



УКРАЇНА

(19) UA (11) 18127 (13) U  
(51) МПК (2006)  
C01B 25/38 (2006.01)  
C01B 25/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОЛІФОСФАТУ АМОНІЮ, ТЕРМОСТАБІЛІЗОВАНОГО ПОЛІФОСФАТОМ МЕЛАМІНУ

1

(21) u200605970  
(22) 30.05.2006  
(24) 16.10.2006  
(46) 16.10.2006, Бюл. № 10, 2006 р.  
(72) Мельник Ольга Василівна, Нелюбін Борис Вікторович, Нестеров Микола Іванович, Шелудько Ганна Борисівна  
(73) ВІДКРИТЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО "НАУКОВО-ВИРОБНИЧЕ ОБ'ЄДНАННЯ "ІОДОБРОМ"  
(57) Спосіб одержання висококонденсованого поліфосфату амонію ланцюгової будівлі, що включає нагрівання суміші, що містить сечовину та ортофосфат амонію при їхніх співвідношеннях (1-1,2):1

2

відповідно при температурі 270-300°C в присутності поліфосфату амонію, і наступне подрібнення продукту, при цьому суміш ортофосфату амонію і сечовини подають на шар поліфосфату амонію, який **відрізняється** тим, що з метою збільшення ступеня конденсації поліфосфату амонію, підвищення його термостабільності, зниження сумарних витрат початкової сировини на одиницю готового продукту, частина сечовини замінюється на меламін, а процес ведеться при мольному співвідношенні ортофосфат амонію:сечовина: меламін=1:(0,5-0,9):(0,2-0,1).

Корисна модель відноситься до способу одержання висококонденсованого поліфосфату амонію, що є основним компонентом покриттів, що случуються, і що застосовується для зниження горючості полімерів різних класів.

Основною характеристикою висококонденсованого поліфосфату амонію є ступінь його поліконденсації, і відповідно термічна стійкість. Чим вище значення цих показників, тим більша область його застосування.

Відомий спосіб одержання водонерозчинного поліфосфату амонію ланцюгового типу з еквімолярних кількостей ортофосфату амонію і пентаоксиду фосфору в присутності аміаку при температурі від 170°C до 350°C при постійному перемішуванні і дробленні та установка для здійснення цього способу [US5139758].

Недоліками цього способу є складність при використанні P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> і багатостадійність.

Відомий спосіб одержання поліфосфату амонію, що включає змішування ортофосфату амонію із сечовиною, термічну дегідратацію отриманої суміші при 270-300°C протягом 0,5-2 годин в атмосфері аміаку. Вихідні продукти беруть у мольному співвідношенні 1:1-1,2 і в суміш додають поліфосфат амонію в кількості 0,8-1,4 вагових частин на 1 вагову частину суміші [SU710927].

Недоліком цього способу є те, що продукт, що

одержують, містить велику кількість низькомолекулярного поліфосфату амонію і, відповідно, має обмежену область застосування.

Найбільш близьким по технічній сутності та результату, що досягається, є спосіб одержання висококонденсованого фосфату амонію ланцюгової будови, що включає нагрівання суміші, яка містить сечовину й ортофосфат амонію при їхньому співвідношенні (1-1,2):1 відповідно і температурі 270-300°C в присутності поліфосфату амонію та наступне подрібнення продукту. Суміш ортофосфату амонію і сечовини подають на шар поліфосфату амонію [RU2118940].

Істотним недоліком цього способу є невисокий ступінь конденсації отриманого поліфосфату амонію, частка низькомолекулярних водорозчинних поліфосфатів амонію в готовому продукті складає 34,7%, що також знижує термостабільність і обмежує область застосування одержуваного продукту.

Технічною задачею способу, що заявляється, є збільшення ступеня поліконденсації кінцевого продукту поліфосфату амонію, відповідно підвищення температури початку термічного розкладу висококонденсованого поліфосфату амонію, зниження сумарних витрат початкової сировини на одиницю готового продукту, а також можливість зміни співвідношення фосфор: азот у готовому продукті, що дозволить розширити область його

(13) U  
(11) 18127  
(19) UA

застосування.

Поставлена мета досягається заміною частини сечовини на меламін, як більш ефективний термостабільний компонент.

Запропонований спосіб характеризується як відомими ознаками:

- подача суміші сечовина:ортоамонійфосфат на шар поліфосфату амонію;
- нагрівання суміші ведеться при температурі 270-300°C;
- так і новою ознакою:

- частина сечовини замінюється на меламін і процес ведеться при мольному співвідношенні ортофосфат амонію:сечовина:меламін=1:(0,5-0,9):(0,2-0,1).

Запропонований нами спосіб одержання висококонденсованого поліфосфату амонію ланцюгової будови, термостабілізованого поліфосфатом меламіну полягає в наступному.

Суміш, що містить ортофосфат амонію, сечовину і меламін у мольному співвідношенні 1:(0,5-0,9):(0,2-0,1) відповідно, дозують у поліфосфат амонію, нагрітий до температури 270-300°C при постійному перемішуванні і вивантаженні частини готового продукту з наступним подрібненням останнього. Процес термічної дегідратації ведуть у реакторі-змішувачі, що обігрівается, із двома Z-образними лопатями і реверсивним розвантажувальним шнеком.

Доцільність обраних інтервалів мольних співвідношень пояснюється наступним. При зниженні частки меламіну нижче 0,1 знижується вихід готового продукту, росте частка низькоконденсованих поліфосфатів амонію, відповідно знижується температура початку термічного розкладу готового продукту. Використання надлишкової кількості меламіну вище 0,2 економічно недоцільно і веде

до утворення ряду похідних меламіну, що знижують зміст фосфору в кінцевому продукті. Термостабільність при цьому не збільшується, що свідчить з даних термогравіметричного аналізу (Таблиця).

Спосіб, що заявляється, проілюстрований наступним прикладом:

8кг суміші, що містить ортофосфат амонію в кількості 5,24кг, сечовини 2,19кг і 0,57кг меламіну (мольне співвідношення 1:0,8:0,1 відповідно) подають зі швидкістю 1кг/годину на шар поліфосфату амонію (8кг), нагрітий до 280°C при постійному перемішуванні. Потім частину продукту вивантажують, а в залишену частину поліфосфату амонію дозують нову порцію суміші ортофосфату амонію, сечовини та меламіну. В результаті одержують продукт, що містить  $P_2O_5=64,98\%$ ,  $N_{\text{заг.}}=17,53\%$ ,  $N_{\text{акт.}}=13,69\%$ , рН 10% водяної суспензії 6,0, ступінь конденсації >1000. При необхідності продукт подрібнюють. Результати інших дослідів зведені в Таблиці.

Застосування запропонованого способу дозволить знизити сумарні витрати початкової сировини на одиницю готового продукту висококонденсованого поліфосфату амонію, збільшити ступінь його конденсації та термічну стабільність. Це дозволить використовувати наш продукт для зниження горючості не тільки поліуретанів, поліолефінів, у складі для ненасичених поліефірів, фенольних, епоксидних смол, але і для таких класів полімерів, що вимагають застосування антипіренів з підвищеною термостабільністю, як АБС-пластики і полістирол та ін.

Крім того, безперервність процесу дозволяє знизити енерговитрати і підвищити економічні показники запропонованого способу.

Таблиця

№	Мольне співвідношення початкових реагентів			Вміст $P_2O_5$ , % (P, %)	Вміст N, %		P/N	Витрати маси в інтер- валах температур, %			Ступінь перетворення початкової сировини в готовий продукт, %
	Ортофос- фат амонію	Сечо- вина	Мела- мін		Загальний	Активний		120- 250°C	250- 300°C	300- 350°C	
1	1	1,1	-	70,11 (30,61)	15,19	13,82	2,02	0,9	0,3	2,1	57,00
2	1,0	1,0	-	73,18 (31,95)	14,43	14,43	2,21	0,8	0,3	1,5	55,48
3	1,0	0,9	0,1	65,38 (28,55)	18,49	14,62	1,54	0,8	0,2	1,0	58,08
4	1,0	0,8	0,1	64,98 (28,37)	17,53	13,69	1,62	0,9	0,1	0,9	63,00
5	1,0	0,6	0,2	58,45 (25,52)	19,98	13,07	1,28	1,0	0,2	1,5	68,65
6	1,0	0,5	0,2	58,12 (25,38)	19,12	12,24	1,33	1,7	0,3	3,0	68,94
7	1,0	-	0,4	48,20 (21,05)	22,18	10,78	0,95	1,5	0,3	3,8	85,90