

精细化工配方

◆ 取材广泛 ◆ 资料可靠 ◆ 配方新颖 ◆ 实用性强

第二集

集錦

● 邓舜扬 编

化学工业出版社

精细化工配方集锦

第 二 集

邓舜扬 编

丁大纲 审校

化学工业出版社

·北 京·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

精细化工配方集锦·第二集/邓舜扬编.
北京: 化学工业出版社, 2003.3
ISBN 7-5025-4209-4

I. 精… II. 邓… III. 精细化工-化工
产品-配方 IV. TQ072

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 107667 号

精细化工配方集锦

第二集

邓舜扬 编

丁大纲 审校

责任编辑: 何曙霓

责任校对: 顾淑云

封面设计: 蒋艳君

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

化学工业出版社印刷厂印刷

三河市前程装订厂装订

开本 850 毫米×1168 毫米 1/32 印张 20 $\frac{1}{4}$ 字数 565 千字

2003 年 3 月第 1 版 2003 年 3 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-4209-4/TQ·1654

定 价: 38.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

自《化学配方集锦》和《精细化工配方集锦》问世以来，深受广大读者厚爱。新世纪科学技术高速发展，而中国加入世贸组织，对化学工业提出了崭新的挑战，因而出版《精细化工配方集锦·第二集》是迫切需要。

本书基本上沿用《精细化工配方集锦》章节安排，还是胶黏剂，涂料，油墨，表面活性剂，化妆品，香料，塑料和有机合成等。本书的配方是全新的，凡在《化学配方集锦》及其第二集、《精细化工配方集锦》、《新型塑料材料、工艺、配方》、《黏合剂与密封材料》、《纺织化学品》及作者其他新著中已发表过的配方，本书一概不再重复。

本书中使用的单位，基本上采用 SI。其中有个别单位因无法查找换算关系，保留了原用单位。

本书限于篇幅，略去机理和测试方法。许多配方与工艺操作尚不够详尽，读者可根据参考文献追溯原始文献，然后再进行试验与摸索，可以取得各种不同的成果，获得明显的经济效益和社会效益，为科教兴国做出贡献。附带说明一下，原《精细化工配方集锦》所列的“配方”字样，在本书中也有使用“例”字标出的。

本书由邓舜扬编写，丁大纲审校。此外，彭奇志、何丽梅、杨卫华、荣文琛、李迎丰、李明、浦颂文、江惜春、黄红、喻萍、严而清、罗登文、谢蓉等都为本书的编写做出了不同程度的贡献。限于时间和水平，错误和不当之处，敬请读者批评指正。

编 者

2002 年 7 月

作者简介

邓舜扬，1937年5月生，无锡轻工大学（现名江南大学）图书馆副研究馆员，已退休。2001年10月受聘为《发现》杂志副理事长。主要著作（第一作者）有：《化学配方集锦》化学工业出版社（1994）；《精细化工配方集锦》化学工业出版社（1998）；《化学配方集锦》（第二集）化学工业出版社（2001）；《精细化工配方集锦》（第二集）化学工业出版社（2003）。出版的著作还有：《塑料用涂料》等10余部。



内 容 提 要

本书基本上沿用《精细化工配方集锦》的编写框架，章节安排为：胶黏剂，涂料和油墨，表面活性剂和洗涤剂、化妆品，塑料和橡胶，有机合成及应用以及其他精细化工用品。本书所收集的配方是全新的，凡在作者已编著出版的配方图书中发表过的配方，本书一概不再重复。

本书雅俗共赏，可供不同部门、不同行业、各种层次的涉及到精细化工有关领域的读者参考借鉴。

目 录

第 1 章 胶黏剂	1
1.1 电子工业用黏合剂	1
1.2 橡胶类	44
1.3 乙酸乙烯和丙烯酸类	59
1.4 聚乙烯醇、淀粉和脲醛类	125
1.5 环氧类	141
1.6 聚氨酯类	161
1.7 有机硅	173
1.8 乙烯类	182
1.9 聚酰胺和无机类	206
1.10 胶黏剂的特殊用法	209
第 2 章 涂料和油墨	216
2.1 粉末涂料	216
2.2 光固化涂料	228
2.3 乳胶涂料	251
2.4 阻燃涂料	263
2.5 聚氨酯涂料	268
2.6 环氧涂料	274
2.7 溶胶	276
2.8 其他涂料	281
2.9 颜料	298
2.10 油墨	301
第 3 章 表面活性剂和清洗剂	310
3.1 非离子表面活性剂	310
3.2 阴离子表面活性剂	327
3.3 阳离子表面活性剂	341
3.4 无磷助洗剂	345
3.5 各种洗涤剂	351
3.6 漂白与消毒	363

3.7	环保型纺织助剂	368
3.8	其他	374
第4章	化妆品	379
4.1	功能性化妆品	379
4.2	头发化妆品	423
4.3	皮肤化妆品	440
4.4	防晒化妆品	457
4.5	各种化妆品原料及其应用	463
4.6	化妆品用防腐剂	475
4.7	各种配方选	486
4.8	口腔用品	493
4.9	指甲化妆品	502
4.10	其他	503
4.11	香料	506
第5章	塑料和橡胶	515
5.1	可降解塑料	515
5.2	高分子树脂的制备	526
5.3	高分子聚合物的改性	536
5.4	泡沫塑料	550
5.5	导电聚合物	556
5.6	塑料应用	558
5.7	助剂	569
5.8	橡胶	575
第6章	有机合成及应用	580
6.1	染料中间体	580
6.2	医药中间体	585
6.3	食品添加剂	594
6.4	杀菌、驱虫和除草剂	600
6.5	其他	606
第7章	其他精细化工用品	612
7.1	润滑油和油类	612
7.2	建筑材料	624
7.3	电池	632
7.4	纺织	637
7.5	造纸	642
7.6	药剂及其他用材	646

第 1 章 胶 黏 剂

1.1 电子工业用黏合剂

1.1.1 微电子装置用黏合剂

导电黏合剂最主要的用途是将集成电路芯片黏合到机身或其他基体上, 和将电子封装材料黏合到印刷线路板上。因此要求导电黏合剂具有良好的黏合机械强度、柔软性、对元件和载体无影响的固化特性以及可与工业上目前使用的设备相适应的触变特性。另外还要能对黏合进行再加工。即对个别失效芯片拆除而不破坏其他元件和基体。

电子装置用的黏合剂组合, 包含有一种或多种单一或多官能马来酰亚胺化合物, 或马来酰亚胺或乙烯基化合物的混合物, 一种固化引发剂和一种或多种填料。

可通过一定的交联度, 使黏合剂具有适当的强度和弹性; 在需要再加工处理时, 电子元件可与基体分离, 残余的黏合剂易于通过加热变软除去。

黏合剂组合中, 马来酰亚胺或/和乙烯基化合物占 2% ~ 98% (填料除外)。游离基引发剂占 0.1% ~ 3%, 也可用光引发剂代替, 用量为 1% ~ 5%。

导电填料是银、铜、金、钼、铂。在某些情况下, 需要非导电填料以调整流变性, 可采用三氧化二铝、二氧化硅和聚四氟乙烯。

组合物的固化温度一般为 80 ~ 200℃, 固化有效时间在 1 ~ 40min 范围。

例 1 制备丁二烯-丙烯腈双马来酰亚胺

在配有加料漏斗、机械搅拌器、内部温度探测器和氮气输入/输出出口的 3L 四颈烧瓶中, 将氨基封端的丁二烯丙烯腈(Hycar 树脂

1300×42 ATBN, 数均分子量为 3600)450g, (500mmol, 按胺当量 AEW=450g 计)溶解在氯仿 1000mL 中。于氮气下搅拌溶液, 在冰浴上冷却, 在加料漏斗中加入氯仿 50mL 马来酐 98.1g (1mol), 并在 30min 内将该溶液加入到反应物中, 保持反应温度在 10℃ 以下。在冰浴上搅拌该混合物 30min, 然后使其温热至室温, 再搅拌 4h。向所得到的浆料中加入乙酐 653.4g (6mol)、三乙胺 64.8g (0.64mol) 和乙酸钠 62.3g (0.76mol)。加热反应物至轻度回流 5h, 冷却至室温, 随后用水 1L、饱和碳酸氢钠水溶液 1L 和水 (2×1L), 进行萃取。真空除去溶剂, 得到马来酰亚胺封端的丁二烯丙烯腈。

例 2 制备由三(环氧基丙基)异氰脲酸酯衍生的三(马来酰亚胺)

在配有机机械搅拌器、内部温度探测器和氮气输入/输出口的 2L 三颈烧瓶中, 将三(环氧基丙基)异氰脲酸酯 99.0g (0.33mol) 溶解在 THF(四氢呋喃)500mL 中。向该溶液中加入羟苯基马来酰亚胺 189.2g (1mol) 和苄基二甲胺 1.4g (0.05%)。80℃ 加热 7h。反应物冷却至室温, 过滤, 用 5% 盐酸水溶液 500mL 和蒸馏水 1L 洗涤滤液。将得到的固体三连氮三(马来酰亚胺)在室温下进行真空干燥。

例 3 制备马来酰亚胺基乙基棕榈酸酯

在同例 2 的三颈烧瓶中, 将棕榈酰氯 274.9g (1mol) 溶解在乙醚 500mL 中。在剧烈搅拌下, 加入蒸馏水 500mL 和碳酸氢钠 84.0g (1mol) 溶液, 在氮气下, 冰浴上冷却该溶液。在加料漏斗中加入乙醚 100mL 和羟乙基马来酰亚胺 141g (1mol) 的溶液, 在 30min 内加入到反应物中, 同时, 保持内部 $T < 10^{\circ}\text{C}$ 。在冰浴上再搅拌反应物 30min。然后温热至室温, 搅拌 4h。将反应物转移到分液漏斗中, 用蒸馏水 500mL、5% 盐酸水溶液 500mL 和蒸馏水 (2×500mL) 洗涤离析的有机层。离析有机相用无水硫酸镁干燥, 过滤并真空除去溶剂, 得到脂肪族马来酰亚胺。

例 4 制备由 5-异氰酰-1-(异氰酰甲基)-1,3,3-三甲基环己烷

衍生的双马来酰亚胺

在 1L 配有机械搅拌器、加料漏斗和氮气输入/输出口的三颈烧瓶中, 将 5-异氰酰-1-(异氰酰甲基)-1, 3, 3-三甲基环己烷 111.15g(0.5mol)溶解在 THF 500mL 中。将反应物于氮气下, 搅拌下加入二月桂酸二丁基锡(催化剂)6.31g(10mmol)和羟乙基马来酰亚胺 141g(1mol), 在 70℃ 加热 4h。在加料漏斗中加入溶解在 THF 100mL 中的羟乙基马来酰亚胺 141g(1mol)。在 30min 内向异氰酸酯溶液中加入该溶液, 将所得的混合物在 70℃ 加热 4h。使反应物冷却到室温, 真空除去溶剂, 将所得到的油溶解在二氯甲烷 1L 中, 用 10% 盐酸水溶液 1L 和蒸馏水(2×1L)洗涤。用硫酸镁干燥离析的有机相, 过滤并真空除去溶剂, 得到产物。

例 5 制备由 Pripol 2033 衍生的二聚二乙烯基醚

在 2L 配有机械搅拌器的三颈烧瓶中, 在氮气下, 将双(1,10-菲咯啉)Pd(OAc)₂ 0.21g(0.54mmol)溶解在丁基乙烯基醚 8.18g(81.7mmol)、庚烷 100mL 和二聚二醇(Pripol 2033) 15.4g(27.2mmol)的混合物中。加热溶液至轻度回流 6h。使溶液冷却到室温, 随后倒入活性炭中(20g)并搅拌 1h, 过滤所得到的浆料, 真空除去过量的丁基乙烯基醚和庚烷, 得到二乙烯基醚, 一种黄色油。产物黏度约为 100mPa·s。

例 6 制备由二聚二醇(Pripol 2033)衍生的二聚二丙烯酸酯

在 1L 配有机械搅拌器。加料漏斗和内部温度探测器的三颈烧瓶中, 在氮气下, 将二聚二醇(Pripol 2033)284.4g(500mmol)溶解在无水丙酮 500mL 中。向该溶液中加入三乙胺 101.2g(1mol), 在冰浴上冷却溶液至 4℃。将加料漏斗中的溶解在无水丙酮 100mL 中的丙烯酰氯 90.5g(1mol), 在 60min 内加入到搅拌的反应溶液中, 保持温度<10℃。在冰浴上再搅拌 2h, 然后温热至室温, 搅拌 4h。通过旋转蒸发器除去所有溶剂并使剩余的残留物溶解在二氯甲烷 1L 中。用 5% HCl 水溶液 800mL 和水(2×800mL)洗涤。用无水硫酸镁干燥离析的有机相, 过滤, 真空除去溶剂, 得到一种油状的产物。

例 7 制备 *N*-乙基苯基马来酰亚胺

将 4-乙基苯胺 12.12g 溶解在 50mL 无水乙醚中，并缓慢加入到在冰浴上冷冻和搅拌的 100mL 无水乙醚的 9.81g 马来酐溶液中，将反应混合物搅拌 30min。过滤并干燥淡黄色的晶体。用乙醚 200mL 溶解马来酸和 20g 乙酸钠。在 160℃ 油浴中加热反应混合物。回流 3h 后，使溶液冷却至室温，置于 1L 在冰水中的烧杯中，剧烈搅拌 1h。吸滤产物，用己烷再结晶。将收集的结晶物质在 50℃ 的真空炉中干燥过夜。

例 8 制备双（链烯基硫化物）

在 3L 配有机机械搅拌器和迪安-斯达克蒸馏装置的三颈烧瓶中，将二聚酸(Empol 1024)574.6g(1mol)和炔丙醇 112.1g(2mol)溶解在甲苯 1L 中。加入浓硫酸 6mL，回流溶液 6h，直到 36mL 的水被共沸蒸馏掉。使溶液冷却至室温，用水(2×1L)洗涤，用无水硫酸镁干燥，真空除去溶剂，得到一种油状炔丙酯中间体。

在 1L 配有回流冷凝器、机械搅拌器和内部温度探测器的三颈烧瓶中，在氮气下，将该酯中间体 650.7g(1mol)溶解在 THF 200mL 中。加入月桂基硫醇 404.8g(2mol)和 2,2'-偶氮双 2,4-二甲基戊腈(Vazo 52)11g，在冰浴上，搅拌下得到的混合物至 70℃ 加热 7h。使反应物冷却至室温，真空除去溶剂，得到油状链烯基硫化物。

例 A 制备 6-马来酰亚胺基己酸

在 500mL 配有机机械搅拌器，内部温度探测器和加料漏斗的四颈烧瓶中，将氨基己酸 100g(0.76mol)溶解在冰乙酸 50mL 中。用加料漏斗将马来酐 74.8g(0.76mol)溶解在乙腈 75mL 中的溶液。在室温下在 1h 内滴加到氨基己酸中，保持反应温度低于 35℃。加完后，搅拌反应物 3h。过滤浆料，在真空炉中，70℃ 干燥经离析的滤液过夜，得到 166g 白色固体(95%)。产物酰胺酸。

在 1L 配有机机械搅拌器和迪安-斯达克分水器的三颈烧瓶中，在氮气下将上述酰胺酸 166g(0.72mol)溶解在甲苯 200mL、苯 200mL 和三乙胺 211mL(1.51mol)的溶液中。加热回流 4h，在分

水器中收集产生的水。向反应烧瓶中加入蒸馏水 400mL，溶解在反应中分离出来的大部分产物的三乙基铵盐。离析水层，用 50% 盐酸酸化至 pH 约 1，用乙酸乙酯 600mL 萃取。用蒸馏水 400mL 洗涤有机层。用硫酸镁干燥离析的有机层，真空除去溶剂，得到一种白色固体 76.2g，(50%)。

例 B 制备二聚二酯双马来酰亚胺

在 1 升配有机机械搅拌器、迪安-斯达克分水器和内部温度探测器的四颈烧瓶中，在氮气下将 Pripol 2033 92.4g(0.169mol)、6-马来酰亚胺基己酸 75.0g (0.355mol) 和硫酸 0.50mL，(约 0.0085mol) 在甲苯中制浆。加热反应物至轻度回流 2h，在分水器中收集离析的水。取出分水器，蒸馏掉反应物中的 50mL 甲苯溶剂，除去痕量的水分，使酯化平衡。反应物冷却至室温，加入其他的甲苯 100mL，用饱和碳酸氢钠水溶液 300mL 和蒸馏水 300mL 洗涤该溶液。离析有机层，用无水硫酸镁干燥，真空除去溶剂，得到橙色油 107.2g(68%)。经二氧化硅或氧化铝的短塞通过洗脱树脂的甲苯溶液进一步提纯。产物黏度为 2500mPa.s。

例 C 制备“癸基二醇二酯双马来酰亚胺”

按例 B 所述的一般步骤制备，只是用癸基二醇 9.5g (0.169mol) 代替 Pripol 2033。该方法制得一种固体，中等溶度的双马来酰亚胺 54.9g(58%)。该产物具有合格的 FT-IR 和 ^1H NMR 数据。

例 D 制备甘油三酯三(马来酰亚胺)衍生的二聚二丙烯酸酯

按例 B 制备，改用甘油 10.4g(0.113mol) 代替 Pripol 2033。产物是黏性的液体。

例 E 制备 IPDI 的双(氨基甲酸-间硝基苄酯)

在配有机机械搅拌器，回流冷凝器和内部温度探测器的 2L 三颈烧瓶中，在氮气下，将异佛尔酮二异氰酸酯 (IPDI) 100.0g (0.45mol)，间硝基苄基醇 137.8g(0.90mol) 和二月桂酸二丁基锡 2.8g(0.0045mol) 溶解在无水甲苯 1500mL 中。90℃ 加热 4h。溶液冷却到室温，用蒸馏水 100mL 洗涤。离析有机层，真空除去溶剂，

得到黄色液体产物。

例 F 制备 IPDI 的双(氨基甲酸间氨基苄酯)

在 500mL 配有磁力搅拌器的三颈圆底烧瓶中, 在氮气下, 将例 E 制得的二硝基化合物 8.28g(0.0157mol)溶解在乙醇 100mL。加入环己烷 28.6mL(0.282mol), 再加入 5% Pd/C 4.14g。使得到的浆料轻度回流 6.5h。溶液冷却至室温并过滤。真空除去溶剂, 得到黄色半固体产物 6.6g(90%)。

例 G 制备 IPDI 的双(氨基甲酸-间马来酰亚胺基苄酯)

在 250mL 配有磁力搅拌器和加料漏斗的四颈烧瓶中, 在氮气下, 将例 F 制得的二胺 6.6g(0.0141mol)溶解在丙酮 60mL 中, 并冷却至 4℃。在 30min 内滴加马来酐 2.76g(0.082mol)溶解在丙酮 20mL 中的溶液。在 4℃ 搅拌溶液 1h, 接着温热至室温并搅拌过夜。

向上述酰胺酸溶液中加入乙酐 8.5mL(0.090mol)、三乙胺 1.26mL(0.009mol)和乙酸钠 0.88g(0.11mol), 使溶液在氮气下轻度回流 4h。冷却到室温, 真空除去所有溶剂, 将得到的黏性溶液再溶解在二氯甲烷 200mL 中, 用蒸馏水(3×200mL)萃取, 然后有机相用无水硫酸镁干燥, 过滤并真空除去溶剂, 得淡棕色固体产物 6.75g(76%)。

例 H 制备 DDI 1410 的双(氨基甲酸间硝基苄酯)

在配有机械搅拌器, 回流冷凝器和内部温度探测器的 1L 四颈烧瓶中, 在氮气下, 将 DDI 1410(二聚二异氰酸酯) 99.77g(0.165mol, 按 13.36% NCO 计)、间硝基苄醇 50.8g(0.332mol)和二月桂酸二丁基锡 0.5mL(0.3mol)溶解在甲苯 150mL。加热至 85℃ 2.5h。真空除去溶剂, 得到黄色油, 该油在室温中放置时固化 152.4g(102%, 含痕量甲苯)。

例 I 制备 DDI 1410 的双(氨基甲酸间氨基苄酯)

在配有机械搅拌器和回流冷凝器的 1L 三颈烧瓶中, 在氮气下, 将例 H 制得的二胺产物 39.6g(0.0432mol)和氯化亚锡二水合物 97.55g(0.432mol), 在乙酸乙酯 300mL 中制浆。加热反应物至

轻度回流并剧烈搅拌 3h。冷却至室温，用饱和碳酸氢钠溶液调 pH7~8。使混合物通过 25 μ m 的过滤器，得到分离成浑浊水层和中度透明有机层的混合物。离析水层，用乙酸乙酯 100mL 进行洗涤。合并有机层，用蒸馏水 300mL 洗涤，无水硫酸镁干燥。过滤浆料，真空除去滤液中的溶剂，得到黄色黏稠的固体产物 33.8g (92%)。

例 J 制备 DDI 1410 的双(氨基甲酸间马来酰亚胺基苄酯)

在配有机械搅拌器，内部温度探测器和加料漏斗的 2L 四颈烧瓶中，在氮气下，将马来酐 15.4g(0.0157mol)溶解在丙酮 300mL 中。在冰浴上冷却溶液至约 4℃。用加料漏斗将例 I 制得的二胺溶液 63.4g(0.0748mol)在丙酮 70mL 中的溶液在 30min 内加入马来酐溶液中，保持温度 <10℃。搅拌溶液 1h，接着温热至室温，并搅拌 2h。向该酰胺酸溶液中加入乙酐 24.7mL(0.262mol)、三乙胺 6.25mL(0.0448mol)和乙酸锰四水合物 0.37g(1.50mmol)。加热该溶液至轻度加流 6.5h，然后冷却至室温。真空除去所有溶剂，将制得的深色溶液溶解在二乙醚 500mL 中，用蒸馏水 500mL 洗涤该溶液。然后用饱和碳酸氢钠水溶液 500mL 洗涤离析的有机层，再次用蒸馏水 500mL 洗涤。离析有机相，用无水硫酸镁干燥，真空除去溶剂，得到黏性橙色油状产物。

例 AA 导电黏合剂配方

在室温下采用机械混合器将下列组分混合：

例 B 的液态双马来酰亚胺	2.664g	Silquest A-174 硅氧烷化合物	0.040g
例 5 的二聚二乙烯基醚	2.644g	USP-90MD 有机过氧化物	0.099g
Ricon 131MA20 含丁二烯的弹性体	0.661g	XD0026	0.119g
		SF-96 银粉	23.794g

得到黏合剂的黏度为 9011mPa.s，触变指数为 5.36。将制成的黏合剂分散到各种金属引线框中，并将 3.05×3.05mm²，硅片置于黏合剂中，制成约 0.0254mm 的黏合层。在 200℃ 快速固化 60s，测定在室温和 240℃ 下的剪切强度。然后将这些试样在 85℃ 温度和湿度(85RH)下处理 48h。再次测定室温和 240℃ 下的剪切强度，结果见表 1-1。

表 1-1 马来酰亚胺/乙烯基醚片黏附黏合剂片的剪切强度 (DDS)

项 目	未暴露在湿度下		暴露在湿度下(48h/85℃/85RH)	
固化外形	60s/200℃		60s/200℃	
试验温度	25℃	240℃	25℃	240℃
Cu 引线框 DSS(kg)	4.88+/-0.25	1.46+/-0.35	6.54+/-0.82	1.84+/-0.76
Ag-Cu 引线框 DSS(kg)	5.29+/-0.34	2.17+/-0.43	9.50+/-1.88	1.56+/-0.72
Pd-Cu DSS(kg)	5.52+/-0.39	1.99+/-0.44	11.9+/-1.3	3.53+/-0.66

中国发明专利 CN 1248603A(2000 美国申请)

1.1.2 烯丙基化的酰胺化合物制备的微电子元件用黏合剂

由烯丙基化的酰胺与自由基固化剂和填料配制成的可固化组合物,是一种微电子元件用的黏合剂。包括烯丙基化的酰胺化合物(也可含烯基化合物)2%~98%,自由基引发剂或光引发剂0.1%~3.0%以及导电填料(银、铜、金、钯、铂)等。这些组合物在50~250℃固化,固化时间从少于1min至4h范围内。

组合物也可含偶联剂,如硅烷、硅酸酯、丙烯酸金属盐、钛酸盐和含螯合配体(如膦化氢、硫醇和乙酰乙酸酯)的化合物,用量一般为烯丙基化的酰胺和乙烯基化合物的0.1%~3.0%。

为改进柔韧性和强度,可采用具有50℃或更低的 T_g 的热固性和热塑性材料,合适的改性剂有聚丙烯酸酯、聚丁二烯、聚四氢呋喃、CTBN(端羧基丁腈橡胶)和聚丙二醇,其量在15%以下(以酰胺化合物和乙烯基化合物为基准)。

例1 双酚F-双(二烯丙基酰胺)的制备

在装备机械搅拌器和回流冷凝器的2L三颈烧瓶中,将双酚F200.3g(1mol)溶于500mL四氢呋喃(THF)中,添加1,2-环氧-9-癸烯308.5g(2mol)和苄基二甲基胺0.67g(5mmol)。将溶液加热至80℃,保温7h,然后冷却到室温。在真空中除去溶剂,得到油状物。

在装备机械搅拌器、回流冷凝器和温度计的3L三颈烧瓶中,在氮气下将上述分离的中间体508.8g(1mol)溶于THF1L和水1L

中。向该溶液加入高锰酸钾 316g(2mol)，加热至 80℃，保温 5h。反应物冷却至室温，真空除去大部分溶剂。得到的物质溶解在 1L 二氯甲烷中，过滤并用水(3×1L)洗涤。分离的有机物用硫酸镁干燥，在真空下除去溶剂，生成二酸中间体。

在装备机械搅拌器，加料漏斗和温度计的 3L 三颈烧瓶中，在氮气氛下，将上述二酸 544.8g(1mol)和二烯丙胺 194.3g(2mol)和 1L 二氯甲烷合并。在冰浴中冷却至 4℃。用加料漏斗，将二环己基碳化二亚胺(DCC)412.7g(2mol)在二氯甲烷中的溶液，经 60min 滴加到搅拌的胺溶液中。反应物在冰浴中再搅拌 30min，混合物温热至室温并再搅拌 4h，将溶液过滤除去沉淀的二环己基脲(DCU)。分离的有机物用无水硫酸镁干燥、过滤，并在真空下除去溶剂，生成双(二烯丙基酰胺)产物。

例 2 聚(丁二烯)双(二烯丙基酰胺)的制备

在装备机械搅拌器，加料漏斗和温度计的 2L 三颈烧瓶中，在氮气氛下，将二烯丙基胺 97.15g(1mol)溶解在丙酮 500ml 中，溶液用冰浴冷却，以加料漏斗将 1766g 马来化聚丁二烯(Ricon 131MA5)在 500mL 丙酮中的溶液，经 60min 滴加到冷却的胺溶液中，保持温度<10℃，溶液在冰浴中再搅拌 60min，然后温热至室温，再搅拌 2h。在真空下除去溶剂和残余的二烯丙基化的酰胺，得到聚(二烯丙基酰胺)。

例 3 二聚双(二烯丙基酰胺)或 10,11-二辛基-1,20-二十烷基双(二烯丙基酰胺)的制备

在装备回流冷凝器、加料漏斗和磁力搅拌器的 500mL 四颈烧瓶中，在氮气氛下，将二聚酸(Empol 1024)20.5g(35.7mmol)溶于无水甲苯 250mL 中。加热至 80℃，并经 60min 滴加草酰氯 12.5mL(143mmol)，立即有效洗脱 CO₂、CO 和 HCl。滴加完后再搅拌 3h，冷却到室温，真空除去溶剂，得油状物。

在装备机械搅拌器，加料漏斗和温度计的 500mL 三颈烧瓶中，在氮气氛下，将二烯丙基胺 10.0mL 溶解在乙醚 200mL 中。添加氢氧化钠 3.2g(80mmol)溶解在 100mL 水中溶液，冰浴冷却至