



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 087 497** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) МПК<sup>6</sup> **C 08 L 27/10, 27/16, C 08 K 5/00// (C 08 K 5/00, 5:09, 5:31, 5:3432, 5:35, 5:40, 5:47)**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 4742718/04, 15.12.1989

(30) Приоритет: 16.12.1988 IT 22995 A/88

(46) Дата публикации: 20.08.1997

(56) Ссылки: Патент США N 4487882, кл. C 08 L 27/16, 1984. Новицкая С.П., Нудельман З.М., Донцов А.А. Фторэластомеры. - М.: Химия, 1988, с. 91 - 144.

(71) Заявитель:

Аусимонт С.п.А. (IT)

(72) Изобретатель: Грациэлла Чиодини[IT],

Анна Минутилло[IT]

(73) Патентообладатель:

Аусимонт С.п.А. (IT)

(54) **ФТОРЭЛАСТОМЕРНАЯ КОМПОЗИЦИЯ**

(57) Реферат:

Использование: при переработке фторэластомеров, содержащих бром в полимерной цепи. Сущность изобретения: фторэластомерная композиция включает по меньшей мере три компонента: полимер, пероксидный отвердитель и добавку, снижающую выделение высокотоксичных летучих продуктов переработки -

метилбромидов, этилбромидов и т.п. Массовое отношение добавки к пероксидному отвердителю составляет 0,18-1,42 в расчете на 100 мас.ч. полимера. Добавку выбирают из группы соединений, включающих малеиновый ангидрид, производные малеамида, производные дифенилгуанидина, бензотиазол и его производные, производные тиурама. 7 табл.



RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 087 497** <sup>(13)</sup> **C1**  
(51) Int. Cl.<sup>6</sup> **C 08 L 27/10, 27/16, C 08 K**  
**5/00/(C 08 K 5/00, 5:09, 5:31,**  
**5:3432, 5:35, 5:40, 5:47)**

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 4742718/04, 15.12.1989

(30) Priority: 16.12.1988 IT 22995 A/88

(46) Date of publication: 20.08.1997

(71) Applicant:  
Ausimont S.p.A. (IT)

(72) Inventor: Gratsiehlla Chiodini[IT],  
Anna Minutillo[IT]

(73) Proprietor:  
Ausimont S.p.A. (IT)

(54) **FLUORO-ELASTOMERIC COMPOSITION**

(57) Abstract:

FIELD: polymers. SUBSTANCE: composition has at least three components: polymer, peroxide hardening agent and addition. Mass ratio of addition to peroxide hardening agent is 0.18-1.42 as measured for 100 mas. p. p. polymer. Addition is taken from the group involving maleic anhydride, maleamide

derivatives, diphenylguanidine derivatives, benzthiazole and its derivatives, thiuram derivatives. Composition is used for processing fluoro-elastomers containing bromine in polymeric chain. EFFECT: decreased exhalation of toxic volatile products - methyl-, ethyl bromides. 7 tbl

RU 2 087 497 C1

RU 2 087 497 C1

Настоящее изобретение относится к фторэластомерным композициям.

Отверждение органическими пероксидами фторэластомеров, содержащих в качестве центров отверждения вдоль полимерной цепи и/или в ее конце атомы брома или иода хорошо известно. В таких фторэластомерах бром или иод вводятся в макромолекулу эластомера путем использования на стадии полимеризации бромированных или иодированных сомономеров, таких как в частности фторбромированных олефинов, бромированных или иодированных фторвиниловых простых эфиров, или путем использования в полимеризации бромированных или иодированных соединений, таких как передатчики цепи.

При пероксидном отверждении в основном используют органические пероксиды алифатического или циклоалифатического типа, или насыщенного, или ненасыщенного алкилароматического типа, такие как, например:

2,5-диметил-2,5-ди(трет-бутилперокси)гексен-3,

2,5-диметил-2,5-ди(трет-бутилперокси)гексан,

дикумилпероксид, трет-бутилпербензоат, этил-3,3-ди-(трет-бутилперокси)бутират, 1,1-бис(трет-бутилперокси)-3,3,5-триметилциклогексан,

которые в процессе отверждения способствуют выделению метильных или этильных радикалов. Эти радикалы, соединяясь с бромом или иодом, содержащимися во фторэластомере, могут способствовать образованию упомянутых выше метил- или этилбромидов или иодидов, которые являются высокотоксичными и, вероятно, канцерогенными летучими продуктами.

Следовательно, хотя отвержденные изделия, полученные посредством пероксидного отверждения фторэластомеров, содержащих бром или иод, проявляют прекрасные свойства и характеристики, которые по меньшей мере отчасти лучше свойств фторэластомеров, отвержденных посредством ионов, пероксидное отверждение упомянутых выше продуктов представляет серьезную опасность для здоровья операторов и в ближайшем будущем компетентные специалисты считают возможным быстрое запрещение такой обработки.

Таким образом, цель настоящего изобретения состоит в преодолении упомянутых выше серьезных недостатков путем добавления к отверждаемой смеси вещества, способного значительно снизить выделение метил- или этилбромидов или иодидов в процессе отверждения.

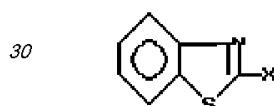
Ближайшим аналогом настоящего изобретения является ссылка на использование органических фосфониевых соединений и пероксидов для отверждения фторэластомеров в Encyclopedia of Chemical Technology, Kirk-Othmer, 3-е издание, т. 8, 1979, стр. 506.

Действительно, неожиданно было установлено, что некоторые типы веществ, введенные в смесь в умеренном количестве, обычно от 0,1 до 3 вес.частей на 100 вес. частей фторэластомера, способны существенно снижать выделение указанных

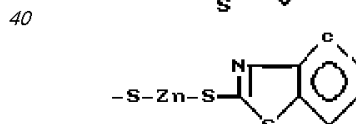
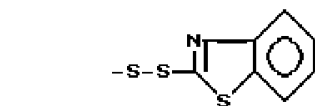
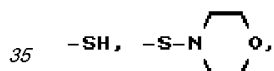
токсичных продуктов без заметного изменения характера отверждения или характеристик полученного продукта вулканизации. Механизм действия добавок по настоящему изобретению, вероятно, основывается на том факте, что они способны сочетаться с метильным или этильным радикалом, получающимся из органического пероксида, в результате чего образуются новые радикалы, способные продолжать реакцию поперечного сшивания. Таким образом, предотвращается какое-либо образование метил- или этилбромидов или иодидов. Однако, на основе такого допущения нельзя было предвидеть, какие вещества будут фактически пригодны в качестве добавок в соответствии с изобретением. Действительно, многие соединения, которые надежно способны блокировать метильные и этильные радикалы и которые резко снижают выделение упомянутых выше бромидов и иодидов, отрицательно влияют на процесс отверждения, в результате чего он становится слишком медленным и неэффективным и приводит к продуктам вулканизации очень плохого качества.

Продукты, пригодные в качестве добавок в соответствии с настоящим изобретением, выбирают из соединений, принадлежащих к следующим классам:

а) бензотиазол и его производные общей формулы:

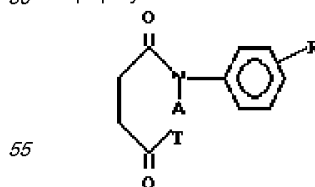


в которой X представляет собой H,

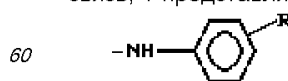


в частности бензотиазол, 2-меркаптобензотиазол, дисульфид бензотиазола, морфолин-2-бензотиазолсульфонамид, цинкмеркаптобензотиазол.

б) производные меламида общей формулы:

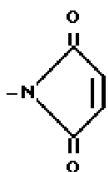


в которой A= H, или вместе с T образует связь, T представляет собой группу -OH,

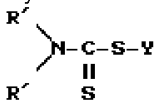


или вместе с A образует связь;

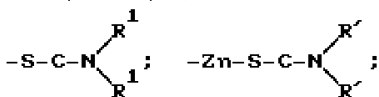
представляет собой H, алкил C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> атом галогена, нитрогруппа и когда T образует связь с A, R также может быть:



в) производные тиурамов общей формулы:

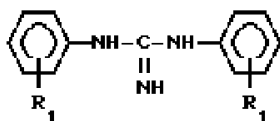


в которой Y представляет собой



R' представляет собой алкил C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, в частности тетраалкилтиурамдисульфид, цинкдиэтилдитиокарбамат.

г) производные дифенилгуанидина общей формулы:



в которой R<sub>1</sub> представляет собой атом водорода, алкил C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, в особенности соединения, в которых R<sub>1</sub> представляет собой H или метил. Кроме того, другие соединения, такие как малеиновый ангидрид, диарилформамидины и производные диазо- и триазодициклопентадиенов оказались пригодны в качестве добавок.

В соответствии с настоящим изобретением добавки, когда они используются в количествах, обычно от 0,1 до 3 вес. частей на 100 вес. частей эластомера (р. h. г) и в особенности от 0,2 до 2 р. h. г, кроме значительного снижения выделения токсичных продуктов метил- или этилбромидов или йодида, в некоторых случаях также на 90% придают отверждаемым композициям следующие характеристики:

увеличение времени, необходимого для протекания выгорания (время выгорания) и вследствие этого повышение безопасности переработки,

уменьшение вязкости смеси (по Муни) и поэтому улучшенная перерабатываемость, умеренное влияние на скорость и выход поперечного сшивания при 180 °C.

Все указанные выше добавки могут быть приготовлены известными методами, которые описаны в технической литературе.

Фторэластомеры, к которым применимо настоящее изобретение, все содержат атомы брома или йода в качестве центров отверждения. Среди наиболее известных можно процитировать следующие. Сополимеры CH<sub>2</sub>=CF<sub>2</sub> с перфторпропиленом и необязательно с перфторэтиленом, а также с перфторвиниловыми простыми эфирами, содержащими небольшие количества брома или йода, которые вводятся посредством сополимеризации небольшими количества бромированных или йодированных мономеров, таких как бромированные олефины, перфторбромалкил-перфторвиниловые простые эфиры или также путем использования переносчиков цепи, состоящих

из бром- или иодаalkильных соединений.

Смеси на основе фторэластомеров, отверждаемых пероксидами, которые могут быть добавлены в соответствии с настоящим изобретением, кроме органического пероксида, включают традиционные компоненты, такие как технический углерод и другие усиливающие наполнители, сопутствующие пероксидному отверждению агенты (например, триалкилизоцианурат), оксиды или гидроксиды металлов (например, оксид свинца, оксид цинка) и перерабатывающие средства.

Следующие примеры приведены для иллюстрации, но не для ограничения настоящего изобретения.

Оценку выделения бромистого метила в условиях отверждения обычно проводили согласно следующему методу.

Возможности для дозирования выделения бромистого метила.

Тонко измельченную смесь полимера и наполнителей (20 г) обрабатывают при 180 °C в замкнутом реакторе в течение 30 минут при давлении 0,5 ата в атмосфере азота. Затем смесь охлаждают до 40-50 °C и добавляют в качестве внутреннего стандарта 1 см<sup>3</sup> дихлортетрафторэтана (A114, т. кип. 4 °C).

Газовую фазу перемешивают и подвергают газохроматографическому анализу; колонка с порпаком K<sub>y</sub>, T=100 °C.

Напротив, в примере 2 фактическое выделение, происходящее при практических условиях отверждения, при 170 °C, определяется путем измерения бромистого метила в образцах воздуха, отобранных выше пресс-формы.

Использованный эластомер:

P. 1 тройной сополимер из 66,2 мол. CH<sub>2</sub> CF<sub>2</sub>, 18,2% перфторпропилена, 15,2% тетрафторэтилена, содержащий бромперфторэтилвиниловый простой эфир в количестве, равном 0,65 вес. брома.

P.2 тройной сополимер CH<sub>2</sub> CF<sub>2</sub> (54,1 мол.), 22,2% перфторпропилена, 22,9% тетрафторэтилена, содержащий бромперфторэтилвиниловый простой эфир в количестве, равном 0,54 вес. брома.

Компонентами смесей, кроме добавок согласно изобретению, являются следующие (в весовых частях на 100 вес. частей тройного сополимера):

-2,5-диметил-2,5-ди-трет-бутилпероксигексан при 45% на инертном наполнителе (Луперко 101 Экс-Эль), 3 части, в чистом виде 1,35 вес.ч. на 100 вес. ч. полимера.

триаллилизоцианурат (TAIC) при 75% на инертном наполнителе, 4 части, оксид свинца, 3 части, технический углерод MT, 30 частей.

Оценку склонности к отверждению проводили посредством определения Δ вращающего элемента (MH-ML) с помощью ODR осциллирующего дискового реометра (типа Менсанто) по стандарту ASTM D2084/81.

Измерение осуществляют при 180 °C, максимальный вращающий момент MH определяют через 12 минут "сектором 3".

Пример 1

Испытания проводили с использованием тройного полимера P.1. Эластомер без добавки по изобретению давал в процессе отверждения величину D вращающего

момента, равную 71.

В некоторых испытаниях слабое уменьшение выделения бромистого метила было вызвано недостаточным количеством добавки: посредством увеличения этого количества в пределах цитированного выше интервала, возможно улучшение эффекта (смотри, например, испытания 7 и 8, табл. 1).

Испытание 21 является сравнительным испытанием и представляет собой вариант продуктов, которые резко снижают выделение бромистого метила, но в то же время они предотвращают или сильно снижают отверждение.

#### Пример 2

Испытания проводили, для того чтобы проконтролировать соответствие между снижением выделения бромистого метила, определенным с помощью лабораторного испытания, описанного в примере 1, и фактическим снижением, достигнутым в процессе отверждения в пресс-форме при 170°C в рабочих условиях (определяли по анализу образца воздуха, отобранного выше сформированного изделия сразу после извлечения вулканизата из формы). Применяемой добавкой был меркаптобензотиазолдисульфид (MTBS), испытание проводили без добавки, для того чтобы иметь сравнение по величинам вращающегося момента D и выделению бромистого метила.

Использованным эластомером был описанный выше сополимер типа P.2. Приведенные результаты (см. табл. 2) являются средними из пяти определений проб воздуха.

#### Пример 3

Характеристика отверждаемых смесей и продукта вулканизации.

Эти характеристики сопоставлялись с такими же для продуктов без добавки и приведены в следующих таблицах.

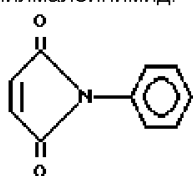
В частности, из таблицы 3 очевидно, что смеси, содержащие добавку в соответствии с изобретением, показывают существенно большее время выгорания, уменьшение вязкости по Муни при короблении (при 135 °C) и уменьшение вязкости по Муни при 121°C; эти характеристики являются показательными для лучшей перерабатываемости смеси.

В таблице 4 содержатся некоторые характеристические величины, которые указывают на тенденцию отверждения. Характеристики отвержденного материала приведены в табл. 5.

#### Пример 4

Испытания, приведенные в таблице 6, показывают, что уменьшение выделения бромистого метила и тенденция отверждения изменяются при варьировании типа применяемого полимера и содержания брома.

Во всех испытаниях, приведенных в таблице 6, используемой добавкой был фенилмалеинимид:



Другими компонентами смеси были (в р.п. г): Лупорко 3; TAIC 4; оксид свинца 3;

технический углерод 30.

#### Примеры 5-9

Во всех примерах полимером являются P<sub>1</sub> и добавкой является METS в количестве 0,5 ч. на 100 ч. полимера, формула которого приведена в табл. 3.

В качестве пероксидов используют:

в примерах 5 и 6, Luporco 101XL, который является 2,5-диметил-2,5-ди-трет.

бутил-перокси-гексаном при 45% на инертном наполнителе (см. стр. 9 описания заявки) и который является алифатическим пероксидом;

в примере 7 используют 2,5-диметил-2,5-ди-трет.

бутил-перокси-гексин-3, который является другим алифатическим пероксидом;

в примере 8 используют дикумилпероксид, который является алкилароматическим пероксидом;

в примере 9 используют 1,1-бис(трет.бутилперокси)-3,3,5

-триметилциклогексан, циклоалифатический пероксид.

Другими добавками в каждом примере являются TAIC (триаллил изоцианурат): 4 части на 100 частей полимера;

PBO: 3 части на 100 частей полимера и сажа: 30 частей на 100 частей полимера.

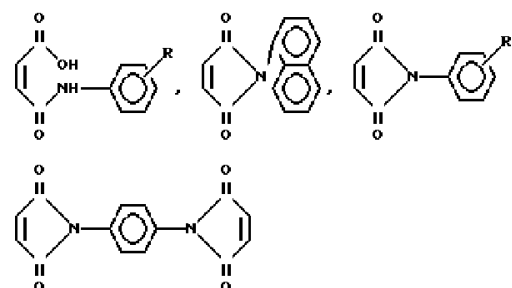
Далее следуют модификации дозирования выделения CH<sub>3</sub>Br. Природа ингредиентов и полученные результаты приведены в таблице 7.

Вулканизацию проводят при 180 °C с пероксидами примеров 5, 6 и 7, при 170°C с пероксидом примера 8 и при 160°C с пероксидом примера 9.

#### Формула изобретения:

Фторэластомерная композиция, включающая фторсодержащий полимер, имеющий бром в полимерной цепи, пероксидный отвердитель, отличающаяся тем, что в качестве полимера она содержит сополимер винилиденфторида с гексафторпропиленом и/или без тетрафторэтилена с бромвиниловым простым эфиром, в качестве пероксидного отвердителя она содержит алифатический, циклоалифатической или алкилароматический пероксид, композиция дополнительно содержит добавку, выбранную из группы соединений следующих структурных формул:

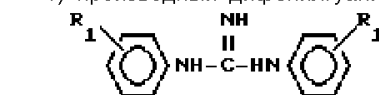
а) производных малеамида:



где R -H, CH<sub>3</sub>, -Cl, -NO<sub>2</sub>;

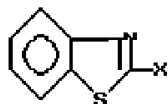
б) малеиновый ангидрид;

г) производный дифенилгуанидина

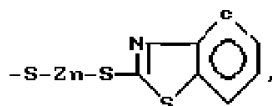
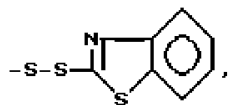
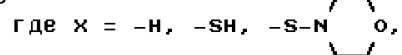


где R<sub>1</sub> C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-алкил, -H;

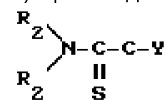
д) бензотиазола и его производных



где

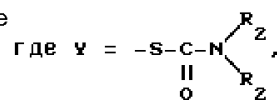


е) производных тиурама

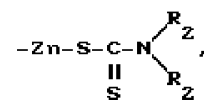


5

где



10



где  $R_2 - C_2H_5$ ,

при следующем массовом отношении добавки к пероксидному отвердителю 0,18 1,42 в расчете на 100 мас.ч. фторсодержащего эластомера.

15

20

25

30

35

40

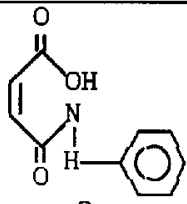
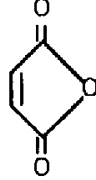
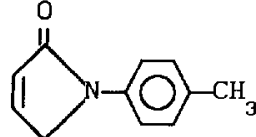
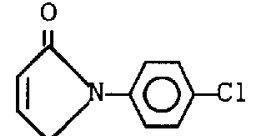
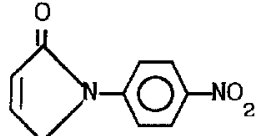
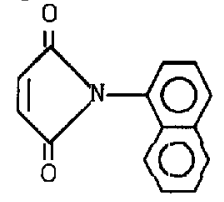
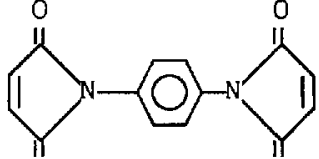
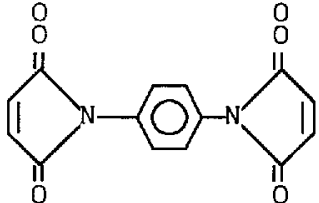
45

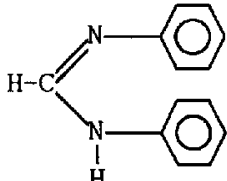
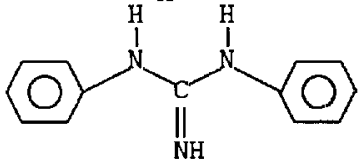
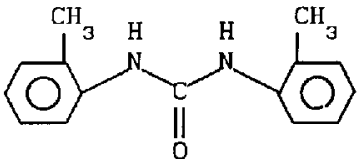
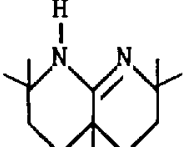
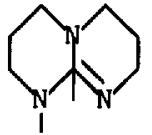
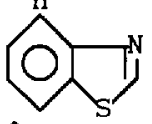
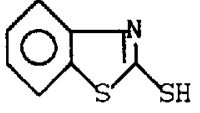
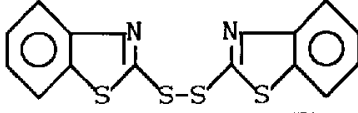
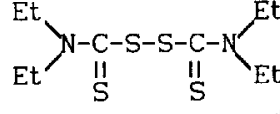
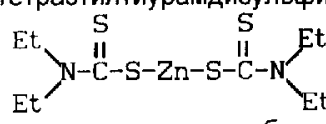
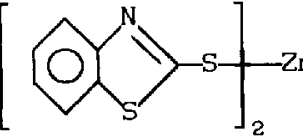
50

55

60

Таблица 1

| Испы-<br>тание<br>№ | Добавка                                                                             | PHR<br>Добавки | Вращающий-<br>ся $\Delta$ момент<br>MH-ML<br>(стандарт=71) | Уменьшение % вы-<br>деления OF CH <sub>3</sub> Br<br>бромметила, % |
|---------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|----------------|------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
| 1                   |    | 1,65           | 60                                                         | 72%                                                                |
| 2                   |    | 0,5            | 65                                                         | 26%                                                                |
| 3                   |    | 1,60           | 70                                                         | 17%                                                                |
| 4                   |   | 1,80           | 68                                                         | 34%                                                                |
| 5                   |  | 0,5            | 71                                                         | 31%                                                                |
| 6                   |  | 1,92           | 72                                                         | 31%                                                                |
| 7                   |  | 1,15           | 64                                                         | 35%                                                                |
| 8                   |  | 0,77           | 66                                                         | 17%                                                                |

| Испы-<br>тание<br>№ | Добавка                                                                                                         | PHR<br>Добавки | Вращающий-<br>ся Δ момент<br>МН-МЛ<br>(стандарт=71) | Уменьшение % вы-<br>деления OF CH <sub>3</sub> Br<br>бромметила, % |
|---------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|-----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
| 9                   |                                | 1,68           | 51                                                  | 77%                                                                |
| 10                  |                                | 0,9            | 59                                                  | 57%                                                                |
| 11                  |                                | 1,0            | 60                                                  | 51%                                                                |
| 12                  |                                | 1,8            | 52                                                  | 84%                                                                |
| 13                  |                               | 1,2            | 51                                                  | 86%                                                                |
| 14                  |                              | 0,5            | 65                                                  | 28%                                                                |
| 15                  |                              | 0,5            | 70                                                  | 70-80%                                                             |
| 16                  |                              | 0,5            | 71                                                  | 70-90%                                                             |
| 17                  | <br>тетраэтилтиурамдисульфид | 0,5            | 68                                                  | 90%                                                                |
| 18                  | <br>цинкдиэтилдитиокарбамат  | 0,5            | 67                                                  | 57%                                                                |
| 19                  | <br>цинкмеркаптобензотиазол  | 0,5            | 72                                                  | 61%                                                                |

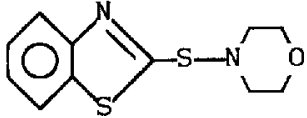
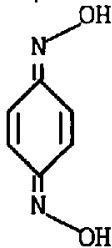
| Испы-<br>тание<br>№ | Добавка                                                                                                                         | PHR<br>Добавки | Вращающий-<br>ся Δ момент<br>МН-МЛ<br>(стандарт=71) | Уменьшение % вы-<br>деления OF CH <sub>3</sub> Br<br>бромметила, % |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|-----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
| 20                  |  <p>морфолин 2-<br/>бензотиазолсульфенамид</p> | 0,5            | 80                                                  | 79%                                                                |
| 21                  | <p>Для сравнения</p>  <p>бензохинондиоксим</p> | 0,6            | 8                                                   | 90%                                                                |

Таблица 2

| Добавка | PHR  | Процент снижения выделения CH <sub>3</sub> Br |                           |                             |
|---------|------|-----------------------------------------------|---------------------------|-----------------------------|
|         |      | МН-МЛ Δ                                       | лабораторные<br>испытания | испытания с<br>пресс-формой |
| -       | -    | 62                                            | -                         | -                           |
| MTBS    | 0,25 | 64                                            | 79%                       | 62%                         |
| MTBS    | 0,5  | 66                                            | 85%                       | 98%                         |

Таблица 3

| Состав смеси, вес. части на 100 вес. частей полимера |         |                   |         |      |                  |               | Вязкость ASTM D. 1646-82  |         |                      |
|------------------------------------------------------|---------|-------------------|---------|------|------------------|---------------|---------------------------|---------|----------------------|
| № Смеси                                              | Полимер | Добавка (вес. ч.) | Луперко | ТАИС | Оксид свинца PbO | Техн. углерод | 121°С по Муни ML (1'÷10') | Муни MV | 35°С Коробление t 15 |
| 1                                                    | P. 1    |                   | 3       | 4    | 3                | 30            | 86                        | 42      | 11'41"               |
| 2                                                    | P. 1    | NPM (1,5)         | 3       | 4    | 3                | 30            | 84                        | 40      | 24'18"               |
| 3                                                    | P. 1    | MBT (0,5)         | 3       | 4    | 3                | 30            | 74                        | 35      | 61'00"               |
| 4                                                    | P. 1    | MBTS (0,5)        | 3       | 4    | 3                | 30            | 79                        | 35      | 60'                  |
| 5                                                    | P. 2    | -                 | 3       | 4    | 3                | 30            | 110                       | 49      | 13'18"               |
| 6                                                    | P. 2    | MBTS (0,25)       | 3       | 4    | 3                | 30            | 102                       | 45      | 26'24"               |
| 7                                                    | P. 2    | MBTS (0,5)        | 3       | 4    | 3                | 30            | 101                       | 43      | 33'42"               |

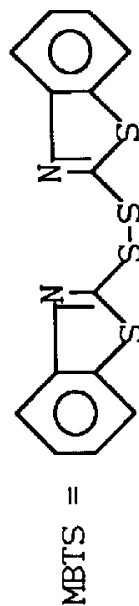
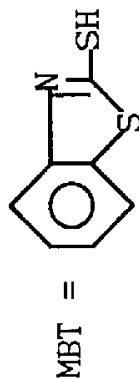
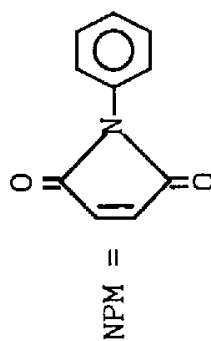


Таблица 4

| Полимер | № Смеси<br>из Табл.3 | Характеристики отверждения ASTM 02084-81 - ODR, 180°C; arc +/- |                 |          |           |           |                                  |       |  |
|---------|----------------------|----------------------------------------------------------------|-----------------|----------|-----------|-----------|----------------------------------|-------|--|
|         |                      | ML (фунт. дюйм)                                                | MH (фунт. дюйм) | ts 2 (с) | t' 50 (с) | t' 90 (с) | V <sub>макс</sub> (фунт. дюйм/с) | MH-ML |  |
| P. 1    | 1                    | 23                                                             | 82              | 69       | 117       | 243       | 0,75                             | 59    |  |
| P. 1    | 2                    | 20                                                             | 95              | 75       | 129       | 312       | 1,01                             | 75    |  |
| P. 1    | 3                    | 16                                                             | 77              | 129      | 219       | 348       | 0,41                             | 61    |  |
| P. 1    | 4                    | 16                                                             | 81              | 135      | 195       | 303       | 0,7                              | 65    |  |
| P. 2    | 5                    | 24                                                             | 86              | 69       | 126       | 360       | 0,63                             | 62    |  |
| P. 2    | 6                    | 19                                                             | 83              | 90       | 144       | 324       | 0,73                             | 64    |  |
| P. 2    | 7                    | 17                                                             | 83              | 99       | 153       | 330       | 0,80                             | 66    |  |

Таблица 5

| Поли-<br>мер | №<br>Смеси<br>из<br>Табл.3 | Механические свойства                |               |               |                            |                |               |                                        |               |               |                   |             |                |
|--------------|----------------------------|--------------------------------------|---------------|---------------|----------------------------|----------------|---------------|----------------------------------------|---------------|---------------|-------------------|-------------|----------------|
|              |                            | после пресс-отверждения (170°С+10')  |               |               |                            |                |               | после пост-отверждения (250°С+24h) час |               |               |                   |             |                |
|              |                            | ASTM D.412-83<br>Прочность на разрыв |               |               | ASTM D.2240-8<br>Жесткость |                |               | ASTM D.412-83<br>Прочность на разрыв   |               |               | ASTM D<br>2240-81 |             |                |
|              |                            | M100<br>(МПа)                        | M200<br>(МПа) | T.S.<br>(МПа) | E.B.<br>(%)                | точки<br>среза | F/s<br>(Н/мм) | E/s<br>(Н/мм)                          | M100<br>(МПа) | M200<br>(МПа) | T.S.<br>(МПа)     | E.B.<br>(%) | точки<br>среза |
| P.1          | 1                          | 4,3                                  | 9,9           | 10,8          | 234                        | 70             | 3,3           | 11,5                                   | 5,9           | 14,7          | 15,2              | 189         | 73             |
| P.1          | 2                          | 3,5                                  | 10,1          | 12,6          | 240                        | 70             | 3,6           | 12,4                                   | 5,74          | 16,8          | 18,4              | 214         | 73             |
| P.1          | 3                          | 2                                    | 5             | 8             | 349                        | 67             | 3,4           | 14,2                                   | 4,6           | 13,2          | 14,9              | 219         | 74             |
| P.1          | 4                          | 2,9                                  | 8,7           | 10,8          | 268                        | 68             | 3,6           | 13,2                                   | 5,0           | 14,5          | 16,1              | 216         | 74             |
| P.2          | 5                          | 3,7                                  | 8,3           | 11            | 306                        | 73             | 4,9           | 28,1                                   | 5,5           | 15,8          | 18,5              | 227         | 74             |
| P.2          | 6                          | 3,6                                  | 7,9           | 10,6          | 338                        | 72             | 4,6           | 24                                     | 5,9           | 16,1          | 19,5              | 234         | 76             |
| P.2          | 7                          | 3,7                                  | 8,1           | 10,9          | 319                        | 72             | 4,3           | 22,2                                   | 5,9           | 16            | 19                | 230         | 76             |

(\*) C.S. = усадка при сжатии при 200°С, в течение 70 ч

Таблица 6

| Полимер               | Добавка<br>р.н.г. | Вращающийся момент<br>МН-МЛ Δ | Уменьшение выделе-<br>ния CH <sub>3</sub> Br, % |
|-----------------------|-------------------|-------------------------------|-------------------------------------------------|
| P. 1                  | -                 | 71                            | -                                               |
| P. 1                  | 1,5               | 76                            | 15                                              |
| P. 1                  | -                 | 62                            | -                                               |
| P. 41                 | 1,5               | 55                            | 29                                              |
| P. 2 + P. 41(+) смесь | -                 | 65                            | -                                               |
| P. 2 + P. 41(+) смесь | 1,5               | 64                            | 37                                              |

Полимер P. 41 содержит:

53,4% CH<sub>2</sub>=CF<sub>2</sub>, 23,9% тетрафторэтилена, 22,7% перфторпропилена и простой бромвиниловый эфир в количестве, равном 0,93% брома

(+) Содержание брома в полимерной смеси равно 0,72%

Таблица 7

| При-<br>мер<br>№ | Пероксид                                                                                                                | Дельта вращающий<br>момент МН-МЛ<br>(стандарт=71) | Уменьшение<br>выделения<br>CH <sub>3</sub> Br |
|------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| 5                | Lupersco 101 XL (45%): 1 часть на 100 частей полимера = 0,45 частей на 100 ч. полимера пероксида                        | 65                                                | 90%                                           |
| 6                | Lupersco 101 XL (45%) 5 ч. на 100 ч. полимера = 2,25 ч. на 100 ч. полимера пероксида                                    | 73                                                | 75%                                           |
| 7                | 2,5-диметил-2,5-ди-трет.бутил пероксигексин-3 1,5 ч. на 100 ч. полимера                                                 | 69                                                | 80                                            |
| 8                | дикумил пероксид 2 ч. на 100 ч. полимера 1,1-бис(трет.бутилперокси)-3,3,5-триметилциклогексан 1,5 ч. на 100 ч. полимера | 30                                                | 80%                                           |