

кристаллизуют из спирта (табл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1290 ($\text{C}=\text{S}$ -тиоамид.). ПМР спектры Va , δ , м. д.: 1,84 т. (3H , CH_3); 2,66 с (3H , CH_3); 3,21 кв (2H , CH_2); 7,30—8,20 м (4H , аром.); 9,02 с (1H , NH).

ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. 53—23307—53—23313 (1978); 53—41672 (1978). Яп./Накагава Рёдзин, Найта-Минору, Ока Кимиаки—РЖХ, 1979, 210155П—210162П.
2. Заявка 53—21177 (1978), Яп./Ниси Такао, Уэда Кэй, Накагава Рёюки—РЖХ, 1979, 50169П.
3. Фирц-Давид Г. Э., Бланже Э. — Основные процессы синтеза красителей. М., ИЛ, 1957, 130 с.
4. Searles A. L., Lindwall H. G. — J. Am. Chem. Soc., 1946, v. 68, № 6, p. 989.

Армянский химический журнал, т. 41, № 10, стр. 656—658 (1988 г.)

УДК 54.64 : 678/68

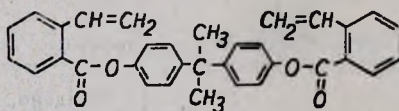
ОТВЕРЖДЕНИЕ ЭПОКСИДИАНОВОЙ СМОЛЫ бис-ЭФИРОМ 2,2-ДИ(*n*-ОКСИФЕНИЛ)ПРОПАНА И *o*-ВИНИЛБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

Д. Н. ОГАНЕСЯН, А. Ж. ПОШОТЯН, Т. Г. КАРАПЕТЯН и Г. М. ПОГОСЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 3 IV 1986

Для отверждения эпоксидных смол широко используют амины, амиды, двухосновные кислоты и их ангидриды [1]. Описано также взаимодействие эпоксидных смол со сложными полиэфирами [2]. Нами изучено отверждение эпоксидиановой смолы (ЭД-20) бис-эфиром 2,2-ди(*n*-оксифенил)пропана и *o*-винилбензойной кислоты.



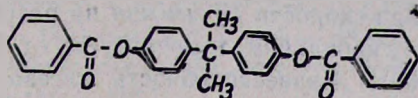
С этой целью снимались ИК спектры отмеченной композиции, помещенной между кристаллами КВг до и после нагревания при 150° до полного отверждения. За процессом отверждения следили по изменению полос поглощения эпоксидной, винильной и карбонильной групп [3].

В ходе отверждения в спектре вместо полосы при 1730 см^{-1} (валентные колебания $\text{C}=\text{O}$ в группировке $\text{Ag}-\text{CO}-\text{O}-\text{Ag}$) появляется полоса поглощения в области 1740 см^{-1} (валентные колебания $\text{C}=\text{O}$ в группировке $\text{Ag}-\text{CO}-\text{O}-\text{CH}_2$), при этом происходит одновременное уменьшение интенсивности 920 см^{-1} , относящейся к суммарным колебаниям эпоксидного цикла и винильной группы. Такое явление наблюдалось и в работе [2].

При глубоких степенях превращения (через 1,5 ч при 150°) наблюдается уменьшение интенсивности полосы поглощения при 920 см^{-1} на

88%. Следует отметить также, что при отверждении композиции в течение 30 мин при 150° заметно уменьшается интенсивность полосы при 1610 см⁻¹, характерной для двойных связей, что связано с расходом винильных групп в результате полимеризации бис-эфира I.

С целью выяснения влияния винильных групп I на процесс отверждения проведено отверждение ЭД-20 также бис-эфиром 2,2-ди-(п-оксифенил)пропана и бензойной кислоты в аналогичных условиях.



Оказалось, что в этом случае также имеет место исчезновение эпоксидных групп. При этом отверждение смолы идет не до конца, в отличие от I. В результате участия винильных групп в процессе отверждения образуется структура «сетка в сетке», чем и объясняется высокая термостойкость композиции (т. начала разложения 280°).

По сравнению с известным клеем ВК—32—ЭМ введение в состав клея повышает теплостойкость в 6—10 раз, увеличивает прочность клеевого соединения стали-3 при 100, 150 и 200°, сокращает время отверждения от 3 до 1,5 ч (см. табл.).

Таблица

Сравнительные данные прочностей клеевых соединений промышленного клея ВК-32-ЭМ и клея, содержащего в качестве отвердителя соединение I

Режим отверждения и некоторые свойства клеев	Клей ВК-32-ЭМ [1]	Полученный клей
Содержание отвердителя в масс. % к ЭД-20	9,9	8
Режим отверждения:		
а) температура, °С	150	150
б) время, ч	3	1,5
в) давление, кг/см ²	0,5—1	0,5—1
Жизнеспособность, сут.	6—10	60
Предел прочности при сдвиге стали-3 (МПа) при 20, 100, 150, 200°	27,0; 6,0; 0; 0	8,05; 6,95; 5,65; 3,05

Экспериментальная часть

Исходные соединения. Эпоксидную диановую смолу ЭД-20 очищали переосаждением петролейным эфиром из раствора в диэтиловом эфире с последующим высушиванием в вакууме до постоянной массы. бис-Эфир I получали известным способом [4]. Из 5 г (0,03 моля) хлорангидрида о-винилбензойной кислоты и 3 г (0,015 моля) 2,2-ди-(п-оксифенил)пропана получали 6,94 г (92, 5%) соединения I с т. пл. 89—90° (из этанола). Найдено %: С 80,75; Н 5,82. С₃₃Н₂₈О₄. Вычислено %: С 81,14; Н 5,77.

Аналогичным способом синтезировали соединение II. Из 4,2 г (0,03 моля) хлорангидрида бензойной кислоты и 3,42 г (0,015 моля) 2,2-ди-(*n*-оксифенил)пропана получили 3,9 г (85, 2%) соединения II с т. пл. 157—158°. Найдено %: С 79,9; Н 5,54. $C_{29}H_{24}O_4$. Вычислено %: С 79,80; Н 5,62.

Измерения механической прочности и теплостойкости клеевых соединений пластин стали-3 при различных температурах проводили испытанием на сдвиг при скорости 10 мм/мин на разрывной машине Р-5 с термокамерой с регулированием температуры от 0 до 200° по ГОСТ 147559—69 (1460—69). Жизнеспособность клеевого соединения определяли временем от момента приготовления клея до момента, когда клей становится не пригодным к употреблению [1].

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Кардашов Д. А. — Синтетические клеи. М., Химия, 1976, с. 113, 120, 138, 504.
2. Комарова Л. И., Салазкин С. Н., Коршак В. В., Виноградова С. В., Николайчик В. И., Заборская Е. Э., Вулгакова И. А. — ВМС, 1974, т. 16Б, № 10, с. 718.
3. Наканиси К. — Инфракрасные спектры и строение органических соединений. М., Мир, 1965, с. 43.
4. Погосян Г. М., Жамкочян Г. А., Мацюян С. Г. — Арм. хим. ж., 1969, т. 22, № 3, с. 330.