



---

**Original Article: PROPRIETÀ FISICHE E MECCANICHE DEI POLIMERI A BASE DI POLIDIMETIL-NORBORNENE-2,3-DICARBOSSILATO**

**Citation**

Bozhenkova G.S., Ashirov R.V., Zemlyakov D.I. Proprietà fisiche e meccaniche dei polimeri a base di polidimetil-norbornene-2,3-dicarbossilato. *Italian Science Review*. 2014; 1(10). PP. 154-157.  
Available at URL: <http://www.ias-journal.org/archive/2014/january/Bozhenkova-Ashirov-Zemlyakov.pdf>

**Authors**

Galina S. Bozhenkova, Assistant of the Department of Geology and development of oil fields Natural Resources Institute, Tomsk Polytechnic University, Russia

Roman V. Ashirov, Cand. Chem. Sci., Senior Fellow in the technology of organic substances and plastics Natural Resources Institute, Tomsk Polytechnic University, Russia

Dmitrij I. Zemljakov, Technology graduate student of organic compounds and polymeric materials Natural Resources Institute, Tomsk Polytechnic University, Russia.

Submitted: January 14, 2014; Accepted: January 20, 2014; Published: January 30, 2014

Quando si riceve un gran numero di biopolimeri, adesivi, resine termoplastiche e termoindurenti in particolare al fine di garantire le proprietà fisiche e meccaniche richieste utilizzando modalità di reticolazione dei polimeri, tra cui agenti di reticolazione speciali[4, p. 3719]. Ad esempio, per aumentare le caratteristiche di resistenza del polietilene nella produzione di prodotti per cavi utilizzati radiazioni, peroksidny silanolo e metodi di modifica di questa plastica[10, p. 150].

Nonostante il fatto che la formazione di legami aggiuntivi tra le catene polimeriche che portano ad un miglioramento delle proprietà fisiche e meccaniche dei polimeri, inclusi i loro temperatura di transizione vetrosa aumenta, la disponibilità di grandi quantità di reticolazione porta ad una perdita di proprietà importanti quali termoplasticità, spesso causando un problema riciclaggio di tali materiali. Controllare più finemente il grado di struttura reticolata e quindi specificamente modificare le proprietà del polimero può

avvenire attraverso l'introduzione di varie di-, tri - o comonomeri oligofunktsionalnyh[9. 1779, 12, pag. 1264, 14, pag. 2514]. Metatesi polimerizzazione ad anello aperto (ROMP) è ampiamente usato per lo sviluppo di nuovi polimeri e copolimeri utilizzati in vari campi della scienza e tecnologia[5, p. 7327, 15, pag. 5100]. Copolimeri di norbornene e norbornene - dicarboximide possono essere facilmente preparati da ROMP polimerizzazione. Tali copolimeri sono utilizzati per ottenere resistenza termica dei componenti ottici ed elettronici[13, p. 11], e anche avere termorektoplastov biodegradabile[8. Sistemi 243], e polimeri auto-guarigione[11, p. 5251]. Dicarboximide - norbornene sono monomeri bifunzionali che possono formare reti reticolato e quindi il ROMP processo di copolimerizzazione può essere utilizzato per modificare le proprietà dei polimeri lineari basati su norbornene e dei suoi derivati .

In questo lavoro abbiamo studiato l'effetto della concentrazione di eso, exo - N, N' -di - hexylene(norbornene - 2,3 - dicarboximide)(GDKI) sulle proprietà fisico-meccaniche di polidimetil - norbornene - 2,3- dicarbossilati(DME). Come materia prima per la produzione di un polimero è stata selezionata miscela di dimetil etere e acidi bicarbossilici, 3 - exo - norbornene - endo - 2 in virtù della facilità e la disponibilità di materie prime e dicitlopentadiene - acido maleico dimetil estere. Agente reticolante scelto nel exo, exo - forma che è il più reattivo attivi nella polimerizzazione metatesi[1, p. 7].

Sintesi della miscela di monomero è stata effettuata come descritto in[2. 156](Figura 1). Come iniziatore di polimerizzazione usato il catalizzatore originale rutenio Hoveyda - Grubbs tipo II generazioni preparato come descritto nel brevetto[3. 7].

Sintesi dell'agente di reticolazione è stata effettuata come descritto nel brevetto[6, p.14], con una semplificazione della procedura di sintesi e l'isolamento del prodotto(figura 2). Il prodotto è stato ottenuto come polvere cristallina bianca con m.p. 154 ° C. Analisi elementare: Trovato C, 70,5 %, H 6,2 %, N 6,7 %, calcolato per S24N28N2O4: C 70,57 %, H 6,84 %, N 6,84%.

Quando la copolimerizzazione di monomeri mono-e bi - funzionali che reagiscono in una metatesi per apertura di anello, la formazione di polimero reticolato, che porta ad un aumento delle proprietà fisiche e meccaniche del polimero.

Per studiare l'effetto della concentrazione di vetro reticolante aggiunto temperatura di transizione dei polimeri ottenuti è stata effettuata agente copolimerizzazione a concentrazioni 0, 2, 4, 6, 8 e 10 wt. %.

Calcolato pesato GDKI sciolto nel monomero ad una temperatura di 110-120 ° C, poi la miscela è stata raffreddata a 35-40 ° C e ad essa è stata aggiunta la quantità necessaria di una soluzione 2,5 % di catalizzatore in toluene(rapporto in peso di

catalizzatore / monomero = 1/17000). Dopo l'aggiunta del campione di catalizzatore è stato posto in un bagno d'olio e riscaldato per 30 minuti a 60 ° C, poi a 140 ° C per altri 30 minuti. La temperatura di transizione vetrosa dei polimeri ottenuti è stato misurato con il DSC 204 F1 Phoenix(NETZSCH) in una atmosfera di elio. Prendendo campione era costituito da tre cicli di riscaldamento - raffreddamento - riscaldamento nel campo di temperatura da -10 ° C a 200 ° C a 10 ° / min. I campioni per le necessarie prove fisiche e meccaniche sono state effettuate sullo strumento Roland RG X 350. Per tutti i campioni individuati: resistenza Izod impatto(GOST 19109) Shore D(ISO 868-85), allungamento a rottura(GOST 11262), modulo a flessione e trazione(GOST 9550).

Con concentrazioni crescenti di comonomero bifunzionale introdotte, come previsto, c'è stato un aumento della temperatura di transizione vetrosa. Quando somministrato a 10 wt. % GDKI aumento della temperatura di transizione vetrosa del polimero a 20 ° C ed era 128 ° C. Cambiamenti significativi sono stati osservati in termini di caratteristiche fisiche e meccaniche. Così, con concentrazioni crescenti di comonomero bifunzionale è introdotta dal 4 al 6 wt. % Modulus, un aumento della resistenza alla trazione a rottura e resistenza all'urto Izod(Tabella 1), che indica la formazione di un polimero resistente. Cambiamenti meno importanti durezza Shore e il modulo di flessione. La diminuzione osservata a rottura indica la formazione di una struttura di rete del polimero con l'aggiunta di un comonomero bifunzionale. Con questo indicatore, i polimeri ottenuti per copolimerizzazione di DME e un agente di reticolazione bifunzionale(GDKI) avvicina poliditsiklopentadienu(pDCPD), che è noto dalla letteratura[7. 31], ha una struttura reticolata, che determina in gran parte le sue elevate caratteristiche fisiche e meccaniche.

Pertanto, i risultati di questo lavoro si è riscontrato che exo, exo - N, N' -di - esilene(norbornene - 2,3 - dicarboximide),

può essere usato come agente di reticolazione durante ROMP a polimerizzazione di una miscela di dimetil etere e exo endo - norbornene - 2,3 - dicarbossilico(DME) dalla presenza all'interno della sua struttura di due frazioni norbornene ROMP - attivi in polimerizzazione. L'aggiunta di piccole quantità GDKI(4 e 6 wt. %) Aumenta le prestazioni del polimero come temperatura di transizione vetrosa, durezza Shore A, modulo a trazione, resistenza alla trazione, resistenza all'urto Izod, con quasi nessuna influenza sul modulo di elasticità flessione.

**References:**

1. Ashirov R.V. 2013. Kinetics metathesis polymerization of 5,6- di(methoxycarbonyl) bicyclo [2.2.1.] Hept 2 enes on the original catalyst Hoveyda - Grubbs type II.Kinetika and catalysis. Volume 54. # 4. pp.: 494-499.
2. Gurevich PA 2013. Effect dinorbornen ethyleneglycol 5 carboxylate glass transition temperature of the polymer based on dimethyl esters, exo-and endo - norbornene 2,3 dicarboxylic.Vestnik Kazan Technological University. 11. pp.: 155-157.
3. Kolesnik V.D. Pat. 2436801 RU; patentee JSC SIBUR Holding. - 14.
4. Delancey Justin M.2011. Controlling Crosslinking in Thermosets via Chain Transfer with Monoterpenes.Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry. V. 49. pp.: 3719-3727.
5. Erin M. 2009. Kiessling General Synthetic Route to Cell-Permeable Block Copolymers via ROMP.J. AM. CHEM. SOC. - V. 131. pp.: 7327-7333.

6. Feast W.J. Pat. 6677418 US; assignee University of Durham. 17 p.
7. Jeong W. 2009. ROMP-based polymer composites and biorenewable rubbers: Iowa State University, Ames, Iowa, 95 p.
8. Khosravi E. 2011. Thermosetting ROMP materials with thermally degradable linkages.Polymer. V. 52. pp.: 243-249.
9. Lee JK.2007. Thermal Analysis of Ring-Opening Metathesis Polymerized Healing Agents.J Polym Sci Part B: Polym Phys. - V. 45. pp.: 1771-1780.
10. Muratoglu O.K. 2001.A novel method of cross-linking ultra-high-molecular-weight polyethylene to improve wear, reduce oxidation, and retain mechanical properties.The Journal of Arthroplasty. - V. 16. #2. P. 149 - 159.
11. Majchrzak M. 2012. An autonomous self-healing system based on ROMP of norbornene dicarboximide monomers.Polymer. V. 53. pp.: 5251-5257.
12. Sheng X. 2009. Influence of cross-link density on the properties of ROMP thermosets.Polymer. V. 50. pp.: 1264-1269.
13. Taguchi K.S. Pat. 7037993 US; assignee Zeon Corporation. 15 p.
14. Xia Y. 2010. Castor oil-based thermosets with varied crosslink densities prepared by ring-opening metathesis polymerization (ROMP). Polymer. V.51. pp.: 2508-2514.
15. Yang D. 2010. A novel shape memory polynorbornene functionalized with poly(3 -caprolactone) side chain and cyano group through ring-opening metathesis polymerization. Polymer. V. 51. pp.: 5100-5106.

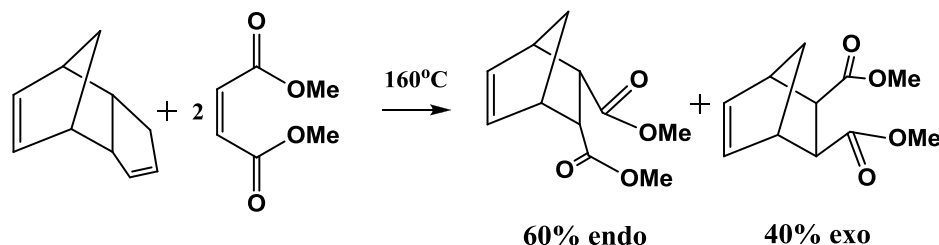


Fig.1. Sintesi degli eteri dimetil di eso-ed endo-norbornene-2,3-dicarbossilico

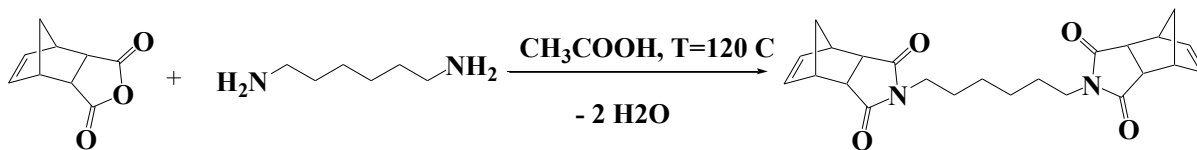


Fig. 2. Schema di sintesi reticolante (GDKI)

Tabella 1

Alcune proprietà fisiche e meccaniche dei polimeri

lineamenti	Poly - DME	Poly - DME +4% GDKI	Poly - DME +6% GDKI
Durezza Shore D/15:	79	80	82
Modulo a trazione Erasto, MPa	1660	1720	1894
Resistenza alla trazione spp, MPa	28,6	31,5	34,4
Allungamento a rottura del PPE%	46	13	8
Modulo di flessione Eizg MPa	2220	2170	2120
Resistenza all'urto Izod con intaglio a +23 ° C, J/ m	29	43	49