

ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ КАРБАЗОЛА

68. Влияние чистоты карбазола на синтез и свойства олигомеров 9-винилкарбазола, получаемых методом перевинилирования

Е. Е. СИРОТКИНА, В. П. ЛОПАТИНСКИЙ, В. Д. ПИРОГОВ

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

На протяжении ряда лет на кафедре ТООС Томского политехнического института ведется исследование синтеза олигомеров 9-винилкарбазола методом перевинилирования [1]. В процессе синтеза образуются две фракции, условно названные низкомолекулярной (НМФ) и высокомолекулярной (ВМФ), обладающие различными физическими свойствами: молекулярным весом, температурой плавления, электрофотографическими и пленкообразующими свойствами и т. д. К НМФ относят продукты со степенью полимеризации 5—6 (M_n в. 1000—1200), которые обладают хорошими электрофотографическими свойствами и могут быть использованы в качестве фоточувствительного слоя, например, в электрофотографии. ВМФ такими свойствами не обладает. Кроме того, пленки из нее из-за больших внутренних напряжений растрескиваются.

Для синтеза олигомеров 9-винилкарбазола использовался реактивный карбазол Харьковского коксохимического завода марки «чистый», который выделялся из антраценовой фракции каменноугольной смолы и содержал, естественно, различные примеси, главными из которых являются спутники карбазола — антрацен и фенантрен. Анализ реактивного карбазола по методике [2] на антрацен и фенантрен показал (табл. 2, п. 1), что общее количество указанных примесей достигает 5—10% веса. Кроме того, количество примесей в реактивном карбазоле от партии к партии несколько изменяется.

Поэтому представляло интерес выяснить влияние этих примесей на синтез и электрофотографические свойства олигомеров 9-винилкарбазола.

Нами было исследовано влияние количества антрацена в искусственных смесях его с синтетическим карбазолом. Синтез олигомеров осуществляли по методике [1]. Результаты опытов представлены в табл. 1.

Приведенные данные показывают, что добавка антрацена к карбазолу до 10% практически не приводит к снижению электрофотографических свойств получающихся олигомеров, тогда как выход НМФ увеличивается на 10—15%. Это указывает на ингибирующее действие антрацена на процесс полимеризации.

Данные синтеза олигомеров на основе реактивного карбазола, карбазола, очищенного тройной перекристаллизацией из ацетона, а также карбазола с повышенным содержанием примесей (карбазольного остатка, получающегося при высаживании ацетонового раствора после очистки реактивного карбазола в воду) (табл. 2) показывают, что с увеличением количества антраценовой и фенантреновой примесей увеличива-

Таблица 1

**Влияние примеси антрацена в карбазоле на синтез и свойства олигомеров
9-винилкарбазола**

Количество добавленного антрацена, % от общего веса	НМФ			ВМФ	
	выход, % от теоретического	электрографические свойства		выход, % от теоретического	потенциал зарядки, вольт
		потенциал зарядки, вольт	чувствительность люкс. сек. 10^{-3}		
—	45	320-380	1,4-2,4	42	140-160*
1,0	46	300-380	1,8-2,4	43	120-180
2,0	38	320-360	1,4-2,2	48	160-200
5,0	53	280-320	1,4-2,0	32	130-170
10,0	56	280-360	1,2-2,2	28	130-160

Примечание: Испытания электрографических свойств проводились при использовании концентрации поливочного раствора 1 г олигомера на 10 мл бензола.

* Чувствительность ВМФ из-за низкого потенциала зарядки не замерялась.

Таблица 2

**Результаты опытов по синтезу олигомеров 9-винилкарбазола
из карбазолов с различным содержанием примесей**

Качество карбазола	Количество примеси		Тпл. карбазола, °С	НМФ			ВМФ	
	антрацена, %	фенантрена, %		выход, % от теоретического	потенциал зарядки, вольт	чувствительность, люкс. сек. 10^{-3}	выход, % от теоретического	потенциал зарядки, вольт
Реактивный карбазол серии II, выпуска 1966 г.	1,5-2,0	2,6-4,2	240-241	56	280-350	1,3-1,8	41	80-120*
Очищенный карбазол	0,0-0,1	1,9-2,1	243,5-245	46	300-360	1,4-1,8	50	120-160
Остаток после очистки реактивного карбазола	6,0-6,8	3,0-4,0	231-235	89	120-160	Не замерялась	—	—

Примечание: * Чувствительность ВМФ из-за низкого потенциала зарядки не замерялась.

ется выход НМФ, в то время как электрографические свойства при достижении количеств примесей порядка 8—10% заметно снижаются.

В связи с этим для синтеза электрофотографического олигомера непосредственно использовать можно лишь карбазол, содержащий не больше 8% примеси антрацена и фенантрена. При более высоком содержании примесей реактивный карбазол необходимо подвергать дополнительной очистке. Определение электрографических характеристик производилось по известным методикам [3].

Выводы

Показано, что примеси антрацена и фенантрена в исходном карбазоле влияют на электрофотографические свойства и на выход целевого продукта.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. П. Лопатинский, Е. Е. Сироткина. Изв. ТПИ, 111, 44, (1961).
2. Ф. П. Ластовский, Ю. И. Вайнштейн. Технический анализ в производстве промежуточных продуктов и красителей. Госхимиздат, М., 1958.
3. Д. И. Б. Сидаревичюс. Кандидатская диссертация «Исследование некоторых органических полимеров полупроводниковых систем для электрографии», Вильнюс—Ленинград, 1967.