



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 92874

(13) C2

(51) МПК (2009)

C01F 11/00

C08G 12/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ КАРБАМІДОФОРМАЛЬДЕГІДНОГО ПОЛІМЕРУ, ЩО МІСТИТЬ ЧАСТКИ КАРБОНАТУ КАЛЬЦІЮ

1

(21) а201000015

(22) 11.01.2010

(24) 10.12.2010

(46) 10.12.2010, Бюл. № 23, 2010 р.

(72) АРХИПОВА ВІКТОРІЯ ВІКТОРІВНА, МЕЛЬНИКОВ БОРИС ІВАНОВИЧ

(73) ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД "УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ"

(56) UA 41642, A, 17.09.2001

UA 56523, A, 15.05.2003

UA 2297, C1, 26.12.1994

RU 2017754, C1, 15.08.1994

2

GB 562403, A, 30.06.1944

JP 55125132, A, 26.09.1980

KR 840000123, B, 16.02.1984

(57) Спосіб одержання карбамідоформальдегідного полімеру (КФП), що містить частки карбонату кальцію, що включає модифікування КФП карбонатом кальцію, який **відрізняється** тим, що модифікування КФП здійснюють шляхом полімеризації карбаміду та формальдегіду в розчині неорганічної солі кальцію при рН=2-2,5, температурі 20-70 °С протягом 2-2,5 годин з наступним введенням розчину карбонату натрію при мольному співвідношенні $\text{Ca}^{2+}:\text{CO}_3^{2-}=1:1\div 1,5$ відповідно.

Винахід відноситься до способу одержання карбамідоформальдегідних полімерів (КФП), на поверхні яких знаходяться частки хімічно осажденного карбонату кальцію, і може бути застосовано у виробництві пластмас, паперу та гумовій промисловості.

Відомий спосіб отримання КФП, що містить частки діоксиду титану, згідно якому готують кислотну колоїдну суспензію діоксиду титану, проводять поліконденсацію карбаміду та формальдегіду в слабо кислому середовищі при рН=3,6-4,6 у суспензії колоїдного діоксиду титану протягом 2-2,5 годин, при цьому суспензію кислотої колоїдної діоксиду титану вводять у реакційну суміш через 25-30 хвилин після початку реакції, не припиняючи її [Пат. 41642 Україна, МПК⁷ C08G 12/12. Спосіб одержання карбамідоформальдегідного полімеру, що містить частки діоксиду титану. Шапа М.М., Мельников Б.І., Комаров В.П., Зонтов О.В., Додатко В.Ф. - № 2000127111, заяв. 11.12.01, опубл. 17.09.01, бюл. № 8]

Недоліками відомого способу є складність технологічного процесу, обумовлена необхідністю використання колоїдної вихідної речовини, для підтримання якої у колоїдному стані необхідні жорсткі технологічні умови. Також недоліком цього процесу є отримання часток діоксиду титану, що вкриті карбамідоформальдегідним полімером, що знижує реакційну здатність діоксиду титану. Крім

цього, наповнювач, що містить діоксид титану, є досить дорогим.

Найбільш близьким до винаходу, що заявляється, по технічній сутності та досягнутому результату є спосіб, згідно якому нанокарбонат кальцію з нанокислом кремнію використовують разом з 1% силановим зв'язуючим, щоб наповнити та модифікувати сечовиноформальдегідну смолу за допомогою переривистої ультразвукової вібрації [Исследование по использованию нано-SiO₂ и нано-CaCO₃ для регулирования содержания свободного формальдегида в мочевиноформальдегидной смоле. Xiao An-guo, Zhang Ru-xiang, Hao Ai-ping, Yang Yu. Hunan wenli xueyuan xuebao Ziran kexue ban=J. Hunan Univ. Arts and Sci. Nat. Sci. Ed. 2006. 18, № 4.] (прототип).

Недоліками прототипу є складність технологічного процесу, обумовлена використанням складного обладнання для обробки ультразвуком, неможливість введення більш, ніж 7%, крейди у склад МФС, а також невисока якість отриманого продукту.

В основу винаходу поставлена задача - розробити спосіб одержання порошку КФП з частками карбонату кальцію на поверхні з високою якістю отриманого продукту.

Поставлена задача досягається тим, що у відомому способі одержання КФП, що містить частки карбонату кальцію, який включає модифікуван-

(13) C2

(11) 92874

(19) UA

ня КФП карбонатом кальцію, відповідно винаходу модифікування КФП здійснюють шляхом полімеризації КФП в розчині неорганічної солі кальцію при $\text{pH}=2-2,5$, температурі $20-70^\circ\text{C}$ протягом $2-2,5$ годин з наступним введенням розчину карбонату натрію при мольному співвідношенні $\text{Ca}^{2+}:\text{CO}_3^{2-}=1:1-1,5$ відповідно.

Наводимо приклади конкретного виконання запропонованого винаходу:

Приклад 1. Готують розчин неорганічної солі кальцію, наприклад, хлориду кальцію з концентрацією 1 моль/л (по іонах Ca^{2+}), для чого розчиняють у воді 111 г CaCl_2 , об'єм розчину доводять до 1000 мл . Окремо готують розчин карбонату натрію, для чого розчиняють у воді 106 г Na_2CO_3 , об'єм доводять до 1 л . Заливають 50 мл кальційовмісного розчину у реактор з мішалкою та водяним холодильником, додають 3 г карбаміду, $4,7\text{ мл}$ 37% -ого формаліну, доводять pH до $2,5$ за допомогою соляної кислоти і перемішують при температурі 20°C протягом $2,5$ годин. Потім додають розчин карбонату натрію, внаслідок чого відбувається осадження карбонату кальцію на поверхні карбамідоформальдегідного полімеру.

Цей продукт фільтрують, сушать при температурі 100°C . Отримують продукт, у якому масове

співвідношення карбонату кальцію до карбамідоформальдегідної смоли складає $1:1$.

Приклад 2. Аналогічно прикладу 1, але беруть реагенти у іншому співвідношенні. Готують розчин неорганічної солі кальцію, наприклад, хлориду кальцію з концентрацією $0,5\text{ моль/л}$ (по іонах Ca), для чого розчиняють у воді $55,5\text{ г}$ CaCl_2 , об'єм розчину доводять до 1000 мл . Заливають 75 мл цього розчину у реактор з мішалкою та водяним холодильником, додають $1,5\text{ г}$ карбаміду, $2,3\text{ мл}$ 37% -ого формаліну, доводять pH до 2 за допомогою соляної кислоти і перемішують при температурі 70°C протягом двох годин. Після цього додають розчин карбонату натрію, отриманий розчиненням у воді 53 г карбонату натрію та доведенням об'єму розчину до 1 л . Отриманий продукт фільтрують, сушать при температурі 100°C . Співвідношення карбонату кальцію до полімеру складає $2:1$ по масі.

В результаті описаних прикладів отримують легкорозсіпчастий високодисперсний білий порошок з частинками округлої форми розміром $2-6\text{ мкм}$.

Порошок КФС з частками карбонату кальцію на поверхні, отриманий таким способом, можна використовувати у виробництві пластмас, паперу, полімерів, шинної промисловості.