

ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИПРОПИЛИРОВАННЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ АМИНОВ

Очилов М.¹, Шоназарова Ш.И.²

Email: Ochilov689@scientifictext.ru

¹Очилов Мансур – ассистент;

²Шоназарова Шахноза Исакуловна – ассистент,
кафедра химической технологии,

Алмалыкский филиал

Ташкентский государственный технический университет им. Ислама Каримова,
г. Алмалык, Республика Узбекистан

Аннотация: разработаны и опробованы технологии получения оксипропилирования ароматических аминов. Для интенсификации процесса и гомогенизации среды использовалась магнитная мешалка. Температурный режим в реакторе поддерживался лабораторным термостатом в диапазоне $t \pm 0,6^{\circ}\text{C}$ циркулированием высокотемпературного органического теплоносителя по контуру термостат – реактор - термостат. Оксипропилирование ароматических аминов сопровождается существенным изменением парциального давления оксида пропилена, которое легко зафиксировать с помощью манометрического прибора. Для контроля за проведением процесса в крышку реактора встроен манометр с диапазоном измерения до 5 кгс/см² и ценой деления 0,1 кгс/см².

Ключевые слова: реактор, ароматические амины, оксипропилирование, интенсификация процесса, гомогенизации, магнитная мешалка, термостат, органический теплоноситель, манометрический прибор, диапазоном измерения.

PRODUCTION OF OXYPROPYLATED AROMATIC AMINES

Ochilov M.¹, Shonazarova Sh.I.²

¹Ochilov Mansur – Assistant;

²Shonazarova Shaknoza Isakulovna - Assistant,
DEPARTMENT OF CHEMICAL TECHNOLOGY,
ALMALYK BRANCH

TASHKENT STATE TECHNICAL UNIVERSITY NAMED AFTER ISLAM KARIMOV,
ALMALYK, REPUBLIC OF UZBEKISTAN

Abstract: technologies for obtaining oxypropylation of aromatic amines have been Developed and tested. A magnetic stirrer was used to intensify the process and homogenize the medium. The temperature regime in the reactor was maintained by a laboratory thermostat in the range $t \pm 0.60$ with the circulation of a high-temperature organic heat Carrier along the thermostat – reactor - thermostat circuit. Oxypropylation of aromatic amines is accompanied by a significant change in the partial pressure of propylene oxide, which is easy to detect using a pressure gauge. To control the process, a pressure gauge with a measuring range of up to 5 kgf/cm² and a fission price of 0.1 kgf/cm² is built into the reactor cover.

Keywords: reactor, aromatic amines, oxypropylation, process intensification, homogenization, magnetic stirrer, thermostat, organic heat carrier, pressure gauge, measuring range.

Основными областями применения оксиалкилированных аминов является использование их в фармацевтической промышленности, в качестве поверхностно-активных веществ, антикоррозионных присадок, присадок к топливам и в других областях народного хозяйства [1-3]. За последние 5 лет открылись новые перспективные направления использования оксипропилированных производных моно- и диаминов. Возможно их применение в шинной промышленности в качестве комплексных ингредиентов шинных резиновых смесей защищающих последние от различного рода старения и улучшающих эксплуатационные и технологические свойства [4]. Также обнаружено, что некоторые алкоголяты оксипропилированных ароматических аминов являются модификаторами микроструктуры бутадиен-стирольных каучуков [5] и позволяют значительно повысить сцепление с мокрой и обледенелой дорогой и снизить сопротивление качению, что снижает расход топлива автомобиля.

Развитие направления стабилизации шинных резин возможно при условии применения алкилирующих агентов с высокой молекулярной массой на стадии синтеза. Однако существующие технологии синтеза стабилизаторов не предусматривают гибкого изменения молекулярно-массовых характеристик стабилизаторов и физико-химических свойств продуктов на основе принципа инвариантности сырья.

Актуальной задачей является разработка технологии получения функционализированных простых полизифиров на основе процесса полимеризации оксида пропилена на щелочных алкоголятах

ароматических аминоспиртов.

Синтезированные продукты позволяют по ряду направлений эффективно осуществлять программу импортозамещения, так как базируются на отечественных разработанных технологиях и производимом в РФ сырье.

Экспериментальная часть.

Процесс оксипропилирования ароматических аминов проводили в металлическом реакторе изотермического типа. В реактор объемом 500 мл, высотой 155 мм, шириной 135 мм загружается 450 мл исходной смеси, которая представляла собой расчётное количество амина и окиси пропилена. Включается термостат и исходная смесь нагревается до температуры $100\pm0,5$ °C. По достижению значения на термометре термостата 70 °C включается магнитная мешалка. Окончание реакции определялось постоянным и неизменным значением парциального давления окиси пропилена, которое определялось манометрическим прибором.

По окончанию опыта из реакционной массы осуществлялось удаление непревращенного сырья на лабораторной установке вакуумной перегонки.

Установка вакуумной перегонки состоит из: трёхгорбой колбы, колонки, насадок, холодильника, трех приемников, колб нагревателя, вакуумного насоса, термостата.

В перегонный куб, снабженный капилляром для подачи инертного газа и термометром, загружается 450 мл реакционной массы. Включается подача инертного газа – азота. Система вакуумируется с помощью вакуумного насоса и включается обогрев перегонного куба. При достижении температуры реакционной смеси 100 °C в холодильник дистиллята подается горячая вода для конденсации паров и предотвращения кристаллизации продукта.

Высокая разность температур кипения между не превращенным сырьем и продуктами реакции позволяет использовать однократную дистилляцию для достижения высокой четкости разделения.

При увеличении температуры выше 260 °C вверху колоны и 280 °C в кубе колонны происходит выделение диоксипропилированных продуктов реакции.

Описание методов определения состава и строения продуктов процесса β -оксипропилирования ароматических аминов

Изучение реакционной способности аминов и кинетики протекания реакции оксипропилирования ароматических аминов проводилось ампульным способом. Ампулы представляют собой полые толстостенные металлические цилиндры высотой 10 см и диаметром 1 см объемом 4,4 мл. В реакторы загружалось расчетное количество исходных реагентов. Реактора марковали и помещали в термостат.

По истечении заданного времени реактор извлекался из термостата, охлаждался до температуры 20 °C. Далее измерялся реакционный объем смеси, определялась концентрация компонентов, рассчитывались кинетические параметры процесса.

Исследование реакции оксипропилирования ароматических аминов проводилось при различных мольных соотношениях амин: оксид пропилена (соответственно 6:1:1), различных температурах процесса (80, 100, 120, 140 °C) и различном времени проведения реакции (10, 20, 40, 60, 120 мин).

Методом ЯМР-спектроскопии

Для качественного анализа синтезированных веществ использовали метод протонного ядерно-магнитного резонанса. Спектры протонного магнитного резонанса регистрировали на ЯМР-спектрометре Varian MercuryPlus 300.

Измерение ЯМР спектров органических соединений проводится для растворов достаточно высокой концентрации (5-20%). В качестве растворителей используются дейтерированные соединения, не содержащие протонов или имеющие лишь один сигнал в спектре ПМР (CDCl_3).

Раствор исследуемого соединения помещают в цилиндрическую стеклянную ампулу с внешним диаметром 5 мм, внутренним 3 мм и длиной 15 см. Объем исследуемого раствора около 0,3 мл.

Список литературы / References

1. Земский Д.Н., Дорофеева Ю.Н. Влияние состава олигомерных аминных стабилизаторов на термоокислительное старение вулканизатов // Каучук и резина, 2009. № 6. С. 12-13.
2. Фирсова А.В., Карманова А.В., Глуховской А.В., Земский Д.Н. Изучение влияния смешанных алкоголятов оксипропилированных ароматических вторичных аминов на структуру диеновых полимеров // Вестник ВГУИТ, 2014. № 4. С. 147-150.
3. Малиновский М.С. Окиси олефинов и их производные / М.С. Малиновский. М.: Государственное научно – техническое издательство химической литературы, 1961.
4. Лебедев Н.Н. Химия и технология основного органического и нефтехимического синтеза / Н.Н. Лебедев. М.: Химия, 1988. 573 с.
5. Изучение кинетики процесса аммонализа окиси этилена в безводной среде: отчет о НИР от 25.04.89 / ГИПХ. Ленинград, 1989.