

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C08G 77/60 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200580024070.X

[45] 授权公告日 2009 年 9 月 2 日

[11] 授权公告号 CN 100535032C

[22] 申请日 2005.7.15

[21] 申请号 200580024070.X

[30] 优先权

[32] 2004.7.16 [33] JP [31] 210428/2004

[86] 国际申请 PCT/JP2005/013184 2005.7.15

[87] 国际公布 WO2006/009123 日 2006.1.26

[85] 进入国家阶段日期 2007.1.16

[73] 专利权人 东亚合成株式会社

地址 日本东京

[72] 发明人 小室胜彦 铃木浩

[56] 参考文献

CN1031535A 1989.3.8

JP4-318821A 1992.11.30

CN1369110A 2002.9.11

审查员 叶晓林

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

代理人 陈 昕

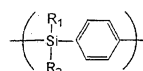
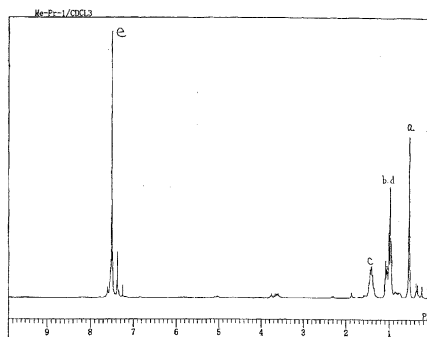
权利要求书 3 页 说明书 13 页 附图 1 页

[54] 发明名称

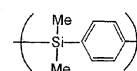
聚碳硅烷及其制备方法

[57] 摘要

本发明提供对通用有机溶剂溶解性和耐热性优异的聚碳硅烷及其制备方法。本发明的聚碳硅烷含有下述重复单元 [1]。还可以含有下述重复单元 [2]，此时，相对于 [1]、[2] 的合计 100 摩尔%，[1] 的含有比例优选为 20 摩尔%以上。式中， R_1 表示碳原子数为 1~6 的烷基， R_2 表示碳原子数为 2 以上的烷基，Me 表示甲基， R_1 和 R_2 可以相同也可以不同。

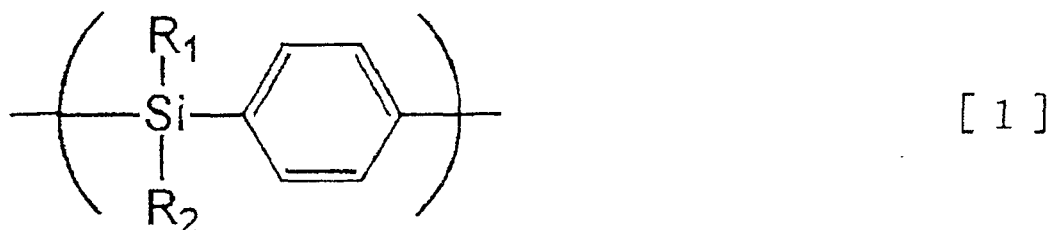


[1]

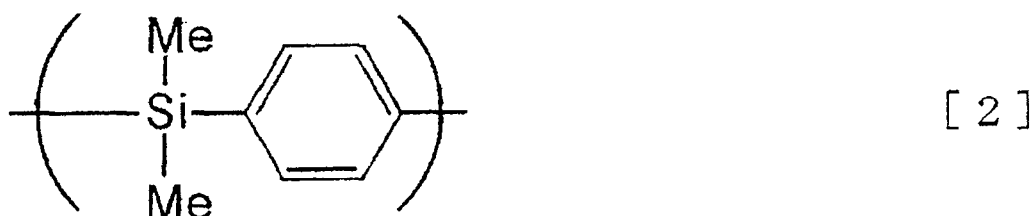


[2]

1. 聚碳硅烷, 其特征在于, 含有下述重复单元[1]和下述重复单元[2], 相对于上述重复单元[1]和重复单元[2]的合计 100 摩尔%, 上述重复单元[1]的含有比例为 20 摩尔%以上,



式中, R_1 表示碳原子数为 1~6 的烷基, R_2 表示碳原子数为 2~6 的烷基, R_1 和 R_2 相同或不同;



式中, Me 表示甲基。

2. 如权利要求 1 所述的聚碳硅烷, 其中, 相对于上述重复单元[1]和重复单元[2]的合计 100 摩尔%, 上述重复单元[1]的含有比例为大于等于 50 摩尔%、小于 100 摩尔%。

3. 如权利要求 1 所述的聚碳硅烷, 其中, 上述 R_1 和 R_2 为各不相同的烷基。

4. 如权利要求 1 所述的聚碳硅烷, 其中, Na 的浓度小于 5 重量 ppb。

5. 聚碳硅烷的制备方法, 其特征在于, 具有使下述通式(1)表示的二烷基二卤代硅烷和下述通式(2)表示的二甲基二卤代硅烷, 以

及下述通式(3)表示的卤代芳基发生反应的工序,其中,以该二烷基二卤代硅烷和该二甲基二卤代硅烷的合计量为基准,使二烷基二卤代硅烷的反应加料比例达到0.2摩尔/摩尔以上,



式中,X表示卤原子,两个X相同或不同; R_1 表示碳原子数为1~6的烷基, R_2 表示碳原子数为2~6的烷基, R_1 和 R_2 相同或不同;



式中, X_1 和 X_2 表示卤原子, X_1 和 X_2 相同或不同; X_2 的取代位置是 X_1 的邻位、间位、或对位,



式中,Me表示甲基,X表示卤原子,两个X相同或不同。

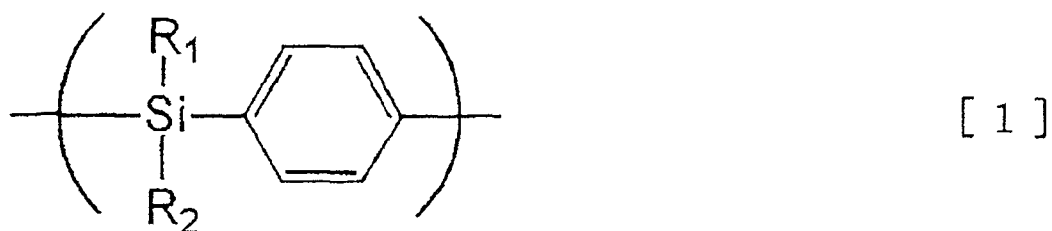
6. 如权利要求5所述的聚碳硅烷的制备方法,其中,还具有利用离子过滤器过滤由有机溶剂溶解有聚碳硅烷的溶液的工序。

7. 如权利要求5所述的聚碳硅烷的制备方法,其中,以该二烷基二卤代硅烷和该二甲基二卤代硅烷的合计量为基准,使二烷基二卤代硅烷的反应加料比例达到0.5摩尔/摩尔以上。

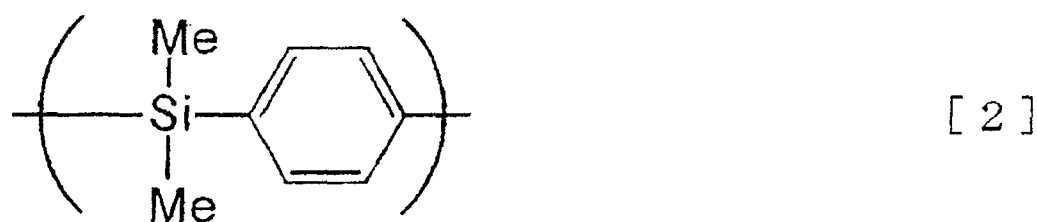
8. 如权利要求5所述的聚碳硅烷的制备方法,其中,上述 R_1 和 R_2 为各不相同的烷基。

9. 如权利要求 6 所述的聚碳硅烷的制备方法, 其中, 通过上述过滤, 使 Na 的浓度小于 5 重量 ppb。

10. 绝缘性材料, 其特征在于, 含有下述重复单元 [1] 和下述重复单元 [2], 相对于上述重复单元 [1] 和重复单元 [2] 的合计 100 摩尔 %, 上述重复单元 [1] 的含有比例为 20 摩尔 % 以上, 且 Na 的浓度在 5 重量 ppb 以下,



式中, R_1 表示碳原子数为 1~6 的烷基, R_2 表示碳原子数为 2~6 的烷基, R_1 和 R_2 相同或不同;



式中, Me 表示甲基。

聚碳硅烷及其制备方法

技术领域

本发明涉及对通用有机溶剂溶解性和耐热性优异的聚碳硅烷及其制备方法。

背景技术

作为耐热材料，已知包含高分子主链含有硅原子和芳香环的重复结构的聚（二甲基亚硅烷基亚苯基）（例如，山口等，高分子化学[29] p. 546 和 p. 665（1972）社团法人高分子学会编）。

另外，例如日本特开昭 58-55007 号公开了聚（二甲基亚硅烷基亚苯基）的制备方法。

发明内容

发明所要解决的课题

为了将聚（二甲基亚硅烷基亚苯基）之类的耐热材料积极地向电子材料开展，需要对通用有机溶剂的溶解性高。

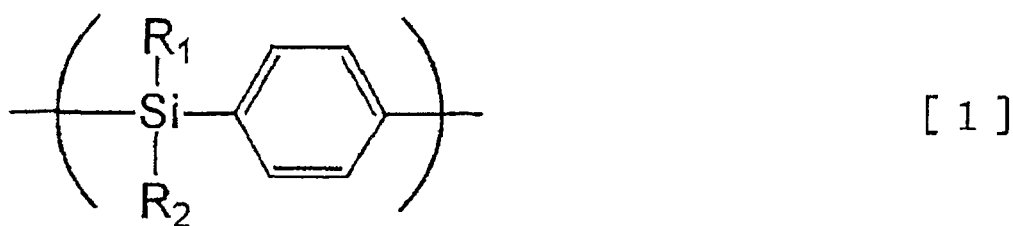
但是，聚（二甲基亚硅烷基亚苯基）由于具有刚直的主链，因此具有下述问题，即结晶性高，仅仅对氯仿之类的氯类溶剂显示溶解性，对通用有机溶剂缺乏溶解性。另外，正在谋求具有更加优异耐热性的材料。

解决课题的方法

本发明人等发现在聚亚硅烷基亚苯基的重复单元中存在碳原子数比较大的烷基键合在 Si 上的亚硅烷基亚苯基，由此对通用有机溶剂具有优异的溶解性和耐热性，至此完成了本发明。

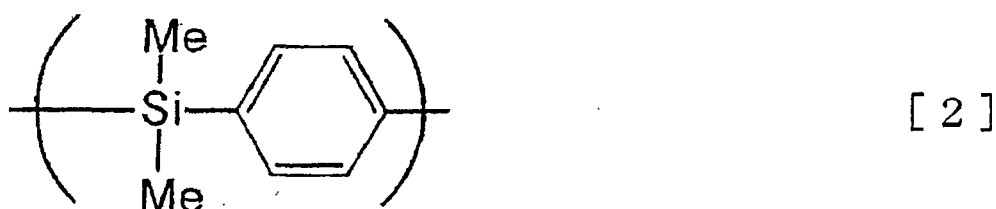
本发明如下。

1. 聚碳硅烷，其特征在于，含有下述重复单元[1]。



(式中, R_1 表示碳原子数为 1~6 的烷基, R_2 表示碳原子数为 2 以上的烷基, R_1 和 R_2 可以相同也可以不同。)

2. 如上述 1 所述的聚碳硅烷, 其中, 还含有下述重复单元 [2], 相对于上述重复单元 [1] 和重复单元 [2] 的合计 100 摩尔%, 上述重复单元 [1] 的含有比例为 20 摩尔% 以上。



(式中, Me 表示甲基。)

3. 聚碳硅烷的制备方法, 其特征在于, 具有使下述通式 (1) 表示的二烷基二卤代硅烷和下述通式 (3) 表示的卤代芳基反应的工序。



(式中, X 表示卤原子, 两个 X 可以相同也可以不同。 R_1 表示碳原子数为 1~6 的烷基, R_2 表示碳原子数为 2 以上的烷基, R_1 和 R_2 可以相同也可以不同。)



(式中, X_1 和 X_2 表示卤原子, 可以相同也可以不同。 X_2 的取代位置可以是 X_1 的邻位、间位、对位中的任一种。)

4. 如上述 3 所述的聚碳硅烷的制备方法, 其中, 还具有利用离子

过滤器过滤用有机溶剂溶解有聚碳硅烷的溶液的工序。

5. 如上述 3 所述的聚碳硅烷的制备方法, 其中, 将上述二烷基二卤代硅烷与下述通式 (2) 表示的二甲基二卤代硅烷联用并使之反应, 以该二烷基二卤代硅烷和该二甲基二卤代硅烷的合计量为基准, 使该二烷基二卤代硅烷的反应加料比例达到 0.2 (摩尔/摩尔) 以上。



(式中, Me 表示甲基, X 表示卤原子, 两个 X 可以相同也可以不同。)

6. 如上述 5 所述的聚碳硅烷的制备方法, 其中, 还具有利用离子过滤器过滤用有机溶剂溶解有聚碳硅烷的溶液的工序。

发明效果

本发明的聚碳硅烷由于具有特定的重复单元, 对通用的有机溶剂的溶解性优异, 因此作为耐热材料易于各种用途。而且由于耐热性也优异, 适合于纤维、热固性树脂组合物等。特别是当相对于上述重复单元 [1] 和重复单元 [2] 的合计 100 摩尔%, 上述重复单元 [1] 的含有比例为 20 摩尔% 以上时, 氮气氛下的 5% 重量损失温度 (Td5) 可以达到 350℃ 以上, 耐热性格外优异。

根据本发明的聚碳硅烷的制备方法, 可容易地制备上述聚碳硅烷。因此, 可提供廉价且对通用的有机溶剂具有优异的溶解性和耐热性的聚碳硅烷。

另外, 具有利用离子过滤器过滤用有机溶剂溶解有聚碳硅烷的溶液的工序时, 可容易地将金属成分的浓度降低为 5ppb 以下, 作为绝缘性材料特别有用。

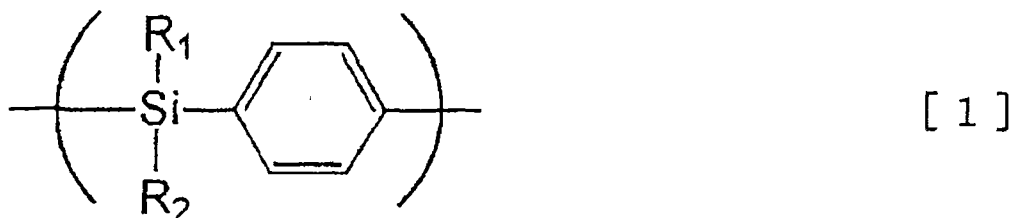
附图说明

图 1 表示实施例 1 中得到的碳硅烷的 ^1H -NMR 图谱。

具体实施方式

1. 聚碳硅烷

本发明的聚碳硅烷含有下述重复单元[1]。



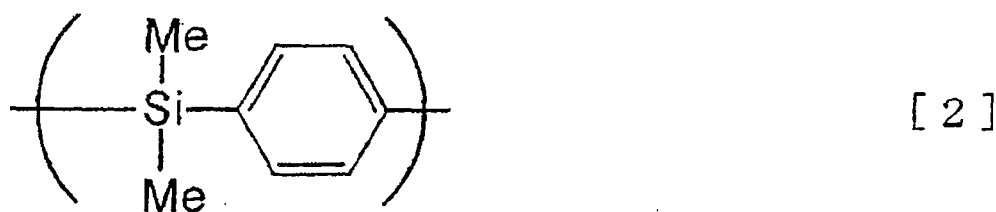
(式中, R_1 表示碳原子数为1~6的烷基, R_2 表示碳原子数为2以上的烷基, R_1 和 R_2 可以相同也可以不同。)

上述重复单元[1]中, 作为 R_1 可列举出甲基、乙基、丙基、丁基、戊基和己基。 R_2 通常为碳原子数2~6的烷基。

上述的取代基 R_1 和 R_2 可以相同或不同, 当相同时, 优选丙基等。

本发明的聚碳硅烷可以为仅由重复单元[1]的1种构成的聚合物, 也可以为含有其两种以上的聚合物。

本发明的聚碳硅烷, 可还含有下述重复单元[2]。



(式中, Me表示甲基。)

本发明的聚碳硅烷含有重复单元[1]和[2]时, 二者的构成比例无特别限定。相对于上述重复单元[1]和重复单元[2]的合计100摩尔%, 重复单元[1]的含有比例优选为20摩尔%以上, 更优选为大于等于30摩尔%小于100摩尔%, 进一步优选为大于等于50摩尔%小于100摩尔%。重复单元[1]的含有比例越高, 耐热性越优异, 另外由于对通用的有机溶剂例如四氢呋喃、丙二醇单甲醚乙酸酯、丙二醇二甲醚、甲基异丁基酮、甲基乙基酮等的溶解性优异, 还可以配制高浓度溶液, 因此适合广泛的用途。

应说明的是, 本发明的聚碳硅烷含有重复单元[1]和[2]二者时,

聚合物结构可以是无规型和嵌段型中的任一种。

本发明的聚碳硅烷既可以是重复单元[1]和[2]的各一种构成的聚合物,也可以是含有这两者的任一种的2种以上的聚合物,还可以是含有两者各2种以上的聚合物。

本发明的聚碳硅烷的重均分子量 M_w 通常为 2,000~10,000。如果该 M_w 过小,则有耐热性变差的倾向。

另外,该 M_w 与数均分子量 M_n 之比 M_w/M_n (多分散度)为 1.5~5。应说明的是, M_w 和 M_n 可以通过凝胶渗透色谱(GPC)来测定。

2. 聚碳硅烷的制备方法

本发明的聚碳硅烷的制备方法,具有使下述通式(1)表示的二烷基二卤代硅烷和下述通式(3)表示的卤代芳基反应的工序(以下也称为“反应工序”)。



(式中, X 表示卤原子,两个 X 可以相同也可以不同。 R_1 表示碳原子数为1~6的烷基, R_2 表示碳原子数为2以上的烷基, R_1 和 R_2 可以相同也可以不同。)



(式中, X_1 和 X_2 表示卤原子,可以相同也可以不同。 X_2 的取代位置可以是 X_1 的邻位、间位、对位中的任一种。)

上述通式(1)中的 R_1 和 R_2 可以直接应用于上述重复单元[1]中的 R_1 和 R_2 。

另外,上述通式(1)中的 X 是卤素原子,可以举出氯原子、溴原子和碘原子。两个 X 可以相同也可以不同。

上述通式(1)表示的二烷基二卤代硅烷可列举出,甲基丙基二氯硅烷、甲基异丙基二氯硅烷、二丙基二氯硅烷、甲基丁基二氯硅烷、

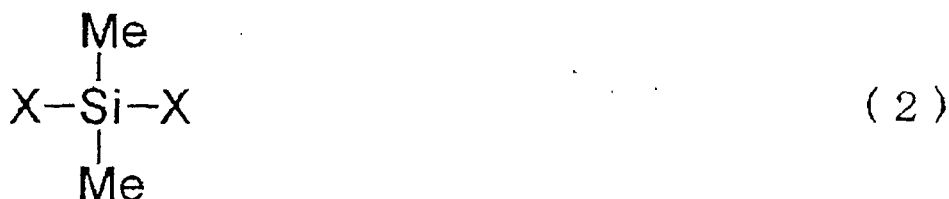
二丁基二氯硅烷、二叔丁基二氯硅烷、甲基戊基二氯硅烷、二戊基二氯硅烷、甲基己基二氯硅烷、甲基(2-乙基丁基)二氯硅烷、乙基(2-乙基丁基)二氯硅烷、二己基二氯硅烷等。其中,优选下式(5)表示的甲基丙基二氯硅烷。它们可以单独一种或组合两种以上来使用。



(式中, Me 表示甲基, Pr 表示丙基。)

在反应工序中,仅使用上述通式(1)表示的二烷基二卤代硅烷时,可得到仅含有上述重复单元[1]的聚碳硅烷。

在本发明中,通过将上述通式(1)表示的二烷基二卤代硅烷与下述通式(2)表示的二甲基二卤代硅烷联用,可得到含有上述重复单元[1]和[2]的聚碳硅烷。



(式中, Me 表示甲基, X 表示卤原子,两个 X 可以相同也可以不同。)

上述通式(2)表示的二甲基二卤代硅烷可列举出,二甲基二氯硅烷、二甲基二溴硅烷等。其中,优选下式(4)表示的二甲基二氯硅烷。它们可以单独一种或组合两种以上来使用。



(式中, Me 表示甲基。)

将上述通式(1)表示的二烷基二卤代硅烷与上述通式(2)表示的二甲基二卤代硅烷联用时,以该二烷基二卤代硅烷和该二甲基二卤代硅烷的合计量为基准,该二烷基二卤代硅烷的反应加料比例优选达

到 0.2 (摩尔/摩尔) 以上, 更优选 0.3 (摩尔/摩尔) 以上, 进一步优选 0.5 (摩尔/摩尔) 以上。

上述通式 (3) 中的 X_1 和 X_2 为卤原子, 可以列举出氯原子、溴原子和碘原子。应说明的是, X_1 和 X_2 可以相同也可以不同, X_2 的取代位置可以是 X_1 的邻位、间位、对位中的任一种。

上述通式 (3) 表示的卤代芳基可列举出, 1, 2-二氯苯、1, 3-二氯苯、1, 4-二氯苯、1, 2-二溴苯、1, 3-二溴苯、1, 4-二溴苯、1, 2-二碘苯、1, 3-二碘苯、1, 4-二碘苯等。其中, 优选下式 (6) 表示的二溴苯。它们可以单独一种或组合两种以上来使用。



上述反应工序的优选制备方法包括下面 4 阶段的步骤。

步骤[1]: 在反应容器中加入镁和有机溶剂, 例如通过二溴乙烷使其活化后, 在反应容器内的活化溶液中滴加另外配制的溶液[在有机溶剂中将上述通式 (1)、(2) 和 (3) 表示的化合物制成混合液而成], 进行格利雅反应。

步骤[2]: 反应结束后, 加入醚类和水, 将生成的镁盐溶于水中, 制成 2 层 (有机层/水层) 溶液。

步骤[3]: 用盐酸等酸的水溶液洗涤有机层后, 水洗至水层变为中性, 干燥有机层。

步骤[4]: 将有机溶剂脱溶剂后, 除去 (cut) 低聚物 (低分子量成分), 得到聚碳硅烷。

作为上述步骤[1]中使用的有机溶剂, 可列举出, 四氢呋喃、二乙醚、二异丙醚、二丁醚等醚类等。其中, 考虑到控制反应的难易程度, 最优选四氢呋喃。它们可以单独一种或组合两种以上来使用。

通过该步骤[1], 可以由上述通式 (1)、(2) 和 (3) 表示的化合物构建聚亚硅烷基亚苯基的主链骨架。

作为上述步骤[2]中使用的醚类, 可列举出, 四氢呋喃、二乙醚、

二异丙醚、二丁醚等。其中优选二异丙醚。

上述步骤[3]中使用的盐酸水溶液等通常使用的浓度为 0.1 ~ 3N。

在上述步骤[4]中,除去低聚物(除去低分子量成分)时,在甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、丁醇等醇类,戊烷、正己烷等烃类溶剂中投入反应产物的溶液,使低分子量成分溶解,分离出目标聚碳硅烷。

上述步骤[4]之后得到的聚碳硅烷通常分别以 10 ~ 100 质量 ppb 的浓度含有 Na、Mg、Al、K 等金属成分。因此,优选直接在上述步骤[4]之前和/或之后,具有利用离子过滤器过滤在丙二醇二甲醚等有机溶剂中溶解所得聚碳硅烷而配制的溶液的工序(以下也称为“过滤工序”。

该离子过滤器可使用市售品。通过该过滤工序可以将金属成分的浓度容易地降低至 5ppb 以下。金属成分浓度低的聚碳硅烷作为绝缘性材料特别有用。

本发明的聚碳硅烷如下所述,即,使上述通式(1)表示的二烷基二卤代硅烷,或者该二烷基二卤代硅烷和上述通式(2)表示的二甲基二卤代硅烷,以及上述通式(3)表示的卤代芳基发生反应,以上述二烷基二卤代硅烷和上述二甲基二卤代硅烷的合计量为基准,使上述二烷基二卤代硅烷的反应加料比例达到 0.2 (摩尔/摩尔)以上而制得,包括上述重复单元[1]或者该重复单元[1]和上述重复单元[2]。该聚碳硅烷的制备方法可适用上述记载。

实施例

下面通过实施例具体说明本发明,但本发明并不仅限于这些实施例。

1. 聚碳硅烷的制备

实施例 1 (甲基丙基二氯硅烷: 二甲基二氯硅烷 = 10: 0)

在装有滴液漏斗、磁力搅拌器和冷凝管的反应容器中加入 36.0g 的镁 (1,480mmol)、120g 的四氢呋喃,室温下搅拌。之后,在反应容器中加入 1.0 毫升的 1,2-二溴乙烷,使镁活化。接着,由滴液漏斗慢慢滴加另外配制的溶液(在 280g 的四氢呋喃中溶解 160.4g 的 1,4-二溴苯(680mmol)和 106.8g 的甲基丙基二氯硅烷(680mmol)而成)。

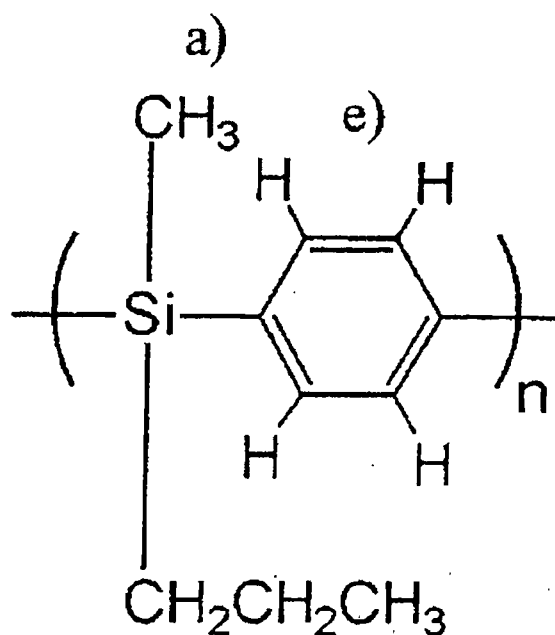
确认发热，结束滴加后，设置油浴（100℃），加热回流 3 小时。之后，用气相色谱确认原料已消失。

在氮气气氛中，室温下熟化一夜后，在反应液中加入 400g 的二异丙醚和 400g 的纯水，使镁盐溶解，将反应液全部移至分液漏斗。接着，分离水层，用 400g 的 1N-HCl 水溶液洗涤有机层。之后，用 400g 的纯水洗涤有机层 5 次。水洗直至水层达到中性。

回收有机层，加入无水硫酸镁进行脱水。之后，减压下，蒸馏除去溶剂，将反应产物（树脂）溶于 40g 的四氢呋喃。接着，在 800g 的异丙醇中滴加该溶液，除去低聚物成分，得到淡黄色的粘性物。收率为 73%。

对于该淡黄色粘性物，进行 $^1\text{H-NMR}$ （270MHz）的测定，结果得到了图 1 所示的图谱，可知其为具有下述重复单元的高分子化合物。图 1 的图谱中的 δ 值及其归属见表 1。

另外，通过 GPC 测得 $M_w=3,900$ 和 $M_w/M_n=2.3$ 。



[表 1]

测定法	δ (ppm)	归属
$^1\text{H-NMR}$	0.5	a)
	0.8-1.1	b) 和 d)
	1.4	c)
	7.5	e)

实施例 2 (甲基丙基二氯硅烷: 二甲基二氯硅烷 = 10: 0)

对于实施例 1 中原料的加料比例, 改为 46.8 的镁 (1,925mmol)、210.0g 的 1,4-二溴苯 (890mmol) 和 139.8g 的甲基丙基二氯硅烷 (890mmol), 除此之外, 用与实施例 1 相同的方法进行合成。收率为 80%。

对于得到的高分子化合物, 测得 $M_w=4,000$ 和 $M_w/M_n=1.9$ 。

实施例 3 (甲基丙基二氯硅烷: 二甲基二氯硅烷 = 7: 3)

对于实施例 1 中原料的加料比例, 改为 9.0g 的镁 (370mmol)、40.0g 的 1,4-二溴苯 (170mmol)、18.7g 的甲基丙基二氯硅烷 (119mmol) 和 6.6g 的二甲基二氯硅烷 (51mmol), 除此之外, 用与实施例 1 相同的方法进行合成。收率为 38%。

对于得到的高分子化合物, 测得 $M_w=5,400$ 和 $M_w/M_n=1.9$ 。

实施例 4 (甲基丙基二氯硅烷: 二甲基二氯硅烷 = 3: 7)

对于实施例 1 中原料的加料比例, 改为 9.0g 的镁 (370mmol)、40.0g 的 1,4-二溴苯 (170mmol) 和 8.0g 的甲基丙基二氯硅烷 (51mmol)、15.4g 的二甲基二氯硅烷 (119mmol), 除此之外, 用与实施例 1 相同的方法进行合成。收率为 58%。

对于得到的高分子化合物, 测得 $M_w=5,500$ 和 $M_w/M_n=1.9$ 。

比较例 1 (甲基丙基二氯硅烷: 二甲基二氯硅烷 = 0: 10)

在装有滴液漏斗、磁力搅拌器和冷凝管的反应容器中加入 9.0g 的镁 (370mmol)、30g 的四氢呋喃, 室温下搅拌。之后, 在反应容器中加入 0.25 毫升的 1,2-二溴乙烷, 使镁活化。接着, 由滴液漏斗慢慢

滴加另外配制的溶液（在 70g 的四氢呋喃中溶解 40.0g 的 1,4-二溴苯（170mmol）和 21.8g 的二甲基二氯硅烷（170mmol）而成）。确认发热，结束滴加后，设置油浴（100℃），加热回流 3 小时。之后，用气相色谱确认原料已消失。

熟化一夜后，在反应液中加入 100g 的二异丙醚和 100g 的纯水，使镁盐溶解，将反应液全部移至分液漏斗。接着，分离水层，用 100g 的 1N-HCl 水溶液洗涤有机层。之后，用 100g 的纯水洗涤有机层 5 次。水洗直至水层达到中性。

回收有机层，加入无水硫酸镁进行脱水。之后，减压下，蒸馏除去溶剂，将反应产物（树脂）溶于 40g 的四氢呋喃。接着，在 800g 的异丙醇中滴加该溶液，除去低聚物成分，得到淡黄色的粘性物。收率为 20%。

对于得到的高分子化合物，测得 $M_w=3,300$ 和 $M_w/M_n=3.5$ 。

比较例 2（甲基丙基二氯硅烷：二甲基二氯硅烷 = 1: 9）

在装有滴液漏斗、磁力搅拌器和冷凝管的反应容器中加入 9.0g 的镁（370mmol）、30g 的四氢呋喃，室温下搅拌。之后，在反应容器中加入 0.25 毫升的 1,2-二溴乙烷，使镁活化。接着，由滴液漏斗慢慢滴加另外配制的溶液（在 70g 的四氢呋喃中溶解 40.0g 的 1,4-二溴苯（170mmol）、2.67g 的甲基丙基二氯硅烷（17mmol）和 19.8g 的二甲基二氯硅烷（153mmol）而成）。确认发热，结束滴加后，设置油浴（100℃），加热回流 3 小时。之后，用气相色谱确认原料已消失。

熟化一夜后，在反应液中加入 100g 的二异丙醚和 100g 的纯水，使镁盐溶解，将反应液全部移至分液漏斗。接着，分离水层，用 100g 的 1N-HCl 水溶液洗涤有机层。之后，用 100g 的纯水洗涤有机层 5 次。水洗直至水层达到中性。

回收有机层，加入无水硫酸镁进行脱水。之后，减压下，蒸馏除去溶剂，将反应产物（树脂）溶于 40g 的四氢呋喃。接着，在 800g 的异丙醇中滴加该溶液，除去低聚物成分，得到淡黄色的粘性物。收率为 20%。

对于得到的高分子化合物，测得 $M_w=3,900$ 和 $M_w/M_n=1.8$ 。

2. 聚碳硅烷的评价

实施例 5 (在有机溶剂中的溶解性评价)

将上述实施例 1~4 和比较例 1~2 中得到的聚碳硅烷 10mg 与各种有机溶剂 90mg 混合，肉眼观察 25℃ 时的溶解性，进行评价。

结果汇于表 2。应说明的是，表示有机溶剂的略语的含义如下。

THF: 四氢呋喃

PGMEA: 丙二醇单甲醚乙酸酯

PGDM: 丙二醇二甲醚

MIBK: 甲基异丁基酮

MEK: 甲基乙基酮

[表 2]

	THF	二异丙醚	氯仿	PGMEA	PGDM	MIBK	MEK
实施例 1	○	○	○	○	○	○	○
实施例 2	○	○	○	○	○	○	○
实施例 3	○	○	○	○	○	○	○
实施例 4	○	△	○	△	○	○	○
比较例 1	○	×	○	×	×	×	×
比较例 2	○	×	○	×	×	×	×

○: 溶解, △: 部分溶解, ×: 不溶

实施例 6

在 PGDM 中溶解上述实施例 1 中得到的产物，将浓度调整为 20 重量%，用 0.2 μm 的滤膜过滤后，用离子过滤器过滤。用 ICP-MS 测定各阶段的 Na、Mg、Al 和 K 的浓度，其结果见表 3。

[表 3]

(单位 ppb)

金属种类	过滤前	用 0.2 μm 滤膜过滤后	用离子过滤器过滤后
Na	36	59	< 5
Mg	29	18	< 5
Al	16	9	< 5
K	20	25	< 5
Ca	14	18	11
Fe	27	29	6

离子过滤器：日本 Pall 公司制 DFA1SRPSW44（流速 100g/30sec）

由表 3 可知，通过使用离子过滤器可以将 Na、Mg、Al 和 K 各金属的浓度降低至小于 5 重量 ppb。

实施例 7

对上述实施例 1 中得到的产物进行热重量分析，在氮气气氛和空气气氛下测定初始重量损失 5% 时的温度（5% 重量损失温度 Td5）。应说明的是，此 Td5 是使用热重量/差热分析仪（Seiko Instruments 公司制），在升温速度为 10℃/分钟下由室温升温测定的。

结果，氮气气氛下为 377℃，空气中为 378℃。

实施例 8

对上述实施例 4 中得到的产物进行热重量分析，测定初始重量的 5% 损失时的温度（5% 重量损失温度 Td5）。

结果，氮气气氛下为 375℃，空气中为 347℃。

由上述实施例 7 和 8 的结果可知，本发明的聚碳硅烷具有优异的耐热性。

图1

