

ПОЛУЧЕНИЕ ТРИС(2,5-ДИОКСОТЕТРАГИДРОФУРИЛ-4)ИЗОЦИАНУРАТА И СМОЛ НА ЕГО ОСНОВЕ

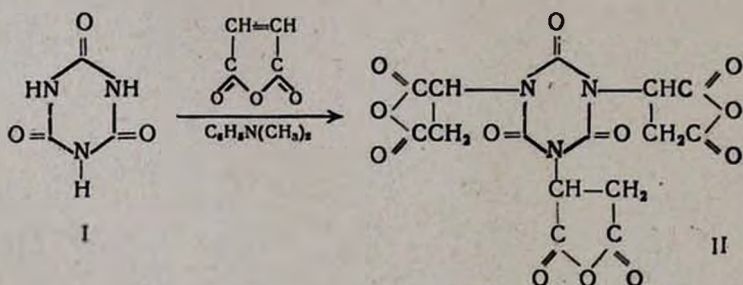
М. Л. ЕРИЦЯН, Р. А. КАРАМЯН, Б. С. АРУТЮНЯН и К. А. ЕСАЯН

Государственный научно-исследовательский и проектный институт
 полимерных клеев им. Э. Л. Тер-Газаряна, Кировакан

Поступило 23 VIII 1976

Целью настоящей работы является получение трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата и на его основе синтез смол с бифункциональными гидроксилсодержащими соединениями.

Трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурат (II) получен взаимодействием циануровой кислоты с малеиновым ангидридом в диметилформамиде в присутствии диметиланилина в качестве катализатора [1].



Оптимальное отношение [II]/[I] 5:1, температура реакции 130—135°.

На основе трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата синтезированы различные смолы поликонденсацией с соединениями, содержащими две или более гидроксильные группы, при 40—110° в присутствии концентрированной серной кислоты.

В ходе поликонденсации реакционная масса остается гомогенной до глубокой стадии конверсии мономеров, а поликонденсаты представляют собой высоковязкую темно-коричневую массу. Полученные смолы хорошо растворимы в органических растворителях (спирты, кетоны, хлорсодержащие углеводороды и т. д.) и в воде, что обусловлено, по-видимому, отсутствием трехмерной структуры. При увеличении соотношения реагентов [двух-сп]/[II] от 1 до 10 при заданных условиях поликонденсации (40—110°, 3,5—4 часа) образования геля не

наблюдается и не снижается растворимость смол в вышеуказанных растворителях. При повышении температуры поликонденсации от 110 до 160° наблюдается выделение сшитого полимера, который не растворяется, а лишь набухает в полярных растворителях.

Экспериментальная часть

Трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурат. К 50 мл ДМФА постепенно добавляют 6 г (0,046 моля) циануровой кислоты, при интенсивном перемешивании нагревают до полного ее растворения и добавляют 3 мл диметиланилина. Постепенно добавляют 22,5 г (0,23 моля) малеинового ангидрида при 65—75° и при указанной температуре продолжают перемешивание в течение 30—40 мин. Повышают температуру реакционной среды в течение 25 мин. до 135—150° и перемешивают при этой температуре 3,5—4 часа. Отгоняют растворитель в вакууме, продукт отделяют многократным промыванием хлороформом и сушат при 2,5—3 мм рт. ст. и 25—30°. Выделяют целевой продукт темно-коричневого цвета с т. пл. 36—37°. Найдено %: С 42,16; Н 2,2; N 9,65. $C_{16}H_9O_{12}N_3$. Вычислено %: С 42,55; Н 2,12; N 9,92.

Данными ИК-спектров (на UR-20) установлено наличие s-триазинового кольца, $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ -\text{CC} \\ | \\ -\text{CC} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$, $>\text{C}=\text{O}$, $-\text{CH}_2-\text{C}=\text{O}$, и $>\text{CH}$ группировок в областях поглощения 763, 1210—1280, 1680—1720, 1370—1440 и 2800—2900 см^{-1} , соответственно.

Поликонденсация II с дифенилолпропаном. К 8,07 г (0,0354 моля) дифенилолпропана в 15 мл ДМФА при перемешивании добавляют 2—3 капли конц. серной кислоты и прикапывают 10 г (0,0236 моля) II, растворенного в 20 мл ДМФА, в течение 30 мин. Постоянным перемешиванием поднимают температуру реакционной смеси до 45—50° и проводят реакцию при указанной температуре в течение 2,5—3 час. После завершения реакции полностью отгоняют растворитель в вакууме. В результате получается высоковязкая темно-коричневая масса, обладающая хорошей липкостью, пропитываемостью различными пористыми материалами. В ИК спектрах поликонденсата обнаружено

наличие полосы поглощения следующих групп $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-\text{O}$, $-\text{CO}-\text{COOH}$, $-\text{C}_6\text{H}_4-$, в областях 1180—1240, 1640—1740 и 1160—1290, 840 см^{-1} , соответственно.

Конденсация II с этиленгликолем проводится аналогично при 55—60° в течение 3—4 час. ИК спектр, см^{-1} : $-\text{CO}$, $-\text{COOH}$, $-\text{CH}_2-\text{OH}$ 1640—1740, 1050—1085, соответственно.

Конденсация II с глицерином проводится аналогично при 60—80°. ИК спектр, см^{-1} : —CO, —CH₂—CH—CH₂— 1640—1740, 1100—1500, соответственно.



Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Франц. пат. № 2.145.729. Опубликовано в о/б «Промышленная собственность», № 8, 1973.