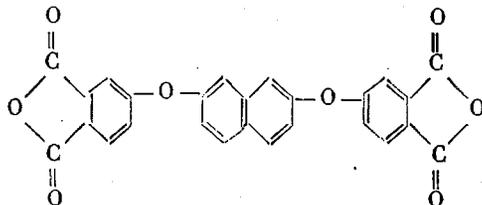


исследование таких ароматических полиимидов на основе диангидрида 2,7-бис-(3,4-дикарбоксифенокси)нафталина



Синтез такого рода полиимидов проводили двустадийным методом. Пленки готовили из растворов соответствующих полиамидокислот в ДМФ и имидизовали обычным термическим способом. Свойства полученных пленок представлены в таблице в сравнении со свойствами полиимидов на основе диангидрида бис-(3,4-дикарбоксифенокси)резорцина. Введение в полимерную цепь нафталиновых колец повышает температуру размягчения и оказывает небольшое влияние на деформационно-прочностные свойства и термическую стабильность полиаримидов, которые остаются на достаточно высоком уровне.

Вязкости расплавов синтезированных полиимидов при 350° составляют (1–5) · 10⁶ П, что не исключает возможности их переработки в изделия методом литья под давлением и экструзией.

Исходные мономеры. Диангидрид 2,7-бис-(3,4-дикарбоксифенокси)нафталина (синтезирован аналогично [4] т. пл. 157–159° (из бензола)); диангидрид бис-(3,4-дикарбоксифенокси)резорцина (т. пл. 164–165°), бис-(4-аминофенокси)резорцин (т. пл. 115–116°); бис-(4-аминофенокси)гидрохинон (т. пл. 171–172°); 4,4'-диаминодифениловый эфир (т. пл. 190–191° (сублимация)), м-фенилендиамин (т. пл. 63–64°); 2,2'-бис-*n*-(аминофенокси)фенил-5,5'-оксадибензимидазол (т. пл. 148–250°).

Синтез полимеров. На первой стадии синтеза полиимидов получали полиамидокислоты в растворе ДМФ по стандартной методике. Циклизацию высушенных на стеклянных подложках пленок толщиной 20–30 мкм проводили ступенчатым нагреванием до 360°. Деформационно-прочностные характеристики полимеров определяли на приборе УМИВ-3 [5]. Изучение термической стабильности полимеров проводилось на дериватографе в атмосфере воздуха при скорости подъема температуры 5 град/мин.

ЛИТЕРАТУРА

1. Charbonneau L. F. J. Polymer Sci. Polymer Chem. Ed., 1978, v. 16, № 1, p. 197.
2. Lanala V. L., Stivers E. C. Pat. 3607387 (USA).— Оpubл. в РЖХим, 1975, № 13С.808.
3. Котон М. М., Флоринский Ф. С., Бессонов М. И., Рудаков А. П. А. с. 257010 (СССР).— Оpubл. в Б. И. 1969, № 35.
4. Котон М. М., Киселева Т. М., Жукова Т. И., Николаева С. Н., Лайус Л. А., Сазанов Ю. Н. Высокомолек. соед. А, 1981, т. 23, № 8, с. 1736.
5. Котон М. М. Высокомолек. соед. А, 1977, т. 19, № 7, с. 1419.

Институт высокомолекулярных соединений АН СССР

Поступила в редакцию
2.VIII.1982

УДК 541.64:542.954:547.665

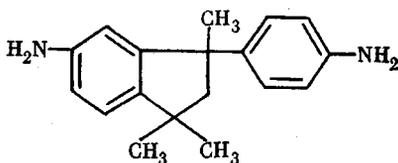
АРОМАТИЧЕСКИЕ ПОЛИИМИДЫ НА ОСНОВЕ 1,1,3-ТРИМЕТИЛ-3-(*n*-АМИНОФЕНИЛ)-6-АМИНОИНДАНА

Котон М. М., Киселева Т. М., Жукова Т. И.,
Лайус Л. А., Сазанов Ю. Н., Калинин И. В.

Одним из путей повышения термостабильности полиимидов, сочетающейся с растворимостью и плавкостью, является введение в полимерную цепь различных циклических группировок. Из литературы известно, что введение в полимерную цепь полиамидов и полиэфиров инданового цикла приводит к повышению термостабильности и температуры стеклования полимеров [1–3].

В настоящей работе были продолжены исследования по получению полиимидов, содержащих циклические группировки, а именно с термостойким индановым циклом в основной цепи на основе диангидридов тетракар-

боновых кислот различного химического строения и 1,1,3-триметил-3-(*n*-аминофенил)-6-аминоиндана

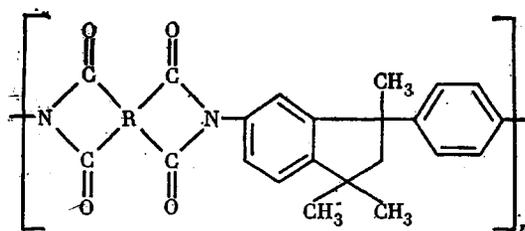


Исходные мономеры. 1,1,3-Триметил-3-(*n*-аминофенил)-6-аминоиндан получали аналогично [1]; т. пл. 45° (из этанола). Диангидрид пиромеллитовой кислоты — т. пл. 285–286° (сублимация). Диангидрид 3,3',4,4'-дифенилоксидтетракарбоновой кислоты — т. пл. 224–226°. Диангидрид 3,3',4,4'-бензофенонтetraкарбоновой кислоты — т. пл. 221–223°. Диангидрид 2,7-бис-(3,4-дикарбоксифеноксид)нафталина получали аналогично в работе [4] из 2,7-дигидроксиафталина; т. пл. 157–158° (из бензола). Диангидрид бис-(3,4-дикарбоксифенилового эфира) резорцина — т. пл. 163–164°.

Синтез полимеров. На первой стадии синтеза полиимидов получали полиамидокислоты (ПАК) в растворе в ДМФ по стандартной методике. Циклизацию пленок толщиной 20–30 мкм проводили ступенчатым нагреванием в вакууме до 360°.

Деформационно-прочностные характеристики полимеров определяли на приборе УМИВ-3 [5]. Термическую стабильность полимеров изучали на дериватографе в атмосфере воздуха при скорости подъема температуры 5 град/мин.

Свойства пленок на основе полиимидов общей формулы



Полимер, №	R	[η] * ПАК, дЛ/г	Удлинение при разрыве, %	Прочность, МН/м²	T размягч	Модуль упругости, МН/м²	Температура потери в весе, °С	
							5%-ной	10%-вой
1		0,75	Пленка хрупкая				440	470
2		0,65	7	100	303	2200	450	500
3		0,65	8	130	280	2400	420	480
4		0,7	18	120	220	2820	460	490
5		0,75	12	130	280	3620	520	540

* Характеристическая вязкость ПАК измерена в ДМФ при 20°.

Свойства полученных полиимидов представлены в таблице. Введение инданового цикла в полиимид позволяет получать прочные пленки (кроме полиимида 1), с высокими значениями термической стабильности, не уступающими фенилиндансодержащим полиимидам [3]. Кроме того, все синтезированные полиимиды растворяются при комнатной температуре в амидных растворителях, образуя устойчивые при хранении растворы. Так, например, пленка полиимида 4 в растворе в ДМФ образует полимер с $[\eta]=0,3$, из которого вновь была получена пленка с прочностью на разрыв $\sigma_p=110$ МН/м² и удлинением при разрыве $\varepsilon_p=12\%$. Однако прогревание пленок при циклизации выше 380° приводит к частичной или полной потере растворимости полиимидов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Wilson I. C. J. Polymer Sci. Polymer Chem. Ed., 1975, v. 13, № 3, p. 749.
2. Nishimura I., Tanaka N., Yamashita S. J. Polymer Sci. Polymer Chem. Ed., 1980, v. 18, № 4, p. 1203.
3. Батеман У., Гордон Д. А. Пат. 3856752 (США). — Оpubл. в РЖХим, 1975, 17С343 П.
4. Котон М. М., Киселева Т. М., Жукова Т. И., Николаева С. Н., Лайус Л. А., Сазанов Ю. Н. Высокомолек. соед. А, 1981, т. 23, № 8, с. 1736.
5. Котон М. М., Жукова Т. И., Флоринский Ф. С., Киселева Т. М., Лайус Л. А., Сазанов Ю. Н. Высокомолек. соед. Б, 1980, т. 22, № 1, с. 43.

Институт высокомолекулярных соединений
АН СССР

Поступила в редакцию
2.VIII.1982

УДК 541.64:539.2

УДАРНАЯ ВЯЗКОСТЬ И ВТОРИЧНЫЙ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ ПЕРЕХОД ПОЛИВИНИЛХЛОРИДА

*Петрова Р. И., Захарова Т. Б., Монахова Т. Г.,
Савельев А. П., Айвазов А. Б., Зеленев Ю. В.*

ПВХ, как и многие другие ударопрочные полимеры, имеет низкотемпературный β -переход, обусловленный локальной подвижностью боковых заместителей и примыкающих к ним атомных групп основной цепи [1, 2]. Имеются данные [3], что этот вторичный переход играет определенную роль в поглощении энергии удара. Однако вопрос о роли вторичных процессов в повышении ударной вязкости пластмасс в широком интервале температур остается открытым, так как в ряде работ отмечается отсутствие корреляции между интенсивностью максимума механических потерь и величиной ударной вязкости [4, 5]. Представляет интерес изучить, как влияет изменение параметров низкотемпературного максимума механических потерь процесса β -релаксации на величину ударной вязкости ПВХ.

Известно, что отжиг и закалка образцов полимеров ведут к изменению степени упорядоченности исходной структуры [6], что приводит к изменению параметров максимума механических потерь процесса β -релаксации [7]. В настоящей работе величину максимума механических потерь процесса β -релаксации изменяли путем термообработки образцов. Кроме того, использовали ПВХ различных марок, отличающихся условиями синтеза и выделения, так как структура суспензионного ПВХ менее совершенна, чем эмульсионного [7, 8], что в свою очередь должно влиять на параметры максимума β -процесса.

В работе использовали промышленные образцы суспензионного С-5860 ПЖ (ПВХ-ПЖ) и эмульсионного Е-6202Ж (ПВХ-Е) ПВХ с $M_n=50\ 000$, суспензионного С-7058 (ПВХ-С) насыпной вес 0,7 г/см³ и микросуспензионного МС-70 (ПВХ-МС) ПВХ с $M_n=65\ 000$. Пластины из ПВХ в присутствии стабилизаторов на основе бария и кадмия толщиной 0,5 и 4 мм для исследования релаксационных процессов методом вынужденных резонансных колебаний [9] и для определения ударной вязкости по