

## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
ПИИЦ (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 8.771  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

## International Scientific Journal Theoretical & Applied Science

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2022 Issue: 04 Volume: 108

Published: 08.04.2022 <http://T-Science.org>

Issue

Article



### Eldor Tog'ayev

Karshi Institute of Engineering and Economics  
Assistant of the Department of Chemical Technology  
Karshi, Kazansky district, Karshi city,  
+99 899 952 44 86  
[abornomozov055@gmail.com](mailto:abornomozov055@gmail.com)

### Khasan Beknazarov

Tashkent Research Institute of Chemical Technology  
Technical, Sciences, D.Prof.  
Shura Bazaar, Tashkent district, Tashkent region,  
Republic of Uzbekistan  
+99894 617 37 62  
[hasan74@mail.ru](mailto:hasan74@mail.ru)

### Firuz Davronova

Karshi Institute of Engineering and Economics  
Assistant of the Department of Chemical Technology  
Karshi, Kazansky district, Karshi city,  
+998 998623293

## SYNTHESIS OF THERMAL STABILIZERS BASED ON PHTHALAMIC ACID SALTS

**Abstract:** Phthalamic acid salts (FAA-Ca, FAA-Zn and FAA-Cd) were synthesized in the article. The composition and structure of the obtained substances were studied by IR spectroscopy, scanning electron microscope, and elemental analysis.

**Key words:** phthalamic acid, FAA-Ca, FAA-Zn, FAA-Cd, IR spectroscopy, elemental analysis.

**Language:** Russian

**Citation:** Tog'ayev, E., Beknazarov, Kh., & Davronova, F. (2022). Synthesis of thermal stabilizers based on phthalamic acid salts. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 04 (108), 107-112.

**Soi:** <http://s-o-i.org/1.1/TAS-04-108-20> **Doi:**  <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2022.04.108.20>

**Scopus ASCC:** 1600.

### СИНТЕЗ ТЕРМОСТАБИЛИЗАТОРОВ НА ОСНОВЕ СОЛЕЙ ФТАЛАМИНОВОЙ КИСЛОТЫ

**Аннотация:** В статье синтезировано соли фталаминовой кислоты (ФАК-Са, ФАК-Зн и ФАК-Сд). Состав и структура полученных веществ изучали методом ИК-спектроскопии, сканирующего электронного микроскопа и элементного анализа.

**Ключевые слова:** фталаминовой кислоты, ФАК-Са, ФАК-Зн, ФАК-Сд, ИК-спектроскопии, элементного анализа

### Введение

В основном в качестве термостабилизатора ПВХ материалов применяются карбоксилаты металлов на основе насыщенных или

ненасыщенных карбоновых, алкоксикарбоновых, оксикарбоновых, ароматических и др. кислот, такие как стеараты, лаураты, пеларгонаты, малеинаты, мирилаты и их соли представляющих

## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
РИИЦ (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 8.771  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

собой в твердых консистенциях. Применяются также и жидкие стабилизаторы - феноляты, таллаты, бензоаты, нафтенаты металлов. В составе этих соединений значительное влияние на стабилизирующую эффективность полимера оказывают металл и кислотный остаток [1-6].

Опираясь на научные предпосылки в области термостабилизации винилхлоридных полимеров и сополимеров, Ериной Е.В. созданы многофункциональные термостабилизаторы в непылящей форме на основе стеарата металлов для производства ПВХ изделий с использованием местного сырья и химических продуктов, производимых в России [7, 8]. Для этого разработаны новые способы синтеза термостабилизаторов, содержащие стеараты  $Me^{+2}$ , в непылящей форме в среде хлорпарафина и продукт реакции представлял собой в виде пасты [9]. Использование этих продуктов в качестве термостабилизаторов ПВХ позволило уменьшить содержание термостабилизатора в 2 раза, при сохранении физико-механических и технологических свойств пластика.

В работе [10] получены кальциевые соли кислотных отходов переработки подсолнечного масла, которые на 40% эффективнее стеарата кальция по термостабилизации ПВХ. Также этими авторами разработаны [39] новые синергисты к стеарату свинца на основе кальциевой соли подсолнечного масла, и эти стабилизирующие синергические смеси по эффективности превосходили в 3 раза по сравнению свинецсодержащих акцепторов галоидводородов.

В работе [11] приводятся и обсуждаются результаты исследований известные к настоящему времени по синтезу термостабилизаторов для полимеров/сополимеров винилхлорида и других галоидсодержащих эластомерных материалов, а также предлагаемые авторами технологических процессов получения карбоксилатов Ca, Mg, Ba, Cd и Pb взаимодействием вторичных материальных ресурсов активными компонентами, которых являются карбоновые кислоты масложирового и химического производства, получения олигомерных азотсодержащих термостабилизаторов и антикоррозионных покрытий, полуфункциональных ингредиентов многоцелевого назначения, а также термостабилизаторов, стабилизаторов-киккеров и антиоксидантов на основе выбранных вторичных материальных ресурсов.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

*Синтез солей фталаминовой кислоты.* Для получения солей фталаминовой кислоты (ФАК-Ca, ФАК-Zn и ФАК-Cd) нами проведена реакция фталеевого ангидрида с аммиаком, которая после реакции образуется фталимид, полученную

фталамид гидролизовали с помощью щелочи до образования фталаминовой кислоты. В качестве солей брали хлориды металлов в мольных соотношениях с фталаминовой кислотой. Полученные соли фталаминовой кислоты осаждали из текущих растворов. Полученный осадок несколько раз промывали и фильтровали под вакуумом. Далее сушили их в течении 12 часов в сушильном шкафе при 80 °С.

Все ИК-Фурье-спектры записывали на ИК-Фурье-спектрометре IRAffinity-1S с универсальным приспособлением для отбора проб. Спектр регистрировали в диапазоне 4000-600  $cm^{-1}$ .

Морфологию поверхности и элементный состав ФАК-Ca изучали методом сканирующего элементного анализа (SEM), взвешенные в воздухе частицы образцов исследовали с помощью сканирующей электронной микроскопии с полевой эмиссией (QUORUM Q150 RS) в сочетании с энергодисперсионным рентгеновским излучением (EDX, модель Oxford X-MaxN). 0,5 см сухих и загруженных образцов вырезали и покрывали тонкой пленкой золота (Au), чтобы сделать образцы электропроводными для анализа SEMEDX. Образцы помещали в угол камеры SEM-EDX и делали два изображения каждого образца с увеличением в 5000 и 20000 раз. После чего были получены спектры EDX отдельных частиц для определения индивидуального элементного состава частиц, после сканирования электронным пучком с ускоряющим напряжением 20 кВ, током пучка 10 мкА. Были идентифицированы пики и функция количественного определения интенсивности пиков, которые были преобразованы в весовые проценты [12].

Энергодисперсионная спектроскопия (ЭДС) представляет собой микроаналитический метод, традиционно используемый в сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) для локального определения химических элементов в твердых образцах [13-15]. Образец изготавливается из твердого материала, стабильного в вакууме до  $1,5 \cdot 10^{-3}$  Па. Затем образец бомбардируется электронами с энергетическими уровнями до 30 кэВ. Еще одно требование к СЭМ заключается в том, что исследуемый образец должен соответствовать размеру камеры микроскопа. Образцы помещают в специальный держатель исследуемой поверхностью вверх [15].

Для элементного анализа присутствующих элементов в солях фталаминовой кислоты, определяли путем точного взвешивания примерно 2 мг солей фталаминовой кислоты в предварительно сформированной оболочке, закрывали и прессовали в гранулы, а затем анализировали с помощью анализатора элементного состава LECO CHNS-932.

## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
РИИЦ (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 8.771  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Метод синтеза получения солей органических кислот является хорошо зарекомендовавшим себя методом, и в этом исследовании был использован метод соосаждения, который во всех случаях давал белый осадок. Наши лабораторные выходы для всех солей фталаминовой кислоты составляют от 71 до 94%, соли фталаминовой кислоты синтезированные при pH 12, более кристалличны, чем соли фталаминовой кислоты, синтезированные при значениях pH, отличающихся от 12. Таким образом, pH 12 использовался в качестве стандартной точки для синтеза ФАК-М в этом исследовании. Однако, по данным лабораторных исследований диапазон pH 8-10 также считается подходящим для синтеза ФАК-М. Поэтому возможно, что при использовании диапазона pH 8-10 будет получен более высокий выход солей-ФАК, следовательно, с возможным изменением степени кристалличности.

Использование ИК-спектроскопии (обычно используемой для идентификации функциональных групп, присутствующих в структуре ФАК-М, состоящей из металлов) показало широкую полосу при  $\sim 3000 \text{ см}^{-1}$ , которая приписывается растяжению связей -NH во всех образцах. Однако наблюдалось смещение этой полосы NH в сторону более высоких волновых чисел. Возможно, это связано с уменьшением ионного радиуса по периоду и увеличением по группе ( $\text{Zn}^{2+} = 0,076 \text{ нм}$ ,  $\text{Ca}^{2+} = 0,100 \text{ нм}$ ,  $\text{Pb}^{2+} =$

$0,113 \text{ нм}$ ). В результате электростатические силы между  $\text{Pb}^{2+}$  и  $\text{NH}^-$  (1:2) сильнее, чем между  $\text{Ca}^{2+}$  или  $\text{Zn}^{2+}$  и  $\text{NH}^-$  (1:2). По мере того, как соотношение ионов металла и электростатические силы уменьшаются, что приводит к тому, что ионы металлов колеблются с более высокими волновыми числами.

Кабоксилаты ФАК-М, выделенные из реакционной среды при различных pH, после проведения сушки, имели ИК-спектроскопию приведенные на рис. 1. Из приведенных данных рис. 1 видно, что наиболее интенсивной полосой поглощения является спектры, находящееся в области  $1600\text{—}1575 \text{ см}^{-1}$ , в спектре ФАК-Са и ФАК-Zn карбоксилаты видны в области  $1674$ ,  $1573$  и  $1510 \text{ см}^{-1}$ , а в спектре ФАК-Pb эти поглощения появляются в области  $1683$ ,  $1575$  и  $1508 \text{ см}^{-1}$ , обычно эти поглощения относятся к асимметричным валентным колебаниям карбоксилатной группы.

В этих данных происходит постепенная смена относительной интенсивности указанных полос приводит к обычно называемому «сдвигу» сложной полосы. Из приведенных данных видно, что в соединениях СООМ обнаруживаются по крайней мере три, отличающихся друг от друга электронным строением, состояния группы  $\text{COO}^-$ . Также в ИК-спектре карбоксилатов металлов обнаруживается повышение волновые числа полосы поглощения, отнесенной к симметричным валентным колебаниям карбоксилатной группы  $\text{COO}^-$ , в области  $1423 \text{ см}^{-1}$  и  $1419 \text{ см}^{-1}$ .

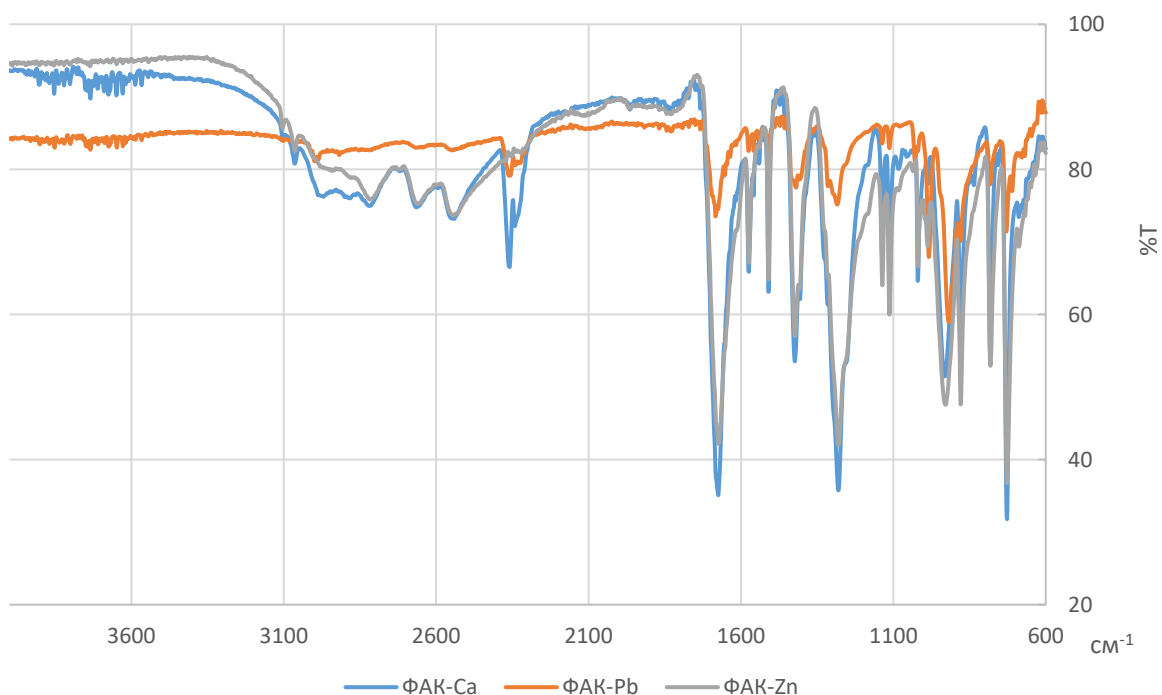


Рис. 1. ИК-спектр солей фталаминовой кислоты.

## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
РИИЦ (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 8.771  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

В карбоксилатах металлов ФАК исчезает полосы поглощения в области волновых чисел 1726 и 1772  $\text{см}^{-1}$ , где находятся полосы поглощения карбонильной группы фталаминовой кислоты ( $\nu_{\text{C=O}}$ ) в виде карбоксильной группы (1772  $\text{см}^{-1}$ ) и карбоксильные группы которое находится в димерном (1726  $\text{см}^{-1}$ ) состояниях. Приведенные данные показывают о получение карбоксилатов металлов в рис. 1.

Судя по экспериментальному анализу С, Н, N, O, как и ожидалось, присутствовал во всех синтезированных ФАК-М. Это доказывает на то, что все не реагировавшие исходные вещества были успешно удалены из осадка на стадиях промывки дистиллированной водой.

Теоретически применяя общую формулу для ФАК-М и вычисляя ее экспериментально из анализа С, Н, N, было обнаружено, что все синтезированные ФАК содержат восемь атомов углерода. Изменение количества атомов водорода в каждом ФАК-М, основанное на предсказанных и рассчитанных результатах, указывает на то, что количество молекул воды в межслоевой области не коррелирует с ожидаемыми значениями. Таким образом, проведенные элементные и химические анализы показали, что синтезированные ФАК-М имеют экспериментально определенную химическую формулу (табл. 1), которая отличается от теоретически рассчитанной формулы.

Таблица 1. Химические формулы синтезированных ФАК-М, определенные методом элементного анализа.

ФАК-М	Выход, %	Средняя мол. масс. (криоскопически)	Элементный анализ, %					
			Углерод		Водород		Азот	
			Вычислено	Найдено	Вычислено	Найдено	Вычислено	Найдено
ФАК-Са	97,2	368,3		193,4		13,7		27,9
ФАК-Zn	96,6	393,4	192,1	192,8	12	12,4	28	28,3
ФАК-Pb	98,1	207,2		193,6		13,1		27,8

Анализ структуры поверхности ФАК-Са изучали с помощью электронного микроскопа. Этот метод основан в исследовании анализа отраженного электронного изображения. Сканирующей электронной микроскопом можно

исследовать свойства и структуру поверхности синтезированных образцов и с помощью этих данных можно получать информацию о свойствах подповерхностных структур глубиной до нескольких микрон.

Электронное изображение 21

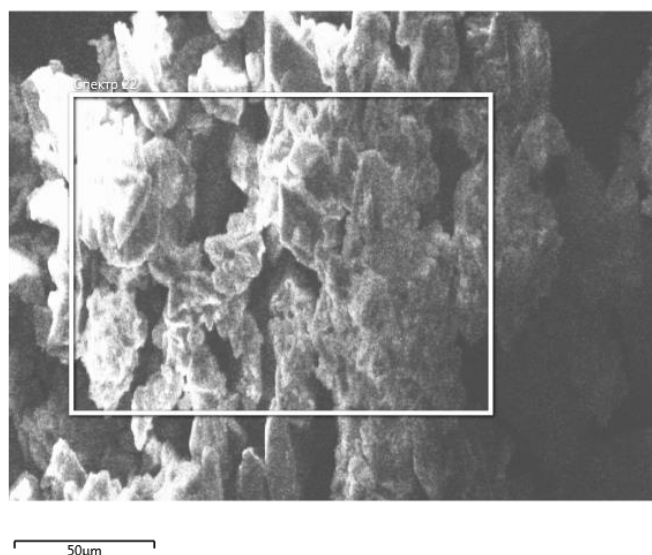


Рис.2. СЭМ анализ ФАК-Са.

На рисунке 2 показан микрофотография синтезированных образцов ФАК-Са. Синтезированный образец ФАК-Са имеет вид

кристаллы микронного размера, и в общем они состоят из кристаллитов кубической формы, но некоторые из этих веществ агломерированы.

## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
РИИЦ (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 8.771  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

Поэтому в образе встречается агломераты неправильной формы. На микрофотографиях можно увидеть кристаллы ФАК-Са, однако в этом микроскопии не всегда удается обнаружить поры малых размеров менее 1 нм. Поры таких малых

размеров можно увидеть только микроскопом высокого разрешения. Полученные данные по сканирующем электронным микроскопом свидетельствует о том, что морфология синтезированного образца не меняется.

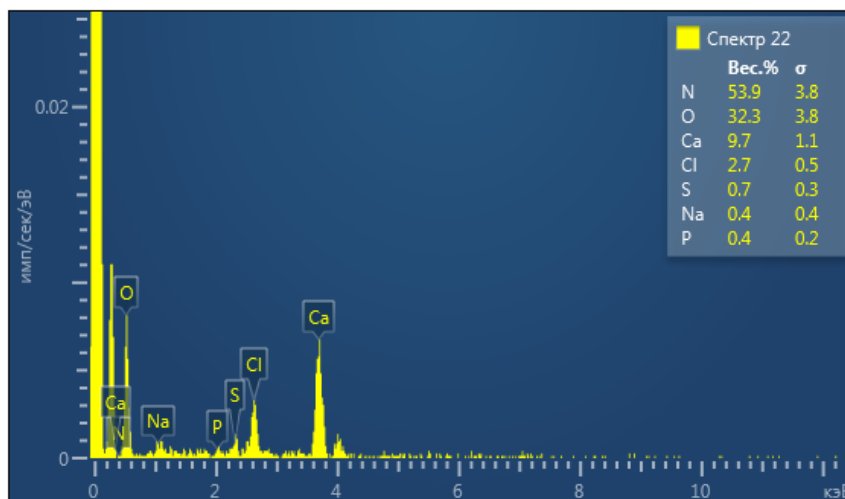


Рис.3. Элементный анализ ФАК-Са.

Методом сканирующего электронного микроскопа можно проводить качественный анализ, измеряя энергии линий характеристического излучения, также и количественный анализ, измерением относительную интенсивность линий. На рис.3 приведен элементный состав полученной с помощью СЭМ анализа. Как напомним выше методом сканирующей электронной микроскопии можно анализировать элементный состав и морфологию твердотельных веществ.

Спектры EDX показали относительное содержание семи элементов — N, O, Ca, Cl, S, Na и P, как показано на рисунке 3. Уровни содержания С были значительно выше, чем у других элементов. Углерод (С) является одним из крупнейших компонентов ФАК-Са. Эти вещества обычно содержат С и широко распространены в органических веществах.

Кроме того, повышенный уровень углерода (С) был связан с высоким содержанием остатком фталаминовой кислоты. Это сопоставимо с исследованиями, проведенными литературными данными [16]. Более высокие уровни содержания углерода в твердых частицах представляют рекомендовать как стабилизатора, поскольку они

действуют как хорошие стабилизаторы и адсорбирует выделяющейся водорода хлорида из поливинилхлорида.

Важнейшей частью СЭМ является вакуумная колонна, содержащая электронную пушку с приложенным ускоряющим напряжением и электронно-оптическую систему, фокусирующую электронный пучок на поверхности образца.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом нами синтезировано соли фталаминовой кислоты (ФАК-Са, ФАК-Zn и ФАК-Cd), одновременно изучались состав и структура этих веществ методом ИК-спектроскопии и элементного анализа. Результаты этого исследования показывают, что ФАК-Са, ФАК-Zn и ФАК-Cd могут использоваться в качестве идеальных термостабилизаторов в продуктах из переработанного ПВХ. Из исследований ИК-спектроскопии и элементного анализа можно подтвердить, что ФАК-Са, ФАК-Zn и ФАК-Cd, синтезированные в этом исследовании, могут применяться в качестве термостабилизаторов ПВХ, и одновременно определяет ингибирующий потенциал дегидрохлорирования.

## References:



## Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317  
ISI (Dubai, UAE) = 1.582  
GIF (Australia) = 0.564  
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912  
PIHII (Russia) = 3.939  
ESJI (KZ) = 8.771  
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630  
PIF (India) = 1.940  
IBI (India) = 4.260  
OAJI (USA) = 0.350

1. Minsker, K.S., & Fedoseeva, G.T. (1979). *Destrukciya i stabilizacija polivinilhlorida*. (p.424, 45-55). Moscow: Himija.
2. Minsker, K.S., Kolesov, S.V., & Zaikov, G.E. (1982). *Starenie i stabilizacija polimerov na osnove vinilhlorida*. (p.272). Moscow: Nauka.
3. Sammers, Dzh., Uilki, Ch., & Danijels, D. (2007). *Polivinilhlolid*. (p.725). SPb.: Professija.
4. Cvajfel', H., Maer, R.D., & Shiller, M. (2010). *Dobavki k polimeram*. Per. s angl. V.B. Uzdenskogo, (p.1138). SPb.: Professija.
5. Lavrov, N.A., Ksenofontov, V.G., & Beluhichev, E.V. (2016). O mehanizme stabilizacii polivinilhlorida (obzor). *Plasticheskie massy*, №11-12, pp.16-20.
6. Minsker, K. S. (1997). Principles of stabilization of Poly(Vinylchloride) // *Polymer - Plast. Technol. and Eng.* Vol. 36. №4, pp. 513-525.
7. Erina, E.V. (2011). *Razrabotka mnogofunktional'nyh nepyljashhih dobavok dlja polivinilhlorida*: Avtoref. diss. kand. him. nauk, (p.24). Volgograd.
8. Krasil'nikova, K.F., Zotov, Jy.L., Popov, Jy.V., & Erina, E.V. (2007). *Patent RF №2295549. Polimernaja kompozicija dlja izdelij*.
9. Zotov, Jy.L., Popov, Jy.V., Zolotareva, E.V., et al. (2011). Issledovanie processa sinteza stearata svinca. *Izvestija Volgogradskogo gosudarstvennogo tehničeskogo universiteta. Serija-Himija i tehnologija jelementorganicheskih monomerov i polimernih materialov*, Vyp. 8. № 2(62), pp.174-177.
10. Zotov, Jy.L., & Erina, E.V. (2006). Mnogofunktional'nye kompozicii «Sinstad» dlja polimerov XVII. Kal'cievyje soli kislot, poluchaemyh pri pererabotke rastitel'nogo masla, v kachestve stabilizatorov hlorporafinov. *Plasticheskie massy*, №1, pp.36-37.
11. Zotov, Jy.L., Erina, E.V., & Ul'jančenko, E.V. (2006). Mnogofunktional'nye kompozicii «Sinstad» dlja polimerov XIX. Kal'cievyje soli zhirnyh kislot, v kachestve sinergistov dlja stearata svinca v processah termostabilizacii hlorporafinov. *Plasticheskie massy*, №6, pp.36-37.
12. Mirvaliev, Z.Z. (2014). *Razrabotka resursosberegaušhih, jekologičeski bezopasnyh himikat-dobavok k polimernym materialam, tehnologii ih poluchenija i primenenija*. Diss... dok. tehn. nauk. (p.237). Tashkent.
13. Iwanicka, K., Czaplicka-Kotas, A., Ślusarczyk, Z., & Szostak, A. (2014). Miedź w środowisku wodnym zbiornika Goczałkowice, *Gaz, Woda i Technika Sanitarna*, 2, 75-78.
14. Goldstein, J.I., Newbury, D.E., et al. (2003). *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*, Kluwer Academic. Plenum Publishers, New York.
15. Li, Zh.R. (2003). *Industrial applications of electron microscopy*, Marcel Dekker, Inc., New York & Basel.
16. Wassilkowska, A., & Dąbrowski, W. (2012). Zastosowanie mikroskopii elektronowej do badania rur żeliw-nych – część I – Struktura wykładziny z zaprawy cementowej, *Gaz, Woda i Technika Sanitarna*, 4, 154-159.
17. Beknazarov, K.S., & Džhalilov, A.T. (2016). The synthesis of oligomeric derivatives of gossypol and the study of their antioxidative properties. *International Polymer Science and Technology*, 43(3), pp. T25–T30.