(19) **RU** (11) **2 010 807** (13) **C1**

(51) МПК[5] **C 08 G 12/12**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 4613051/05, 07.12.1988

(30) Приоритет: DE/08.12.87/3741438

(30) Приоритет: 08.12.1987 DE 87 3741438

(46) Дата публикации: 15.04.1994

(71) Заявитель:
Вольф Дитрих Шеллхорн[DE]

(72) Изобретатель: Вольф Дитрих Шеллхорн[DE]

(73) Патентообладатель:
Вольф Дитрих Шеллхорн[DE]

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЭКЗОТЕРМИЧЕСКИ ОТВЕРЖДАЮЩЕЙСЯ МОЧЕВИНОФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ

(57) Реферат:

Использование: изобретение может быть использовано для изготовления пеноматериалов, в тех производствах, где требуется ограничение количества сточных вод. Сущность: способ получения отверждающейся мочевиноформальдегидной смолы путем конденсации мочевины и параформальдегида в присутствии щелочи, аммиака или гуанидинового основания предполагает проведение конденсации в две стадии: на первой стадии мочевина и формальдегид исользуют в мольном соотношении 0,5 : 1,7 - 2,2 при pH 9 - 11, в течение 15 - 70 мин при кипении реакционной массы, а на второй стадии добавляют такое же количество мочевины и проводят конденсацию при 110 - 111С в течение 105 - 130 мин, причем перед второй стадией на 310 мас. ч. мочевины добавляют 20 - 30 мас. ч. метанола, а также 5 - 8 моля дициандиамида и/или бензогуанамина.

RU 2010807 C1

RU 2010807 C1

(19) **RU** (11) **2 010 807** (13) **C1**

(51) Int. Cl.[5] **C 08 G 12/12**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 4613051/05, 07.12.1988

(30) Priority: DE/08.12.87/3741438

(30) Priority: 08.12.1987 DE 87 3741438

(46) Date of publication: 15.04.1994

(71) Applicant:
VOL'F DITRIKH SHELLKHORN[DE]

(72) Inventor: VOL'F DITRIKH SHELLKHORN[DE]

(73) Proprietor:
VOL'F DITRIKH SHELLKHORN[DE]

(54) PROCESS OF PRODUCING HIGHLY EXOTHERMIC SOLIDIFIED UREA-FORMALDEHYDE RESIN

(57) Abstract:

FIELD: chemical industry; production of foam materials. SUBSTANCE: new technique of producing solidified urea-formaldehyde resin by condensation of urea and paraformaldehyde in the presence of alkali, ammonia or guanidine base prescribes conducting condensation in two stages. At the first stage, urea and formaldehyde were used in molar ratio of 0.5 : 1.7 to 2.2 at pH value within 9 to 11 during 15 to 70 min with reaction mass boiling. In the second phase, the same amount of urea was added and condensation was conducted at temperature of 110 to 111 C during 105 to 130 min. Prior to the actual start of the second stage, 20 to 30 parts by mass of methanol and 5 to 80 mmol dicyanodiamide and/or benzoguanamine were added to 310 parts by mass of urea. EFFECT: advanced process of producing foam materials.

RU 2010807 C1

RU 2010807 C1

Изобретение относится к получению высокоэкзотермически отверждающейся мочевиноформальдегидной смолы конденсацией мочевины и формальдегида в щелочной среде.

Известен способ получения высокоэкзотермически отверждающейся мочевиноформальдегидной смолы, которые можно использовать для изготовления пеноматериалов.

В этом способе используется конденсация мочевины с формальдегидом в щелочной среде, в присутствии NaOH и NH_3 или гаунидинового основания и, в случае необходимости, NH_3, при температуре конденсации от 80 до 105°С, продолжительности конденсации от 2 до 4 ч, предпочтительно от 2,5 до 3,5 ч, с последующим концентрированием в вакууме при 75-100°С содержащегося твердого вещества.

При этом описанном способе концентрирование в вакууме необходимо; естественно, при этом получаются большие количества сточных вод, создающих нагрузку для окружающей среды.

Этот способ является удовлетворительным для многочисленных областей применения.

Однако для особых областей применения необходимо работать с ограниченными количествами сточных вод.

В основе изобретения лежит задача получения мочевиноформальдегидных смол, которые можно изготовить с ограниченными количествами или полным отсутствием сточных вод и которые при этом не оказывают вредного влияния на окружающую среду, при сохранении желательных выходных средств продукта и способа, например свойств вспенивания.

Эту задачу в случае мочевиноформальдегидной смолы вышеназванного вида решают получением смолы:

a) конденсацией: в первой стадии конденсации (I) 1,7-2,2 моль формальдегида в форме твердого параформальдегида, в исключительно щелочной среде, при регулирующейся начальной величине pH 9-11;

b) в присутствии 1-10 ммоль NaOH и 10-80 ммоль NH_3 или в присутствии 2,5-50 ммоль гуанидного основания и 0-80 ммоль NH_3 на 1 моль формальдегида;

c) при температуре конденсации (I) 110-111°С;

d) при продолжительности конденсации (I) от 10 до 100 мин, предпочтительно от 15 до 70 мин.

e) с последующей добавкой во второй стадии конденсации, предпочтительно 0,5 моль мочевины,

f) при температуре конденсации (II) от 10 до 120°С,

g) при дальнейшей продолжительности конденсации (II) от 1,5 до 5 ч.

Особые варианты осуществления отличающиеся тем, что перед, во время или после конденсации (I и/или II) добавляют углеводы или продукты их термического разложения, что перед, во время или после конденсации (I и/или II), однако, предпочтительно перед конденсаций добавляют цианамид или дициандиамид и/или бензогуанамин в количествах от 5 до 80 ммоль на 1 моль мочевины.

Мочевиноформальдегидные смолы, полученные по способу изобретения, при воздействии огня или теплоты излучения образуют сильно вспенивающийся угольный защитный слой.

Применение волн высокой частоты вызывает более быструю и более равномерную сушку пенопласта; тем самым сильно снижают или совсем избегают опасности образования трещин в результате усадки.

Настоящее изобретение наряду с безопасностью для окружающей среды и с ограниченными или устраненными проблемами сточных вод дает еще преимущества более высокой мощности получения на единицу объема реактора, сниженных затрат на способ и установку по причине упразднения концентрирования в вакууме и экономических усовершенствований, т. е. более благоприятное получение с точки зрения затрат.

Пример 1, состав, мас. ч. : Мочевина 310 Дициандиамид 20 Бензогуанамин 230 Вода 45 Метанол 30 NaOH 1,7 Гуанидинкарбонат 38 Параформальдегида 95% -ный 584

Концентрация I продолжается 15 мин при температуре около 103°С.

Проводят добавку 310 мас. ч. мочевины. Концентрация II продолжается 1 ч 45 мин при 111°С.

Общая продолжительность конденсации составляет 2 ч. Полученная смола имеет вязкость η= 75 дцП при 20°С и реактивность 36,5°С.

П р и м е р 2. Состав, мас. ч. : Мочевина 310 Дициандиамид 20 Бензогуанамин 20 NH_3 25% -ный 45 Метанол 30 NaOH 2,7 Параформальдегид 95% -ный 584

Конденсация I продолжается 20 мин при температуре около 103°С.

Проводят добавку 310 мас. ч. мочевины.

Конденсация II продолжается 1 ч 50 мин при температуре 110°С.

Полученная смола имеет вязкость η= 34 дцП при 20°С и реактивность 36,5°С.

П р и м е р 3. Состав, мас. ч. : Мочевина 310 Дициандиамид 20 Бензогуанамин 20 NH_3 33% -ный 18 Метанол 30 Гуанидиновое основание 15 NaOH 1 Параформальдегид 95% -ный 584

Концентрация I продолжается 20 мин. Проводят добавку 319 мас. ч. мочевины.

Концентрация II продолжается 2 ч 10 мин. Полученная смола имеет вязкость η= 220 дцП при 20°С и реактивность 29,5°С.

П р и м е р 4. Состав, мас. ч. : Мочевина 310 Дициандиамид 20 Гуанидиновое основание 32% -ное 30 Метанол 20 Параформальдегид 96% -ный 602

Конденсация I продолжается 50 мин. Проводят добавку 602 мас. ч. параформальдегида 96% -ного и 316 мас. ч. мочевины.

Конденсация II продолжается 2 ч 40 мин. Полученная смола имеет вязкость η= 140 дцП при 25°С и реактивность 44°С.

П р и м е р 5. Состав, мас. ч. : Мочевина 310 Дициандиамид 20

RU 2010807 C1

RU 2010807 C1

Гуанидиновое основа- ние 32% -ное 30
Параформальдегида 96% -ный 602

Конденсация I продолжается 50 мин. Проводят добавку 316 мас. ч. мочевины. Конденсация II продолжается 2 ч 10 мин. Охлаждение смолы до 80-50°С. Затем демпфирование смесью приблизительно 3,5 мас. ч. H_3PO_4 85% -ной, 12 мас. ч. гликоля. Полученная смола имеет вязкость η= 205 дцП при 25°С и реактивность 43°С. (56) Европейский патент N 0066233, кл. С 08 G 12/12, 1983.

Формула изобретения:

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЭКЗОТЕРМИЧЕСКИХ ОТВЕРЖДАЮЩЕЙСЯ МОЧЕВИНОФОРМАЛЬДЕГИДНОЙ СМОЛЫ для изготовления вспененных материалов путем конденсации мочевины с формальдегидом в присутствии щелочи, аммиака или гуанидинового основания, отличающийся тем, что формальдегид используют в виде параформальдегида, а конденсацию проводят в две стадии - на первой стадии мочевину с формальдегидом конденсируют при их молярном соотношении соответственно 0,5 : 0,7 - 2,2 при pH 9 - 11, в течение 15 - 70 мин при кипении реакционной массы, а на второй стадии добавляют такое же количество мочевины и продолжают конденсацию при 110 - 111°С в течение 105 - 130 мин, причем перед второй стадией на 310 мас. ч. мочевины добавляют 5 - 80 ммоль дициандиамида и/или бензогуанамина.

RU 2010807 C1

RU 2010807 C1