

трия, 71,5 г (0,28 моля) аммониевой соли и 150 мл метилового спирта перемешивают 16 ч. Выпавший осадок хлористого натрия (12 г, 66,6%) отфильтровывают, спирт отгоняют, остаток, состоящий по ГЖХ из равномолекулярной смеси 0,0-диэтилметилфосфоната и метилди-(3-хлор-2-бутенил)амин, промывают разбавленным раствором соляной кислоты и экстрагируют хлористым метилом, затем перегоняют в вакууме. Получают 27 г (63,5%) 0,0-диэтилметилфосфоната, т. кип. 54°/1,5 мм, n_D^{20} 1,4100. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1240 ($\text{P}=\text{O}$). Спектр ПМР, δ , м. д.: 1,08 т (CH_3) 3,90 квинт (OCH_2), 1,65 д (CH_2), $J_{\text{P-H}}$ 10 Гц. Подщелачиванием солянокислого раствора получено 30,28 г (52%) метилди-3-хлор-2-бутениламина с т. кип. 117—121°/15 мм и т. пл. пикрата, не дающего депрессии температуры плавления в смеси с заведомо известным образцом [5].

Взаимодействие хлористого диметилди(3-хлор-2-бутенил)аммония с ацетатом натрия. Смесь 16,4 г (0,2 моля) ацетата натрия, 51,7 г (0,2 моля) аммониевой соли и 100 мл метилового спирта нагревают при 60° 16 ч. Выпавший осадок хлористого натрия (10,4 г, 88%) отфильтровывают, спирт отгоняют, остаток перегоняют в вакууме. Получают 13,4 г (62%) 3-хлор-2-бутенилацетата с т. кип. 81°/25 мм, n_D^{20} 1,4481. Лит. данные: т. кип. 80,5—81,5°/25 мм, n_D^{20} 1,4495 [6]. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1670 ($\text{C}=\text{C}$).

ЛИТЕРАТУРА

1. А. Т. Бабаян, Нина П. Гамбарян, Изв. АН Арм. ССР, физ.-мат. ест. наук, 2, 73 (1953).
2. А. Т. Бабаян, Н. П. Гамбарян, ЖОХ, Сб. ст., 1, 666 (1953).
3. А. Т. Бабаян, Н. П. Гамбарян, Нина П. Гамбарян, ЖОХ, 24, 1887 (1954).
4. Н. Г. Варганян, Канд. дисс., 1955, стр. 48.
5. А. А. Петров, ЖОХ, 10, 1418 (1940).

Армянский химический журнал, т. 36, № 4, стр. 268—269 (1983 г.)

УДК 678.643(088.8)

ОГНЕСТОЙКИЕ ЭПОКСИДНЫЕ КОМПОЗИЦИИ

Э. Г. ДАРБИНЯН, М. С. МАЦОЯН, А. А. СААКЯН и М. А. ЭЛИАЗЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 16 II 1983

Известны негорючие и самозатухающие композиции на основе эпоксидных смол, модифицированные фосфор- [1] или галогенсодержащими [2] соединениями. Недостатками таких композиций являются большие добавки модификаторов (25—30 масс. ч. на 100 масс. ч. эпоксидной смолы), что в конечном счете сказывается на свойствах отвержденных смол и удорожает процесс получения последних.

В последнее время появились работы [3, 4], в которых изучено влияние добавок солей металлов на огнестойкость эпоксидных композиций и показано, что эффективность последних значительно превышает эффективность фосфор- и галогенсодержащих добавок.

Нами изучена возможность использования молекулярных комплексов солей металлов переменной валентности с 3(5)-метилпиразолом (МП) в качестве антипиреновых добавок в эпоксидные композиции на основе диглицидилового эфира дифенилолпропана (ДГЭБА), отвержденного *п,п'*-диаминодифенилметаном (ДДМ).

Комплексы МП с солями металлов получали по методике [5]. ДГЭБА выделяли из промышленной смолы ЭД-20 перегонкой в вакууме. Композиции готовили совмещением комплексов и ДДМ с ДГЭБА при 343—353 К. Отверждение проводили в тефлоновых формах в термостате по следующему режиму: 373 К—1 ч, 393 К—2 ч. Кислородный индекс (КИ) определяли сжиганием образцов отвержденных композиций по методике [6]. Соотношение ДГЭБА : ДДМ + комплекс = 4 : 1.

Найдено, что введение комплексов солей металлов с МП (2,6—3,07 масс. ч. на 100 масс. ч. ДГЭБА) в состав композиций повышает как огнестойкость, так и теплостойкость (табл.) по сравнению с композицией, отвержденной ДДМ без добавок комплексов. Как видно из приведенных данных, наибольшим огнезащитным эффектом обладают композиции с содержанием комплексосвязанных солей кобальта и марганца, наименьшим — никеля.

Таблица

Характеристики: отвержденных композиций на основе ДГЭБА (100 масс. ч.)

ДДМ, масс. ч.	Антипиреновая добавка		КИ, %	Теплостой- кость по Вика, К	Твердость по Бри- неллю, МПа	Статиче- ский изгиб, МПа
	формула	масс. ч.				
21,93	$\text{Co}[\text{МП}]_4\text{SO}_4$	3,07	31,59	418,15	247,9	121,0
22,13	$\text{Co}[\text{МП}]_4\text{Cl}_2$	2,87	31,10	401,15	226,6	121,1
21,93	$\text{Mn}[\text{МП}]_4\text{Cl}_2$	3,07	30,80	408,15	222,9	147,1
22,09	$\text{Ni}[\text{МП}]_4\text{Cl}_2$	2,91	27,79	396,15	222,6	110,0
22,34	$\text{Zn}[\text{МП}]_4\text{Cl}_2$	2,66	29,62	469,15	221,9	106,6
25,00	—	—	23,50	392,15	214,5	105,6

Результаты физико-механических испытаний свидетельствуют о том, что свойства композиций с добавками комплексов не ухудшаются по сравнению с композицией, отвержденной только ДДМ.

Таким образом, можно сделать вывод, что введение в эпоксидную композицию аминного отверждения комплексов солей металлов с МП позволяет повысить как огнестойкость, так и теплостойкость отвержденных композиций с сохранением физико-механических свойств на высоком уровне.

ЛИТЕРАТУРА

1. Авт. свид. СССР № 500218 (1976); Бюлл. изобр. № 3, 83 (1976).
2. Авт. свид. СССР № 339562 (1972); Бюлл. изобр. № 17, 73 (1972).
3. Авт. свид. СССР № 730749 (1980); Бюлл. изобр. № 16, 97 (1980).
4. Т. С. Зархина, Н. А. Халтуранский, Л. В. Кармилова, А. А. Берлин, ВМС, 22В, 690 (1980).
5. J. Reedijk, Rec., 89, 605 (1970).
6. С. Р. Fenimore, F. J. Martin, Modern Plastics, 44, 141 (1966).