

Л. М. Лелькова  
В. Г. Барышев  
В. Н. Аверкин  
ОАО «НИИХИМПОЛИМЕР»  
392000, Тамбов, ул. Монтажников, 3

В. А. Сытов  
В. В. Сытов  
М. А. Алексеев  
ООО «НПК «СТЭП»  
198095, Санкт-Петербург, ул. Калинина, 13  
npkstep@mail.ru

# Восстановление отечественного производства эффективного отвердителя «ДИАМЕТ Х» для уретановых и эпоксидных композиций специального назначения

## Список литературы

1. Князев В. К. // Эпоксидные конструкционные материалы в машиностроении // В. К. Князев. — М. : Машиностроение, 1977. —183 с.
2. Гуль В. Е. // Основы переработки пластмасс // В. Е. Гуль, М. С. Акутин. —М. : Химия, 1985. —400 с.
3. Пакен А. М. // Эпоксидные соединения и эпоксидные смолы // А. М. Пакен; пер. П. М. Валецкий [и др.]; под ред. Л. С. Эфроса. —Л. : Госхимиздат, 1962. —963 с.
4. Kumiai Chemical Industry CO., LTD., Corporate History. —Режим доступа: <https://www.kumiai-chem.co.jp/english/company/history.html>

## Введение

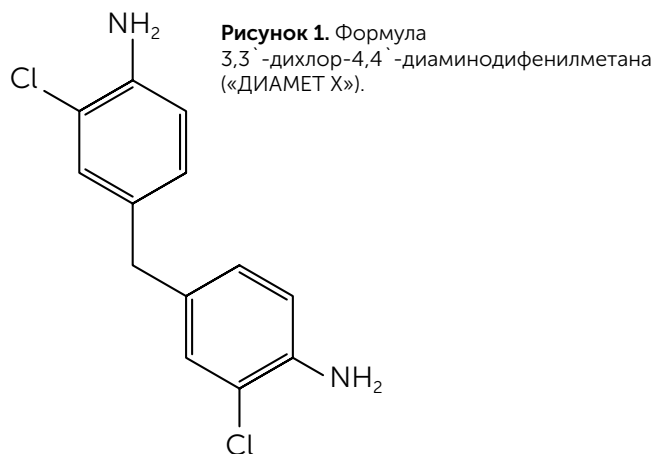
Ароматические диамины в качестве сшивающих агентов для терморезистивных смол являются перспективными материалами в своей нише: отвердители данного химического класса позволяют получать композиции с повышенной технологической жизнеспособностью, что обусловлено, в первую очередь, меньшей основностью, чем у алифатических аминов, и стерическими затруднениями, вызванными присутствием одного или нескольких ароматических колец. Композиции с использованием ароматических диаминов обладают большей теплостойкостью, физико-механическими свойствами, повышенной радиационной и химической стойкостью, что также обусловлено их химическим строением, в частности наличием ароматического кольца, плотной упаковкой фениленовых групп при симметричном строении отвердителя, а также зачастую отсутствием активных метиленовых групп. [1–3].

«ДИАМЕТ Х» (3,3'-дихлор-4,4'-диаминодифенилметан) широко используется в качестве отвердителя для углепластиков и стеклопластиков с высокой химической стойкостью и физико-механическими показателями. Учитывая его широкое применение для нужд ОПК, космической и судостроительной отраслей, обеспеченность данным материалом в нужном объеме и стабильного качества является важным элементом промышленной безопасности нашей страны. Однако с 2010 года производство 3,3'-дихлор-4,4'-диаминодифенилметан в России было полностью прекращено.

## Причины кризиса производства в России

История производства 3,3'-дихлор-4,4'-диаминодифенилметана в нашей стране началась в 1968 году в Тамбовском научно-исследовательском институте химиков для полимерных материалов (далее — НИИХИМПОЛИМЕР). Там был разработан лабораторный регламент получения данного продукта под маркой «ДИАМЕТ Х» по усовершенствованной технологии, позволившей упростить процесс получения продукта за счет исключения отдельных стадий. В этом же году лабораторный регламент был отработан на опытной производственной установке и начался выпуск опытных партий продукта.

В 1971 году в НИИХИМПОЛИМЕР был разработан и выдан технологический регламент получения порошкообразного «ДИАМЕТ Х» для промышленного проектирования, который затем был положен в основу



производства на Березниковском химическом заводе.

Метод получения был основан на конденсации ортохлоранилина с формалином в присутствии соляной кислоты в среде вода-хлорбензол, с последующей перегруппировкой образующегося метилендихлордифениламида при нагревании.

Производство «ДИАМЕТ Х» на Березниковском химзаводе (ОАО «Бератон») было организовано в 1972 году, которое, к сожалению, оказалось полностью прекращено по ряду причин:

### Сокращение производства

Предприятие ОАО «Бератон» в Березниках закрыто по причине банкротства в 2008 году, производство остановлено, имущество распродано.

### Ликвидация производства ортохлоранилина в России

Одним из основных материалов сырьевой базы для производства «ДИАМЕТ Х» является ортохлоранилин. В СССР ортохлоранилин производился на ОАО «Заволжском химическом заводе им. М. В. Фрунзе» (Ивановская область), далее по тексту «ЗХЗ».

Основной объем ортохлоранилина шел на собственные нужды «ЗХЗ», на Тамбовский завод «Пигмент» в производство красителей, а также на Березниковский химзавод в производство «ДИАМЕТ Х». Ликвидация производства ортохлоранилина произошла после развала СССР из-за резкого сокращения производства красителей в России, связанного с общим уменьшением объемов производства и потребления в стране, а также с переходом российских предприятий на импортные материалы. Сложное крупнотоннажное производство ортохлоранилина в прежнем объеме оказалось невостребованным, не выдержало конкуренции, и было закрыто.

**Таблица 1.** Результаты прочностных испытаний на растяжение связующего СКУ-ПФЛ-100, отвержденного 3,3'-дихлор-4,4'-диаминодифенилметаном различных марок.

Параметр	СКУ-ПФЛ-100 + «Куралон»	СКУ-ПФЛ-100 + «Диамет Х»
Напряжение [ $\sigma_p$ ], кг/см <sup>2</sup>	459	485
Деформация [ $\epsilon_p$ ], %	390	410
Остаточное удлинение [ $\delta$ ], %	4	4
Показатель твердости по Шору А, сек	96	95

**Таблица 2.** Результаты испытаний «Диамет Х» на соответствие ТУ.

Параметр	Требования к параметрам по ТУ 2491-030-35785061-2010	Данные испытаний
Внешний вид	Порошок от желтого до желто-серого цвета	Соотв.
Температура начала плавления, не ниже, °С	103	104
Массовая доля нерастворимых в ацетоне примесей, н/б, %	0,1	0,008
Массовая доля воды, н/б, %	0,35	0,082
Массовая доля суммы диазотирующих веществ, н/м, %	98,5	99,74
Цветность	0,2	0,13

### **Отсутствие государственного протекционизма в химической отрасли в кризисные годы**

Отсутствие защиты отечественного рынка химикатов привело к невозможности конкуренции «ЗХЗ» в ценовой политике с азиатскими производителями. Все предприятия, в том числе и сам «ЗХЗ», резко сократили производство и перешли на закупки импортного ортохлоранилина в полном объеме, что в случае с производством «ДИАМЕТ Х» привело к ощутимому увеличению стоимости производства, и, соответственно, удорожанию производимого продукта.

Сложившаяся в химической промышленности России ситуация обусловила доминирование на рынке продукции общегражданского назначения более дешевых импортных аналогов «ДИАМЕТ Х» — марок «CUAMINE M» (Япония), «МОСА-СК» (Китай), «CURALON M» (Япония), что спустя непродолжительное время привело к полному прекращению отечественного производства 3,3`-дихлор-4,4`-диаминодифенилметана.

Особое сожаление вызывает тот факт, что производство отечественного «ДИАМЕТ Х» началось в одно время с японским аналогом. Старт начала продаж «CUAMINE M» («IHARACUAMINE®-M») компанией Ihara Chemical Industry (в 2017 году объединилась с Kumiai Chemical Industry) — 1968 год [4]. В этом же году в НИИХИМПОЛИМЕР разработана технология получения «ДИАМЕТ Х», а в 1972-ом запущено производство. Причем, по свойствам композитов на основе продукта российский отвердитель превосходил, и превосходит до сих пор зарубежный (таблица 1).

### **Восстановление производства в России**

Геополитический и экономический кризис 2014 года по понятным причинам привел к установлению во многих отраслях российской промышленности курса на импортозамещение. Научно-производственная компания «СТЭП», совместно с ОАО «НИИХИМПОЛИМЕР», в целях снижения импортозависимости отечественной промышленности, а

также в рамках содействия достижению целей Государственной программы №328 «Развитие промышленности и повышение её конкурентоспособности» от 15.04.2014, предприняло необходимые меры по восстановлению промышленного производства отечественного отвердителя «ДИАМЕТ Х»:

- В 2014 году между ООО «НПК «СТЭП» и ОАО «НИИХИМПОЛИМЕР» был заключен договор о совместной деятельности по организации производства и реализации продукта 3,3-дихлор-4,4-диаминодифенилметан, по условиям которого расходы по организации производства «ДИАМЕТ Х» взял на себя НПК «СТЭП», после чего наши предприятия смогли деятельно приступить к возрождению производства.
- После успешных испытаний лабораторных партий «ДИАМЕТ Х» были проведены необходимые работы по монтажу и вводу в эксплуатацию опытной установки мощностью 20 т/год. Производственная схема совместного предприятия была запущена в феврале 2015 года, и после отработки технологического процесса на нескольких опытных партиях начался серийный выпуск продукта «ДИАМЕТ Х».
- Качество выпускаемого отвердителя, а также соответствие как самого структурирующего агента, так и продукции на его основе требованиям нормативно-технической документации проверено и подтверждено АО «Пермский завод «Машиностроитель», ФГУП «ФЦДТ «Союз» (таблица 2) ФГУП «ЦНИИ конструкционных материалов «Прометей» (таблица 3) и другими организациями. На данный момент «ДИАМЕТ Х» совместного с НПК «СТЭП» производства закупается некоторыми из указанных предприятий серийно для изготовления изделий специального назначения на его основе, в том числе связующих, углепластиков и стеклопластиков.

На сегодняшний день единственной проблемой, не позволяющей отечественному «ДИАМЕТ Х» внедриться не только на производства стратегических отраслей экономики, но и на рынок продукции об-



**Таблица 3.** Физико-механические характеристики углепластика «УГЭТ», изготовленного с использованием отвердителя «ДИАМЕТ Х»

Наименование параметра	Данные испытаний	Значение по ТУ
Плотность [ $\rho$ ], кг/м <sup>3</sup>	1394	1430 ± 50
Разрушающее напряжение при изгибе [ $\sigma_{и}$ ], Мпа	370	250
Разрушающее напряжение при сжатии [ $\sigma_{с}$ ], Мпа	395	250

щегражданского назначения, является высокая стоимость импортного ортохлоранилина — важного сырьевого компонента «ДИАМЕТ Х».

В настоящее время на «ЗХЗ» производство ортохлоранилина полностью демонтировано и не подлежит восстановлению без больших инвестиций в строительство современного производства.

Технологический процесс производства ортохлоранилина основан на методе (с незначительными разновидностями в средах растворителей и катализаторах) гидрирования нитрохлорбензола в присутствии катализатора.

Данная технология в общемировой практике подразумевает с экономической точки зрения только многотоннажное производство.

При организации такого нового многотоннажного производства ортохлоранилина в России слабым местом, помимо конкурентной цены и отсутствия сбыта в необходимых объемах, так же будет являться и отсутствие сырьевой базы. В дополнение придется организовывать производство полупродукта нитрохлорбензола, так как ранее его перерабатывали на ныне не существующем химическом заводе в городе Горловка, Донецкой области (Украина). Окупаемость крупных инвестиций в такое производство будет маловероятной.

Тем не менее, возможность организации производства «ДИАМЕТ Х» полного цикла прорабатывалась, и может быть реализована без существенного удорожания конечного продукта в случае многократного роста объема производства. И возможности для этого имеются. В течение всего шести месяцев с момента принятия соответствующего решения возможно организовать промышленное производство эпоксидной смолы марки «ЭХД» на основе «ДИАМЕТ Х» собственного производства. В настоящее время разработан лабораторный технологический регламент синтеза смолы ЭХД, выпущены технические условия, имеется опытная производственная установка, наработаны лабораторные образцы и опытно-промышленные партии данной смолы.

## Заключение

На сегодняшний день совместными трудами ООО «НПК «СТЭП» и ОАО «НИИХИМПОЛИМЕР» восстановлено отечественное производство продукта «ДИАМЕТ Х» в промышленных масштабах. Путь от форми-

рования проекта создания производства до реально работающего промышленного комплекса занял менее одного года. Все работы по восстановлению и вводу в эксплуатацию производственных мощностей, а также внедрению продукта на заинтересованные предприятия проводились исключительно за счет собственных средств, без привлечения государственного финансирования.

На начало 2018-ого года производственная мощность для выпуска «ДИАМЕТ Х» составляет 40 т/год. Выпуск материала осуществляется по ТУ 2491-030-35785061-2010 (взамен ТУ 6-14-980-84 с изм. 5.) и ТУ 2491-529-04872688-2017. В случае заинтересованности предприятий в расширении производства, объем выпуска «ДИАМЕТ Х» может быть увеличен до 200 т/год. Также может быть организовано производство специальной эпоксидной смолы марки «ЭХД» объемом до 300 т/год полностью за счет собственных средств в течение нескольких месяцев с момента принятия соответствующего решения.

В заключение стоит отметить, что в случае массового разворота отечественных предприятий в сторону российских материалов, станет возможно расширять производственные мощности, обновлять технологическую базу и выпускать материалы, не только сопоставимые по цене и качеству импортным аналогам, но и имеющие технико-экономическое превосходство и экспортный потенциал. Таким образом, ответственность бизнеса перед своей страной вкуче с экономической целесообразностью делают импортозамещение реальным и выгодным, даже без государственных инвестиций. **КМ**

## Список литературы

1. Князев В. К. *Эпоксидные конструкционные материалы в машиностроении*. В. К. Князев. —М.: Машиностроение, 1977. —183 с.
2. Гуль В. Е. *Основы переработки пластмасс*. В. Е. Гуль, М. С. Акутин. —М.: Химия, 1985. —400 с.
3. Пакен А. М. *Эпоксидные соединения и эпоксидные смолы*. А. М. Пакен; пер. П. М. Валецкий [и др.]; под ред. Л. С. Эфроса. —Л.: Госхимиздат, 1962. —963 с.
4. *Cumiai Chemical Industry CO., LTD., Corporate History*. —Режим доступа: [www.kumiai-chem.co.jp/english/company/history.html](http://www.kumiai-chem.co.jp/english/company/history.html)