



## НОВАЯ КАТАЛИТИЧЕСКАЯ СИСТЕМА В ПРОЦЕССАХ ПОЛУЧЕНИЯ ИМИДОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

В.И. Грачек<sup>а)</sup>, Л.Б. Якимцова<sup>б)</sup>, Э.Т. Крутько<sup>в)</sup>

<sup>а)</sup> *Институт физико-органической химии  
НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь*

<sup>б)</sup> *Белорусский государственный университет,  
г. Минск, Беларусь*

<sup>в)</sup> *Белорусский государственный технологический  
университет, г. Минск, Беларусь*

Кислородосодержащие борорганические соединения в настоящее время применяются как термостабилизаторы, замедлители горения, фунгицидные присадки полимерных материалов, в качестве катализаторов полимеризации пропилена, при получении полиамидов для прядения волокон. Однако для получения растворимых олиго- и полиимидов в качестве катализаторов химической имидизации использование борорганических соединений в научной и патентной литературе не обнаружено.

Ранее авторами данной работы было проведено исследование возможности получения растворимых полиимидов химической циклизацией поли [9,9'-бис(4-аминофенилфлуорен)]циклогексанамидокислоты в растворе диметилформамида с использованием в качестве катализатора смеси уксусного ангидрида с третичными аминами. В качестве аминов использовались N-диметиланилин, N-диэтиланилин и пиридин. Но, во-первых, используемые третичные амины являются катализаторами полимеризации имидов ненасыщенных дикарбоновых кислот и применение их приводит к гелеобразованию и плохой растворимости получаемых продуктов в органических растворителях. Во-вторых, время реакции в зависимости от температуры колеблется от 30 мин при температуре 100°C до 20 ч при 20°C. Кроме того, используются большие количества третичных аминов (молярное соотношение

уксусный ангидрид: третичный амин составляет 1:1), которые являются токсичными соединениями и требуют осторожного обращения.

Данное исследование направлено на изыскание новых эффективных катализаторов получения растворимых олиго- и полиимидов, которые позволили бы уменьшить продолжительность химической имидизации, снизить температуру процесса, при этом увеличить степень превращения и термостойкость получаемых олиго- и полимеров с последующим использованием их в качестве модифицирующих компонентов композиционных материалов различного функционального назначения.

Поставленная цель была достигнута тем, что для получения растворимых олиго- и полиимидов в качестве катализатора имидизации в данной работе использовано комплексное соединение бора – бис(пирокатехин)борат пиперазина (БПБП).

Получение комплексного соединения бис(пирокатехин)бората пиперазина (БПБП) проводили следующим образом: в горячей прозрачный раствор 3,2 г (0,05 г-моль) борной кислоты и 11 г (0,1 г-моль) пирокатехина в 100 мл воды, находящийся в колбе, снабженной обратным холодильником и мешалкой, вносили при перемешивании 0,05 г-моль пиперазина в 30 мл воды. При интенсивном перемешивании смесь кипятили в течение 20–30 мин. Образовавшееся масло обрабатывали эфиром, после чего выпавшие кристаллы отфильтровывали, сушили и перекристаллизовывали из хлороформа. Температура плавления полученного соединения БПБП 183–184°C. Выход 78 %. ИК спектроскопическое исследование синтезированного борорганического соединения проводили с использованием ИК Фурье спектрометра Nicolet 7101 (США) в диапазоне 4000–300 см<sup>-1</sup>, разрешение 1 см<sup>-1</sup>. Введение добавки БПБП в растворы олиго- и полиамидокислот (ПАК)

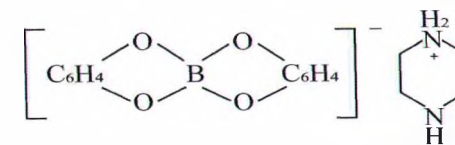


Рис. 1. Формула бис(пирокатехин)бората пиперазина

в пределах 1–5 % от массы ПАК приводит к протеканию процесса низкотемпературной химической имидизации ПАК за 5–15 мин при температуре 20 °С. При этом степень имидизации составляет 58–68 %. Кроме этого, повышается термостойкость получаемого олиго- и полиимида. Таким образом, применение бис(пирокатехин)борат пиперазина в качестве катализатора процесса циклодегидратации позволяет существенно сократить температуру и время проведения процесса при сохранении степени имидизации. Важно, что каталитическое действие БПБП проявляется и в процессе химической имидизации амидокислот олигоаминофениленов, которые показали перспективность их использования для получения композиционных материалов на основе карбамидо-, феноло- меламиноформальдегидных олигомеров, используемых в качестве связующих при производстве древесно-стружечных плит. Олигоаминофенилены синтезировали из м- и п-аминофенола в расплаве в присутствии каталитических количеств п-толуолсульфокислоты. На второй стадии осуществляли взаимодействие олигоаминофенилена с малеиновым ангидридом с получением соответствующей олигоамидокислоты, которая на третьей стадии (в процессе формования ДСП) подвергалась последующей химической циклодегидратации в присутствии БПБП. Исследования полученных композиционных материалов показали, что при сохранении их эксплуатационных свойств, содержание остаточного формальдегида в них ниже, чем в промышленно-производимых аналогах.