



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00277**

(22) Data de depozit: **31.03.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.04.2014** BOPI nr. **4/2014**

(41) Data publicării cererii:  
**29.01.2010** BOPI nr. **1/2010**

(73) Titular:  
• **PĂTRAȘCU MARIANA,**  
*STR.GĂRII DE NORD NR.2, BL.C, SC.3,*  
*AP.81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;*  
• **KUMBAKISAKA**  
**SYLVIU-AMUNDALA-RENAUD,**  
*ȘOS. NICOLAE TITULESCU NR.94, BL.14*  
*A, SC.4, AP.171, SECTOR 1, BUCUREȘTI,*  
*B, RO*

(72) Inventatori:  
• **PĂTRAȘCU MARIANA,**  
*STR.GĂRII DE NORD NR.2, BL.C, SC.3,*  
*AP.81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;*  
• **KUMBAKISAKA**  
**SYLVIU-AMUNDALA-RENAUD,**  
*ȘOS. NICOLAE TITULESCU NR.94, BL.14 A,*  
*SC.4, AP.171, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,*  
*RO*

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**US 5951831 A; JPH 0959009 A**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A POLIFOSFAȚILOR UTILIZAȚI  
CA SUBSTANȚE IGNIFUGE**



# RO 125157 B1

1 Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere polifosfaților utilizați ca  
substanțe ignifuge, prin metode neconvenționale, în câmp de microunde, prin expunerea la  
3 radiații electromagnetice și radiații ionizante.

5 Sunt cunoscute mai multe procedee de obținere a substanțelor ignifuge pe bază de  
polifosfați, printr-o varietate de mecanisme și configurații de echipamente (**US 6153544**,  
**US 5912196**, **US 6153544**).

7 Aceste metode prezintă o serie de dezavantaje, cum ar fi:

- 8 - timp de reacție foarte lung;
- 9 - timp de operare adiționali până la atingerea parametrilor de reacție;
- 10 - utilizarea unor surse poluante pentru inițierea reacțiilor;
- 11 - apariția produșilor de reacție secundari, ceea ce implică costuri ridicate ale  
operațiilor suplimentare pentru atingerea parametrilor de calitate impuși;
- 12 - obținerea unor produși cu domeniu larg de distribuție moleculară;
- 13 - impunerea unor condiții de operare restrictive din punct de vedere al temperaturii  
și presiunii;
- 14 - spațiu de producție mare;
- 15 - număr mare de personal calificat pentru supravegherea procesului;
- 16 - necesitatea introducerii unor operații finale de stabilizare și pregătire a acestora  
19 pentru stocare.

20 Problema tehnică pe care o rezolvă prezenta invenție este aceea de a realiza un pro-  
cedeu de obținere a polifosfaților utilizați ca substanțe ignifuge, prin metode neconvenționale  
de sinteză.

23 Obiectul invenției este un procedeu de obținere a sărurilor acidului polifosforic, printr-un  
proces discontinuu sau continuu de policondensare, în care amestecul inițial de reacție se  
25 introduce, într-o primă etapă, în vasul de reacție pentru etapa de neutralizare, după care are  
loc etapa de policondensare la temperatură și presiune controlate. Amestecul de reacție conține:  
27 acid fosforic (soluție apoasă), baze organice și/sau anorganice, catalizator.

28 Prin aplicarea invenției, se înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că pro-  
cedeu cuprinde următoarele etape:

30 - neutralizarea acidului fosforic sub formă de soluție apoasă prin adăugarea, în canti-  
tate stoichiometrică, a unei baze selectate dintre soluție apoasă de amoniac, hidroxid de  
31 sodiu, hidroxid de potasiu, amine alifaticе și/sau aromatice, diamine primare sau secundare,  
32 diimine, amide, hidrazine, hidrazide, semicarbazite, dicianamide, semicarbazone și  
guanidine;

34 - policondensarea sării obținute la o temperatură cuprinsă între 115 și 160°C, o putere  
maximă a câmpului de microunde de 1,4 kW la 2450 MHz, timp de 90...200 min.

36 Prin aplicarea procedeeului conform invenției, se obțin următoarele avantaje:

- 37 - procedeu este nepoluant;
- 38 - timp de reacție foarte scăzut;
- 39 - încălzirea rapidă până la temperatura de operare;
- 40 - timp tehnologici scăzuți de pregătire a instalației;
- 41 - controlul rapid și viteza mare a procesului;
- 42 - distribuția uniformă a căldurii, fără pierderi de căldură (prin inversarea gradientului  
de temperatură);
- 43 - design modular flexibil;
- 44 - reducerea spațiului de lucru;
- 45 - ușurința automatizării procesului;
- 46 - concept inteligent de service și întreținere;

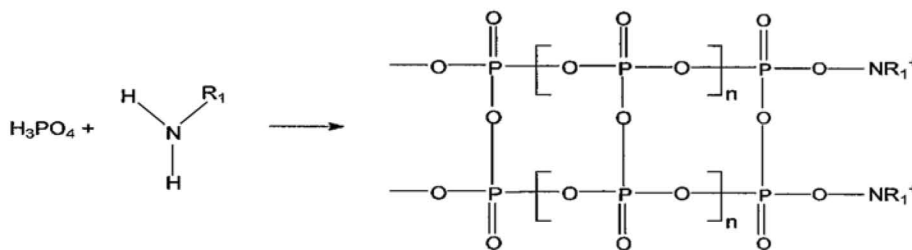
# RO 125157 B1

|  |    |
|--|----|
| - nu apar reacții secundare;   | 1  |
| - se obține un produs cu domeniu controlat al masei moleculare medii;  |    |
| - proprietăți fizico - chimice controlabile și reproductibile ale produsului (US 5951831).   | 3  |
| Vasul de reacție constă dintr-un reactor chimic echipat cu sistem de agitare tip ancoră, condensator de reflux, sistem de introducere a gazului inert, serpentină de răcire, termocuplu, sondă pentru măsurarea presiunii, conector de vid, sursă de inițiere cu radiații ionizante (fascicul de electroni, raze $\gamma$ , raze X, particule $\alpha$ ) și/sau radiații electromagnetice (ultrasunete, microunde), sistem de răcire - recirculare a apei din serpentina de răcire și din condensatorul de reflux, și sistem de alimentare a amestecului de reacție.   | 5  |
| Exemple de baze anorganice utilizate sunt următoarele: baze anorganice, cum ar fi amoniac (soluție apoasă), hidroxid de sodiu, hidroxid de potasiu; baze organice, cum ar fi amine alifatiche și/sau aromatice, diamine primare sau secundare, diimine, amide, hidrazine, hidrazide, semicarbazide, diciandiamide, semicarbazone, guanidine (WO/2003/064383A2).  | 7  |
| Aceste săruri se pot obține prin încălzirea amestecului de reacție neutralizat, timp de 2 h, până la temperatura de 150°C și presiune atmosferică. După atingerea acestei temperaturi, reacția se consideră terminată, iar amestecul se răcește, convectiv, până la temperatura de 35...45°C. Produsul se golește din vasul de reacție, se lasă să se răcească la temperatura camerei, 15...20°C, timp de 8 h, după care produsul se macină, se sitează și se ambalează.   | 9  |
| Se prezintă în continuare 5 exemple de aplicare a prezentei invenții.  | 11 |
| <b>Exemplul 1.</b> Într-un reactor chimic cu microunde tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică și sistem automat de control al presiunii și al temperaturii, se introduc reactanții, cu ajutorul unui sistem de dozare automat, astfel:  | 13 |
| I) Reacția de neutralizare   | 15 |
| Se introduc în vasul de reacție 10 kg acid fosforic, soluție apoasă (85%), peste care se picură soluția de amoniac, în raport stoichiometric, până la atingerea punctului de neutralitate, cu controlul strict al temperaturii, astfel încât aceasta să nu depășească valoarea de 70...90°C.   | 17 |
| II) Reacția de policondensare  | 19 |
| După încheierea fazei de neutralizare, se pornesc, treptat, sursele de microunde, și se ridică temperatura mediului de reacție până la valoarea de 130...160°C, timp de 120 min, la o putere maximă de microunde de 1,4 KW și o frecvență de 2450 MHz, prin eliminarea continuă a apei din sistem, cu ajutorul condensatorului de reflux. Această temperatură este menținută timp de 30 min, până la definitivarea reacției. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție până la temperatura de 35...45 °C. Se descarcă produsul sub forma unui lichid vâscos și se lasă să se răcească la temperatura camerei, timp de 8 h, după care se macină, se sitează și se ambalează în vase etanșe, ferite de umiditate. | 21 |
| <b>Exemplul 2.</b> Într-un reactor chimic cu microunde tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică și sistem automat de control al presiunii și al temperaturii, se introduc reactanții cu ajutorul unui sistem de dozare automat, astfel:   | 23 |
| III) Reacția de neutralizare   | 25 |
| Se introduc în vasul de reacție 10 kg acid fosforic soluție apoasă (85%), peste care se picură amină primară sau secundară, de tip $\text{NH}_2\text{R}_1$ , în raport stoichiometric, până la atingerea punctului de neutralitate cu controlul strict al temperaturii, astfel încât aceasta să nu depășească valoarea de 70...90°C.   | 27 |
| IV) Reacția de policondensare  | 29 |
| După încheierea fazei de neutralizare, se pornesc treptat sursele de microunde, și se ridică temperatura mediului de reacție până la valoarea de 120...160°C, timp de 100 min, la o putere maximă de microunde de 1,4 KW și o frecvență de 2450 MHz, prin eliminarea continuă a apei din sistem, prin intermediul condensatorului de reflux. Această temperatură   | 31 |

# RO 125157 B1

este menținută timp de 30 min, până la definitivarea reacției. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție până la temperatura de 35...45°C. Se descarcă produsul sub forma unui lichid vâcos și se lasă să se răcească la temperatura camerei timp de 8 h, după care se macină, se sitează și se ambalează în vase etanșe, ferite de umiditate.

Procesul de policondensare decurge conform reacției chimice, unde  $RT = H, C_{1-6}$



**Exemplul 3.** Într-un reactor chimic cu microunde tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și al temperaturii, se introduc reactanții cu ajutorul unui sistem de dozare automat, astfel:

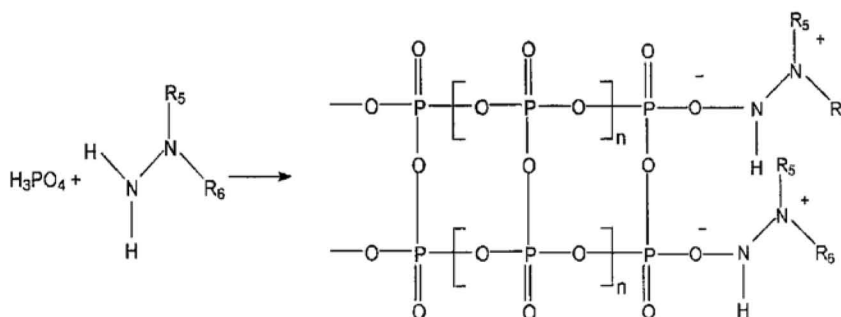
## V) Reacția de neutralizare

Se introduc în vasul de reacție 10 kg acid fosforic soluție apoasă (85%), peste care se picură hidrazină de tip  $N_2H_2R_5R_6$  în raport stoichiometric, până la atingerea punctului de neutralitate, cu controlul strict al temperaturii, astfel încât aceasta să nu depășească valoarea de 70...90°C.

## VI) Reacția de policondensare

După încheierea fazei de neutralizare, se pornesc treptat sursele de microunde, și se ridică temperatura mediului de reacție până la valoarea de 120...150°C timp de 90 min, la o putere maximă de microunde de 1,4 KW și o frecvență de 2450 MHz, prin eliminarea continuă a apei din sistem prin intermediul condensatorului de reflux. Aceasta temperatură este menținută timp de 30 min, până la definitivarea reacției. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție până la temperatura de 35...45°C. Se descarcă produsul sub formă unui lichid vâcos și se lasă să se răcească la temperatura camerei timp de 8 h, după care se macină, se sitează și se ambalează în vase etanșe, ferite de umiditate.

Procesul de policondensare decurge conform reacției chimice, unde  $R_{5,6} = H, C_{1-6}$



**Exemplul 4.** Într-un reactor chimic cu microunde tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și al temperaturii, se introduc reactanții cu ajutorul unui sistem de dozare automat, astfel:

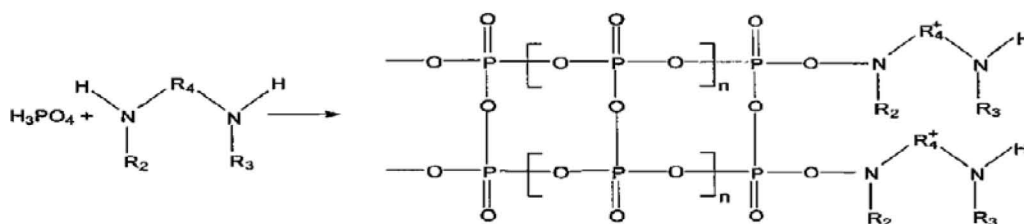
## VII) Reacția de neutralizare

Se introduc în vasul de reacție 10 kg acid fosforic soluție apoasă (85%), peste care se picură diamină de tip  $N_2H_2R_2R_3R_4$  în raport stoichiometric, până la atingerea punctului de neutralitate cu controlul strict al temperaturii, astfel încât aceasta să nu depășească valoarea de 70...90°C.

VIII) Reacția de policondensare

După încheierea fazei de neutralizare, se pornesc treptat sursele de microunde, și se ridică temperatura mediului de reacție până la valoarea de 120...160°C, timp de 100 min, la o putere maximă de microunde de 1,4 KW și o frecvență de 2450 MHz, prin eliminarea continuă a apei din sistem prin condensatorul de reflux. Această temperatură este menținută timp de 30 min, până la definitivarea reacției. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție până la temperatura de 35...45°C. Se descarcă produsul sub forma unui lichid vâcos și se lasă să se răcească la temperatura camerei timp de 8 h, după care se macină, se sitează și se ambalează în vase etanșe, ferite de umiditate.

Procesul de policondensare decurge conform reacției chimice, unde  $R_{2,3,4} = H, C_{1-6}$



**Exemplul 5.** Într-un reactor chimic cu microunde tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și al temperaturii, se introduc reactanții cu ajutorul unui sistem de dozare automat, astfel:

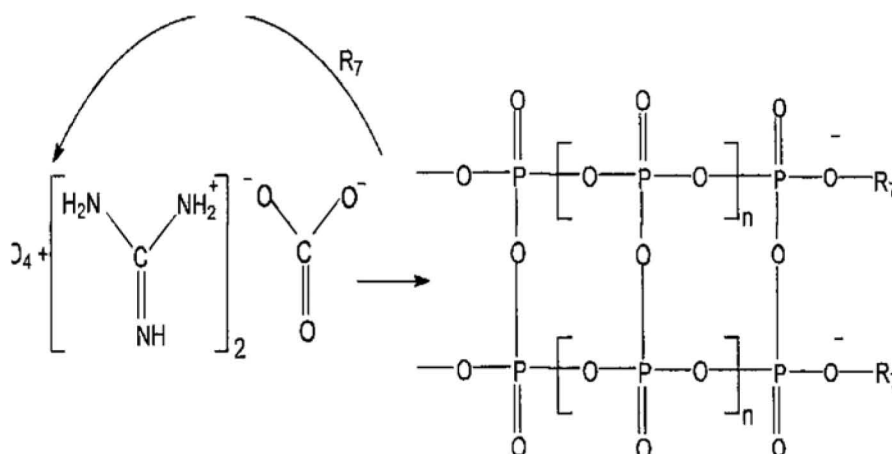
IX) Reacția de neutralizare

Se introduc în vasul de reacție 10 kg acid fosforic soluție apoasă (85%), peste care se picură guanidina de tip  $N_3CH_5CO_3$  în raport stoichiometric, până la atingerea punctului de neutralitate cu controlul strict al temperaturii, astfel încât aceasta să nu depășească valoarea de 70...90°C.

X) Reacția de policondensare

După încheierea fazei de neutralizare, se pornesc, treptat, sursele de microunde, și se ridică temperatura mediului de reacție până la valoarea de 120...160°C, timp de 100 min, la o putere maximă de microunde de 1,4 KW și o frecvență de 2450 MHz, prin eliminarea continuă a apei din sistem prin condensatorul de reflux. Această temperatură este menținută timp de 30 min, până la definitivarea reacției. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție până la temperatura de 35...45°C. Se descarcă produsul sub forma unui lichid vâcos și se lasă să se răcească la temperatura camerei timp de 8 h, după care se macină, se sitează și se ambalează în vase etanșe, ferite de umiditate.

Procesul de policondensare decurge conform reacției chimice:



## Revendicări

1

3

1. Procedeu de obținere a polifosfaților utilizați ca substanțe ignifuge, în câmp de microunde, prin tratarea acidului fosforic cu baze neutralizante, printr-un procedeu în vas deschis, **caracterizat prin aceea că** acesta cuprinde următoarele etape:

5

7

- neutralizarea acidului fosforic sub formă de soluție apoasă prin adăugarea, în cantitate stoichiometrică, a unei baze selectate dintre soluție apoasă de amoniac, hidroxid de sodiu, hidroxid de potasiu, amine alifaticе și/sau aromatice, diamine primare sau secundare, diimine, amide, hidrazine, hidrazide, semicarbazite, dicianamide, semicarbazone și guanidine;

11

- policondensarea sării obținute la o temperatură cuprinsă între 115 și 160°C, o putere maximă a câmpului de microunde de 1,4 kW la 2450 MHz, timp de 90...200 min.

13

2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** procedeul poate fi realizat continuu sau discontinuu.

15

3. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** procedeul poate fi realizat în sistem discontinuu, în vas deschis, la presiune normală, sub vid sau în atmosferă inertă.

17

