http://pmse.scu.edu.cn

含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂的制备及性能

蒋欣欣，赵星诺，章宇琳，刘小僮，王文蓓，周 权，张钧钧
（1. 华东理工大学 特种功能高分子材料及相关技术教育部重点实验室 材料科学与工程学院，上海 200237；
2. 上海富晨新材料有限公司，上海 201600）

摘要：以端羟基聚二甲基硅氧烷和4-硝基邻苯二甲腈为原料，在强极性溶剂中进行亲核取代反应合成了含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂（SIPH），并利用氨基改性剂（AWL）与该树脂进行反应制备了改性含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂预聚物（SIPH-AL）。通过红外光谱和核磁共振表征了SIPH树脂的化学结构；采用差示扫描量热法、红外光谱法、热重分析和动态力学热分析表征了SIPH-AL的固化行为和固化物的耐热性。结果表明，SIPH-AL起始固化温度为207 ℃，其固化物在空气和氮气中失重5%的温度（T_{d5}）及1000 ℃质量保留率分别是453 ℃，29%和500 ℃，77%；石英纤维增强SIPH-AL复合材料室温和600 ℃时的弯曲强度分别为515.5 MPa和94.5 MPa，玻璃化转变温度（T_g）高于500 ℃。

关键词：含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂；氨基改性剂；耐热性；复合材料
中图分类号：TQ320.1 **文献标识码：**A **文章编号：**1000-7555（2024）02-0001-08

邻苯二甲腈树脂是指分子中苯环上含有2个相邻氰基的一类高分子材料。其在加热或催化剂的作用下，分子中的氰基会发生加成反应形成致密的三维网状结构，并形成三嗪环、异吲哚啉、酞菁环等杂环结构[1]，且树脂具有优异的热氧化稳定性、阻燃性、低吸水率、良好的紫外屏蔽及防腐蚀性[2]。但邻苯二甲腈树脂存在固化缓慢、工艺性差等问题，限制了其在航空航天和电子舰船等高新科技领域的应用[3]。因此，改性邻苯二甲腈树脂受到了研究人员的广泛关注。Keller等研究发现，加入固化剂可以加速氰基的聚合反应[4~7]，固化剂为有机胺、有机酸等可以提供活泼氢离子的化合物或氯化铜、氧化铁等可以提供金属离子的物质。此后，Keller以邻苯二甲腈单体为基础，在结构设计、固化机理及其复合材料的力学性能等方面进行了进一步的研究，发现邻苯二甲腈树脂的耐温性能会随着主体结构的变化而变化。

在固化剂的作用下，邻苯二甲腈树脂固化慢、固化温度高的问题得到了改善。Gao等报道了一种聚合物型催化剂聚苯胺用于催化邻苯二甲腈树脂的固化反应，结果表明，聚苯胺与掺杂的酸同时可以催化邻苯二甲腈单体交联形成三嗪结构[1]。曾科等开发了不同类型的邻苯二甲腈树脂，分别在结构中引入羟基、氨基等使得邻苯二甲腈树脂具有自催化的效果[8~17]。但是，目前改性后的邻苯二甲腈树脂仍存在室温于低沸点溶剂中难以溶解、熔点较高、加工困难等问题，限制了其大规模应用。

为了改善邻苯二甲腈加工性差的缺点，又保留其优异的热氧化性，本文通过结构设计在主链中引入聚硅氧烷，以端羟基聚二甲基硅氧烷与4-硝基邻苯二甲腈在强极性溶剂中的亲核取代反应合成了含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂（SIPH）。通过红外光谱（FT- IR）、核磁共振氢谱、碳谱和硅谱（^{1}H-NMR，^{13}C-NMR和^{29}Si-NMR）对SIPH树脂的分子结构进行表征。为了进一步改善其加工性，利用氨基

doi:10.16865/j.cnki.1000-7555.2024.0033
收稿日期：2023-04-26
基金项目：国家自然科学基金资助项目（52173074）；中央高校基本科研业务费专项资金（JKD01231701）
通讯联系人：周权，主要从事耐高温树脂研究，E-mail: qzhou@ecust.edu.cn；
张钧钧，主要从事高性能复合材料基体树脂的合成、改性及应用技术研究，E-mail: davidzh@fuchem.com

改性剂（AWL）与含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂（SIPH）反应制备了一种改性含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂预聚物（SIPH-AL），采用差示扫描量热法（DSC）、FT-IR、热重分析法（TGA）和动态力学热分析仪（DMA）研究了SIPH-AL的固化行为和固化物的耐热性，用流变仪分析了SIPH-AL的黏度随温度的变化行为，测试SIPH-AL在常用溶剂中的溶解性。

1 实验部分

1.1 主要原料

4-硝基邻苯二甲腈：上海毕得医药科技有限公司；氢氧化钾（KOH）：上海麦克林生化科技有限公司；端羟基聚二甲基硅氧烷：上海泰坦科技股份有限公司，相对分子质量为1700；N,N-二甲基甲酰胺（DMF）、N-甲基吡咯烷酮（NMP）、四氢呋喃（THF）、丙酮、甲苯：分析纯，上海泰坦科技股份有限公司；氨基改性剂：黏度350～400 mPa·s；盐酸（HCl）、乙醇：上海国药集团化学试剂有限公司。

1.2 含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂单体SIPH的制备

在烘干的500 mL四口烧瓶中加入124.00 g端羟基聚二甲基硅氧烷、110.00 g DMF，通氮气和冷凝水，待烧瓶内端羟基聚二甲基硅氧烷溶解为无色透明的均一溶液。随后分批加入22.80 g K_2CO_3，升温至85 ℃反应3～5 h，溶液由无色透明变为浅黄色浑浊液。将反应液降至35 ℃后加入26 g 4-硝基邻苯二甲腈，溶液黏度增大，升温至90 ℃，反应6～9 h。浑浊的液体开始由浅黄色变为褐色最后变为深红色。反应结束后，向反应液中加入甲苯搅拌10 min，然后将混合反应液缓慢多次倒入质量分数为5%的HCl溶液中，继续搅拌15 min，抽滤，得到浅黄色滤饼。将得到的滤饼用40%乙醇溶液洗1次，最后用去离子水洗1次，抽滤。将得到的滤饼放于鼓风烘箱中110 ℃烘干6～9 h，得到浅黄色粉末即为SIPH单体。

1.3 改性SIPH预聚物SIPH-AL的制备

将10 g SIPH单体、3 g氨基改性剂和15 g NMP加入到50 mL的四口烧瓶中，200 ℃搅拌反应2 h。反应结束后，趁热将反应液缓慢多次倒入200 mL去离子水中，高速搅拌7 min使预聚物均匀分散于水中，静置后抽滤。所得滤饼在110 ℃鼓风烘箱中烘干6～9 h，得到偏棕色SIPH-AL预聚物粉末。

1.4 SIPH-AL树脂固化物的制备

将一定量的SIPH-AL置于陶瓷坩埚中，再放入烘箱内，在空气气氛下按照200 ℃/1 h+230 ℃/1 h+250 ℃/1 h+300 ℃/1 h+350 ℃/4 h+400 ℃/2 h工艺固化。固化物为亮黑色光滑固体，结构致密。

1.5 改性含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂复合材料的制备

取适量SIPH-AL的预聚物在丙酮中搅拌至完全溶解，取20层10 cm×10 cm的石英纤维布，每层纤维布都均匀地浸润在预聚物溶液中，得到QF/SIPH-AL预浸料。将预浸料在通风橱中晾干。树脂质量为预浸料的30%。然后将预浸料按照相同经纬向铺层后放置于模具中，模压成型。模压压强最高为5 MPa，压强随成型过程中逐渐增加。固化制度同1.4节中预聚物的固化制度，待冷却后脱模。将压制完成的复合材料放置于密封袋中保存，记作QF/SIPH-AL。

1.6 测试与表征

1.6.1 结构分析：采用Nicolet 6700型傅里叶变换红外光谱仪（美国Thermo Electron公司）表征SIPH树脂及SIPH-AL预聚物的化学结构，测试方法采用溴化钾压片法，测试波长范围为500~4000 cm^{-1}；采用德国BRUKER公司AVANCEIII-500型核磁共振波谱仪（NMR）测定前驱体的^{1}H-NMR，^{13}C-NMR和^{29}Si-NMR图谱，测试的参考物为TMS，溶剂为DMSO。

1.6.2 热性能分析：采用德国NETZSCH公司TGA209F3热重分析仪对合成树脂的热稳定性能进行分析，升温速率为10 ℃/min，气体流速为20 mL/min；采用德国NETZSCH公司的DSC200F3型差示扫描量热仪测定合成树脂及预聚物的DSC曲线，升温速率为10 ℃/min，气体流速为25 mL/min。

1.6.3 黏度测试：采用美国TA公司Discovery HR-1式流变仪研究合成树脂及预聚物的黏度随温度的变化情况。测试温度范围100~400 ℃，升温速率2 ℃/min。

1.6.4 动态力学热分析：采用美国TA公司Discovery DMA 850对SIPH-AL复合材料进行测试。测试温度50~500 ℃、升温速率5 ℃/min、频率1 Hz，样品尺寸为25 mm × 10 mm × 3 mm。

1.6.5 力学性能测试：采用美特斯工业系统有限公

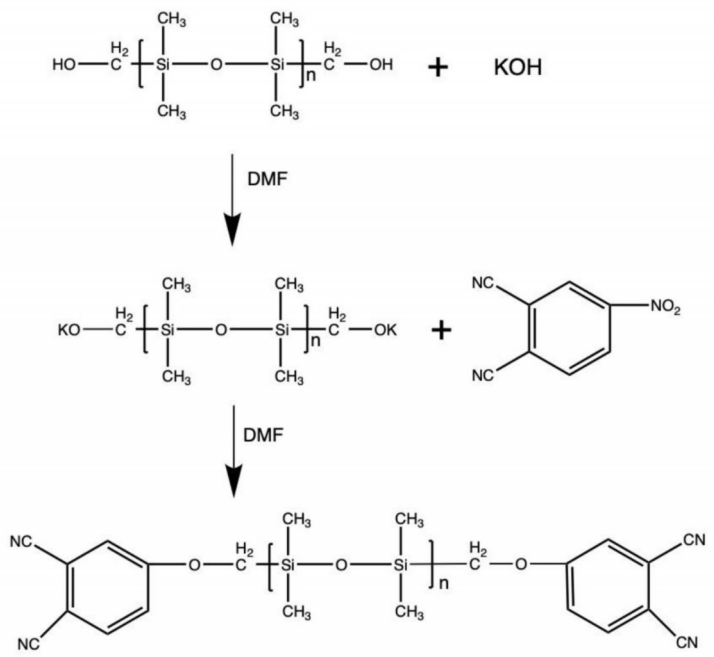


Fig. 1 Synthetic route of SIPH

司E44.304型万能试验机对CF/POPBAs复合材料的弯曲强度、层间剪切强度进行测试，其中弯曲强度参照GB/T 1449-2005进行测试，层间剪切强度参照GB/T 30969-2014进行测试。

1.6.6 溶解性分析：在试管中加入7 g溶剂和3 g预聚物（即配制固含量为30%的预聚物溶液），摇晃10 min后静置5 min，观察溶液是否澄清透明，是否有未溶解的预聚物。若溶液中仍有部分预聚物未溶解，将溶液加热至沸腾，观察是否溶解完全。

2 结果与讨论

2.1 含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂的合成及结构表征

通过分子结构设计，以端羟基聚二甲基硅氧烷、氢氧化钾和4-硝基邻苯二甲腈为原料进行亲核取代反应，生成氰基封端的含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂。其反应过程是端羟基聚二甲基硅氧烷率先与KOH反应生成聚硅氧烷钾盐，然后聚硅氧烷钾盐与4-硝基邻苯二甲腈发生亲核取代得到含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂。合成反应式如Fig.1所示。

Fig.2为SIPH树脂的红外光谱图。2232 cm^{-1}处的峰为氰基（—C≡N）的特征吸收峰；1093 cm^{-1}处为Si—O—Si键的特征吸收峰；1254 cm^{-1}为苯醚的特征吸收峰；1316 cm^{-1}和970 cm^{-1}分别是苯环的面内和面外弯曲特征吸收峰。红外图谱中的吸收峰位置与目标产物SIPH结构相对应。

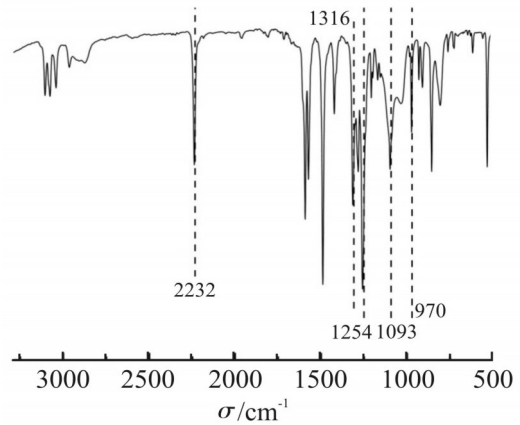


Fig. 2 FT-IR spectra of SIPH

Fig.3(a)为SIPH树脂的核磁氢谱谱图。δ2.5处是二甲基亚砜（DMSO）的化学位移。δ0.21为主链上与Si相连的甲基的信号峰，δ3.28为主链上的亚甲基的信号峰，δ7.40~8.20为苯环上的质子信号峰。其5种氢原子与SIPH中的结构相对应。

Fig.3(b)为SIPH树脂的核磁碳谱谱图。δ2.5的共振峰归属于主链与Si相连的甲基碳原子；δ65.9的共振峰归属于主链上的亚甲基碳原子；δ108.1的共振峰归属于与官能团氰基相连的苯环上的碳原子；δ

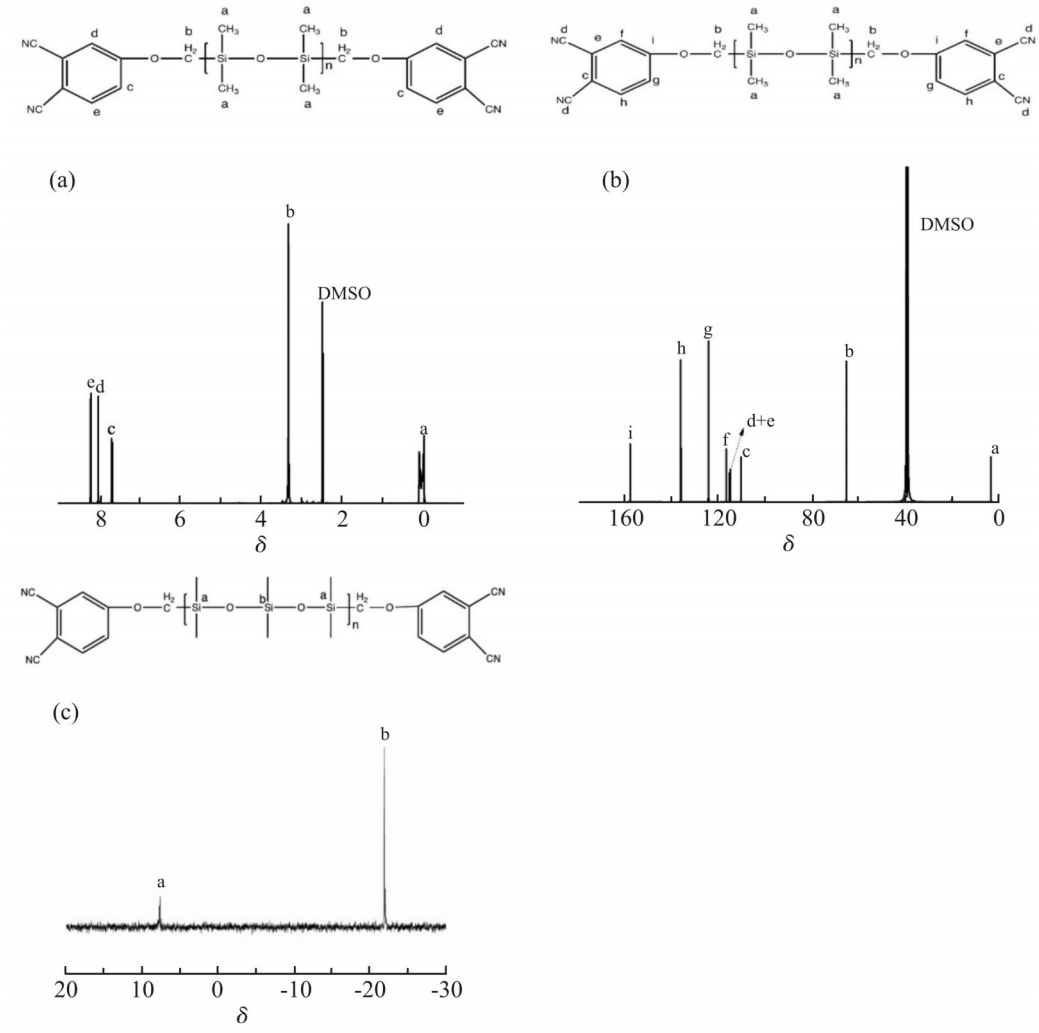


Fig. 3 NMR spectra of SIPH resin

115.8的共振峰归属于氰基上的碳原子；苯环上的其他碳原子（e～i）的化学位移均在δ116.8～165.6之间。核磁碳谱中各个化学位移峰均有与之相对应的碳原子。

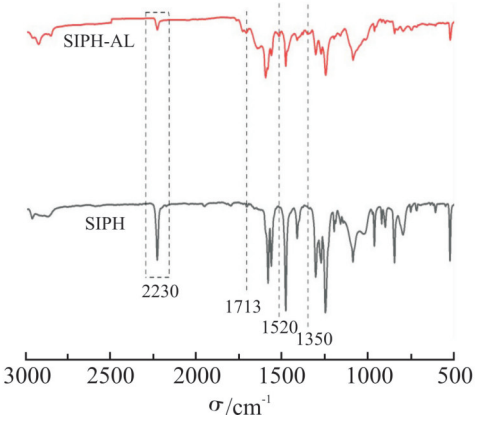


Fig. 4 FT-IR spectra for SIPH and SIPH-AL

Fig.3(c)为SIPH树脂的核磁硅谱谱图。图中出现明显的2个峰，其中，δ7.76处的共振峰归属于硅氧烷中与亚甲基上的碳原子相连的硅原子共振峰，δ-22.00处的共振峰是同时与2个氧原子相连的硅原子的化学位移。

FT-IR，^{1}H-NMR，^{13}C-NMR和^{29}Si-NMR的结果表明，产物SIPH树脂的结构与所设计含聚硅氧烷链段邻苯二甲腈树脂的结构相吻合。但是,因为SIPH树脂的熔点及固化温度较高，加工困难，所以采用AWL对其进行预聚合，得到预聚物SIPH-AL。

Fig.4为SIPH及其预聚物SIPH-AL的FT-IR曲线。相较于SIPH，SIPH-AL位于2230 cm^{-1}处的氰基特征峰有一定减弱，在1713 cm^{-1}处有微弱的异吲哚啉结构的特征吸收峰，在1520 cm^{-1}和1350 cm^{-1}处出现了三嗪环的红外吸收峰。说明预聚过程中在氨基

的催化下,氰基发生了聚合、交联,形成了异吲哚啉结构和三嗪环结构,但是仍有氰基残留。

2.2　SIPH和SIPH-AL的加工性

如Tab.1所示,SIPH树脂在室温可完全溶解于DMF,DMAc,NMP等高沸点强极性溶剂中,但是在丙酮等低沸点溶剂中难以溶解。而使用改性剂进行预聚合后的SIPH-AL具有优异的溶解性,可以在丙酮等低沸点溶剂中常温下完全溶解。这是因为使用改性剂进行预聚合后原分子结构中分子链的规整度降低,分子链刚性减弱,溶解性变好。因为SIPH-AL良好的溶解性所以可以通过湿法制备预浸料,降低了树脂的加工难度。

Tab. 1　Solubility of resins

Solvent	SIPH	SIPH-AL
Acetone	-	++
THF	+	++
DMF	++	++
NMP	++	++
DMAc	++	++

-: insoluble; +: partial dissolution; ++: complete dissolution

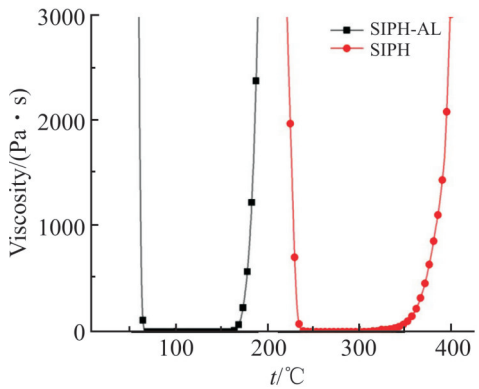


Fig. 5　Rheological curves of SIPH and SIPH-AL resin

Fig.5为SIPH和SIPH-AL的黏度随温度的变化曲线。SIPH树脂常温下是粉状固体。加热到240 ℃左右开始进入流动状态,继续升温至360 ℃后黏度开始增加,直至接近400 ℃黏度增大至3 kPa·s以上,已经凝胶。而SIPH-AL在常温时是具有一定黏度的固体,80 ℃后树脂黏度开始降低。随后在190 ℃时黏度开始增大,说明此时氰基开始发生交联反应。200 ℃时树脂黏度很大,达到3 kPa·s以上,已经凝胶。这说明改性后的SIPH-AL树脂熔融温度低,同时起始固化温度低,氰基交联速度快,相较于SIPH树脂加工难度大幅下降。

2.3　SIPH-AL树脂的固化行为和耐热性

邻苯二甲腈树脂普遍具有固化温度高,固化速度缓慢的问题。Fig.6为SIPH和SIPH-AL的DSC曲线。SIPH树脂有单一熔点,熔点峰为257 ℃。在380 ℃出现1个固化峰,但400 ℃前并未固化完全。说明SIPH熔点较高,固化困难。而SIPH-AL并没有明显的熔点峰,这是因为改性剂ALW和SIPH反应后预聚物相对分子质量较高,体系向无定形态转变,难以观察到熔点。此外,可以看到SIPH-AL在207 ℃出现固化放热峰,相较于SIPH的起始固化温度有大幅降低,说明SIPH-AL预聚物固化需要的能量更低,聚合反应更快。但在300 ℃后曲线仍有上翘的趋势,在400 ℃之前并未出现完整的固化峰,说明SIPH-AL起始固化温度有大幅降低,但是仍需要较高的温度才可以固化完全。

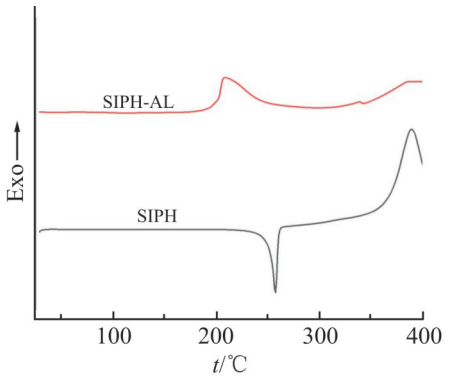


Fig. 6　DSC curves of SIPH-AL resin

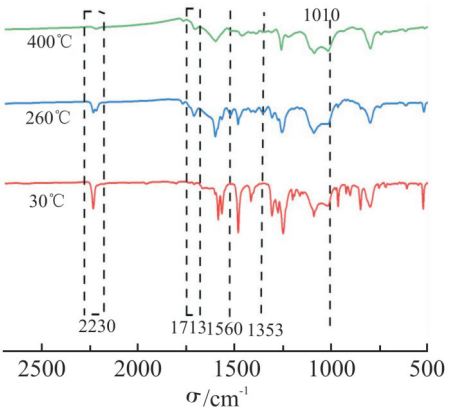


Fig. 7　Curing infrared analysis of SIPH-AL resin

通过对不同温度固化的SIPH-AL固化物进行FT-IR分析,对SIPH-AL预聚物在整个固化过程中的结构变化进行研究。Fig.7所示为SIPH-AL在30 ℃

（固化前）和260 ℃，400 ℃的固化物FT-IR曲线。

当树脂在260 ℃固化时，相较于固化前，位于1100 cm^{-1}处的Si—O—Si键的特征吸收峰无明显变化，而2230 cm^{-1}处的氰基的振动吸收峰明显减弱，氰基的数量明显降低。同时1713 cm^{-1}处的异吲哚啉结构的特征吸收峰明显增强，随着固化反应的进行大量的氰基开始交联生成异吲哚啉环结构。且位于1560 cm^{-1}和1353 cm^{-1}处的三嗪环的红外特征峰开始出现。当树脂固化至400 ℃时，氰基的特征吸收峰几乎消失，并且异吲哚啉结构特征峰明显减弱，说明在更高温度时异吲哚啉结构逐渐转变成了三嗪环或酞菁环。

Fig.8为SIPH-AL固化物在氮气和空气下的TGA曲线。SIPH-AL固化物在空气和氮气气氛下的T_{d5}分别是453 ℃和500 ℃，1000 ℃时的质量保留率分别是29%和77%。在氮气气氛下，氰基交联形成的环状结构在高温可以保持优异的稳定性；另外，高温时树脂中硅等无机元素可以在固化物表面形成氧化层阻止内部结构在高温时的进一步分解，从而进一步提高SIPH-AL的耐高温性能。在空气气氛下，在500～800 ℃间，氰基交联形成的环状结构逐渐分解为碳氧化合物和氮氧化合物，残留率有大幅下降，同时主链的聚硅氧烷形成稳定的SiO_2等结构，所以800 ℃后质量无明显变化。

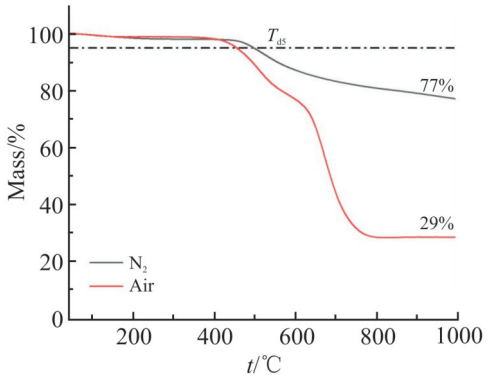


Fig. 8 TGA curves of cured SIPH-AL resin

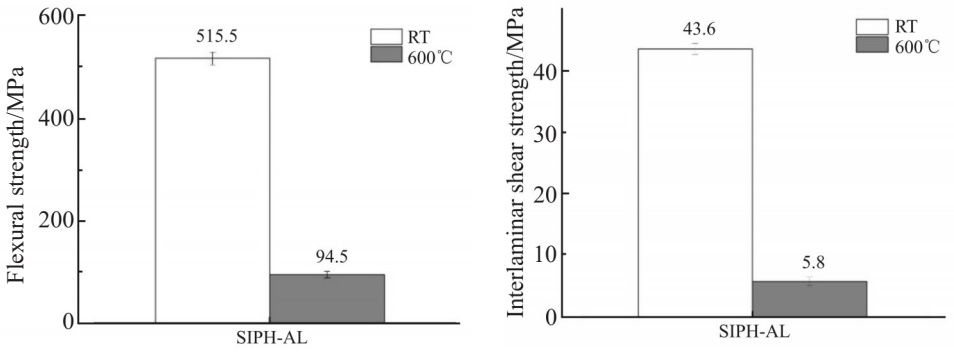


Fig. 9 Flexural properties and interlaminar shear strength of QF/SIPH-AL composites

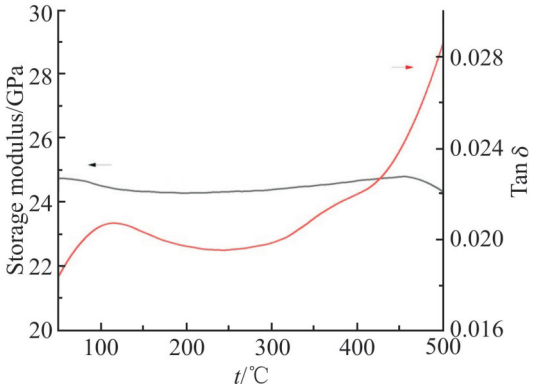


Fig. 10 DMA curves of cured QF/SIPH-AL composites

2.4 QZ/SIPH-AL复合材料性能分析

Fig.9是SIPH-AL室温和600 ℃热氧化10 min后的弯曲强度。室温下其弯曲强度为515.5 MPa，在600 ℃热氧化10 min后弯曲强度为94.5 MPa。可以看出，高温处理后，其弯曲强度下降明显但仍保留部分力学强度，这说明在600 ℃时部分结构遭到破坏导致弯曲强度下降明显，但因为分子链中引入了Si—O链段，具有更强的耐热氧化性，所以仍保留部分力学强度。其在室温和600 ℃热氧化10 min后的层间剪切强度分别为43.6 MPa和5.8 MPa。

Fig.10是QF/SIPH-AL复合材料从室温到500 ℃DMA测试时，储能模量（E'）和损耗正切值（tanδ）的变化情况。如图所示，随着温度的升高，QF/SIPH-AL复合材料的E'有轻微的下降，为24.8 GPa，在

450 ℃后才开始明显下降，这表明其具有良好的动态力学性能。同时，QF/SIPH-AL复合材料的E'并没有明显上升，说明在这种固化制度下，其已经完全固化交联。另外其tanδ在500 ℃之前并未出现峰值，说明其玻璃化转变温度高于500 ℃。

3　结论

本文通过结构设计以端羟基聚二甲基硅氧烷和4-硝基邻苯二甲腈为原料合成了SIPH树脂，并利用AWL与该树脂进行反应制备了SIPH-AL预聚物。分别对其固化行为、耐热性、加工性进行了分析。结果表明，SIPH-AL预聚物具有优异的溶解性、加热状态下有良好的流变行为，加工性能优异；SIPH-AL预聚物的起始固化温度相较于SIPH树脂有大幅下降（由380 ℃下降至209 ℃）；TGA和DMA分析结果表明，其固化物在空气和氮气下的T_{d5}及1000 ℃质量保留率分别是453 ℃，29%和500 ℃，77%。QF/SIPH-AL复合材料室温和600 ℃时的弯曲强度为515.5 MPa和94.5 MPa，层间剪切强度为43.6 MPa和5.8 MPa，其T_g高于500 ℃。本文研究的SIPH-AL预聚物兼具优异的加工性和耐热性，有望在实际生产中得到应用，为进一步提高邻苯二甲腈的耐热性和加工性的理论研究和应用提供参考。

参考文献：

[1] Gao C, Gu H B, Du A, *et al.* Polyaniline facilitated curing of phthalonitrile resin with enhanced processibility and mechanical property[J]. Polymer, 2021, 219:12533.

[2] 陆浩, 李峥, 夏雨, 等. 改性邻苯二甲腈树脂及复合材料体系研究进展[J]. 化工新型材料, 2023, 51(2): 60-64.
Lu H, Li Z, Xia Y, *et al.* Research progress of modified phthalonitrile resin and composite material system[J]. New Chemical Materials, 2023, 51(2): 60-64.

[3] Yang X L, Lei Y J, Zhong J C, *et al.* Preparation and thermal properties of novel phthalonitrile oligomer containing biphenyl ethernitrile/bisphthalonitrile blends[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2011, 119: 882-887.

[4] Keller T M. Phthalonitrile-based high temperature resin[J]. Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry, 1988, 26: 3199-3219.

[5] Keller T M. Imide-containing phthalonitrile resin[J]. Polymer, 1993, 34: 952-955.

[6] Keller T M, Griffith J R. The synthesis of highly fluorinated phthalonitrile resins and cure studies[J]. Journal of Fhtorine Chemistry. 1979, 13: 315-324.

[7] Keller T M, Price T R, Griffith J R. Synthesis of phthalonitriles by nitro displacement[J]. Synthesis, 1980, 8: 613.

[8] Sun B G, Lei Q, Guo Y, *et al.* Enhanced mechanical properties at 400 ℃ of carbon fabric reinforced phthalonitrile composites by high temperature postcure[J]. Composites Part B: Engineering, 2019, 166: 681-687.

[9] Wang G, Guo Y, Li Z, *et al.* Synthesis and properties of phthalonitrile terminated polyaryl ether nitrile containing fluorene group[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2018,135:46601-46608.

[10] Wang G, Han Y, Guo Y, *et al.* Phthalonitrile terminated fluorene based copolymer with outstanding thermal and mechanical properties[J]. European Polymer Journal, 2019, 113: 1-11.

[11] Xu S, Han Y, Guo Y, *et al.* Allyl phenolic-phthalonitrile resins with tunable properties: curing, processability and thermal stability[J]. European Polymer Journal, 2017, 95: 394-405.

[12] Zhang Z, Li Z, Zhou H, *et al.* Self-catalyzed silicon-containing phthalonitrile resins with low melting point, excellent solubility and thermal stability[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2014, 131: 5916-5920.

[13] Yang X, Lei Y, Zhong J, *et al*. Preparation and thermal properties of novel phthalonitrile oligomer containing biphenyl ethernitrile/bisphthalonitrile blends[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2011, 119: 882-887.

[14] Yang X, Zhang J, Lei Y, *et al*. Effect of different aromatic amines on the crosslinking behavior and thermal properties of phthalonitrile oligomer containing biphenyl ethernitrile[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2011, 121: 2331-2337.

[15] Ke Z, Zhou S, Hong H, *et al*. Studies on self-promoted cure

behaviors of hydroxy-containing phthalonitrile model compounds [J]. European Polymer Journal. 2009, 45: 1328-1335.

[16] Zeng K, Yang G. Phthalonitrile matrix resins and composites[M]. Hoboken: Wiley, 2012: 2073-2086.

[17] Zeng K, Zhou K, Tang W R, *et al.* Synthesis and curing of a novel amino- containing phthalonitrile derivative[J]. Chinese Chemical Letters. 2007, 18: 523-526.

Preparation and Performance of Polysiloxane-Containing Phthalonitrile Resin

Xinxin Jiang, Xingnuo Zhao, Yulin Zhang, Xiaotong Liu, Wenbei Wang, Quan Zhou, Junjun Zhang

（*1. Key Laboratory of Specially Functional Polymeric Materials and Related Technology(Ministry of Education), School of Material Science and Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China; 2. Shanghai Fuchen New Material Company, Shanghai 201600, China*）

ABSTRACT: Polysiloxane- containing phthalonitrile resin(SIPH) was synthesized by nucleophilic substitution reaction of terminal hydroxypolydimethylsiloxane and 4-nitrophthalonitrile in a strong polar solvent, and modified polysiloxane-containing segment phthalonitrile resin prepolymer(SIPH-AL) was prepared by reaction with amino modifier(AWL). The chemical structure of SIPH resin was characterized by infrared spectroscopy(FT-IR) and nuclear magnetic(NMR). The curing behavior and heat resistance of SIPH-AL were analyzed by differential scanning calorimetry(DSC), FT-IR, thermogravimetric analysis(TGA) and dynamic thermomechanical instrument (DMA), and the results show that the initial curing temperature of SIPH-AL is 207 ℃, and the temperature of mass loss of 5% (T_{d5}) and 1000 ℃ mass retention of the cured product under air and nitrogen are 453 ℃, 29% and 500 ℃, 77%, respectively. The flexural strength of quartz fiber reinforced SIPH-AL composite at room temperature and 600 ℃ is 515.5 MPa and 94.5 MPa respectively, and the glass transition temperature (T_g) is greater than 500 ℃.

Keywords: polysiloxane-containing phthalonitrile resin; amino modifier; heat tolerance; composites