

УДК 547.491.8+547.461.4+547.715

ОТВЕРЖДЕНИЕ ТРИС(2,5-ДИОКСОТЕТРАГИДРОФУРИЛ-4)ИЗО- ЦИАНУРАТА АЛИФАТИЧЕСКИМИ И АРОМАТИЧЕСКИМИ АМИНАМИ

М. Л. ЕРИЦЯН, Р. А. КАРАМЯН, Б. С. АРУТЮНЯН и К. А. ЕСАЯН

Государственный научно-исследовательский и проектный институт
полимерных клеев им. Э. Л. Тер-Газаряна, Кировакан

Поступило 23 VII 1976

В данной работе проведено отверждение с изучением физико-механических характеристик ранее синтезированного трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата в присутствии алифатических и ароматических моно- и диамитнов [1].

В качестве аминов использованы диэтиламин (ДЭА), анилин (А), *п,п*-фенилендиамин (ФДА) и гексаметилендиамин (ГМДА).

Отверждение трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата указанными аминами проводилось при 85—95° в течение 3—4 час. в растворе диметилформамида. В качестве катализатора применялась концентрированная серная кислота.

Через 20—25 мин. после начала отверждения трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата аминами во всех случаях наблюдается постепенное выпадение осадка. Получающиеся после отгонки растворителя и сушки при 60—70° в вакууме в течение 24 час. отвержденные продукты не растворяются в органических растворителях и не имеют температуры размягчения. Выше 250° они разлагаются.

При отверждении трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата аминами соотношения реагирующих компонентов регулировались таким образом, чтобы получить по возможности большее число ангидридных групп в полимерной цепи, имеющих существенное значение при создании композиционных материалов.

Полученные поликонденсаты исследовались методом термогравиметрии (рис.). Из термогравиметрических кривых видно, что природа отвердителя значительно влияет на термостабильность отвержденных продуктов.

Экспериментальная часть

ИК спектры продуктов снимались на приборе UR-20 в интервале поглощений от 650 до 3400 см^{-1} .

Использовался диметилформамид с γ кип $153^{\circ}/760$ мм рт. ст., p_D^{20} 1,4294, серная кислота с d 1,8365, ФДА марки «ч.д.а.», А, ДЭА и ГМДА марки «ч.», трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурат, полученный по [2].

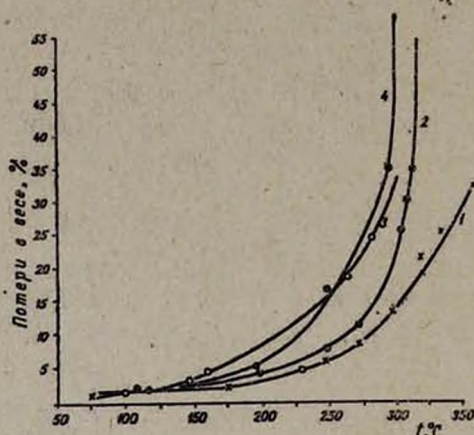


Рис. Кинетика разложения отвержденных продуктов трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата с аминами: 1—ФДА, 2—А, 3—ДЭА, 4—ГМДА.

Отверждение трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата *n,n*-фенилендиамином. В трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой и обратным холодильником, помещают 5 г (0,0118 моля) трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата, 25 мл ДМФА и перемешивают до полного растворения. Добавляют 0,3—0,4 мл конц. серной кислоты, 2,04 г (0,0118 моля) порошкообразного ФДА перемешивают до полной гомогенизации реакционной среды. Затем интенсивным перемешиванием поднимают температуру до 85° и проводят реакцию в течение 3,5 час. Через 25—30 мин. от начала реакции наблюдается постепенное выделение сшитого продукта темно-коричневого цвета. После завершения реакции фильтрованием отделяют продукт, промывают его этиловым спиртом для удаления непрореагировавшего трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата и ФДА и сушат в вакууме при 70° в течение 24 час. Выход отвержденного продукта 77%. ИК спектр, см^{-1} : CO-O-CO - 1080 и 1730, бенз. кольцо 825, 1500 и 1540.

Отверждение трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата анилином. Реакцию проводят аналогично предыдущему с прибавлением 2,194 г (0,0236 моля) анилина. Продукт фильтруют и промывают этиловым спиртом. Выход 65%. ИК спектр, см^{-1} : $-\text{CO-NH-R}$ 1620 и 3340, $-\text{CO-O-CO}-$ 1080 и 1720, бенз. кольцо 690, 1500 и 1540.

Отверждение трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата диэтиламином. Проводят аналогично предыдущему с прибавлением 2,63 г (0,0236 моля) ДЭА. Поднимают температуру реакционной среды до 70° и проводят реакцию при данной температуре в течение 1—1,5 часа, за-

тем при 90—95° 2—2,5 часа. Образование продукта наблюдается через 30 мин. от начала реакции в виде темно-коричневых хлопьев, которые отделяют фильтрованием. Осадок промывают этиловым спиртом и сушат при 60—70° в течение 24 час. Выход 80%. ИК спектр, см^{-1} : —CO—1650 и 3350, C_2H_5 1450 и 29606, —CO—O—CO—1080 и 1720.

Отверждение трис(2,5-диоксотетрагидрофурил-4)изоцианурата гексаметилендиамином. Реакцию проводят аналогично предыдущему с добавлением 1,369 г (0,0118 моля) ГМДА. После его полного растворения температуру реакционной среды поднимают до 90—95°. Продолжительность реакции 3,5—4 часа. Выделение продукта наблюдается через 20—25 мин. от начала реакции. Продукт в виде темно-коричневой смолы фильтруют, промывают этиловым спиртом и сушат в вакууме при 60—70° в течение 24 час. Выход 85%. ИК спектр, см^{-1} : —CO—NH—R 1635 и 3400, —CO—O—CO— 1018 и 1720, —(CH₂)—1370, 14660 и 2870.

ЛИТЕРАТУРА

1. D. Devldson, H. Irovranen, J. Am. Chem. Soc., **80**, 376 (1958).
2. М. Л. Ерицяи, Р. А. Карамян, Б. С. Арутюнян, К. А. Есаян, Арм. хим ж., **31**, 282 (1978).