

Э.Т. Крутько, проф., д-р техн. наук;
Г.Н.Супиченко, ст. преп., канд. хим. наук;
Н.А. Коваленко, доц., канд. хим. наук (БГТУ, г. Минск)

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ЦИКЛОДЕГИДРАТАЦИИ ПАК

В наиболее полной мере требованиям новых технологий отвечают полиимиды (ПИ), обладающие уникальным комплексом свойств, которые во многом определяются глубиной завершения процесса превращения форполимера в полиимид. В этой связи специфические особенности протекания процесса циклодегидратации форполимера – полиамидокислоты (ПАК) должны учитываться в технологии изготовления материалов на основе ПИ.

В данной работе для количественного определения степени имидизации полиимидных пленок и выбора оптимальных условий проведения процесса термообработки ПАК использовали метод газожидкостной хроматографии, который осуществляли в изотермическом режиме на хроматографе с детектором по теплопроводности (колонки термостатировали при 127° С, температура катарометра 206°С). Навеску пленки ПАК толщиной 1-2 мкм в кварцевой лодочке помещали в специально сконструированный реактор, представляющий собой кварцевую трубку диаметром 10 мм и длиной 200 мм с двумя температурными зонами. В первой необогреваемой зоне образец находился во время удаления воздуха из системы и выхода прибора на заданный режим. Во второй реакционной зоне, равномерно обогреваемой по всей длине, проводили процесс циклизации при температурах от 130 до 350°С в течение заданного времени. После окончания опыта лодочку с образцом удаляли из зоны реакции. Выделившиеся продукты реакции уносились непрерывным потоком газа-носителя (тщательно очищенного и осушенного азота) из зоны реакции и конденсировались в ловушке, охлаждаемой жидким азотом. Затем ловушку нагревали до температуры 200° С в течение 30 сек. Сконденсировавшиеся в ней продукты реакции с потоком газа-носителя поступали на разделительную колонку длиной 1 м и внутренним диаметром 4 мм, заполненную сорбентом с нанесенной на его поверхности жидкой фазой полиэтиленгликоля. По количеству выделившейся воды при термообработке образца, строили кинетические кривые и определяли кинетические параметры процесса. В оптимизированных условиях получены пленочные материалы с повышенными термо- и механическими характеристиками.