

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
ПИИИ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

International Scientific Journal Theoretical & Applied Science

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2021 Issue: 10 Volume: 102

Published: 15.10.2021 <http://T-Science.org>

QR – Issue



QR – Article



A.A. Orazbaeva

Institute of General and Inorganic Chemistry
Ph.D., Associate Professor, Senior Researcher of the Laboratory "Nitrogen Complex Fertilizers and Stimulants", Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan, Tashkent, Republic of Uzbekistan

B.X. Kucharov

Institute of General and Inorganic Chemistry
Doctor of Technical Sciences, Head of the Laboratory "Nitrogen Complex Fertilizers and Stimulants", Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan, Tashkent, Republic of Uzbekistan

B.S. Zakirov

Institute of General and Inorganic Chemistry
Doctor of Technical Sciences, Professor, Chief Researcher, Laboratory "Nitrogen Complex Fertilizers and Stimulants", Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan, Tashkent, Republic of Uzbekistan

M.V. Yunusova

Institute of General and Inorganic Chemistry
Laboratory assistant, Laboratory "Nitrogen Complex Fertilizers and Stimulants", Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan, Tashkent, Republic of Uzbekistan

Z.K. Djumanova

KSU named after Berdakh
Candidate of Technical Sciences, Associate Professor,
Department of Physical and Colloidal Chemistry, Nukus

S.U. Usmanov

JSC «Institute of Chemical Sciences named after A.B. Bekturov»
Doctoral student, Republic of Kazakhstan, Almaty

N.N. Yeserkeeva

JSC «Institute of Chemical Sciences named after A.B. Bekturov»
Doctor of Technical Sciences, Professor, Head of the laboratory of JSC,
Republic of Kazakhstan, Almaty

STUDY OF THE PROCESS OF OBTAINING UREA-FORMALDEHYDE COMPOUNDS

Abstract: In this article, studied the process of producing urea-formaldehyde compounds, i.e. dimethyl urea. The pH of the suspension was determined to be dependent on the addition of sodium hydroxide, ammonia and the ratios of carbamide to formalin. In all the pH ranges studied, the suspension was found to be very sensitive to the amount of ammonia added. Optimum process parameters of process introduction, in particular, amount of additive provides preparation of suspension with pH value 7.5-8.5 for example with the addition of 3.5 ml of ammonia, pH of suspension reaches up to 8.0 at ratio 1:1.

Key words: dimethylolurea, diffractogram, system, roentgenogram, derivatogram, nomagram, ratio, reactor, solution, fungicide, disinfectant.

Language: Russian

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 1.582	РИИЦ (Russia) = 3.939	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 9.035	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350

Citation: Orazbaeva, A. A., et al. (2021). Study of the process of obtaining urea-formaldehyde compounds. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 10 (102), 516-521.

Soi: <http://s-o-i.org/1.1/TAS-10-102-47> **Doi:**  <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2021.10.102.47>
Scopus ASCC: 1600.

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ МОЧЕВИНО-ФОРМАЛЬДЕГИДНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Аннотация: В работе изучен процесс получения мочевино-формальдегидных соединений т.е. диметилломочевины. Были установлены зависимость рН суспензии от добавки едкого натрия, аммиака и соотношений карбамида с формалином. Установлено, что во всех исследованных диапазонах рН суспензии очень чувствителен к количеству добавленного аммиака. Оптимальные технологические параметры введения процесса, в частности количество добавки обеспечивает получение суспензии с значением рН 7,5-8,5, например при добавлении 3,5 мл аммиака, рН суспензии достигает до 8,0 при соотношении 1:1.

Ключевые слова: диметилломочевина, дифрактограмма, система, рентгенограмма, дериватограмма, номаграмма, соотношение, реактор, раствор, фунгицид, протравитель.

Введение

В качестве протравителей семян применяют ряд разнообразных химических соединений выпускавшиеся ранее неорганические препараты мышьяка и меди в настоящее время заменены органическими соединениями, не содержащий металлы [1]. Такие препараты для предпосевной обработки семян успешно уничтожают возбудителей различных заболеваний растений, полноценно защищают их от инфекции и вредителей, обеспечивают хорошую всхожесть семян. При применении таких препаратов, предназначенных для предпосевной обработки семян, благодаря наличию нескольких действующих веществ в их составе недостаточная эффективность одного действующего вещества с фунгицидной или инсектицидной активностью компенсируется воздействием другого действующего вещества.

В связи с этим, может быть получен высокий эффект при применении таких препаратов, а также достигнуто обеспечение нормального роста и развития растений при предпосевной обработке семян, т.е. такие препараты обладают широким спектром действия.

В республике из производных карбамида синтезированы фурфуролиден - дикарбамид и монофурфурол карбамид, натриевые соли хлопкового сапостока, карбоновые и карболовые кислоты установлена их биологическая активность против заболеваний пыльной и твердой головни, корневой гнили и гоммоза озимой пшеницы и хлопчатника [2, 3].

При разработке комплексно действующих препаратов для предпосевной обработки семян с широким спектром биологической активности представляют интерес мочевино – формальдегидные соединения.

Для расширения спектра действия препаратов на различные вредные объекты, снижения их нормы расхода, продления срока защитного действия и сокращения кратности обработки, уменьшения фитотоксического

действия препаратов на культуры, увеличения полноценной всхожести семян и получения максимального экономического эффекта от применения препаратов для предпосевной обработки семян они должны содержать несколько действующих веществ, в том числе, стимуляторы роста и развития растений, т.е. обладать многофункциональными комплексно-действующими свойствами.

С целью физико-химического обоснования процесса получения мочевино-формальдегидных соединений т.е. диметилломочевины нами были проведены лабораторные эксперименты.

Материалы и методы.

Эксперименты проводили на лабораторной установке, состоящей из стеклянный реактора снабженного мешалкой с электропроводом, помещенного в водяной термостат. Скорость вращения электродвигателя регулировали реостатным устройством и измеряли тахометром ТМ-300Н и электронного реле РТ-230У.

Соединение идентифицировано ИК-спектроскопическим и термогравиметрическим методами физико-химического анализа [4, 5, 6].

Результаты и обсуждение.

В реактор загружали расчетное количество формалина и постепенно к ней подавали карбамид при мольном соотношении карбамид: формальдегид равной 1:2,0:2,2 при температуре 25-35 °С. Полученный мочевино-формальдегидный раствор выдерживали в течение 30-40 мин. До образования метилольных производных карбамида.

Затем в мочевино-формальдегидный раствор добавляли воду до концентрации раствора 50%. Далее к реактору подавали 20%-ный раствор H₂SO₄, измеряя рН раствора. Призначения рН 4,0-4,2 на дно реактора выпадает осадок и пульпу выдерживали в течение 5-7 мин. Далее повышали рН раствора добавляя к нему 1,2,3,4 и 5 мл добавки (40% - NaOH и 25%- NH₃).

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

Были установлены зависимость pH суспензии от добавки (едкого натрия и аммиака) и соотношений карбамида с формалином. Результаты проведенных опытов представлены в виде объемных номограмм (рис.1 и 2).

Из данных рисунка 1. видно, что с повышением добавки NaOH и соотношений карбамида с формалином соответственно

увеличивается pH полученной суспензии. Увеличение значения pH суспензии связано с тем, что при взаимодействии образуется соль диметиллолмочевина $\text{HOCH}_2\text{NHCONHCH}_2\text{OH}$. Поэтому при соотношении 1:1 и 1:2 с повышением добавки от 1 до 5 мл, увеличивается значение pH 8,3 и 8,4 соответственно.

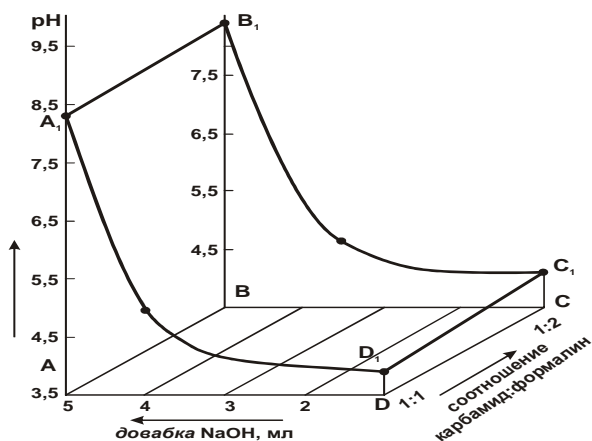


Рис 1. Зависимость изменения pH суспензии от добавки гидроксида натрия и соотношения карбамида с формалином

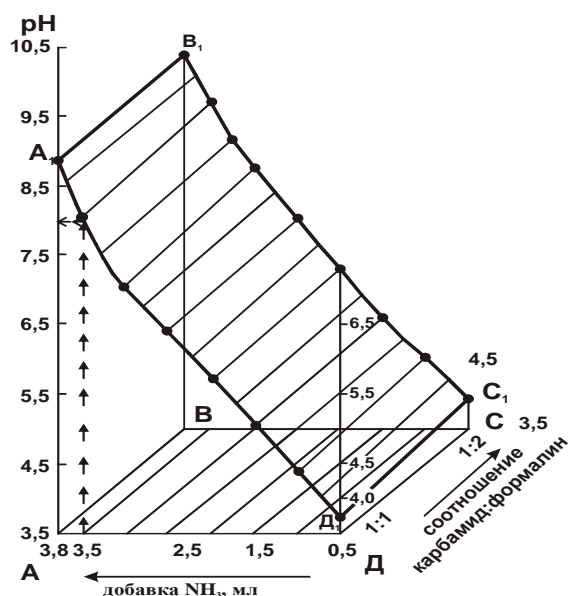


Рис 2. Зависимость изменения pH суспензии от добавки аммиака и соотношения карбамида с формалином.

Как показывали результаты экспериментов во всех исследованных диапазонах pH суспензии очень чувствительно к количеству добавленного аммиака (рис.2). Оптимальные технологические параметры ведения процесса, в частности количество добавки обеспечивает получить суспензии с значением pH 7,5-8,5. например при добавлении 3,5 мл аммиака, pH суспензии достигает до 8,0 при соотношении 1:1.

Ценность объемных номограмм заключается в том, что они позволяют быстро и достаточно точно определить значений pH суспензии при заранее заданных соотношениях карбамида с формалином и количество соответствующей добавки.

Диметиллолмочевина выделены в кристаллическом состоянии и идентифицирована химическим, ИК-спектроскопическим и

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 9.035
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

термогравиметрическим методами физико-химического анализа.

Химический анализ дал следующие результаты:

Найдено, мас. % : C-29,8; N-23,34; O-40,1; H-6,76;

Вычислено для

$\text{HOCH}_2\text{NHCONHCH}_2\text{OH}$, мас. %: C-30,0; N-23,33; O-40,0; H-6,67;

ИК-спектр диметилолмочевины характеризуется сильным поглощением в области 1800–900 cm^{-1} и несколько меньшим в области 700–500 cm^{-1} . Образование водородной связи за счет гидроксильных групп вызывает наибольшее смещение полосы валентного колебания $\nu(\text{OH})$.

В месте узкой полосы валентного поглощения при 3600 cm^{-1} появляется широкая интенсивная полоса в интервале 3400–3200 cm^{-1} .

Полоса поглощения амид – I проявляется в виде двух рефлексов (при 1643 и 1630 cm^{-1}), соответствующих валентным колебаниям $\nu(\text{CO})$ и $\nu(\text{CN})$; полоса поглощения амид – II (при 1585 cm^{-1}) вызвана деформационными колебаниями $\delta(\text{NH})$. В спектре диметилолмочевины нет полос поглощения групп NH_2 при 1606 cm^{-1} – $\delta(\text{NH}_2)$ и 1150 cm^{-1} $\gamma_w(\text{NH}_2)$; при 779 cm^{-1} проявляются только вне плоскостные деформационные колебания группы OH и отсутствуют колебания $\gamma_w(\text{NH}_2)$. В области высоких частот значительную роль играют антисимметричные и симметричные колебания группы OH – $\nu_{\text{as}}(\text{OH})$ и $\nu_{\text{s}}(\text{OH})$ при 3330 и 3275 cm^{-1} . Наибольшее смещение претерпевает полоса поглощения при 1922 cm^{-1} , соответствующая колебаниям $\nu(\text{OH})$. В низкочастотной области спектра скелетным колебаниям отвечает поглощение при 418 cm^{-1} (рис. 3).

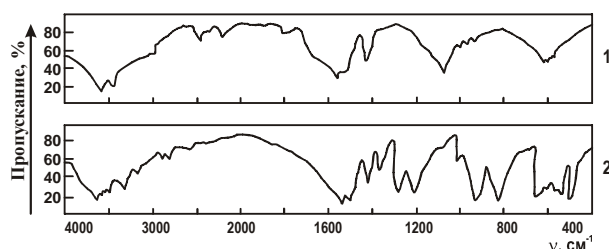


Рис 3. ИК-спектры карбамида (1) и диметилолмочевины (2)

Нагревание диметилолмочевины сопровождается потерей массы и при 106 °C составляет 5%, а при температуре плавления 142 °C – 17 мас. %. Это указывает на то, что при последовательном замещении реакционно-способного атома водорода мочевины на молекулы CH_2O термостабильность олигомеров уменьшается. Расчет потери влаги и сопоставление с экспериментальными данными по кривой ТГ свидетельствуют о том, что процесс конденсации диметилолмочевины начинается в твердой фазе выше 40 °C и продолжается до начала плавления, а именно, до 121 °C, когда

теряется 7,5 мас. % навески. Экзотермические эффекты при 233 и 261 °C соответствуют фазовым превращениям образовавшихся соединений, а потери массы 37 и 49% указывают на разложение и удаление части продуктов распада из зоны реакции. Известно, что при 137–138 °C происходит превращение – расплавленный продукт отщепляет воду и формальдегид затвердевает, переходя в амфотерное вещество, разлагающееся без плавления при температуре 260 °C, что вполне согласуется с полученными нами результатами (рис.4).

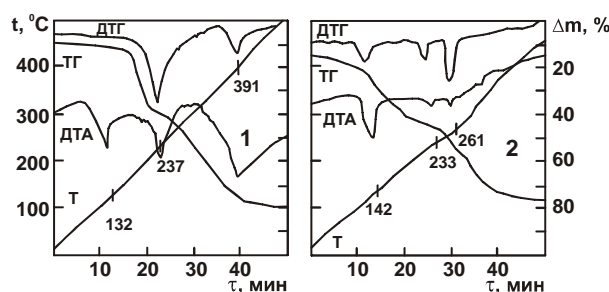


Рис 4. Дериватограмма карбамида (1) и диметилолмочевины (2)

Изучена растворимость диметилолмочевины в воде визуально-политермическим методом [7]. (рис.5).

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
 ISI (Dubai, UAE) = 1.582
 GIF (Australia) = 0.564
 JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
 ПИНЦ (Russia) = 3.939
 ESJI (KZ) = 9.035
 SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
 PIF (India) = 1.940
 IBI (India) = 4.260
 OAJI (USA) = 0.350

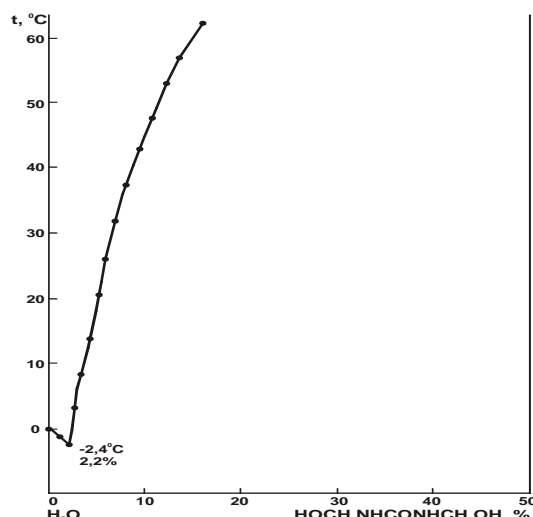


Рис.5 Диаграмма растворимости системы диметилмочевина-вода.

Согласно полученным данным кривые растворимости диметилмочевины в воде характеризуется наличием двух ветвей отвечающих кристаллизации льда и диметилмочевины.

Растворимость диметилмочевины в воде нами изучена при температурах от полного

замерзания растворов до 60 °С. Определены состав и температура кристаллизации 13 фигуративных точек системы. Установлен качественный состав жидкой фазы и соответствующие им равновесных твердых фаз (таблица).

Таблица 1. Данные по растворимости системы диметилмочевина-вода

Состав жидкой фазы, %		Температура кристаллизации, °С.	Твердая фаза
HOCH ₂ NHCONHCH ₂ OH	H ₂ O		
1,1	98,9	-1,2	Лед
2,2	97,8	-2,4	Лед+ HOCH ₂ NHCONHCH ₂ OH
2,8	97,2	3,1	HOCH ₂ NHCONHCH ₂ OH
3,4	96,6	8,4	То же
4,2	95,8	13,6	“ “
5,4	94,6	20,5	“ “
6,1	93,9	25,9	“ “
7,3	92,7	31,7	“ “
8,2	91,8	37,4	“ “
9,3	90,7	43,1	“ “
10,9	89,1	47,6	“ “
13,6	86,4	57,1	“ “
16,2	83,8	62,3	“ “

На основе полученных данных построена политермическая диаграмма растворимости бинарной системы диметилмочевина-вода. Из приведенных данных видно что, диметилмочевина хорошо растворим в воде.

Таким образом, выделено диметилмочевина в кристаллическом виде и идентифицирован химическим, рентгенофазовым, ИК-спектроскопическим и термогравиметрическим

методами физико-химического анализа. Построены политермические и изотермические диаграммы растворимости систем. На основе диаграмм растворимости диметилмочевины в воде, а также изучения физико-химических свойств мочевино-формальдегидных соединений выявлены оптимальные условия для получения протравителей семян комплексного действия.

Impact Factor:	ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
	ISI (Dubai, UAE) = 1.582	PIHII (Russia) = 3.939	PIF (India) = 1.940
	GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 9.035	IBI (India) = 4.260
	JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350

References:

1. Golyshin, N. M. (1982). *Ustojchivost` vozbuditelej boleznej rastenij k fungicidam. Fungicidy v sel`skom hozjajstve. Fungicidy v sel`skom hozjajstve.* Moscow: Kolos.
2. Kimsanboev, H.H., et al. (1997). *Ÿsimliklarni kimevij himoja kilish.* (p.280). Toshkent.: Ÿkituvchi.
3. (2002). *Spisok himicheskikh i biologicheskikh sredstv bor`by s vrediteljami, boleznyami rastenij i sornjakami, defoliantov i reguljatorov rosta rastenij, razreshennyh dlja primenenija v sel`skom hozjajstve Respubliki Uzbekistan na 2002-2006 gody.* Tashkent.
4. (1991). *IK-spektry, K. N. spektry KR neorganicheskikh i koordinacionnyh soedinenij:* per. s angl. (p.536).
5. Berg, L. G., Burmistrova, N. P., Ozerova, M. I., & Curinov, G. G. (1967). *Prakticheskoe rukovodstvo po termografii.* (p.219). Kazan`: Izd-vo Kazanskogo un-ta.
6. Berg, L. G., Burmistrova, N. P., Ozerova, M. I., & Curinov, G. G. (1967). *Prakticheskoe rukovodstvo po termografii.* (p.219). Kazan`: Izd-vo Kazanskogo un-ta.
7. Berg, L. G., Burmistrova, N. P., Ozerova, M. I., & Curinov, G. G. (1967). *Prakticheskoe rukovodstvo po termografii.* (p.219). Kazan`: Izd-vo Kazanskogo un-ta.
8. Vant, G. Ja. (1936). *Okeanicheskie soljanye otlozhenija.* ML: ONTI. Himteoretizdat.