

За фізико-хімічними показниками кожен продукт відповідає таким нормам:

№	Назва показників	Норма
1	Зовнішній вигляд розчину в 0,05н. НСІ	Розчин однорідний без сторонніх завислих включень
2	Вміст основної речовини, в межах, %	не менше 50
3	Показник концентрації водневих іонів (рН) 1% розчину	7,5-8

Оцтовокисла сіль продуктів взаємодії кубового залишку β -оксіетилетилендіаміну та ВЖК фракції $C_{10} - C_{13}$ ($C_{16}-C_{20}$) – негорюча, нелетка речовина. Продукти рекомендується використовувати під час фарбування шкіри і хутра як допоміжні речовини.

Висновки. Отже, на основі досліджень встановлено можливість одержання поверхнево-активних речовин із жирів та відходів виробництва β -ОЕЕДА. Одержані продукти проявляють катіонні властивості та характеризуються хорошою стабільністю. Ці матеріали можна використовувати як жируючі препарати в текстильній промисловості.

1. Литвин Б.Л., Шийчук О.В. *Хімія і технологія поверхнево-активних речовин.* – Івано-Франківськ: Прикарпатський нац. ун-т ім. Василя Стефаника, 1999. – 59 с. 2. Барвямід К-10-13. Технічні умови. ТУУ00205601-55-93, дійсні від 3.12.1993 до 5.12.1996р. 3. Барвямід 2К. Технічні умови. ТУ У 24.1-32257423-118-2005. Надано чинності 02.2005. 4. Жир катіоноактивний Р-1. Технічні умови. ТУ У 24.6-00205601.093-2001. Введено в дію 13.07.2001р.

УДК 541.128.13

О.Е. Барановська

Національний університет “Львівська політехніка”,
кафедра технології органічних продуктів

АЛКОГОЛІЗ ДИХЛОРАНГІДРИДУ ІЗОФТАЛЕВОЇ КИСЛОТИ АЛІЛОВИМ СПИРТОМ

© Барановська О.Е., 2007

Досліджено алкоголіз дихлорангідриду ізофталевої кислоти аліловим спиртом у середовищі розчинника петролейного етеру. Встановлено оптимальні умови здійснення процесу з отриманням якнайбільших виходів діалілового естеру ізофталевої кислоти .

Alcoholysis of dichloranhydride of isophthalic acid by allyl alcohol in the medium of petroleum ether has been investigated. Optimum conditions of carrying out the process to obtain maximum yields of diallyl ester of isophthalic acid have been determined.

Постановка проблеми і її зв'язок з важливими науковими завданнями. Діалілові естери ароматичних дикарбонових кислот фталевої й ізофталевої використовуються як мономерні матеріали для одержання полімерів, надаючи їм низку цінних властивостей. Полідіалілфталати – це тверда, безбарвна, прозора склоподібна маса, що нагадує поліметилметакрилат, вони практично не взаємодіють з розчинниками, не змінюються під час нагрівання до 200° С і внаслідок цих особливостей дуже широко застосовуються у найрізноманітніших галузях промисловості і народного господарства. Виготовлення вказаних естерів та полімерів на їх основі посідає важливе місце у хімічній промисловості розвинених країн світу.

Діаліловий естер ізофталевої кислоти (діалілізофталат) застосовується для виробництва склопластиків, слоїстих матеріалів, стійких до дії розчинників, термо-, ударостійких матеріалів, заливних і просочувальних компаундів і покриттів.

Як сировину для одержання цього естеру використовують ізофталеву кислоту і аліловий спирт, а синтез можна здійснювати різними шляхами: перетворенням ізофталевої кислоти дією

натрій карбонату в динатрієву сіль з подальшою її взаємодією з алілхлоридом, взаємодією ізофталевої кислоти з двократною кількістю алілхлориду і двократною кількістю триметиламіну і естерифікацією. Останій класичний метод синтезу діалілфталату, естерифікацією, дає позитивні результати при використанні 15-тикратного надлишку алілового спирту. Основний недолік цих процесів – довготривалість їх перебігу навіть у разі застосування різних існуючих каталізаторів для прискорення цих реакцій. Іншим недоліком цих процесів є недостатньо високий вихід естеру (не перевищує 74–80 %). Застосування ж процесу алкоголізу дихлорангідриду ізофталевої кислоти для одержання діалілізофталату уможливило усунення вказаних недоліків.

Аналіз останніх досліджень та публікацій. Попередні наші дослідження [1–3] показують, що ацилювання спиртів ангідридами і хлорангідридами відповідних кислот відбувається із значно більшою швидкістю і з вищими виходами естерів, ніж при ацилюванні кислотами. Хоч тут необхідно ще здійснити перетворення кислоти в хлорангідрид. При взаємодії тіонілхлориду і кислоти можна отримати необхідний хлорангідрид практично з кількісним виходом.

Дотепер алкоголіз дихлорангідридів ароматичних кислот, зокрема алкоголіз дихлорангідриду ізофталевої кислоти, описаний вкрай обмежено.

Мета роботи – дослідження процесу алкоголізу дихлорангідриду ізофталевої кислоти аліловим спиртом з встановленням оптимальних умов його здійснення та одержанням якнайбільших виходів діалілового естеру ізофталевої кислоти.

Хлорангідриди ароматичних кислот, до яких належить і згаданий дихлорангідрид ізофталевої кислоти, менш реакційноздатні, ніж ацилхлориди. Наприклад, ацетилхлорид взаємодіє з водою майже з вибухом при температурі 293 К, а бензоілхлорид за цих же умов практично не реагує з водою.

Вивчення процесу взаємодії дихлорангідриду ізофталевої кислоти з аліловим спиртом здійснювали в середовищі розчинника петролейного етеру фракції 343–375 К у реакторі, обладнаному мішалкою та зворотним холодильником, з'єднаним з скрублером, заповненим скляними трубочками. Спочатку в реакторі підтримують температуру 293–298 К, а потім поступово підвищують до 343 К. Водню хлорид, який виділяється внаслідок реакції, уловлюють у скрублері водою. Після закінчення виділення водню хлориду реакційну суміш охолоджують, промивають спочатку розчином соди, а потім водою до нейтральної реакції промивних вод. Відганяють петролейний етер, а потім – діалілізофталат у вакуумі.

Встановлено, що під час синтезу діалілізофталату алкоголізом дихлорангідриду ізофталевої кислоти поряд із основною реакцією аліловий спирт взаємодіє також і з водню хлоридом, який виділяється впродовж реакції, утворюючи алілхлорид. Так, у разі пропускання водню хлориду із швидкістю 20 дм³·год. через 50 г алілового спирту при температурі 293 К приблизно за одну годину практично весь спирт перетворюється в алілхлорид. Чим нижча температура здійснення алкоголізу, тим більша розчинність водню хлориду в реакційній масі. Без сумніву він краще розчиняється в спиртовому шарі, а не в петролейному, в якому розчинений дихлорангідрид ізофталевої кислоти. Для уникнення цього небажаного утворення алілхлориду необхідним є створення таких умов, за яких це утворення алілхлориду відбуватиметься якнайменше. Внаслідок цього здійснювали досліди за різного мольного співвідношення реагентів ізофталілхлориду і спирту, а також використовували для зв'язування водню хлориду натрію карбонат або пиридин. Одержані результати наведені у таблиці.

Залежність виходу діалілфталату від мольного співвідношення реагентів

№	Мольне співвідношення		Вихід діалілізофталату, %
	дихлорангідрид ізофталевої кислоти: аліловий спирт	дихлорангідрид ізофталевої кислоти: акцептор водню хлориду	
1	1 : 2	-	65
2	1 : 2,5	-	70
3	1 : 3	-	71
4	1 : 3,5	-	85
	1 : 4	-	93
5	1 : 2	натрію карбонат, 1 : 2	90
6	1 : 2	пиридин, 1 : 2	92

Аналіз отриманих даних показує, що збільшення мольного співвідношення ізофталілхлориду і спирту від 1 : 2 до 1 : 4 спричиняє підвищення виходу естеру. Виявляється, що за умов здійснення процесу алкоголізу дихлорангідриду ізофталевої кислоти аліловим спиртом швидкості утворення естеру та алілхлориду є практично співрозмірними, навіть можна вважати, що утворення алілхлориду відбувається значно швидше, ніж утворення естеру.

Оптимальний вихід не менше 90 % діалілового естеру ізофталевої кислоти можна отримати, використовуючи під час здійснення процесу мольне співвідношення дихлорангідрид ізофталевої кислоти: аліловий спирт 1: 4. Доказом того, що необхідний такий великий надлишок алілового спирту, є такі результати дослідів. Під час застосування натрію карбонату або пиридину для зв'язування водню хлориду, який виділяється внаслідок реакції, можна використовувати для здійснення алкоголізу мольне співвідношення ізофталілхлорид : аліловий спирт 1: 2. Вихід діалілофталату за цих умов також дорівнює не менше 90 %.

Однак треба ще враховувати і той факт, що у разі виділення водню хлориду внаслідок взаємодії дихлорангідриду ізофталевої кислоти і алілового спирту із реакційного середовища виноситься значна частина як розчинника, так і алілового спирту. Як встановлено внаслідок проведених експериментів, до 10 % алілового спирту втрачається в останній спосіб.

Висновки. Отже, внаслідок дослідження процесу ацилювання алілового спирту дихлорангідридом ізофталевої кислоти в середовищі петролейного етеру оптимальні виходи діалілізофталату можна отримати за таких умов здійснення вказаної реакції: температура К, мольне співвідношення ізофталілхлорид: спирт 1: 4. За цих умов ступінь перетворення дихлорангідриду дорівнює приблизно 100 %, а вихід діалілового естеру ізофталевої кислоти – 90–93 %. Такий самий результат досягається при мольному співвідношенні ізофталілхлорид: спирт 1 : 2 у присутності агентів зв'язування водню хлориду: карбонату натрію або піридину.

1. Барановська О.Е. Взаємодія хлорангідридів і ангідридів кислот з гідроксилвмісними сполуками // К., 1994. – 102с. Деп. в ДНТБ України 13.09.94. №1866-Ук94. 2. Шутер А.Ю., Барановська О.Е., Пиріг Я.М. Алкоголіз фталевого ангідриду аліловим спиртом // Тез. доп. наук. конф. до 150-річчя Львівської політехніки. Стан і перспективи розвитку хім.науки та пром-сті в Зах.регіоні України. – Львів, 1994.– 69 с. 3. Барановская О.Е. Оптимизация процесса получения диаллилфталата // Журн. прикл. химии. – 1998. – Т.71. – № 7. – Вып.7. – С. 1180–1183.