

**ПОЛУЧЕНИЕ И ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
ПЛАСТИФИКАТОРА ДИ-2-ЭТИЛГЕКСИЛМАЛЕИНАТА**

Соатов Сирожиддин Уролович

докторант,
ООО «Ташкентского научно-исследовательского
института химической технологии»,
Республика Узбекистан, п/о Ибрат
E-mail: soatov.2021@mail.ru

Джалилов Абдулахат Турапович

директор, академик АНРУз, д-р хим. наук, профессор,
ООО «Ташкентского научно-исследовательского
института химической технологии»,
Республика Узбекистан, п/о Ибрат

Соттикулов Элёр Сотимбоевич

ст. научн. сотр., (PhD), с.н.с.,
ООО «Ташкентского научно-исследовательского
института химической технологии»,
Республика Узбекистан, п/о Ибрат

Ишмухамедова Мукаддам Галибовна

ст. преподаватель,
«Ташкентский химико-технологический институт»,
Республика Узбекистан, г. Ташкент

**PREPARATION AND IR-SCTROSCOPIC INVESTIGATION
OF THE PLASTICIZER DI-2-ETHYLHEXYLMALENATE**

Sirojiddin Soatov

Doctoral student,
LLC Tashkent Research Institute of Chemical Technology",
Republic of Uzbekistan, Ibrat

Abdulakhat Djalilov

doctor of chemical sciences, professor,
Director Academician of the Academy of Sciences of Uzbekistan,
LLC Tashkent Scientific Research Institute of Chemical Technology,
Republic of Uzbekistan, Ibrat

Elyor Sottikulov

Senior Researcher, (PhD), Senior Researcher,
Tashkent Research Institute of Chemical Technology LLC,
Republic of Uzbekistan, Ibrat

Mukaddam Ishmukhamedova

Senior lecturer,
"Tashkent Institute of Chemical Technology",
Republic of Uzbekistan, Tashkent

АННОТАЦИЯ

В статье получен пластификатор ди-2-этилгексилмалеинат, и проводились его ИК-спектроскопические исследования. Проведены лабораторные испытания основных физико-химических показателей полученного пластификатора и установлено, что температура вспышки его составляет 269 °С, а кислотное число - 0,04 мг КОН/г.

ABSTRACT

In the article, the plasticizer di-2-ethylhexylmaleate was obtained, and IR spectroscopic studies were carried out. Laboratory tests of the main physical and chemical parameters of the obtained plasticizer were carried out and it was found that its flash point is 269 °C, and the acid number is 0.04 mg KOH/g.

Ключевые слова: 2-этилгексанол, малеиновый ангидрид, ИК-спектроскопия, пластификатор, кислотное число, температура вспышки.

Keywords: 2-ethylhexanol, maleic anhydride, IR spectroscopy, plasticizer, acid number, flash point.

Введение

К группе пластификаторов и мягчителей относятся вещества, которые способны снижать внутреннее трение между макромолекулами в полимерных системах. Такое деление, на пластификаторы и мягчители, большей частью характерно для резиновой промышленности, и основным признаком деления является их влияние на морозоустойчивость резин. Вещества, которые понижают температуру стеклования исходного каучука и улучшают морозостойкость резин, относятся к группе пластификаторов. Вещества, которые не влияют на морозостойкость резин, относятся к группе мягчителей [1].

Существуют две основные технологии создания эластичного готового продукта: добавление “мягчителя” или пластификатора (внешнего пластификатора) к полимеру или химическая модификация молекул. Для разработчика композиций предпочтительно добавление внешнего пластификатора. Внешняя пластикация – это добавление пластификатора к жесткому полимеру, причем уровень эластичности можно регулировать типом и количеством пластификатора. Выбор пластификатора может оказаться сложным из-за многообразия имеющихся продуктов и различных эффектов, достигаемых при их введении [2].

Насколько эффективно действие пластификаторов и мягчителей, зависит от их совместимости с каучуком. Совместимость смол с каучуком может изменяться от термодинамического уровня, до уровня технологического. Исходя из этого, дозировка вводимой смолы должна соответствовать её растворимости в каучуке, так как избыток мигрирует на поверхность заготовок, образуя пленки, что резко ухудшает клейкость заготовок при сборке [3].

Также бывают низкотемпературные пластификаторы, пластификаторы со слабой летучестью, специальные, слабо диффузионные, огнеупорные, пластификаторы стабилизирующего действия и т. д. [4-5].

Нами была поставлена задача получения пластификатора для резиновых смесей ди-2-этилгексилмалеината путем взаимодействия 2-этилгексанола

с малеиновым ангидридом с использованием композиции катализатора.

Путём многочисленных опытов, при получении пластификатора, определили молярное соотношение 2-этилгексанола и малеинового ангидрида, оно составляет 2:1. Синтезирование данного пластификатора проводили по ниже указанной методике. Обычно при получении пластификатора используется катализатор, кислотный и нейтральный. При использовании кислотного катализатора ухудшается цвет полученного пластификатора. Мы решили использовать композицию катализатора, состоящего из тетрабутоксититаната с тетраизопропилтитанатом в соотношении по массам 50:50. Применение данного катализатора даёт преимущество в том, что уменьшается время синтеза реакции и улучшается цвет полученного пластификатора.

Реакцию проводили в течение 7 часов с добавлением катализатора. Диапазон скорости реакции составлял 0,5 °C/мин и непрерывно увеличивался до 140-170 °C. Во время реакции выделяется вода. В ходе реакции образовалась желтоватая прозрачная маслянистая жидкость. Полученный пластификатор осветляли композицией бетнонита с алюмосиликатной микросферой и фильтровали. Полученный пластификатор ди-2-этилгексилмалеинат подвергался лабораторным испытаниям и исследованию методом ИК-спектроскопии.

ИК-спектроскопический анализ пластификатора на основе 2-этилгексанола и малеинового ангидрида проводили на приборе SHIMADZU производства Японии (диапазон 400-4000 см⁻¹, размер 4 см⁻¹).

Для сравнения спектров используются базовые данные программы, она их анализирует автоматически, а для графического представления спектров используют базу данных пользовательской библиотеки программы.

Химические изменения и механизм реакции, при взаимодействии 2-этилгексанола и малеинового ангидрида, синтезированного пластификатора изучались с помощью ИК-спектроскопии.

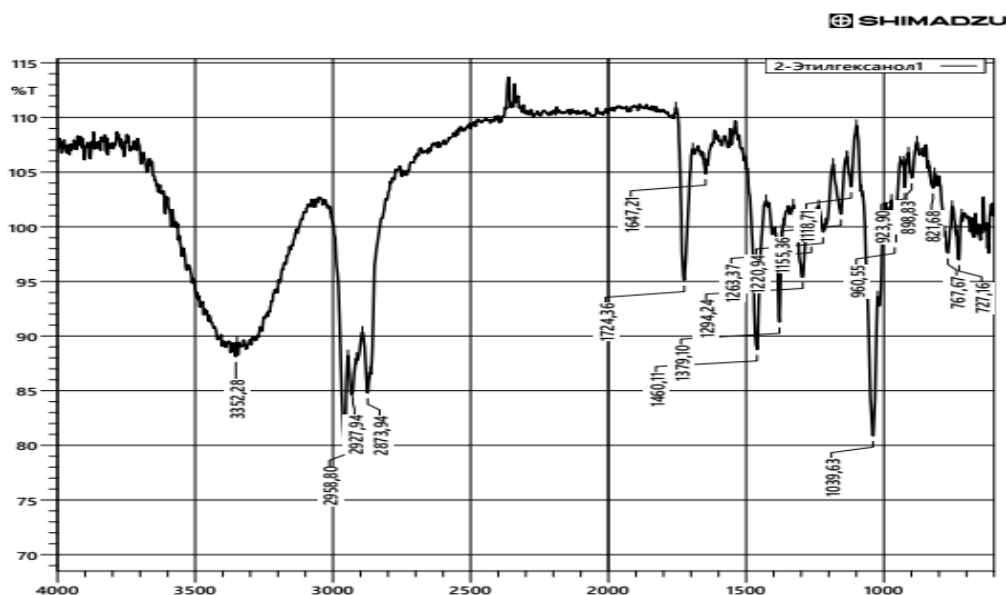


Рисунок 1. ИК спектр 2-этилгексанола

На рис. 1 представлен ИК-спектр 2-этилгексанола. На рисунке видно, что его пик поглощения в области $3352,28 \text{ см}^{-1}$ принадлежит группам -OH , характерным для спиртов. Пик поглощения, соответствующий первичным функциональным группам -OH , принадлежащим спиртам, также замечен в области $1039,63 \text{ см}^{-1}$.

Соответствующий пик поглощения CO в спиртах появляется в области $1220,94 \text{ см}^{-1}$.

На практике важным считается наличие линий с расширенным колебательным диапазоном, и, в основном, C-H деформационные колебания в этой области приписываются свободной ароматической группе в области 1118 см^{-1} .

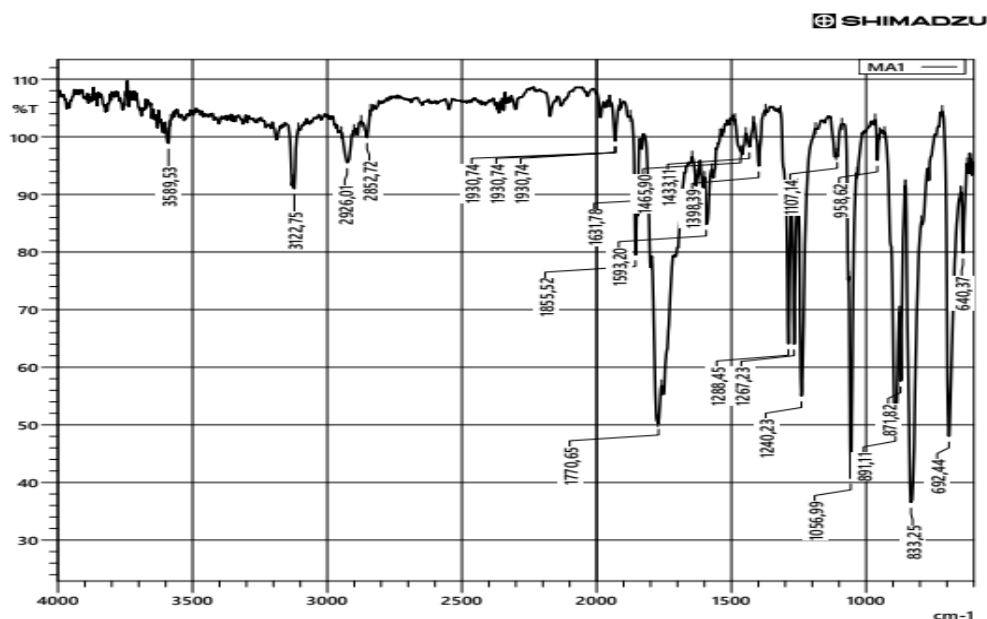


Рисунок 2. ИК-спектр малеинового ангидрида

Согласно ИК-спектру малеинового ангидрида (рис. 2), пик поглощения в области $1855,52 \text{ см}^{-1}$ данного спектра принадлежит малеиновому ангидриду циклического строения. Видно, что деформационные колебания в области $1631,78 \text{ см}^{-1}$ вызывают колебания и удлиняют свободную связь групп C=C

Важным считается наличие линий с расширенным диапазоном колебаний, а деформационные колебания в этой области в основном относятся к группе C=O в области поглощения $1774,07 \text{ см}^{-1}$. Протяженные деформационные колебания в области 1240 см^{-1} относятся к группе $(\text{C} - \text{C})$.

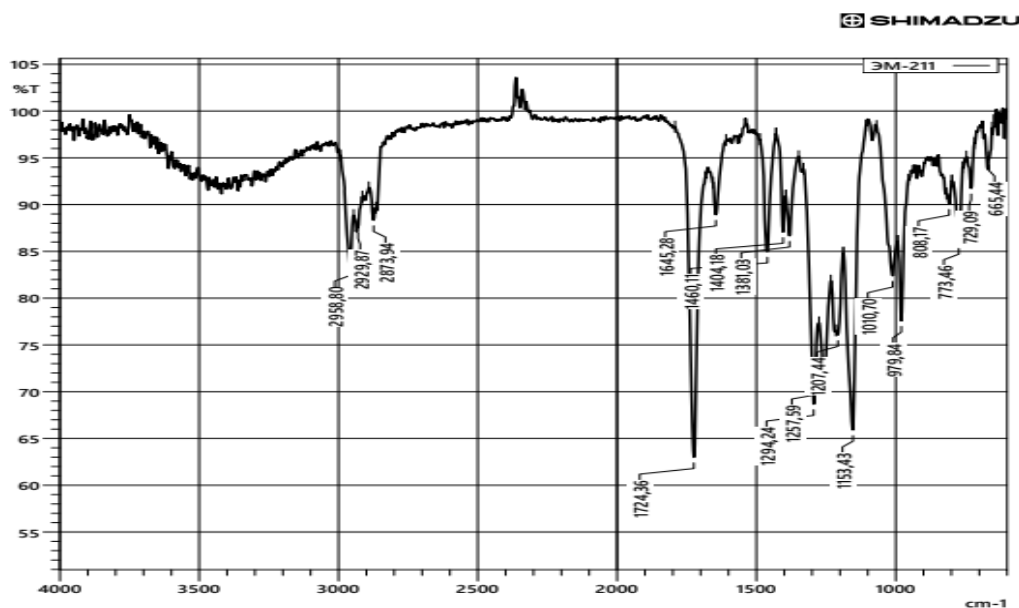


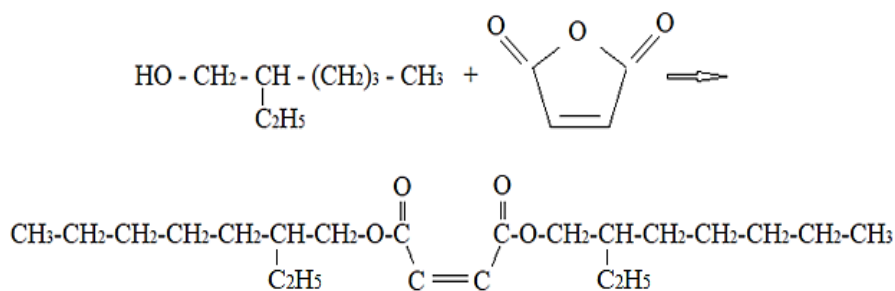
Рисунок 3. ИК –спектр пластификатора, полученного на основе 2- этилгексанола и малеинового ангидрида

На приведённом рисунке 3 ИК –спектр пластификатора, полученного на основе 2- этилгексанола и малеинового ангидрида, наблюдается повышение интенсивности CH_3 групп в области поглощения $2953,80 \text{ см}^{-1}$.

Поскольку пик поглощения на ИК-спектре малеинового ангидрида в области $1855,52 \text{ см}^{-1}$, относящийся к циклическому ангидриду, в процессе реакции находился между группой спирта OH , этот пик поглощения не наблюдался на ИК-спектре

синтезированного пластификатора, вместо него наблюдалось проявления пика в области $1294,24 \text{ см}^{-1}$, относящегося к связи $\text{C}-\text{O}-\text{C}$. На основании этого можно сделать вывод, что образовались эфирные связи.

Исходя из анализа ИК-спектра, в результате реагирования 2-этилгексанола и малеинового ангидрида, механизм реакции образования ди-2-этилгексилмалеината можно привести к седующему виду:



Согласно практическим работам теоретическим расчетам самый высокий выход продукта совместной реакции на основе 2-этилгексанола и малеинового ангидрида составил 97%, для достижения этого результата реакцию проводили в течение 7 часов.

Проведены основные физико-химические сравнительные лабораторные испытания синтезированного пластификатора и они были сранены с результатами технических условий завода. Полученные результаты представлены в таблице 1 ниже.

Таблица 1.

Физико-химические сравнительные лабораторные испытания синтезированного пластификатора

№	Наименование испытания	Показатели		Технический метод
		Норма (КЛ)	Факт	
1	Внешний вид	прозрачная маслянистая жидкость	прозрачная маслянистая жидкость	
2	Потеря при температуре $\% \leq (105^\circ\text{C})$	0,5	0,01	ISO 787-2
3	Плотность (20°C)	0,913-0,990	0,940	ASTM D4052
4	Кислотное число $\% \leq$	0,04	0,04	ISO 660
5	Температура вспышки $\geq (^\circ\text{C})$	205	269	ASTM D92

Физико-химические показатели синтезированного пластификатора

Из таблицы 1 видно, что по внешнему виду синтезированный пластификатор представляет собой прозрачную маслянистую жидкость, плотность которой равна 0,940, температура вспышки 269°C, кислотное число 0,04.

В заключении можно сказать, что в результате взаимной реакции 2-этилгексанола и малеинового ангидрида был синтезирован пластификатор ди-2-этилгексилмалеинат, который был подвергнут

ИК-анализу. Установлено, что в полученном пластификаторе пики поглощения в области 1855,52 см⁻¹, относятся к ангидридной группе, а в области 3352,28 см⁻¹, относящейся к группе -ОН, характерной для спиртов, они отсутствуют, однако присутствуют валентные колебания в области 1294,24 см⁻¹, относящиеся к сложным эфирам (С-О-С). На основании данных ИК спектра предложен механизм реакции. Проведены лабораторные испытания основных физико-химических показателей полученного пластификатора и установлено, что температура вспышки составляет 269 °С, а кислотное число равно - 0,04 мг КОН/г.

Список литературы:

1. Охотина Н.А., Ведяшкина Д.А., Ильязов М.Ф. «Алькорез 2975 - новая технологическая добавка для резиновых смесей» / Н.А. Охотина, Д.А. Ведяшкина, М.Ф. Ильязов // Вестник Казанского технологического университета. № 7, 2011. С. 104-110.
2. Гросман Ф. Руководство по разработке композиций на основе поливинилхлорида [Текст] / Гросман Ф.; Изд. 2-е, перераб. -СанктПетербург. 2009 г.
3. Шарипов Э.Н. Технология получения и применение малеинизированных полупродуктов синтеза изопрена для улучшения конфекционных свойств шинных резиновых смесей: дисс. к.т.н. / Э.Н. Шарипов. Казань. КГТУ, 2009. 136 с.
4. Лакеев С.Н., Майданова И.О., Ишалина О.В., Основы производства пластификаторов, Учебное пособие, Уфимский государственный нефтяной технический университет, 2015., Уфа: Изд-во УГНТУ, 2015. – 159.
5. Джалилов А.Т., Киёмов Ш.Н., Соттикулов Э.С., & Соатов С.У. (2020). ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ДИМЕТИЛТЕРЕФТАЛАТА И ГЛИЦЕРИНА. Булатовские чтения, 5, 79-82.