



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **21534** (13) **A**(51) **C 08 G 12/12**ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВО

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

без проведення експертизи по суті
на підставі Постанови Верховної Ради України
№ 3769-XII від 23.XII. 1993 р.Публікується
в редакції заявника**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ БІЛОГО ОРГАНІЧНОГО НАПОВНЮВАЧА**

1

(21) 95073508

(22) 25.07.95

(24) 16.12.97

(46) 30.04.98. Бюл. № 2

(47) 16.12.97

(72) Маслош Володимир Зіновійович, Макси-
менко Людмила Василівна, Маслош Ольга
Володимирівна, Котова Вікторія Вікторівна(73) Закрите акціонерне товариство
"ПОРХІМ"

2

(57) Способ получения белого органического наполнителя путем конденсации карбамида и формальдегида до образования карбамидоформальдегидного олигомера с последующим отверждением в кислой среде и выделением целевого продукта, отличающемся тем, что отверждению подвергают олигомер с разветвленной структурой при температуре 0–100°C.

Изобретение относится к получению белого органического наполнителя (БОН), применяемого в качестве наполнителя полимерных материалов.

Известен способ получения БОН путем конденсации карбамида и формальдегида при их мольном соотношении, равном 1:0,5–2,5, температуре 0–100°C и pH 3,5–11 и смешении форконденсата с различными кислотными отвердителями в присутствии 0,1–10% защитных коллоидов и ПАВ, нейтрализации полученного геля, измельчения и сушки с последующим размолотом [Патент Швейцарии № 522007, кл. C 08 G 9/10, 1972; заявка Японии № 62-232420, кл. C 08 G 12/12, 1986].

Быстрое гелеобразование приводит к образованию агрегатов, поэтому для обеспечения высокой дисперсности необходим размол.

Близким к решению поставленной задачи является способ, заключающийся в кон-

денсации карбамида и формальдегида при их мольном соотношении 1:1–2,5 в присутствии добавок к ПАВ в инертной высокодисперсной фракции – гидрофильных порошков с размером частиц не более 1 мкм в количестве 0,5–2,0% от массы карбамида и формальдегида с последующим отверждением и сушкой путем отгонки воды [Патент Украины № 2297, кл. C 08 G 12/12, 1994].

Способ обеспечивает получение мелкодисперсного продукта. Однако целевой продукт обладает недостаточной термостабильностью, что обусловлено линейной структурой олигомера.

В основу изобретения поставлена задача разработать способ получения белого органического наполнителя путем изменения условий отверждения, что позволило бы значительно повысить термостойкость целевого продукта.

Поставленная задача решается способом получения белого органического напол-

(19) **UA** (11) **21534** (13) **A**

нителя путем конденсации карбамида и формальдегида до образования карбамидо-формальдегидного олигомера с последующим отверждением в кислой среде и выделением целевого продукта, в котором, согласно изобретению, отверждению подвергают олигомер с разветвленной структурой при температуре 0–100°C.

При отверждении разветвленного карбамидоформальдегидного олигомера образуется продукт сшитой структуры, что обеспечивает получение БОН с термостойкостью 230–240°C.

В условиях заявленного способа получают БОН в виде порошка с дисперсностью от 1–2 до 40–60 мкм, термостойкостью 236–240°C.

Такие технические характеристики наполнителя позволяют расширить функциональное назначение, а именно, использовать его в качестве вторичного термостабилизатора в ПВХ композициях, сокращая при этом расход стеаратов металлов в два раза. Кроме того, использование БОНа в лакокрасочных композициях позволит на 20–30% заменить диоксид титана.

Пример 1. В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой, термометром и обратным холодильником загружают 60,05 г (1 моль) карбамида и 121,2 г (4 моля) формальдегида при pH 8,5–9,5 и температуре 85°C и ведут конденсацию до содержания свободного формальдегида не более 10%, затем к реакционной смеси добавляют 75,06 г (1,25 моль) карбамида и при pH 8,5–9,5 и температуре 85°C конденсируют до содержания свободного формальдегида 0,05%, после чего добавляют 30,3 г (0,5 моля) карбамида, массу размешивают, разбавляют 100 мл воды и снижают pH до 2,2 добавлением концентрированной серной кислоты, выдерживают 30 мин при температуре 85°C. Затем массу охлаждают до 30–40°C и нейтрализуют гидроксидом бария. Затем целевой продукт отделяют фильтрованием и сушат при температуре 110–120°C до содержания влаги не более 1,0%.

Выход целевого продукта 267,5 г (1,39 г карбамида).

Пример 2. В трехгорлую колбу, оснащенную мешалкой с электроприводом ($n = 150$ об/мин), термометром, обратным холодильником, загружают 96,2 г (3,25 моля) формальдегида, 46%-ный р-р едкого натра до pH смеси 8,5, карбамид 195,27 г (3,25 моля). Реакционную массу нагревают до 100°C. И при данной температуре и pH среды 9,5, которое поддерживается порционной при-

дачей 46%-ного р-ра едкого натра, ведут конденсацию в течение 3,5–4 часов по окончании выдержки добавляют 200 мл воды.

Прибавлением концентрированной серной кислоты до pH 3 ведут отверждение при температуре 100°C в течение 10–15 мин, после чего реакционную массу нейтрализуют карбонатом кальция. После фильтрования и сушки получают 263,2 г БОН (1,25 г/г карбамида).

Пример 3. В трехгорлую колбу, оснащенную мешалкой с электроприводом ($n = 150$ об/мин), термометром и обратным холодильником загружают 121,4 г (4 моля) формальдегида, 46%-ный р-р едкого натра до pH среды 9,05 и 204,17 г (3,4 моля) карбамида. Реакционную массу нагревают до температуры конденсации 85°C и ведут выдержку в течение 3,5 часов, поддерживая pH среды в пределах 9,0 прибавкой к реакционной смеси порций 46%-ного раствора едкого натра. Затем к реакционной смеси добавляют 12,02 г (0,2 моля) карбамида и дают получасовую выдержку. По окончании выдержки реакционную массу разбавляют 100 мл воды и охлаждают до 0°C, после чего добавлением концентрированной серной кислоты снижают pH до 2,5 и выдерживают при этой температуре 60 мин. Затем реакционную смесь нейтрализуют гидроксидом бария, фильтруют и БОН сушат при 110–120°C. Получают 267,5 г целевого продукта (1,39 г/г карбамида).

Пример 4. В трехгорлую колбу, оснащенную мешалкой с электроприводом ($n = 150$ об/мин), термометром и холодильником, работающим в режиме "обратный" загружают 121,4 г (4 моля) формальдегида, 46%-ный р-р едкого натра до pH среды 9,5. Затем загружают 19,8 г (0,325 моля) карбамида и нагревают до температуры конденсации 85°C. В течение всей выдержки (5–5,5) часов через каждые 30 мин ведут загрузку карбамида по 19,8 г (0,325 моля) и поддерживают pH среды в пределах 9,5 порционной прибавкой 46%-ного раствора едкого натра.

Отверждение и выдержка целевого продукта ведут аналогично примеру 1.

Получают 269 г БОН (1,23 г карбамида).

Пример 5. Способ осуществляют в условиях примера 1 с той лишь разницей, что к 100 мл смолы КФ-410 (ТУ 1332747.004-94) добавляют 15,02 г (0,25 моля) карбамида и 100 мл воды. Отверждение и выделение ведут в условиях примера 1. Получают 265 г БОН (1,21 г/г карбамида).

Качество БОН, полученное в примерах 1–5, приведено в таблице.

Показатели	Примеры					
	1	2	3	4	5	Прототип
Средний размер частиц, мкм	1	1-2	1-2	1	1-2	1-2
Маслоемкость, г/100 г	37	40	42	39	45	63-65
Сыпучесть, с	45	47	46	48	47	46-48
Термостойкость, °C	238	238	240	237	237	190-210

Упорядник

Техред М.Келемеш

Коректор М.Самборська

Замовлення 4441

Тираж

Підписне

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

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

