОСТ Р 51164-98.

1. Составы, приготовленные в соответствии с предлагаемым изобретением (примеры 1, 2 табл.), по своим характеристикам соответствуют ГОСТу Р 51164-98 по основным параметрам (адгезия, пенетрация, растяжимость) и могут быть использованы в качестве мастики для изоляции магистральных трубопроводов.

2. Добавление в композицию незначительного количества ПМС-100 (0,001-0,01 мас.%) позволяет проводить окисление продукта при более высоких по сравнению с прототипом температурах, тем самым увеличивая скорость протекания реакции, предотвращает вскипание реакционной смеси и повышает конечный выход продукта, а также увеличивает твердость покрытия и растяжимость (примеры 6, 7, 9 табл.), что улучшает эксплуатационные свойства мастичной композиции. При добавлении ПМС менее нижнего порога эффекта предотвращения вскипания не наблюдается, так как начинается процесс вскипания реакционной смеси. Добавление ПМС более 0,01 мас.% нецелесообразно по экономическим соображениям. В примерах 1-4 ПМС отсутствовал, поэтому приходилось загружать реактор на 40-60% и прикалывать окислитель при меньших температуре и скорости.

3. Добавление поверхностно-активного вещества в количестве 0,5-3% ОП-10 (примеры 10, 11, 12 табл.) делает смесь более однородной (гомогенной), в смеси с ПМС препятствует пенообразованию и соответственно присутствию в смеси воздушных пузырьков. Введение в реакционную смесь количества ОП-10, превышающее 3% (пример 12 табл.),

приводит к ухудшению адгезионных свойств композиции. Оптимальное содержание ПАВ в смеси - 1%.

4. Введение в смесь ортофосфорной кислоты приводит к уменьшению температуры размягчения конечного продукта, что позволяет использовать также композиции для нанесения их на трубопроводы «горячим» способом, а наличие в составе мастики при ее приготовлении ортофосфорной кислоты, известной как преобразователь ржавчины, позволит наносить покрытие на трубы с низкой степенью очистки. Масличные композиции, в приготовлении которых участвуют ортофосфорная или азотная кислота (примеры 3, 4, 5, 8 табл.), можно использовать также в дорожном строительстве при приготовлении битумных вяжущих, в качестве клеевых мастик, а также в гражданском строительстве.

5. Использование вместо серной кислоты насыщенного раствора сульфата железа (III) (пример 13 табл.) может быть использовано в том случае, если надо исключить влияние кислой среды, даже в незначительном количестве при использовании данного вида мастичной композиции.

6. Добавление ПМС позволило увеличить скорость прикапывания. Скорость прикапывания окислителя в примерах 1-4 составляла на 1 кг смеси 2 г в мин, а в примерах 5-13 - на 1 кг смеси 8-9 г в мин.

Предлагаемый состав и способ его приготовления позволяют увеличить скорость прикапывания в 4-5 раз по сравнению с прототипом, а общую продолжительность синтеза сократить в 2-3 раза. При этом увеличиваются как выход продукта, так и загрузка реактора, которая достигает 90-95%. Обеспечивается более высокая гомогенизация продукта по сравнению с аналогами и прототипом и повышается его качество за счет улучшения физико-химических свойств.

Показатель/свойство	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Состав													
Варианты	1	1	4	4	4	2	2	4	2	3	3	3	5
Битум	88,5	90	88	88	87,99	90,13	88,5	89	88,5	87,5	87,5	85	85,2
Абсорбент	6,5	6	7	7	6	6,62	6,5	6	6,5	5,5	6,5	3,5	6,8
Окислитель	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 3% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 2%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 2% HNO <sub>3</sub> 2%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 3,24%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 3,5% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1,5%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 3%	Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> 8%
ПМС-100	-	-	-	-	0,001	0,01	0,001	0,01	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
ПАВ	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3	1	8,5	-
Внешний вид	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.	Соотв.
Температура размягчения по КИД	112	108,9	76,3	88,92	96,83	101	73,17	96,83	100,5	90,3	88,8	81,87	91,42
Температура хрупкости по Фрауку, °С	-15	-10	-15	-10	-10	-10	-10	-20	-10	-10	-10	-20	-5
Пенетрация, 0,1 мм	29,5	46,8	28,6	25	19,6	16,4	38,6	30,8	15,4	32,2	32,8	36,4	24,8
Растяжимость при 25°С, см, не менее	2,5	2,8	3,5	3,7	3,7	4	4	2,9	3,5	3	3,7	3,7	3,7
Адгезия к метал. подложке при 25±0,5°С, МПа/см <sup>2</sup>	0,35	0,31	0,298	0,3	0,285	0,263	0,234	0,287	0,324	0,325	0,292	0,21	0,3
Растворимость в сольвенте, %	100	100	99	99,9	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Водопоглощение	2,01	1,32	1,06	1,1	0,41	0,608	0,429	0,39	0,37	0,678	0,599	0,47	1,1

### Формула изобретения

1. Изоляционная композиция, содержащая битум, абсорбент и окислитель, отличающаяся тем, что она дополнительно содержит полисилоксановую жидкость, а в качестве окислителя насыщенный раствор сульфата железа (III) или концентрированную серную кислоту, и/или ортофосфорную, и/или азотную, при следующем содержании компонентов, мас. %:

битум	77-95
абсорбент	2-15
полисилоксановая жидкость	0,001-0,01
окислитель	остальное.

2. Изоляционная композиция по п.1, отличающаяся тем, что дополнительно содержит неионогенное ПАВ в количестве 1-3 мас. %.

3. Способ получения изоляционной композиции, включающий смешивание битума и абсорбента при нагревании до получения однородной смеси, прикапывание окислителя, дальнейшее нагревание и выдерживание при температуре, необходимой для стабилизации, отличающийся тем, что до прикапывания окислителя в процессе смешивания битума и абсорбента добавляют полисилоксановую жидкость, прикапывание начинают при температуре 130°С, при этом в качестве окислителя используют насыщенный раствор сульфат железа (III) или концентрированную ортофосфорную, и/или азотную, и/или серную кислоту, процесс ведут при соотношении компонентов по п.1.

4. Способ по п.3, отличающийся тем, что до прикапывания окислителя в процессе смешивания битума, абсорбента и полисилоксановой жидкости добавляют неионогенное ПАВ в количестве 1-3 мас. %.

**ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе**

Дата прекращения действия патента: **30.08.2014**

Дата публикации: [10.07.2015](#)

---