

УДК 547.914.3

А.И.Ламоткин, доцент;  
А.Н.Проневич, ассистент;  
П.К.Липлянин, доцент

### ПОЛУЧЕНИЕ, СВОЙСТВА И ПРИМЕНЕНИЕ ИМИДА ТЕРПЕНОМАЛЕИНОВОЙ СМОЛЫ

Imides of terpene-maleic oil have been synthesized and their physico-chemical properties have been determined.

Терпеномалеиновые смолы (ТМС) получают реакцией конденсации терпеновых углеводов с малеиновым ангидридом. Они представляют собой сложную смесь ди- и поликарбоновых кислот, а также ангидридов этих кислот, обладают рядом ценных потребительских свойств, что позволяет их использовать как целевой продукт [1], а также могут служить исходным сырьем для синтеза различных веществ на их основе. В литературе имеются сведения о получении N-замещенных имида терпеномалеиновых аддуктов [2,3], которые используются в качестве агента, увеличивающего клейкость полярных эластомеров.

Цель настоящей работы - синтез незамещенного имида терпеномалеиновой смолы, а также изучение его свойств и изыскание областей применения. В статье приведены результаты исследования условий взаимодействия терпеномалеиновой смолы с водным концентрированным раствором аммиака и состав образующихся при этом продуктов. В качестве исходных реагентов использовали терпеномалеиновую смолу с температурой размягчения 67°C и кислотным числом 390 мг КОН/г, а также 25%-ный концентрированный водный раствор аммиака. Синтез имида терпеномалеиновой смолы проводили в 3- горлой колбе, снабженной мешалкой, контактным термометром, холодильником при трехкратном мольном избытке раствора аммиака. Вначале проводили аммонолиз терпеномалеиновой смолы при температуре 67°C в течение 1,5 часа, то есть до тех пор, пока терпеномалеиновая смола не растворится в реакционной смеси. Затем избыток аммиака отгоняли при температуре 100°C, после чего температуру в реакторе подымали до заданной (150, 170 и 190°C) и проводили циклодегидратацию при этих температурах. Продолжительность циклодегидратации до 5 часов.

Методом ИК-спектроскопии контролировали состав продуктов, отобранных в ходе реакции, а также определяли их температуру размягчения и кислотное число. Согласно полученным данным, в результате реакции циклодегидратации получали продукты, имеющие интенсивные полосы поглощения в ИК-спектрах в области 3000 - 3500 см<sup>-1</sup>, характерных для

NH имидных групп, и валентные колебания C = O группы имидного кольца 1715-и 1770  $\text{см}^{-1}$ , которые регистрируются в виде дублета (рис.). При повышении температуры до 170 - 190°C резко возрастает скорость образования продуктов циклодегидратации, обуславливающих появление указанных полос поглощения.

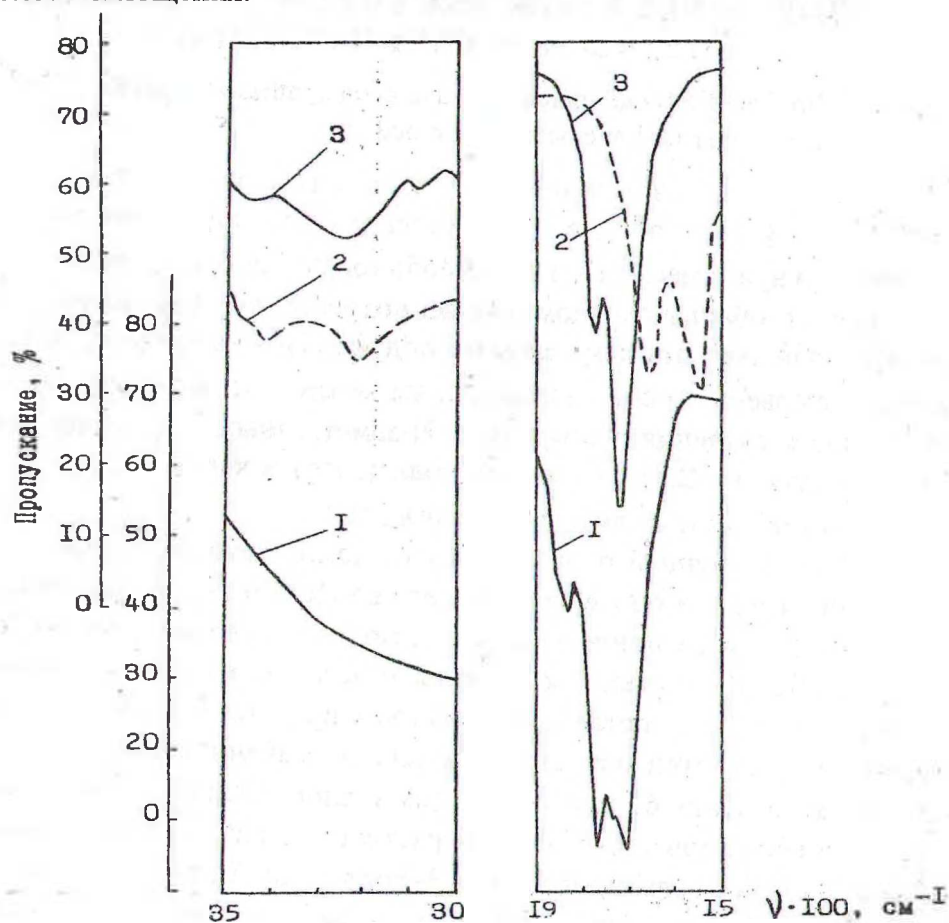


Рис. ИК-спектры продуктов реакции. 1- исходная терпено-малеиновая смола; 2- продукты аммонолиза; 3- имид терпеномалеиновой смолы

В табл. приведены условия получения конечных продуктов циклодегидратации, то есть имидов терпеномалеиновой смолы, и их характеристика.

По внешнему виду синтезируемые имиды терпеномалеиновой смолы - светло-коричневые, прозрачные, термопластичные смолы с температурой размягчения 81 - 86°C, которые хорошо растворяются в полярных растворителях (спирт, ацетон, хлороформ, 1,4 - диоксан, этилацетат и т.п.).

На основании полученных результатов можно считать, что оптимальная температура циклодегидратации 170°C, продолжительность 1,5 часа.

Табл. Результаты циклодегидратации и свойства имидов ТМС

| Температура циклодегидратации, °С | Продолжительность, ч | Выход, % | Температура размягчения, °С | Кислотное число, мг КОН/г |
|-----------------------------------|----------------------|----------|-----------------------------|---------------------------|
| 150                               | 1,5                  |          | 73                          | 218,4                     |
|                                   | 3,0                  |          | 75                          | 216,2                     |
|                                   | 5,0                  | 94,9     | 81                          | 210,2                     |
| 170                               | 1,5                  |          | 85                          | 209,7                     |
|                                   | 3,0                  |          | 86                          | 208,1                     |
|                                   | 5,0                  | 94,3     | 85                          | 207,1                     |
| 190                               | 1,5                  |          | 85                          | 209,2                     |
|                                   | 3,0                  |          | 85                          | 207,5                     |
|                                   | 5,0                  | 89,9     | 86                          | 207,2                     |

Одновременно изучена термическая стабильность имида терпеномалеиновой смолы термогравиметрическим методом. Комплексный термический анализ выполнен на дериватографе типа Q -1500 Д в интервале температур 25 - 350°С в атмосфере воздуха. Установлено, что заметное разложение образца имида терпеномалеиновой смолы начинается при температуре более 220°С.

Синтезируемые имиды ТМС испытаны в резиновых смесях шинного производства. Исследования показали, что их введение в состав резиновых смесей позволяет улучшить кинетику вулканизации, снижая процессы реверсии; и повысить устойчивость вулканизаторов, работающих в условиях многократных деформаций, со значительным снижением теплообразования, что приводит к повышению технического уровня шин.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. А.С. 1680725 СССР. Резиновая смесь. 1991.
2. Ламоткин А.И., Проневич А.Н. Получение и свойства N-оксиэтилинидов терпеномалеинового аддукта  $\alpha$ -фелландрена и  $\alpha$ -терпинена // Вести АНБ. Сер.хим.наук. - 1995. - №3. - С. 72 - 75.
3. Патент 2400015 Франция. Смолистые малеимиды терпеномалеинового ряда и способ их получения. 1979.