

ПОЛУЧЕНИЕ СОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА БАЗЕ ПОЛИАЛЮМОФЕНИЛСИЛОКСАНОВ И ИЗУЧЕНИЕ ИХ НЕФТЕЕМКОСТИ

М.А. Самусь, Д.А. Портянкин
Научный руководитель – к.х.н., доцент С.Г. Красицкая

Дальневосточный федеральный университет
690091, Россия, г. Владивосток, ул. Суханова 8, samusiha@mail.ru

Целью исследования явился синтез пористых сорбционных материалов с заранее заданным набором характеристик с использованием в качестве темплата элементарного органического полимера, а также исследование нефтеёмкости полученных материалов.

Частичное расщепление силоксановой связи в полиалюмофенилсилоксане $\{(PhSiO_{1,5})_3AlO_{1,5}\}_n$ (Si/M=3) растворами NaOH заданной концентрации приводит к получению материалов с повышенной пористостью. В реакционной системе взят избыток щелочи в разном мольном отношении к полимеру (образец 1 – трехкратный избыток, образец 2 – шестикратный избыток, образец 3 – девятикратный избыток гидроксида натрия). Исходное соединение и полученные образцы были охарактеризованы методами элементного анализа, ЯМР, ИК-спектроскопии, РФА, сканирующей электронной микроскопии, изучены удельная поверхность образцов ($S_{уд}$) (по методу БЭТ) и распределение пор по размерам (по методу Дубинина-Астахова) [1]. Исследование зависимости свойств полученных сорбентов от условий синтеза, а именно от концентрации NaOH в реакционной системе показало линейное увеличение таких характеристик, как удельная поверхность, объем пор, а также повышение сорбционной активности по метиленовому синему и метиленовому оранжевому в соответствии с методикой ГОСТ 4453-74 [2].

Следующим этапом исследования явилось определение нефтеёмкости полученных образцов, а также определение зависимости этого показателя от их пористости. Нефтеёмкость определялась по модифицированной методике Standard Test Method for sorbent performance of adsorbents (ASTM F726-99): после выдерживания в течение 15 мин в моторном масле (PO-SHEFТЬ OptimumSQ/CDSAЕ 15W-40) 1,00 г образца фиксировали массу сорбента с удержи-

ваемым нефтепродуктом до установления постоянных значений [3]. В данном случае постоянные значения устанавливаются по истечении 5–7 минут. Кривые истечения образцов различаются (рис. 1).

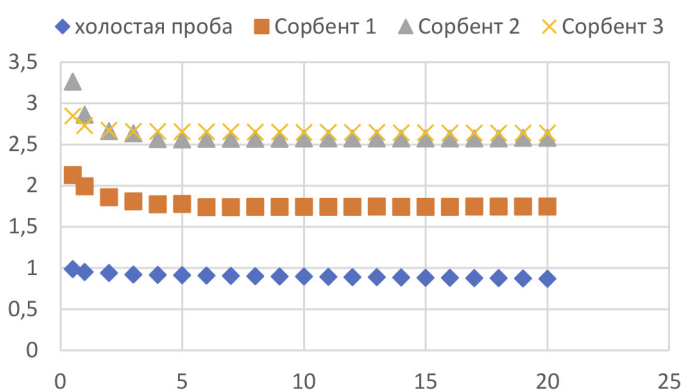


Рис. 1. Кривые истечения образцов 1-3 по сравнению с холостой пробой

Таблица 1. Нефтеёмкость образцов в зависимости от времени истечения

Время дренажа, мин.	Образец 1	Образец 2	Образец 3
0,5	1,96	2,97	2,73
1	1,83	2,57	2,62
20	1,58	2,28	2,52

Максимальную нефтеёмкость показал образец 3 (табл. 1), полученный обработкой девятикратным избытком щелочи. Наблюдается зависимость увеличения нефтеёмкости от повышения концентрации щелочи в реакционной системе при синтезе сорбентов. При этом отношение нефтеёмкостей сорбентов увеличивается с 1,58 (сорбент 1) до 2,52 при 20 мин. дренажа (сорбент 4), т.е. нефтеёмкость (отличается в ~1,6 раза) пропорциональна изменению пористости поверхности, которая возрастает при увеличении концентрации щелочи в реакционной системе.

Список литературы

1. Самусь М.А., Красицкая С.Г., Баланов М.И., Грибова В.В. Создание функциональных материалов на основе полиметаллофенилсилоксанов и исследование сорбционных свойств // IV Школа-конференция молодых учёных «Неорганические соединения и функциональные материалы» ICFM-2017.– Новосибирск, НГУ, 2017.– С.80.
2. Samus' M.A., Krasitskaya S.G., Balanov M.I., Morgun N.P., Tsvetnov M.A. // *Key Engineering Materials*, 2017.– V.743.– P.310–313.
3. Ярыгин Д.В., Лим Л.А., Руденко А.А. и др. Нефтесорбенты на основе полиэтилена // *Материалы III Всероссийской молодежной научной конференции с международным участием.*– Улан-Удэ, БГУ, 2017.– С.244–245.

ПОЛУЧЕНИЕ ГЛИКОЛИДА С АЗЕОТРОПНОЙ ОТГОНКОЙ ВОДЫ

М.Е. Сидельцев, А.Е. Лукьянов

Научный руководитель – к.х.н., доцент В.Т. Новиков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, sideltsev.max@yandex.ru

В настоящее время биоразлагаемые полимеры находят большое применение в различных областях науки и промышленности. Они используются в качестве материала для упаковочных изделий, для изготовления бытовых предметов, а также активно применяются в медицинских целях. Такое стремление к использованию данных материалов обусловлено способностью биоразлагаемых полимеров к быстрой деградации в природе и организме человека [1].

Алифатические полиэфиры являются одними из наиболее часто используемых биоразлагаемых полимеров, так как данные соединения, а также их сополимеры, находят широкое применение в медицине, в качестве шовных материалов, штифтов, а также носителей лекарственных средств [2, 3]. Один из основных способов получения полигликолида это полимеризация гликолида с раскрытием кольца.

В данной работе синтез гликолида проводился из 70% раствора гликолевой кислоты (ГК) в две стадии: поликонденсация ГК в олигомер и его деполимеризация до гликолида. Поликонденсация кислоты проводилась в присутствии растворителя, образующего азеотропную смесь

с водой, с целью уменьшения времени реакции. Эти растворители подбирались по составу азеотропной смеси и по их температуры кипения. Данная стадия проводилась на роторном испарителе при скорости вращения колбы равной 60 об/мин и при температуре бани – 150 °С. При этом в первый час реакция проводилась при атмосферном давлении и без добавления растворителя. Затем добавлялся растворитель, в количестве, необходимом для образования азеотропа с оставшейся водой, и реакция сопровождалась постепенным понижением давления до 50–20 mbar.

На стадии деполимеризации олигомера добавлялся катализатор – оксид сурьмы (III) (1% по массе). Сам процесс проводился на установке для вакуумной перегонки при вакууме 13–11 mbar в атмосфере азота. Гликолид-сырец, полученный при деполимеризации, подвергался очистке от примесей перекристаллизацией из этанола. В таблице 1 приведены сравнительные данные по синтезу гликолида с различными растворителями.

Следует отметить, что выход гликолида и его чистота зависит от используемого растворителя

Таблица 1. Выход и свойства гликолида

Растворитель	Выход гликолида-сырца, %	Выход гликолида после очистки, %	Температура плавления после очистки, °С
Без растворителя	38,2	14	80,3
Ацетонитрил	35,3	14	75,3
Циклогексанон	26,9	10	77,0
Бензол	35,2	22	78,3