

ВЛИЯНИЕ ЧИСТОТЫ РАСТВОРИТЕЛЯ НА ВЫХОД ПРОДУКТА ПРИ ПОЛУЧЕНИИ 4,4'-ДИФЕНИЛОКСИДАБИС-МАЛЕИНАМИДОКИСЛОТЫ

Бис-имииды и бис-амидокислоты ненасыщенных дикарбоновых кислот являются эффективными модификаторами полиимидов, эпоксидов, меламиналкидов и других пленкообразующих полимеров[1].

Синтез их осуществляется двухстадийным способом в среде полярных аprotонных растворителей таких, как диметилформамид, диметилацетамид, диметилсульфоксид, N-метилпирролидон. В зависимости от природы используемого растворителя и степени его чистоты выход целевого продукта составляет 30-60%[2].

С целью увеличения выхода промежуточного продукта синтеза — бис-амидокислоты нами проведено изучение влияния степени очистки диметилформамида на процесс низкотемпературной конденсации малеинового ангидрида с 4,4'-диаминодифениловым эфиром.

Для исследований использовали диметилформамид различной степени очистки, применяемый на ОАО «Нафттан» завод «Полимир», который используется в производстве волокна «Нитрон Д» в качестве растворителя. На производстве в нем растворяют такие вещества как нитрил акриловой кислоты, метилакрилат, 2-акриламидо-2-метилпропан сульфокислоту (AMPS), динитрил азобisisозомасляной кислоты, яблочную кислоту. Также получаемый полиакрилонитрил растворяется в диметилформамиде. По экономическим причинам использованный растворитель регенерируют очисткой на ректификационных колоннах.

Проведенные экспериментальные исследования показали, что наилучшие результаты по выходу бис-амидокислоты, были получены при использовании для синтеза бис-амидокислоты диметилформамида, который подвергался дополнительной очистке после вакуумной перегонки диметилформамида на установке.

Дополнительную очистку (осушку) свежеперегнанного в вакууме диметилформамида осуществляли над гидридом кальция. Для этого в ёмкость с диметилформамидом добавляли от 1,0 до 5,0 мас.% гидрида кальция и выдерживали в течении нескольких суток. Через определенные временные промежутки отбирали пробы и исследовали их на хроматографе с детектором по теплопроводности на содержание воды.

Как показали проведенные исследования, наименьшее содержание примесей воды обнаружено в образцах диметилформамида, дополнительно осущененного над гидридом кальция. Причем, содержание гидрида кальция составляло до 5,0 мас.% в растворителе при выдержке диметилформамида над ним в течении пяти суток.

Результаты проведенных исследований процесса низкотемпературной конденсации исходных реагентов показали, что выход бис-амидокислоты в свежеперегнанном и осущенном над гидридом кальция диметилфорамиде составил 65 мас.%, что на 5 мас.% выше по сравнению с выходом бис-амидокислоты, полученной с использованием диметилформамида без дополнительной осушки над гидридом кальция.

ЛИТЕРАТУРА

1. Полиимиды. Синтез, свойства, применение / Э.Т. Крутько [и др.]; под общ. ред. Э.Т. Крутько – Минск: Изд-во БГТУ, 2002.– 304 с.
2. Прокопчук, Н.Р. Химия и технология пленкообразующих веществ: учеб. пособие / Н.Р. Прокопчук, Э.Т. Крутько // Пленкообразующие поликонденсационного типа / Н.Р. Прокопчук, Э.Т. Крутько – Минск: Изд-во БГТУ, 2004 – Гл.5. – С. 299–311.