

Я. В. Боркина, асп.;
В. Л. Флейшер, доц., канд. техн. наук, зав. кафедрой ХПД
(БГТУ, г. Минск)

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ ПОЛИКОНДЕНСАЦИИ ДИЭТИЛЕНТРИАМИНА И АДИПИНОВОЙ КИСЛОТЫ НА СТЕПЕНЬ КОНВЕРСИИ РЕАГЕНТОВ

Поликонденсация – процесс получения полимеров путем химического взаимодействия би- и/или полифункциональных мономеров, при этом в реакциях участвуют как мономеры, так и олигомеры [1]. Так как диэтилентриамин является трифункциональным мономером, то в результате его взаимодействия с адипиновой кислотой (бифункциональный мономер) могут образовываться разветвленные (сшитые) полимеры.

Цель работы – изучить влияние условий процесса поликонденсации диэтилентриамина и адипиновой кислоты (температура и продолжительность) на конверсию реагентов.

Поликонденсацию диэтилентриамина и адипиновой кислоты проводили в расплаве, при этом для смещения равновесия процесса в сторону образования высокомолекулярного соединения низкомолекулярный продукт (воду) удаляли из сферы реакции. Кроме того, это необходимо потому, что вода может взаимодействовать с образующимся продуктом с получением исходных веществ, что снизит степень полимеризации образующегося продукта.

В реактор, представляющий собой трехгорлую колбу, снабженную термометром, механической мешалкой, ловушкой Дина-Старка и холодильником, помещали исходные реагенты, взятые в молярном соотношении 1 : 1, и при перемешивании осуществляли нагревание до необходимой температуры. Протекание процесса изучали при температурах 160, 170 и 180 °С. Контроль за ходом реакции проводили по изменению количества функциональных групп мономеров – карбоксильных и аминных. Для этого определяли кислотное (рис. 1, *а*) и аминное числа (рис. 1, *б*) реакционной массы. Отбор проб для их определения осуществляли каждый час. За исходное кислотное число принимали кислотное число адипиновой кислоты, которое составляет 766,39 мг КОН/г, соответственно, за исходное аминное число принимали аминное число диэтилентриамина, составляющее 1626,00 мг КОН/г. Полученные продукты представляют собой твердые вещества светло-коричневого цвета, тяжело растворимые в воде.

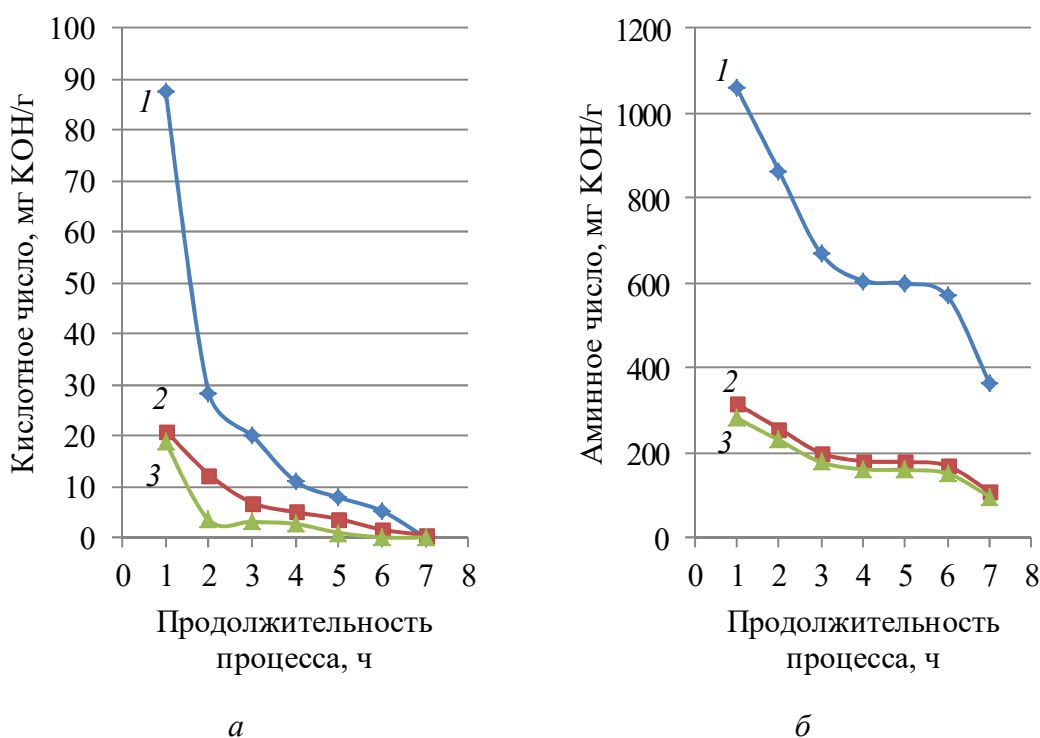


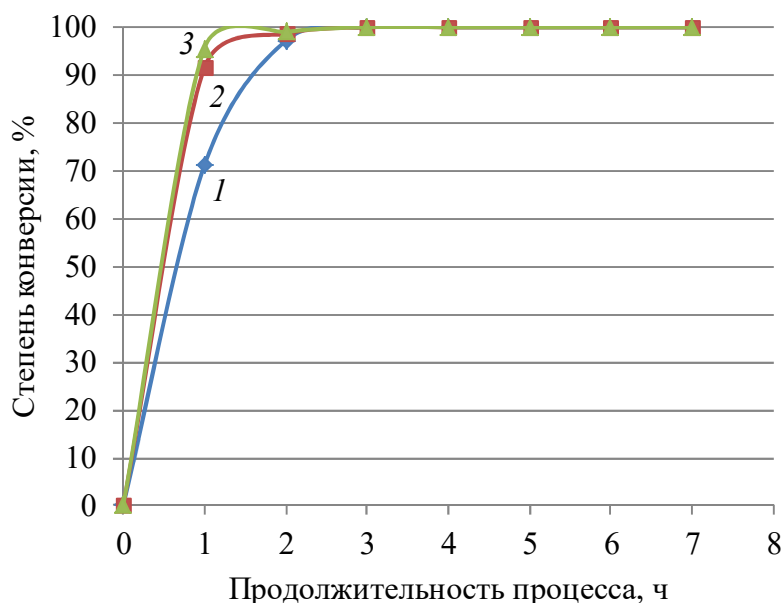
Рисунок 1 – Зависимость изменения кислотного числа (а) и аминного числа (б) в процессе взаимодействия диэтилентриамина и адипиновой кислоты при различных температурах: 1 – 160 °С; 2 – 170 °С; 3 – 180 °С

Из представленных зависимостей видно, что процесс интенсивно протекает в первые 3–4 ч, причем увеличение температуры процесса приводит к увеличению скорости протекания реакции, о чем свидетельствуют более резкое снижение кислотного и аминного чисел реакционной массы.

Степень конверсии реагентов в исследуемых процессах (рис. 2) рассчитывали по количеству низкомолекулярного побочного продукта – воды, выделение которого наблюдалось в первые 3 ч, что свидетельствовало о том, что мономерные соединения полностью вступили в реакцию. Дальнейшее снижение кислотного (рис. 1, а) и аминного (рис. 1, б) чисел реакционной массы свидетельствовало о взаимодействии олигомеров между собой и образовании высокомолекулярных соединений.

Известно, что одним из недостатков проведения процесса поликонденсации в расплаве является нарушение стехиометрического состава из-за потерь летучего амина [2]. Часть амина отводится с удаляемой водой. В связи с этим дополнительно проводили анализ выделяющейся воды на содержание в ней свободного амина. Установлено, что в процессе поликонденсации диэтилентриамина и адипиновой кислоты потери амина с удаляемой водой составляют в среднем

0,07 масс. % вне зависимости от температуры.



**Рисунок 2 – Изменение степени конверсии реагентов в процессе поликонденсации, проводимом при различных температурах:
1 – 160 °C; 2 – 170 °C; 3 – 180 °C**

Таким образом, при осуществлении процесса поликонденсации диэтилентриамин и адипиновой кислоты в расплаве реагенты полностью вступают в реакцию в течение 3 ч. Дальнейшее проведение процесса приводит к образованию сшитых полимеров. Увеличение температуры процесса приводит к увеличению скорости протекания реакции.

ЛИТЕРАТУРА

1. Леонович А. А., Оболенская А. В. Основы химии и физики полимеров: уч. пособие. Л.: ЛТА, 1988. 84 с.
2. Herbert B., Farbe J. Makromolekulare Stoffe. Teil 3. Stuttgart, New York: Georg Time Verlag, 1987. XXI S., S. 1794–2958.