

## РАСТВОРЫ

УДК 541.64 : 532.73

© 1992 г. Е. А. Гладкова, В. И. Неделькин, С. И. Овсянникова,  
О. Б. Андрианова, Я. В. Генин, Л. И. Комарова,  
С.-С. А. Павлова, Л. В. Дубровина, В. А. Сергеев

**ИЗУЧЕНИЕ РАСТВОРОВ  
ПОЛИ-1,4-ФЕНИЛЕНСУЛЬФИДСУЛЬФОНА**

Показано, что растворы высокомолекулярного поли-1,4-фениленсульфидсульфона в ряде органических растворителей нестабильны и характеризуются способностью к структурообразованию. Растворы в диметилформамиде проявляют способность к застудневанию, в N-метилпирролидоне — к образованию кристаллосольватов сферолитной формы. Присутствие воды ускоряет процесс структурообразования. Изучены рентгеновские параметры, спектральные и термические характеристики полимерных сольватов. Найдено, что путем экстракции кристаллосольватов поли-1,4-фениленсульфидсульфона сферолитной формы могут быть получены аморфные структуры, сохраняющие внешнюю форму сферолитов. Методом светорассеяния разбавленных растворов изучены особенности межмолекулярного взаимодействия растворителей с полимером на начальных этапах структурообразования.

Поли-1,4-фениленсульфидсульфон (ПФСС) относится к новому поколению теплостойких конструкционных термопластов ариленсульфидного типа, отличающихся от своего ближайшего предшественника — поли-1,4-фениленсульфида аморфной структурой, более высокой температурой стеклования ( $T_c = 206^\circ$  по сравнению с 88—90° у поли-1,4-фениленсульфида) и растворимостью при комнатной температуре в ряде органических растворителей, тогда как поли-1,4-фениленсульфид растворим только при температуре выше 200°. Хорошая растворимость ПФСС открывает новые возможности при переработке этого пленко- и волокнообразующего полимера из растворов.

Растворение ПФСС в N-метилпирролидоне (МП), ДМФА и других растворителях происходит при повышенных температурах и заметно различается для разных образцов в зависимости от ММ и способа выделения из реакционной среды. Так, переосажденные образцы растворяются легче, чем образцы, экстрагированные ацетоном. При переосаждении наблюдается изменение характеристической вязкости и ММ в МП: у исходного образца  $\bar{M}_w = 47 \cdot 10^3$  и  $[\eta] = 0,42$  дL/g, у переосажденного  $\bar{M}_w = 39,2 \cdot 10^3$  и  $[\eta] = 0,47$  дL/g. Это может свидетельствовать о наличии у непереосажденных и обработанных после синтеза только водой и ацетоном ПФСС определенной структуры, разрушающейся в процессе переосаждения.

При изучении растворов ПФСС в ДМФА была обнаружена способность к студнеобразованию. Растворы ПФСС в таких растворителях, как ДМАА,

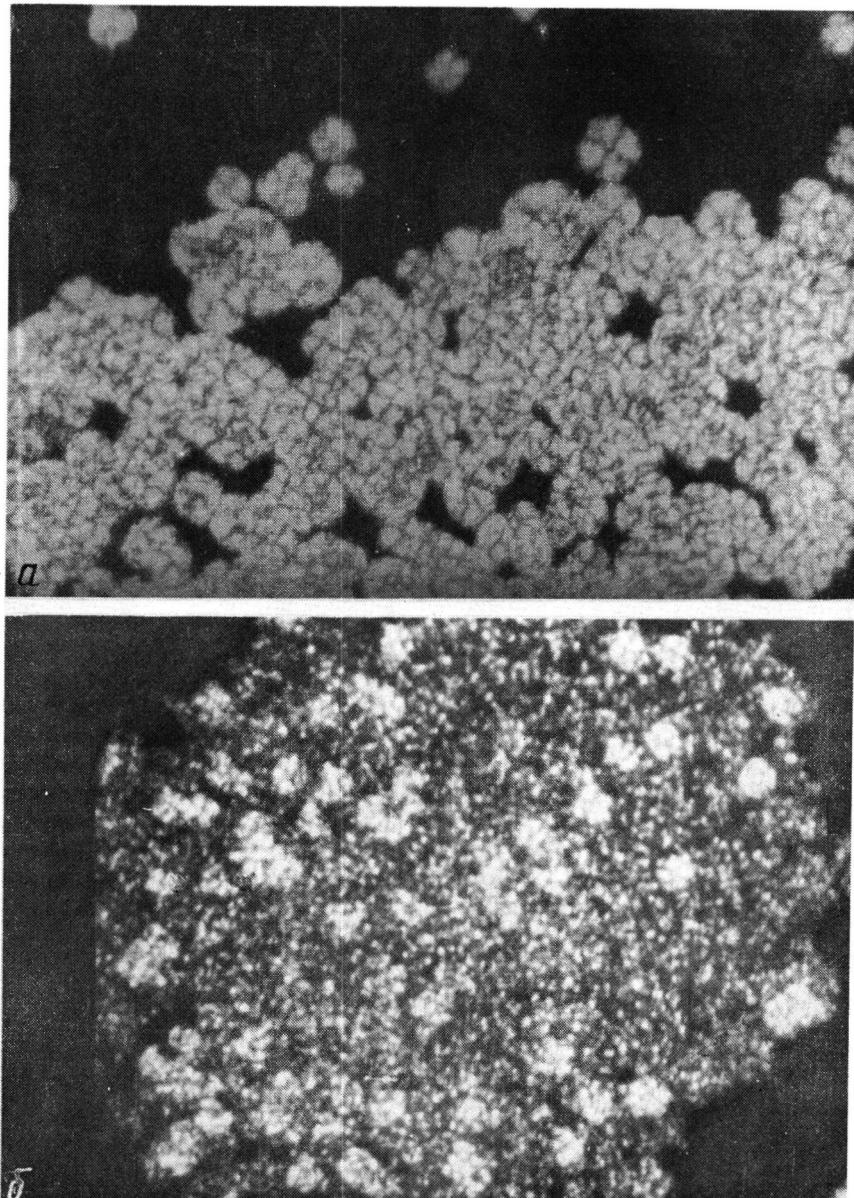


Рис. 1 а, б

МП и ТХЭ также оказались нестабильными — с течением времени в них наблюдалось образование кристаллического осадка.

Образование кристаллосольватов характерно для ряда систем полимер — растворитель. Наиболее подробно изучены кристаллосольваты полиимидов, полиамидов и других гетероциклических азотсодержащих полимеров [1—5]. Описаны также кристаллосольваты простых алифатических и ароматических полиэфиров [2, 6]. Об образовании кристаллосольватов в растворах серо-содержащих полимеров, по-видимому, не сообщалось, хотя в литературе описаны свойства растворов ароматических полисульфонов [7] и кристаллизация из растворов поли-1, 4-фениленсульфида [8—12].

Студнеобразование в растворах ПФСС в ДМФА происходит при комнатной температуре. Характерной особенностью является низкая критиче-

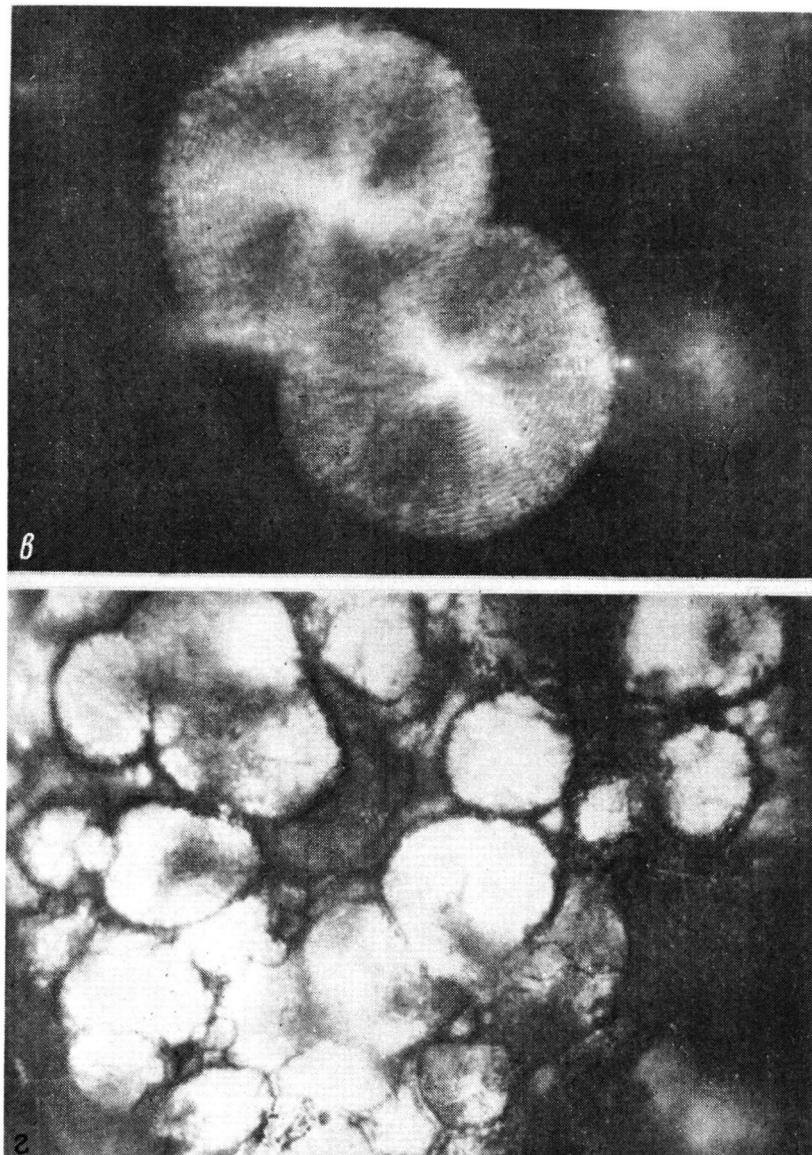


Рис. 1 в, г

Рис. 1. Оптические микрофотографии осадков, образовавшихся в растворах ПФСС в МП (а), ТХЭ (б), ДМАА (в), г — после вымывания МП бензолом

ская концентрация студнеобразования: уже при  $c = 0,2$  г/дл застудневание раствора происходит в течение 1 сут. С ростом концентрации процесс существенно ускоряется и при  $c = 0,8$  г/дл увеличение вязкости наблюдается через 1 ч. Даже в случае неполного растворения образца при комнатной температуре происходит застудневание. Студни представляют собой непрочные механически, но устойчивые к нагреванию слегка опалесцирующие системы, со временем в них наблюдается явление синерезиса. При добавлении избытка ДМФА студни не разрушаются. Растворение студня происходит при высокой температуре, выше температуры кипения растворителя, которая составляет для ДМФА 150° (растворы прогревали в запаянных ампулах на глицериновой бане при 190°). При охлаждении раствора застудневание

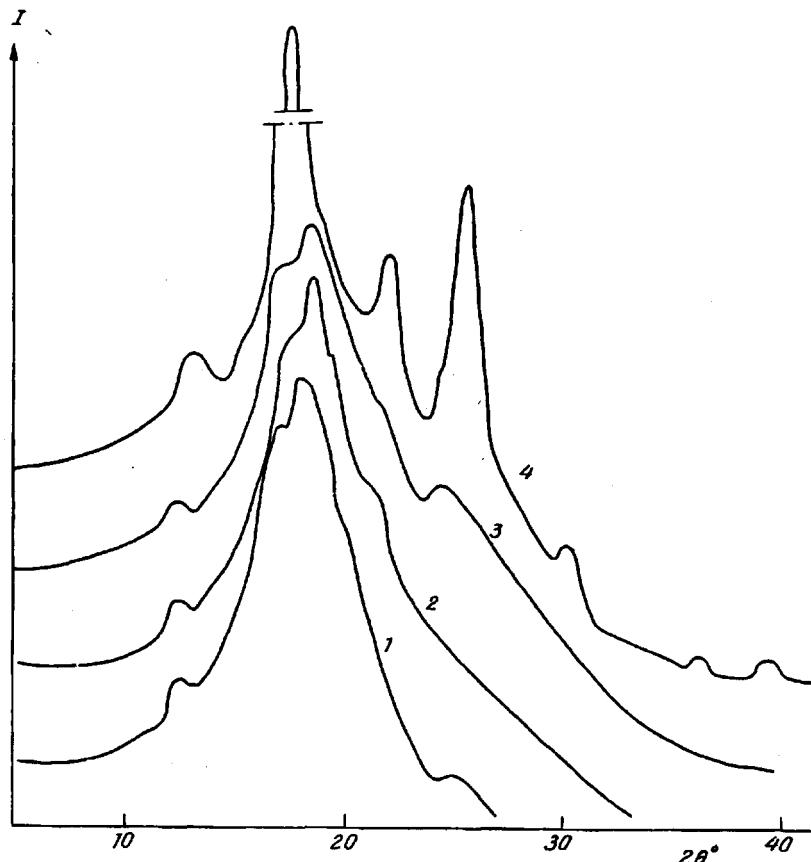


Рис. 2. Дифрактограммы образцов ПФСС. 1 — исходный ПФСС; 2 — сольваты ПФСС с МП, высушенные при 200° в вакууме; 3 — сольваты ПФСС с МП, отмытые бензолом; 4 — кристаллосольваты ПФСС с МП, высушенные при 60° в вакууме

происходит снова. При изучении студней с помощью поляризационного микроскопа наблюдалась бесструктурная картина и сферолитных образований обнаружено не было. Со временем оптическая картина не менялась. Подсушивание студней также не привело к образованию сферолитов.

Иначе происходит структурообразование в разбавленных растворах ПФСС в МП, DMAA, ТХЭ, в которых со временем образуется осадок. Как видно из оптических микрофотографий осадка в скрещенных поляроидах (рис. 1, а, б), наблюдаемое двулучепреломление имеет форму малтийских крестов, что характерно для сферолитной структуры. Сферолиты имеют кольцевое строение и достигают размеров порядка миллиметров, как например сферолиты ПФСС в DMAA, представленные на рис. 1, в. Нагревание образцов в растворе приводит к исчезновению двулучепреломления в интервале 90—100°. При охлаждении и хранении при комнатной температуре процесс повторяется. После отделения от раствора и сушки в вакууме при невысокой температуре (60°) сферолитный полимер имеет температуру плавления около 200°.

Аналогичные явления характерны для растворов полярных полимеров в аprotонных растворителях [1]. В таких системах растворы могут быть получены при температурах, лежащих ниже кривой фазового разделения, и сохраняются довольно долго в виде однофазного раствора. Лишь после появления критических по размеру зародышей начинается кристаллизация.

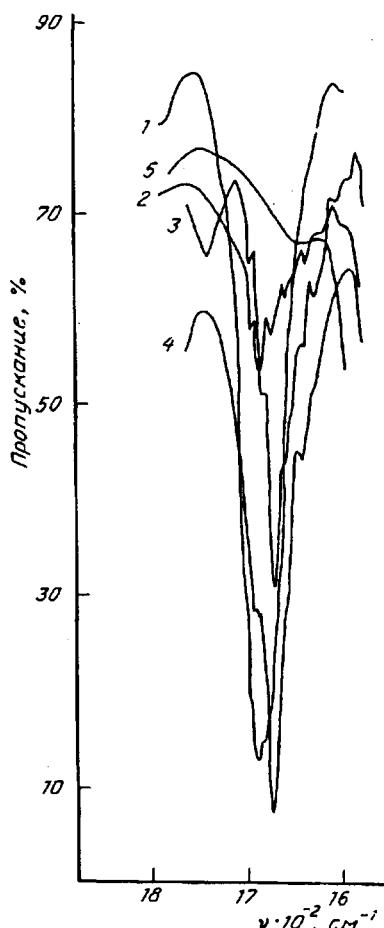


Рис. 3. ИК-спектры. 1 — МП; 2 — пленка сольватов ПФСС с МП, высушеннная при 200°; 3 — пленка кристаллосольватов, высушенная при 60°; 4 — пленка сольватов ПФСС с МП, отмытая бензолом, высушенная при 60°; 5 — пленка ПФСС, полученная при 300° в муфельной печи

При этом либо происходит выпадение кристаллического осадка, либо образование локальных кристаллических узлов, связанных в пространственную сетку, что приводит к застудневанию раствора с постепенным отделением синерезисной жидкости по мере дальнейшей кристаллизации.

Анализ дифрактограмм образцов (рис. 2) показал, что в отличие от аморфного исходного ПФСС (кривая 1) сольваты ПФСС — МП имеют кристаллическую структуру (кривая 4). Основным пикам соответствуют межплоскостные расстояния 5,25 Å (очень интенсивный пик), 4,11 Å (средняя интенсивность), 3,25 Å (интенсивный пик). По данным элементного анализа, кристаллы содержат 3,75% азота, который отсутствует в исходном полимере. Азот в кристаллах содержится благодаря наличию его в МП, интенсивность пика молекулярного иона которого наибольшая:  $M^+ = m/299$  (100% интенсивность).

Изучение ИК-спектров исходных МП и ПФСС в сравнении со спектрами кристаллосольватов ПФСС показало, что полоса валентных колебаний карбонильной группы МП, входящего в состав кристаллосольватов, равна 1670 см<sup>-1</sup> и смешена на 20 см<sup>-1</sup> в низкочастотную область по сравнению с частотой в жидким МП, что свидетельствует об участии карбонильных групп растворителя в комплексообразовании с ПФСС (рис. 3). Смещения положения полос, характерных для колебаний других групп МП и ПФСС, в ИК-спектрах не обнаружено.

Поскольку ПФСС образует близкие по строению кристаллосольваты с растворителями различной природы (МП, ДМАА, ТХЭ), наиболее вероятной

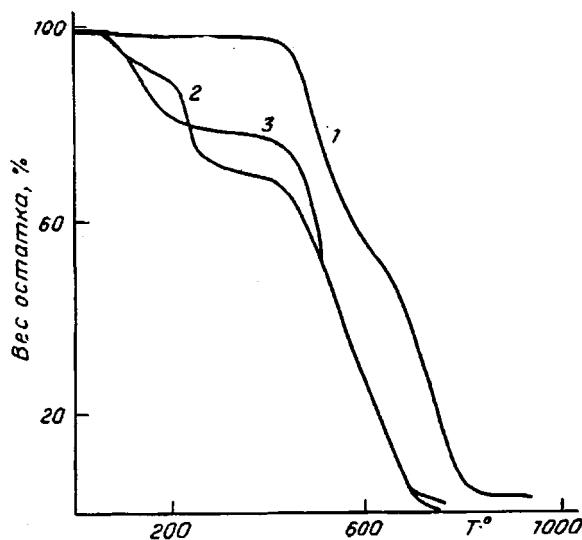


Рис. 4. Данные ТГА. 1 — исходный ПФСС; 2 — кристаллосольваты ПФСС с МП; 3 — сольваты ПФСС с МП после отмывки бензолом и сушке в вакууме

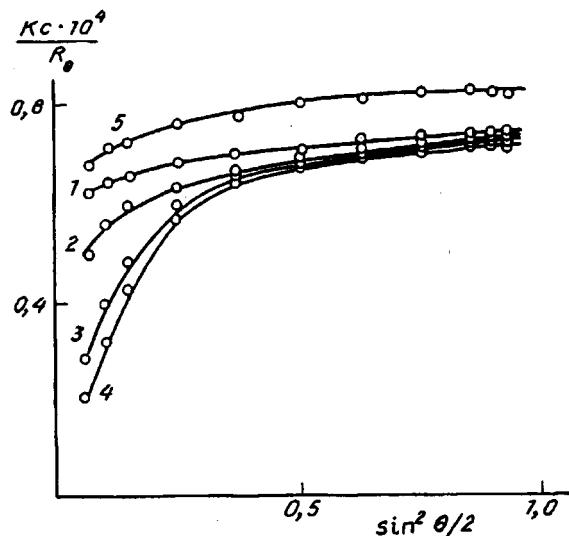


Рис. 5. Изменение интенсивности рассеяния света в системе ПФСС — МП во времени. 1 — исходный раствор, концентрация 1,0 г/дл; 2—4 — через 10(2), 15(3), 17 сут (4); 5 — после прогревания

причиной этого может быть специфическое взаимодействие растворителя с полимером. Характер этого взаимодействия, вероятно, тот же, что и в описанных ранее кристаллосольватах индивидуальных макроциклических 1,4-фениленсульфидах, которые можно рассматривать как близкие по строению к ПФСС модельные соединения [13—15]. Проведенное рентгеноструктурное исследование монокристаллов сольватов модельных соединений показало, что молекулы растворителя в них неупорядочены и внедрены во внутренние каналы кристалла со свободным ван-дер-ваальсовым диаметром около 5 Å. Возвращаясь к полимерным кристаллосольватам ПФСС с МП, отметим, что именно такое значение (5,25 Å) соответствует межмолекулярному расстоянию в кристаллосольватах ПФСС с МП, которое было

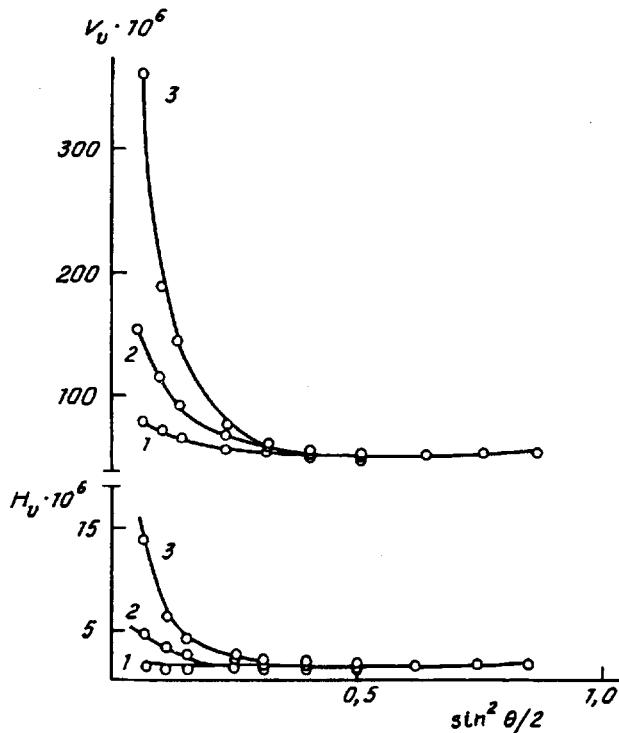


Рис. 6. Изменение во времени вертикальной  $V_v$  и горизонтальной  $H_v$  компонент рассеяния света для раствора ПФСС в МП. Концентрация раствора 0,5 г/дл. 1 — через 10 сут; 2 — через 30 сут; 3 — через 40 сут

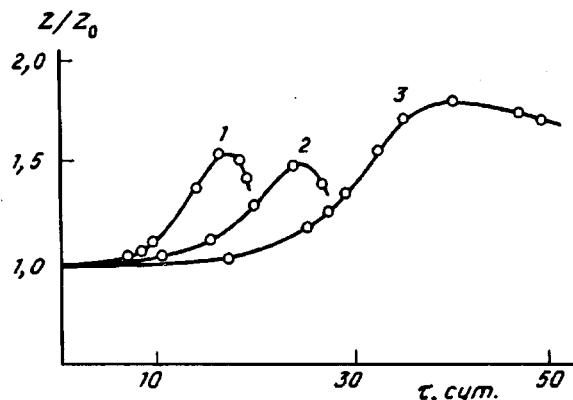


Рис. 7. Изменение асимметрии рассеяния света  $Z = I_{45^\circ}/I_{135^\circ}$  со временем по отношению к исходному раствору для системы ПФСС — МП. Концентрация раствора 1,0(1); 0,8(2) и 0,5 г/дл (3)

определенено по первому и самому сильному максимуму на дифрактограмме (рис. 2, кривая 4). Сравнение этого значения со средним межмолекулярным расстоянием исходного ПФСС ( $\approx 5\text{\AA}$ ), определенным по положению аморфного гало на дифрактограмме (рис. 2, кривая 1), позволяет сделать предположение о том, что в процессе образования полимерных кристаллосольватов молекулы растворителя внедряются между макромолекулами ПФСС и это приводит к некоторому раздвижению макромолекул.

Исследование свойств кристаллосольватов ПФСС с МП показало, что сольваты устойчивы на воздухе при комнатной температуре. На рис. 4

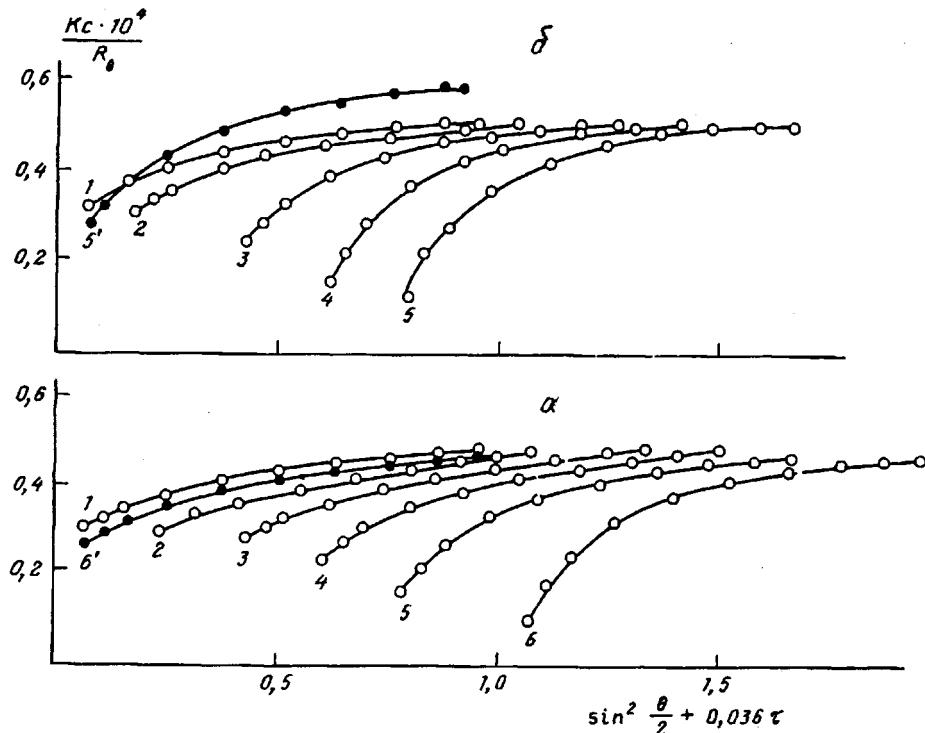


Рис. 8. Зависимость  $K_c/R_\theta$  от времени  $t$  и угла рассеяния для растворов ПФСС в МП;  $a$  — безводный растворитель,  $b$  — растворитель с 0,8% воды. Время выдержки 0(1), 3(2), 10(3), 15(4), 20(5) и 28(6) сут. Кривые 5' и 6' — после прогревания растворов

представлены результаты ТГА на воздухе двух образцов сольватов с различным содержанием связанного растворителя в сравнении с исходным ПФСС. Содержание МП в образцах 3 и 2 составляло 20,28 и 26,29%. Из рисунка видно, что кристаллосольваты термически менее устойчивы по сравнению с ПФСС и потеря массы начинается при 80—100°. До 300° потеря массы примерно соответствует отщеплению связанного МП ( $\approx 19\%$  для образца 3 и 27% для образца 2). Однако полностью удалить растворитель не удается даже после прогревания кристаллосольватов при 200° в вакууме при 2 мм рт. ст. в течение 20 ч, о чем свидетельствует присутствие в ИК-спектре высушенного в этих условиях образца полосы поглощения карбонильной группы МП (рис. 3, кривая 2).

Отмыка МП из кристаллосольватов бензолом при комнатной температуре в течение 2 ч сопровождается снижением содержания в них МП с 0,9 до 0,6 молекул на каждое элементарное звено ПФСС. При этом происходит почти полная аморфизация образца. Максимум аморфного гало соответствует межмолекулярному расстоянию  $\approx 4,9\text{\AA}$  (рис. 2, кривая 3). Аморфизация при этом происходит за счет вытеснения части МП из кристаллосольвата бензолом. Важно, что несмотря на аморфную структуру, внешняя форма сферолитов сохраняется (рис. 1 $\Gamma$ ). Следовательно, аморфизация кристаллосольватов при вымывании растворителя происходит при сохранении морфологии этих структурных элементов. Отметим, что подобное явление ранее наблюдали Папков с сотр. [16] при обработке водой кристаллосольватов поли-1,4-бензамида — серная кислота.

В связи с обнаруженной нестабильностью растворов ПФСС в различных растворителях представляло интерес изучение изменений, происходящих в

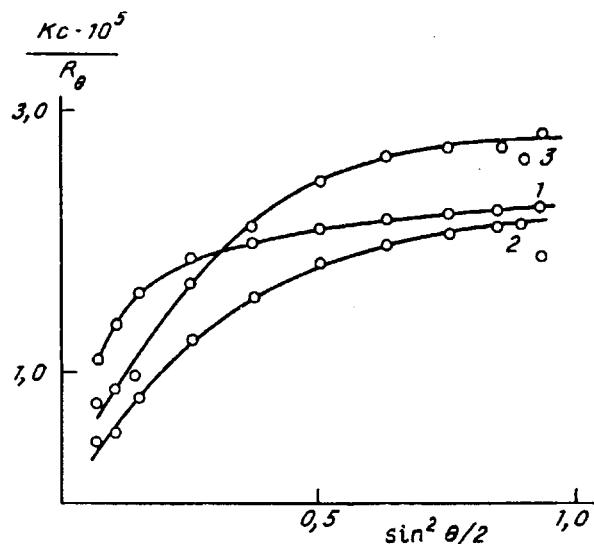


Рис. 9. Изменение угловой зависимости светорассеяния при плавлении студня ПФСС в ДМФА. 1 — исходный раствор, концентрация 0,4 г/дл; 2 — раствор, полученный после плавления первичного студня; 3 — после выдерживания при 190° повторно образовавшегося студня

разбавленных растворах с течением времени от момента приготовления до появления зримых признаков структурообразования.

Растворение непереосажденного и лишь промытого после синтеза водой и ацетоном образца ПФСС в МП происходило при температурах выше 100°. Методом светорассеяния были получены различные величины ММ в зависимости от условий растворения (температура и концентрация исходного раствора). Так, при концентрации исходного раствора 0,8 г/дл получен  $\bar{M}_w = 5,9 \cdot 10^4$ , при  $c = 0,5$  г/дл  $\bar{M}_w = 5,7 \cdot 10^4$ . Несколько различался также характер угловой зависимости интенсивности светорассеяния, свидетельствуя о возможном наличии в растворе ассоциатов. Это позволяет предположить, что в растворах существует «память» о предшествующих растворению надмолекулярных структурах. Прогревание исходного раствора при 60° в течение 4 ч, а затем в течение 30 мин при 100° не приводит к значительным изменениям в интенсивности светорассеяния.

Изменения, происходящие в растворах ПФСС в МП во времени, фиксировались с помощью метода светорассеяния в диапазоне концентраций от 0,2 до 1 г/дл. Каждая концентрация готовилась отдельно, растворение осуществляли при нагревании. Растворы обеспыливали фильтрованием через стеклянные фильтры № 5 при комнатной температуре и запаивали в ампулы. Измерения проводили непосредственно в этих ампулах при 25°.

Типичный график изменения угловой зависимости интенсивности светорассеяния дан на рис. 5. Снижение интенсивности рассеяния при малых углах указывает на присутствие в растворе крупных частиц, причем это становится все более заметным с течением времени. Характер наблюдаемых кривых светорассеяния свидетельствует о том, что, основная часть растворенного полимера, по-видимому, не включается в процесс агрегации. Аналогичный характер изменений обнаружен также и для горизонтальной составляющей вертикально поляризованного света  $H_v$ . Из рис. 6 видно, что наряду с изменением вертикальной составляющей  $V_v$ , связанной в основном с размерами частиц, изменяется и угловая зависимость  $H_v$ . Это свидетельствует об увеличении со временем не только размера, но и анизотропии растущих частиц. С ростом концентрации раствора процесс агрегации у-

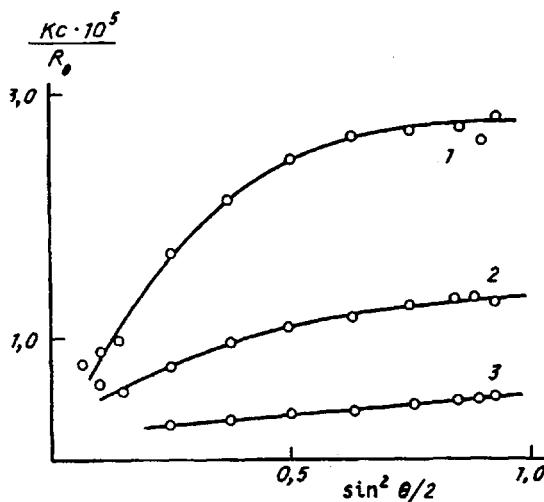


Рис. 10. Изменение угловой зависимости светорассеяния в процессе застудневания раствора ПФСС в ДМФА. 1 — раствор, полученный после плавления вторичного студня; 2 — через 1 сут; 3 — через 1,5 сут

коряется, что подтверждает, например, график временной зависимости асимметрии светорассеяния  $Z = I_{45}/I_{135}$  (рис. 7). Через определенное время начинается процесс выделения из раствора осадка, опускающегося на дно кюветы. После термической обработки расслоившегося раствора возвращение его к исходному состоянию (наблюдаемое по угловым зависимостям светорассеяния, рис. 5, кривая 5) происходит не всегда; вторичное выпадение осадка также фиксировалось не во всех случаях. По-видимому, это связано с температурой прогревания. Так, после прогревания при  $100^\circ$  (плавление кристаллосольватов) система, по данным светорассеяния, оказывается близкой к исходному раствору, а при более высоких температурах прогревания ( $>150^\circ$ ) интенсивность светорассеяния оказывается заниженной в 1,1—1,5 раза по сравнению с исходной. Этот факт обусловлен либо термическим разложением надмолекулярных структур в растворе либо деструкцией полимера, что менее вероятно. Надо отметить, что вязкость растворов ПФСС в МП не изменяется со временем.

Предварительные опыты показали, что при наличии в МП воды образование осадка ускоряется. В связи с этим исследовались растворы ПФСС в безводном МП и МП, содержащем 0,8% воды, концентрация растворов составляла 0,8 г/дл. Данные, приведенные на рис. 8, показывают, что в обоих растворах наблюдалось характерное изменение угловых зависимостей светорассеяния во времени, свидетельствующее об образовании крупных частиц. При этом кривизна угловых зависимостей  $Kc/R_0$  в растворе, содержащем воду, увеличивалась быстрее и процесс заканчивался выпадением осадка на 5 суток раньше. После того, как оба раствора расслоились, они были прогреты при  $100^\circ$ . После прогревания интенсивность рассеяния обоих растворов уменьшилась, однако в растворе с водой снижение интенсивности оказалось более существенным (рис. 8, кривые 5', 6'). Не исключено, что в отсутствие воды образуются более прочные ассоциаты.

Температурные измерения светорассеяния растворов ПФСС в МП показали, что изменение температуры от  $25$  до  $40^\circ$  не сказывается на величине второго вироального коэффициента. Так, для образца с  $\bar{M}_w = 4,0 \cdot 10^4$  получены величины  $A_2 = 10 \cdot 10^{-4}$  моль·см $^3$ /г $^2$  при  $25^\circ$  и  $12 \cdot 10^{-4}$  при  $40^\circ$ . Эти

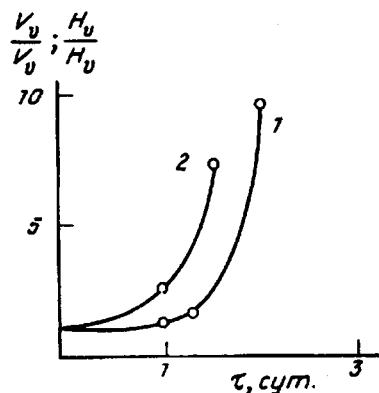


Рис. 11. Зависимость  $H_v$  и  $V_v$  от времени в процессе застудневания раствора ПФСС в ДМФА. Величины  $H_{v0}$  и  $V_{v0}$  относятся к исходному раствору. 1 —  $H_v/H_{v0}$ ; 2 —  $V_v/V_{v0}$

величины близки к значениям  $A_2$ , обычно наблюдаемым для гибкоцепных полимеров в хороших растворителях ( $\sim 5 \cdot 10^{-4}$ ) и указывают на то, что МП является термодинамически хорошим растворителем для ПФСС и его качество не изменяется в данном интервале температур.

Поведение растворов ПФСС в ДМФА на начальных этапах структурообразования существенно отличается от поведения растворов в МП. Величина второго вироального коэффициента для раствора ПФСС в ДМФА оказалась на порядок меньше и составила  $1 \cdot 10^{-4}$  моль·см<sup>3</sup>/г<sup>2</sup>, следовательно ДМФА в термодинамическом смысле является существенно худшим растворителем для ПФСС. Изменение температуры от 25 до 40° не оказывается на качестве растворителя в исходном растворе.

Как уже отмечалось, студнеобразование в ДМФА протекает обратимо. На рис. 9 приведены результаты исследования растворов ПФСС в ДМФА методом светорассеяния после плавления студня. Видно, что после кратковременной выдержки раствора при температуре плавления студня не происходит полного возвращения системы в исходное состояние. Даже после длительного прогревания студня при температуре ~190° в растворе наблюдается большое количество крупных частиц, о чем свидетельствует искривление угловой зависимости светорассеяния в области малых углов, при снижении интенсивности рассеяния.

Характер изменения угловых зависимостей светорассеяния со временем в растворах ДМФА заметно отличается от наблюдавшегося в МП. Из рис. 10 видно, что изменения в растворе отражаются на светорассеянии в области как малых, так и больших углов, причем прослеживается тенденция к спрямлению угловой зависимости. Это означает, что в процессе агрегации участвует, очевидно, весь растворенный полимер. Начинается процесс с образования некоторого количества крупных частиц, затем их оказывается все больше и они становятся более однородными по размеру. На рис. 11 приведено изменение со временем интенсивностей горизонтальной и вертикальной составляющих поляризованного света. Видно, что изменение горизонтальной составляющей начинается несколько позже, чем изменение вертикальной. Это может указывать на то, что на первом этапе идет образование крупных агрегатов, а затем появляются ориентационные корреляции в системе.

Таким образом, при изучении растворов ПФСС в различных растворителях обнаружена их нестабильность и способность к структурообразованию, которая приводит к образованию полимерных кристаллосольватов в МП, ТХЭ и к застудневанию в ДМФА. Изучены рентгеновские параметры, спектральные и термические характеристики этих структур. С помощью метода светорассеяния удалось проследить некоторые характерные процессы, протекающие при взаимодействии ПФСС с двумя различными раствори-

телями на стадиях, предшествующих структурообразованию, и выявить различия в их протекании.

Полифениленсульфидсульфон получали поликонденсацией 4,4'-дихлордифенилсульфона с сульфидом натрия в среде МП при 200° по аналогии с методикой, опубликованной в работе [17]. Полимер очищали экстракцией кипящей водой и ацетоном. Переосаждение полимера проводили из раствора в N-метилпирролидоне в спирт.

Характеристические вязкости измеряли в вискозиметре Убелоде при 25°. Исследование светорассеяния проводили с помощью фотогониодиффузометра FICA-50 в вертикально поляризованном свете  $\lambda = 546$  нм, микроскопические исследования — с помощью поляризационного оптического микроскопа с применением нагревательного столика БОЭТИУС. Инкременты показателей преломления измеряли на рефрактометре типа Пульфриха с дифференциальной кюветой,  $dn/dc = 0,239$  в ДМФА и  $dn/dc = 0,209$  в МП.

Рентгеновские исследования проводили на приборе ДРОН-3 с  $CuK_{\alpha}$ -излучением. ИК-спектры записывали на приборе М-80 на пленочных образцах ПФСС, нанесенных на призмы из NaCl из раствора ПФСС в МП. Пленочный образец ПФСС, не содержащий растворитель, готовили прессованием полимера при 320°. Динамический ТГА образцов осуществляли на приборе МОМ (Венгрия) на воздухе при скорости нагревания 4,5 град/мин.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Папков С. П. Равновесие фаз в системе полимер — растворитель. М., 1981. 272 с.
2. Иовлева М. М., Папков С. П.//Высокомолек. соед. А. 1982. Т. 24. № 2. С. 233.
3. Бабчинцер Т. М., Комарова Л. Г., Гладкова Е. А., Бекасова Н. И., Павлова С.-С. А., Коршак В. В.//Высокомолек. соед. А. 1989. Т. 31. № 7. С. 91.
4. Папков С. П., Диброва А. К.//Высокомолек. соед. А. 1978. Т. 20. № 9. С. 1962.
5. Михайленко М. А., Чвалун С. Н., Кардаш И. Е.//Высокомолек. соед. А. 1991. Т. 33. № 7. С. 1543.
6. Климанова Н. В., Дубровина Л. В., Павлова С.-С. А., Бабчинцер Т. М., Генин Я. В., Коршак В. В.//Высокомолек. соед. А. 1977. Т. 19. № 10. С. 2309.
7. Сторожук И. П., Валецкий П. М.//Итоги науки и техники. Химия и технология высокомолекулярных соединений. М., 1978. Т. 12. С. 127.
8. Waddon A. J., Hill H. J., Keller A., Blundell D. J.//J. Mater. Sci. 1987. V. 22. N 5. P. 1773.
9. Uemura A., Isoda S., Tsuji M., Ohara M., Kawaguchi A., Katayama K.//Bull. Inst. Chem. Res. Kyoto Univ. 1986. V. 64. N 2. P. 66. Chem. Abstr. 1986. V. 105. N 20. 173394 P.
10. D'Ilario L., Martinelli A., Piozzi A.//Thermochim. Acta. 1989. N 146. P. 233.
11. D'Ilario L., Piozzi A.//Thermochim. Acta. 1989. N 149. P. 101.
12. D'Ilario L., Piozzi A.//J. Mater. Sci., Lett. 1989. V. 8. N 2. P. 157.
13. Замаев И. А., Шкловер В. Е., Стручков Ю. Т., Астанков А. В., Неделькин В. И., Сергеев В. А., Овчинников Ю. Э.//Журн. структур. химии. 1990. Т. 31. № 3. С. 160.
14. Овчинников Ю. Э., Замаев И. А., Шкловер В. Е., Палюлин В. А., Стручков Ю. Т., Астанков А. В., Неделькин В. И., Сергеев В. А.//Журн. структур. химии. 1991. Т. 32. № 2. С. 125.
15. Замаев И. А. Дис. ... канд. хим. наук. Москва: МГПИ им. В. И. Ленина, 1990. 155 с.
16. Папков С. П., Иовлева М. М., Бандурян С. И., Иванова Н. А., Андреева И. Н., Калмыкова В. Д., Волохина А. В.//Высокомолек. соед. А. 1978. Т. 20. № 3. С. 658.
17. Сергеев В. А., Шитиков В. К., Неделькин В. И., Коган А. С., Ткаченко А. С., Мисюров В. И., Якобсон Б. В., Глебычев В. С. А. с. 583141 СССР//Б. И. 1977. № 45. С. 93.

Институт элементоорганических  
соединений им. А. Н. Несмеянова  
Российской академии наук,  
Москва

Поступила в редакцию  
30.01.92