

p-tert-ブチルカリックス[n]アレーンとビスオキサゾリンの熱反応により形成されるネットワークポリマーの構造と物性

(阪技術研) ○米川 盛生・木村 肇・大塚 恵子

Structure and characterization of networked polymers formed by thermal reaction of *p*-tert-butylcalix[n]arene and bisoxazoline (*Osaka Research Institute of Industrial Science and Technology*) ○Morio Yonekawa, Hajime Kimura, Keiko Ohtsuka

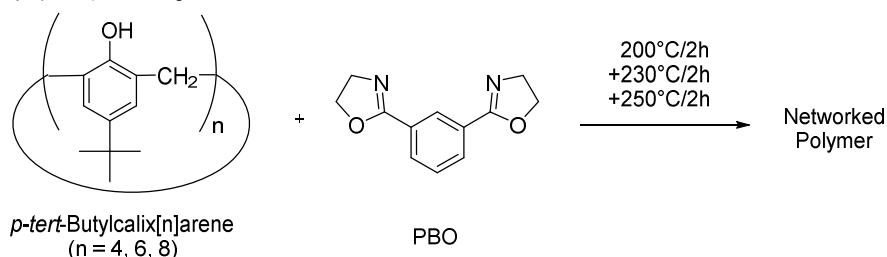
Recently, thermosetting resins which have high heat resistance as well as good mechanical properties are required in aerospace industry and electronic industry. Our group have reported that thermosetting resins containing calix[8]arene structure, a cyclic octamer of phenolic novolac, showed high glass transition temperature and decomposition temperature¹⁾. We present here characterization of copolymers made from *p*-tert-butylcalix[n]arenes ($n = 4, 6, 8$) with 1,3-phenylene bisoxazoline (PBO) in order to reveal the relationship between the ring size of calixarenes and the properties of the networked polymers containing them.

We prepared the cured test samples from *p*-tert-butylcalix[n]arene/PBO mixture by heating at 200°C for 2 h, 230°C for 2 h and 250°C for 2 h. From the dynamic mechanical analysis of the test pieces, a copolymer made from the cyclic hexamer ($n = 6$) exhibits higher physical thermal stability than those made from the cyclic tetramer ($n = 4$) or octamer ($n = 8$). We monitored the model reactions by ¹H NMR to discuss the structure of the polymer network.

Keywords : Calixarene; Oxazoline; Networked Polymer

近年、航空宇宙材料や電子部品材料には良好な機械特性だけでなく高い耐熱性を有する樹脂が求められている。演者らは、これまでにフェノール樹脂の環状 8 量体であるカリックス[8]アレーン構造を有する硬化物を作製し、それらが高いガラス転移温度と熱分解温度を示すことを報告している¹⁾。本研究では、環サイズの異なるカリックスアレーンを用いて硬化物を作製し、環サイズと硬化物物性の関係性を評価した。

硬化物の試験片は *p*-tert-ブチルカリックス[n]アレーンと 1,3-フェニレンビスオキサゾリン(PBO)を 160°Cで溶融させたのち 200°C/2 時間+230°C/2 時間+250°C/2 時間加熱することで作成した。得られた硬化物の動的粘弾性測定から *p*-tert-ブチルカリックス[n]アレーンと PBO の二成分混合系においては環状 6 量体を用いたもの($n=6$)が環状 4 量体($n=4$)、環状 8 量体($n=8$)を用いたものよりも高い物理的耐熱性を有することが示唆された。¹H NMR によるモデル反応を追跡することでネットワークポリマーの構造について考察を行った。



1) M. Yonekawa, H. Kimura, K. Ohtsuka, *Chem. Lett.* **2020**, 49, 601.