

12. Шарков В.И., Суворова С.И. О влиянии степени набухания щелочной целлюлозы на её реакционную способность при ксантогенировании. // Изв. высш. учебн. заведений. Лесной журнал, 1971, № 6.- С. 99-103.
13. Саипов З.К., Абдуазимов Х.А. О взаимодействии лигнина с мочевиной и μ -фенилендиамидом // Химия древесины. - 1976. - № 2. - С. 78-80.
14. Дудкин М.С., Липовецкая С.П. Синтез и характеристика веществ, получаемых в результате взаимодействия углеводов, карбамида и альдегида изомалянной кислоты // Химия древесины. - 1986. - № 2. - С. 105-111.
15. Соловьёва Т.В., Кац Л.И., Шкирандо Т.П. Влияние карбамида на свойства плит типа МДФ // Материалы международной конференции «Импортозамещающие технологии в химико-лесном комплексе», - Минск, 1997.- С. 230 - 232.

УДК 547.914.2:535.333.

А.И. Ламоткин, доцент;
Т.В. Чернышева, м.н.с.;
С.А. Ламоткин, ассистент

ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА ИМИДА МАЛЕОПИМАРОВОЙ КИСЛОТЫ

Syntesis and proprieties of imide of maleopimaric acid.

Циклические имиды дикарбоновых кислот получают взаимодействием ангидридов этих кислот с аммиаком. Они обладают рядом ценных потребительских свойств, что позволяет использовать их как целевой продукт, а также в качестве исходного продукта для синтеза различных веществ на их основе (1).

Имид малеопимаровой кислоты является малоизученным соединением и заслуживает внимания как с научной, так и с практической точки зрения. В работах [2,3] имеются указания на то, что N - замещенные имиды малеопимаровой кислоты являются биологически активными веществами и обладают бактерицидным и фунгицидным действием.

Цель настоящей работы - синтез имида малеопимаровой кислоты и изучение его свойств.

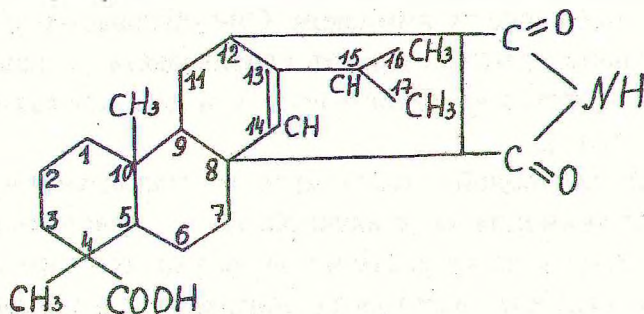
В работе использовали синтезированную малеопимаровую кислоту ($T_{пл} = 228^{\circ} \text{C}$, $M. 400$) по методикам [4,5], а также аммиак водный (25%). Физико-химические показатели использованных веществ соответствовали литературным данным.

Имид малеопимаровой кислоты получали путем аммонолиза малеопимаровой кислоты и последующей внутримолекулярной дегидроциклизацией.

Синтез имида малеопимаровой кислоты проводили в реакторе, снабженном механической мешалкой, контактным термометром с терморегулятором, обратным холодильником и капельной воронкой. Навеску 20 г (0,05 моля) малеопимаровой кислоты помещали в реактор с масляной баней. Температуру в реакторе поднимали до 70 °С, и при этой температуре порциями добавляли трехкратный избыток концентрированного водного раствора аммиака 20 мл. Реакционную смесь выдерживали в течение 1-1,5 ч, т.е. до полного растворения малеопимаровой кислоты. После удаления избыточного аммиака и воды температуру поднимали до 170 °С и при этой температуре проводили дегидроциклизацию в течение 1,5 часа. В результате было получено 15,9 г (80%) продукта с кислотным числом 165 мг КОН/г. После перекристаллизации из этанола получили 8,42 г (53%) имида малеопимаровой кислоты с температурой плавления 282 °С и кислотным числом 144 мг КОН/г.

Чистота, состав и строение продукта подтверждались данными элементного анализа, ИК-, ЯМР (¹H) - спектроскопии, масс-спектрометрии. ИК-спектры получены на приборе «Specord 75 IR» в таблетках KBr. Спектры ЯМР (¹H) сняты на спектрометре «BS -567 А» в CDCl₃. Масс-спектры записаны на спектрометре MX-1320. Комплексный термический анализ выполнен на дериватографе типа К-1500 Д в интервале температур 25 - 500°С, со скоростью нагрева 5°С/мин.

Найдено, %: N - 3,38. Вычислено для C₂₄H₃₃O₄N, N - 3,50.



В ИК-спектре соединения (рис.1) наблюдаются интенсивные полосы поглощения С=О группы в области 1710 и 1770 см⁻¹, которые регистрируются в виде дублета и соответствуют симметричным и антисимметричным валентным колебаниям С=О связи в пятичленном имидном кольце. Валентные колебания N-H связи регистрируются в виде двух полос и находятся в области 3080 и 3190 см⁻¹. (6) Одна из полос (3080 см⁻¹) приписывается резонансу Ферми.

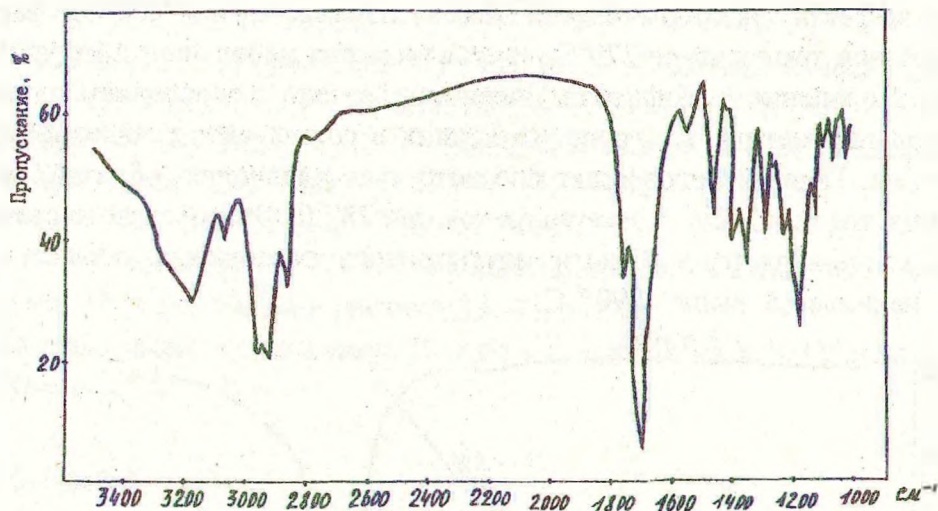


Рис. 1. ИК-спектр имида малеопимаровой кислоты.

В спектре ЯМР (^1H) (рис.2) присутствуют основные характеристические сигналы (б.м.д.): 0,94 и 0,98 (6H, $J=4\text{Гц}$, C^{16}H_3 и C^{17}H_3); 5,48 (1H, C^{14}H); 0,65 (3H, C^{10}H_3); 1,15 (3H, C^4H_3). Сигнал протонов N-H группы довольно широк и находится в области 3,5 - 4,2 м.д.

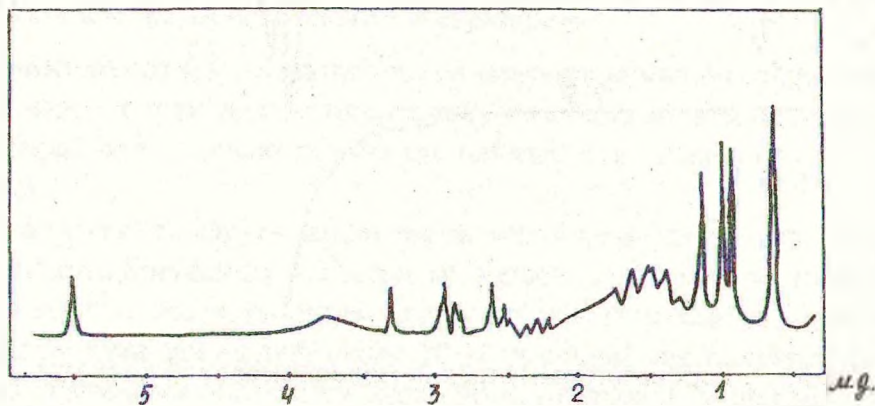


Рис.2. ЯМР (^1H) – спектр имида малеопимаровой кислоты.

Молекулярную массу имида малеопимаровой кислоты определяли масс-спектрометрически. Наиболее высокую интенсивность в масс-спектре имеют два иона с молекулярной массой m/e 302 и m/e 97. Масса главного молекулярного иона масс-спектра m/e 399, что соответствует вычисленному на основании значений атомных весов.

Методом дериватографии изучена термическая устойчивость имида малеопимаровой кислоты. На кривой дифференциального термического

анализа (рис.3) наблюдаются один экзотермический и два эндотермических эффекта. Экзотермический эффект начинается при 200°C и заканчивается при температуре 270°C, сопровождается небольшой потерей массы (3%). Появление экзоэффекта, очевидно, связано с окислением одной или нескольких метильных групп, входящих в состав имида малеопимаровой кислоты. Первый эндоэффект соответствует плавлению образца, которое начинается при 272°C и заканчивается при 282°C. Второй эндотермический эффект проявляется в области интенсивного разложения образца, которое начинается выше 290°C.

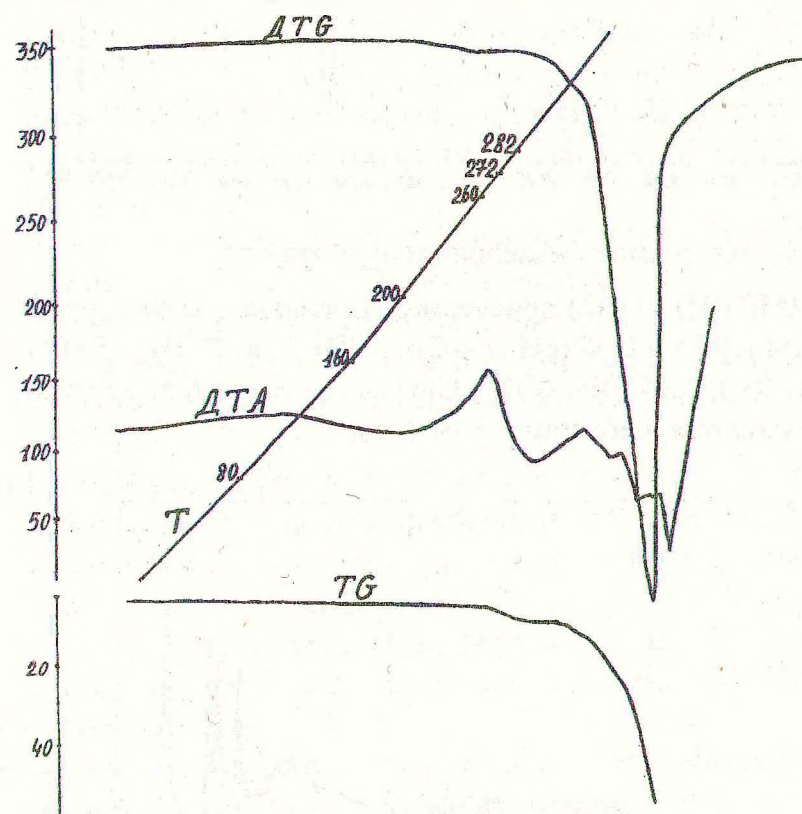


Рис.3. Дериwатограмма имида малеопимаровой кислоты.

Таким образом, анализируя результаты проведенных исследований, можно сделать вывод о том, что синтезируемое нами соединение - имид малеопимаровой кислоты - по своему химическому составу и строению полностью соответствует предполагаемому.

ЛИТЕРАТУРА

1. Симонов В.Д., Попова Э.Н., Симонов В.В. Имиды дихлормалеиновой кислоты, обладающие фунгицидной и бактерицидной активностью // Реф. докл. и сообщ. XII Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. - М.: Наука, 1981. - № 6. - С. 147.

2. Cremlyn R.W. The fungitoxicity of imides// Int. Pest. Control. - 1971. - V. 3. -N 6. - P. 12-14, 16.
3. Sandermann W., Eggensperger H., Diehl K.H. Chemische Konstitution und fungicide Wirksamkeit// Holforschung. - 1977. - Bd. 31. - H.5. - P. 148.
4. Shuller W.H., Lawrence R.V. Some new derivatives of maleopimaric acid// J.Chem. End. Data. - 1967. - V. 12. - N 2. - P. 267-269.
5. Смирнова Е.Б., Падерин В.Я. К вопросу получения малеопимаровой кислоты// В кн.: Синтетические продукты из канифоли и скипидара. - Минск: Наука и техника, 1964. - 332 с.
6. Общая органическая химия. Под ред. Д. Бартона и У.Д. Оллиса. - М.: Химия, 1983. - Т. 4.

УДК 630.863.1

Т.П. Цедрик, доцент;
В.С. Болтовский, доцент;
О.И. Федорова, м.н.с.;
Э.С. Савиных, инженер

ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ДРЕВЕСНО-КУСТАРНИКОВОГО СЫРЬЯ В ГИДРОЛИЗНОМ ПРОИЗВОДСТВЕ

There was investigated the chemical composition of wood and shrub-beries. There was worked out process of gidrolisis.

Растительное сырье - практически неисчерпаемый источник энергии, перспективное сырье для механической, химической и микробиологической переработки с целью получения ценных для народного хозяйства продуктов.

Республика Беларусь имеет треть территории, покрытой лесом, с общим запасом древесины 1,7 млрд. м³. Объем заготовок составляет около 20 млн. м³ в год. Стволовая древесина, являющаяся главным объектом эксплуатации, составляет около 70 % от общей массы древесины. При заготовке древесины образуется около 30 % отходов в виде сучьев и вершин, пней и корней. Около 9 % от всей биомассы составляет кора. Кроме того, при переработке деловой древесины отходы в виде горбылей, срезов, оторцовок, опилок и стружки составляют 25-30%. Количество низкокачественной древесины, непригодной в лесопильной и деревообрабатывающей промышленности, составляет около 10 % от общего объема заготовок.

В настоящее время основными видами сырья в гидролизном производстве для получения этилового спирта, кормовых дрожжей, фурфурола и других продуктов являются отходы лесопиления и деревообработки.