

УДК 541.64:537.26:546.26

ДИЭЛЕКТРИЧЕСКАЯ РЕЛАКСАЦИЯ НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИФЕНИЛЕНОКСИДА С ЭНДОМЕТАЛЛОФУЛЛЕРЕНОМ

© 2020 г. Н. А. Никонорова^{а,*}, А. А. Кононов^б,
Г. А. Полоцкая^а, Р. А. Кастро^б

^а Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук
199004 Санкт-Петербург, Большой пр., 31, Россия

^б Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена
191186 Санкт-Петербург, Набережная реки Мойки, 48, Россия

*e-mail: n_nikonorova2004@mail.ru

Поступила в редакцию 04.04.2019 г.

После доработки 16.09.2019 г.

Принята к публикации 14.10.2019 г.

Методом диэлектрической спектроскопии изучена молекулярная подвижность нанокomпозитов на основе полифениленоксида с эндометаллофуллереном концентрации 0,1, 0,5 и 1,0 мас. %. Обнаружены два процесса релаксации дипольной поляризации – в стеклообразном состоянии (β -процесс) и в высокоэластическом состоянии (α -процесс). Установлено, что молекулярная подвижность β -процесса, обусловленного присутствием нанодобавки, не изменяется с концентрацией. Молекулярная подвижность в области α -процесса, связанная с сегментальной подвижностью, показывает тенденцию к снижению.

DOI: 10.31857/S2308112020020029

ВВЕДЕНИЕ

Полимеры являются идеальными матрицами для новых композиционных материалов, в частности пленочных мембран. Последние широко используют с целью концентрирования и фракционирования газовых и жидких смесей, очистки продуктов от сопутствующих примесей, регенерации ценных компонентов, опреснения и очистки воды, а также для решения экологических задач в качестве альтернативных энергетических ресурсов [1–3]. Одним из способов улучшения транспортных и физико-химических свойств пленочных мембран без изменения химического строения макромолекул является введение в полимерную матрицу наночастиц, оказывающих влияние на морфологию и надмолекулярную структуру полимера. В настоящее время широко применяют нанодобавки различной природы, среди которых выделяют углеродные наночастицы, такие как фуллерены (C_{60} и C_{70}), нанотрубки различной конфигурации, размера и способа получения, наноалмазы, графены и другие [3–7]. Значительное место при исследовании углеродсодержащих нанокomпозитов занимают работы, посвященные модификации мембран фуллереном C_{60} . При этом в качестве матрицы используют полимеры различной химической природы: полистирол, полиимид Matrimid, этилцеллюлоза, полисульфон, полифениленизофталамид и поли-2,6-диметил-1,4-фениленоксид (ПФО) [8–14]. В

ряде случаев для фуллеренсодержащих нанокomпозитов наблюдали повышение селективности и проницаемости мембран, хотя до сих пор вопрос о корреляции между свойствами полимерной матрицы и концентрацией C_{60} остается открытым. Авторы работ [7, 12, 14], детально исследовавшие системы ПФО– C_{60} , показали, что в них происходит образование донорно-акцепторных комплексов, которые остаются стабильными вплоть до концентрации 2 мас. % [14], приводящее к увеличению термической стабильности при высоких значениях температуры [15]. Одним из направлений улучшения свойств фуллеренсодержащих нанокomпозитов является использование эндоэдральных углеродных кластеров ($Me@C_n$), которые представляют собой фуллерены, содержащие во внутренней полости атомы металлов или неметаллов [16–18]. Положение атома металла внутри углеродного каркаса смещено относительно его центра, вследствие чего эндоэдральная молекула обладает постоянным дипольным моментом [18]. Новые мембраны на основе матрицы ПФО получали введением эндоэдрального фуллерена C_{60} , инкапсулированного атомом железа ($Fe@C_{60}$) [16]. Было показано, что мембраны ПФО– $Fe@C_{60}$ эффективны при разделении газовых смесей O_2/N_2 , He/N_2 и обладают высокой селективностью при перепарационном разделении смеси вода–этилацетат [17]. Мембраны на основе сополиимида P84, модифицированные

добавками Fe@C₆₀, приобретали повышенную проницаемость и селективность при разделении смеси метанол–метилацетат, максимальный эффект достигался при использовании композита, содержащего 0.5 мас. % Fe@C₆₀ [18].

В данной работе методом диэлектрической спектроскопии проведено исследование особенностей молекулярной подвижности нанокомпозитов на основе полифениленоксида с добавками эндометаллофуллерена, инкапсулированного атомами железа Fe@C₆₀.

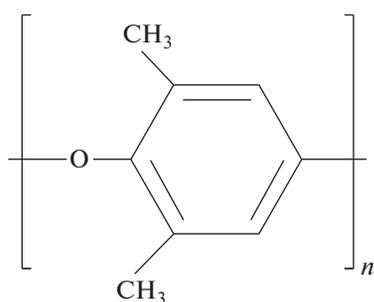
Изучение молекулярной подвижности диэлектрическим методом предоставляет данные о процессах релаксации дипольной поляризации, обусловленных молекулярной подвижностью кинетических единиц, несущих полярную группу, и выявляет связь между химической структурой и их физическими свойствами [19]. При исследовании полимера диэлектрическим методом образец помещается в переменное электрическое поле частоты f . Полярная группа в этом случае является “меткой”, подвижность которой дает области ди-

электрического поглощения. Параметры молекулярной подвижности определяются из температурно-частотных зависимостей фактора диэлектрических потерь (диэлектрического спектра). Сопоставление диэлектрических спектров для полимерных систем близкой структуры позволяет сделать вывод о молекулярных механизмах наблюдаемых релаксационных процессов.

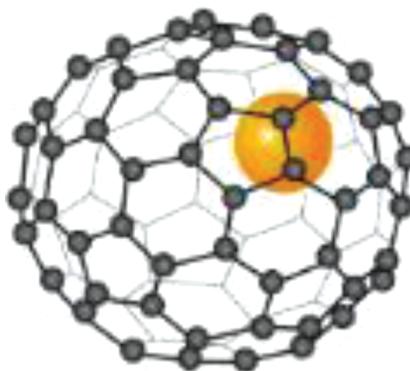
Цель настоящей работы – исследование молекулярной подвижности пленок полифениленоксида, модифицированного эндометаллофуллереном Fe@C₆₀, определение влияния концентрации Fe@C₆₀ на молекулярную подвижность, а также сопоставление с данными, полученными ранее для нанокомпозитов ПФО–C₆₀ [20].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Использовали нанокомпозиты на основе поли-2,6-диметил-1,4-фениленоксида (I) с $M \sim 220 \times 10^3$ (Чехия), содержащие 0, 0.1, 0.5 и 1.0 мас. % эндометаллофуллерена Fe@C₆₀ (II):



I



II

Нанодобавка Fe@C₆₀ в виде 1.5 мас. % раствора в N,N-диметилформамиде была предоставлена Петербургским институтом ядерной физики им. Б.П. Константинова (Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”). Композиты ПФО–Fe@C₆₀ синтезировали смешением 2 мас. % раствора ПФО в хлороформе и 1.5 мас. % раствора Fe@C₆₀ в ДМФ в объеме, обеспечивающим требуемое содержание нанодобавки в композите. После чего раствор оставляли на трое–четыре суток для взаимодействия между полимером и Fe@C₆₀. Далее раствор композита обрабатывали ультразвуком в течение 40 мин и фильтровали с использованием фильтра Шотта для удаления пылевых примесей. Пленки ПФО и ПФО–Fe@C₆₀ получали поливом ~2% полимерного раствора на поверхность целлофана, закрепленного в цилиндрической форме. Растворитель удаляли при 40°C, затем пленки отделяли от целлофано-

вой подложки и сушили в вакуумном шкафу при 40°C до постоянной массы [7, 8].

Диэлектрические измерения выполняли на спектрометре “Concept-81” компании “NOVOCONTROL Technologies GmbH & Co” с автоматическим высокопроизводительным анализатором частоты ALPHA-ANB в интервале температуры 20–330°C и частот 5×10^{-2} – 3×10^6 Гц соответственно и напряжением измерительного электрического поля 1.0 В. Образцы представляли собой тонкие пленки толщиной 60–125 мкм и диаметром верхнего электрода 20 мм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для образцов ПФО и ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 0 и 0.1, 0.5, 1.0 мас. % соответственно характер температурно-частотных зависимостей фактора диэлектрических потерь ϵ'' , диэлектриче-

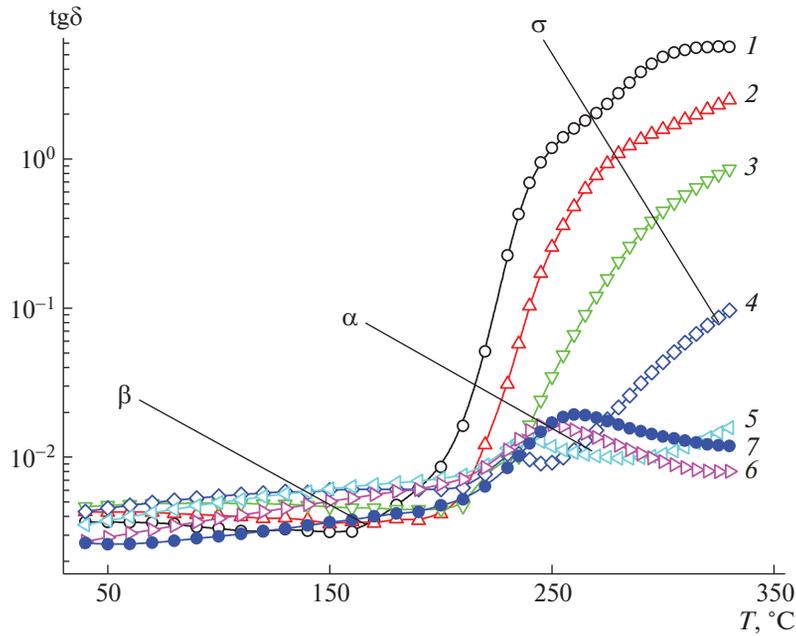


Рис. 1. Температурная зависимость $\text{tg}\delta$ для образца ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 1.0 мас. % при частотах 0.1 (1), 1 (2), 10 (3), 100 (4), 1000 (5), 10000 (6) и 100000 (7) Гц.

ской проницаемости ϵ' и $\text{tg}\delta$ ($\text{tg}\delta = \epsilon''/\epsilon'$) качественно одинаков. Для визуализации полной картины диэлектрического поведения во всем интервале температуры были представлены температурные зависимости $\text{tg}\delta = \varphi(T)$ (рис. 1).

В исследованном интервале температуры наблюдали две области $\text{tg}\delta_{\text{max}}$ – в стеклообразном и в высокоэластическом состоянии (β - и α -процессы), обусловленные релаксацией дипольной поляризации, так как температура максимума сдвигается с ростом частоты в сторону высоких значений температуры. При температуре, превышающей температуру α -процесса, прослеживался резкий рост диэлектрических потерь и третья область $\text{tg}\delta_{\text{max}}$, вызванная движением свободных зарядов и релаксацией проводимости.

Частотные зависимости $\epsilon'' = \varphi(f)$ в соответствующих интервалах температуры также свидетельствуют о наличии β - и α -процессов. Анализ диэлектрических спектров проводили путем описания комплексной диэлектрической проницаемости $\epsilon^* = \epsilon'(\omega) - i\epsilon''(\omega)$ эмпирическим уравнением Гаврилика–Негами [21]:

$$\epsilon^*(\omega) - \epsilon_\infty = \sum_{k=1}^n \text{Im} \left[\frac{\Delta\epsilon_k}{\{1 + (i\omega\tau_{\text{HN}_k})^{\alpha_k}\}^{\beta_k}} \right], \quad (1)$$

где $\omega = 2\pi f$, $\Delta\epsilon = \epsilon_0 - \epsilon_\infty$ инкремент диэлектрической проницаемости ($\epsilon_0 = \epsilon'$ при $\omega \rightarrow 0$, $\epsilon_\infty = \epsilon'$ при $\omega \rightarrow \infty$); τ_{HN} – время релаксации Гаврилика–Негами; α_{HN} и β_{HN} – расчетные параметры, соответствующие ширине и асимметрии распределе-

ния времен релаксации. При значениях температуры, превышающих температуру стеклования T_c , в формуле (1) нужно учитывать вклад проводимости: $\frac{\sigma_{dc}a}{\epsilon_v\omega^s}$ (σ_{dc} – удельная проводимость на постоянном токе) [22], a – постоянная, $[a] = [\text{Гц}]^s \cdot \text{с}^{-1}$, $s < 1$, ϵ_v – диэлектрическая проницаемость вакуума. Наивероятнейшее время релаксации τ_{max} , соответствующее положению ϵ''_{max} на зависимости $\epsilon'' = \varphi(f)$, рассчитано как [23]:

$$\tau_{\text{max}} = \tau_{\text{HN}} \frac{\left[\frac{\sin\left(\frac{\pi(\alpha_{\text{HN}})\beta_{\text{HN}}}{2(\beta_{\text{HN}} + 1)}\right)}{\sin\left(\frac{\pi(\alpha_{\text{HN}})}{2(\beta_{\text{HN}} + 1)}\right)} \right]^{-1/\alpha_{\text{HN}}}}{\sin\left(\frac{\pi(\alpha_{\text{HN}})}{2(\beta_{\text{HN}} + 1)}\right)} \quad (2)$$

В диапазоне температуры 30–230°C зависимости $\epsilon'' = \varphi(f)$ хорошо аппроксимируются одним процессом релаксации Гаврилика–Негами, а при более высоких значениях температуры как сумма двух процессов Гаврилика–Негами (β и α), плюс вклад за счет проводимости σ . Разделение процессов и вычисление их параметров осуществляли с применением программы WinFit “Novocontrol Technologies”, которая использует метод наименьших квадратов, основанный на минимизации суммы квадратов отклонений функций от искомым переменных. В качестве примера, разделение диэлектрического спектра на три компонента показано для ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 1.0 мас. % (рис. 2).

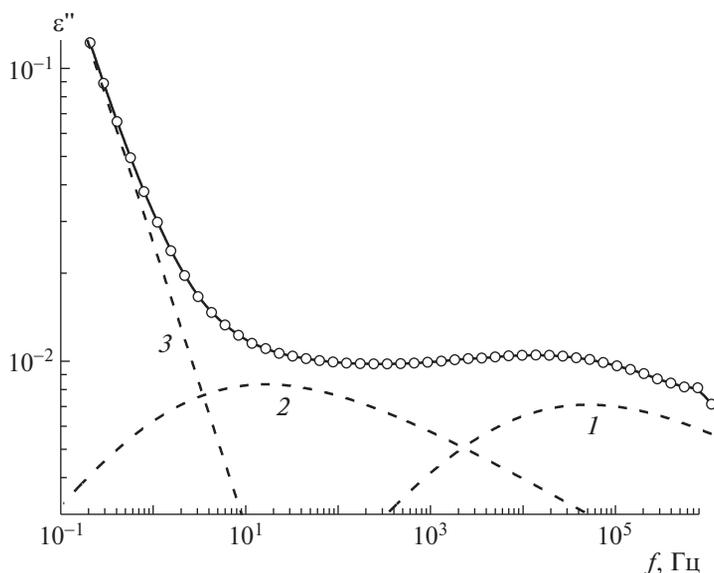


Рис. 2. Частотная зависимость ϵ'' для образца ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 1.0 мас. % при $T = 230^\circ\text{C}$: сплошная линия – сумма процессов β (1), α (2) и σ (3); кружки – экспериментальные точки.

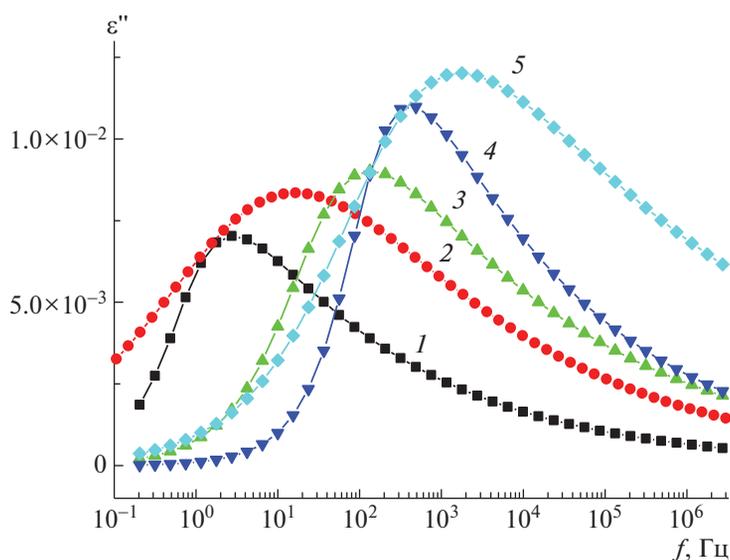


Рис. 3. Частотная зависимость ϵ'' для образца ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 1.0 мас. % для α -процесса, выделенного из диэлектрического спектра по уравнению Гаврилика–Негами при $T = 220$ (1), 230 (2), 240 (3), 250 (4) и 260°C (5).

Из частотной зависимости ϵ'' для α -процесса значение времени релаксации (τ_{max}) можно вычислить аппроксимацией экспериментальной кривой суммой трех компонент по формуле Гаврилика–Негами (рис. 2); в случае β -процесса значение τ_{max} определяли по положению ϵ''_{max} . Частотные зависимости ϵ'' для α -процесса, выделенные из диэлектрического спектра путем расчета по формуле Гаврилика–Негами, представлены на рис. 3. В то же время из температурной зависимости $\text{tg}\delta$ время релаксации для обоих про-

цессов находили непосредственно по температурному положению $\text{tg}\delta_{max}$ (см. рис. 1).

Времена релаксации для β - и α -процессов, рассчитанные из зависимостей $\epsilon'' = \varphi(f)$ по формуле Гаврилика–Негами, для всех исследуемых образцов, оказались близки. На рис. 4 в качестве примера представлены результаты для ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 1.0 мас. %. Расчетные значения $-\log\tau_{max}$, полученные из частотных зависимостей ϵ'' и температурных зависимостей $\text{tg}\delta$, практически совпадают.

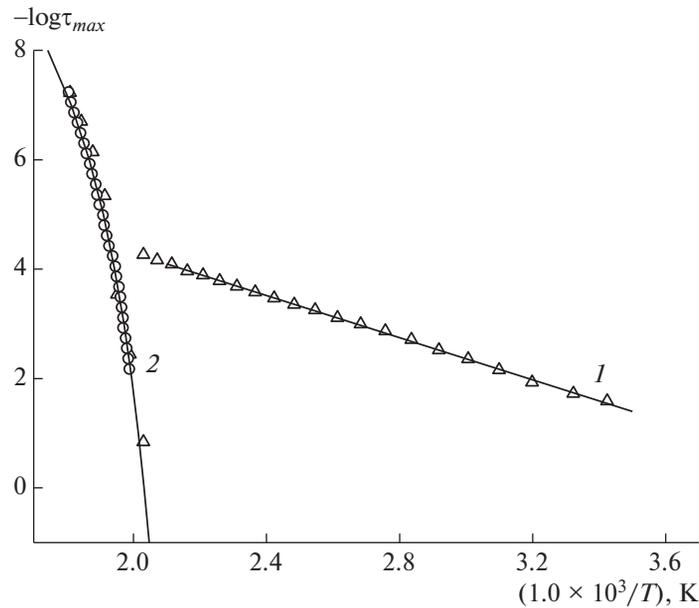


Рис. 4. Зависимость $-\log\tau_{max}$ от обратной температуры для процессов β (1) и α (2) для образца ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 1.0 мас. %: значения τ_{max} , полученные из диэлектрических спектров и из температурных зависимостей $\text{tg}\delta(X)$; сплошные линии 1 и 2 – аппроксимация по формуле (3) и (4) соответственно.

Зависимости $-\log\tau_{max} = \varphi(1/T)$ для β -процесса являются линейными и описываются уравнением Аррениуса:

$$\tau(T)_{max} = \tau_0 \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (3)$$

Здесь $\tau_0 = \tau_{max}$ при $T \rightarrow \infty$, E_a – энергия активации, R – универсальная газовая постоянная.

Линейность зависимостей $-\log\tau_{max} = \varphi(1/T)$ типична для локальных форм молекулярной подвижности. Параметры уравнения (3) приведены в табл. 1 (для сравнения даны значения параметров для ПФО). Параметры уравнения Аррениуса для исследованных нанокomпозитов близки. Значения τ_{max} и E_a позволяют отнести β -процесс к некооперативному локальному процессу дебаевского типа, для которого несущественны межмолекулярные взаимодействия [24, 25]. Данные табл. 1 демонстрируют, что в области β -процесса молекулярная подвижность практически не зависит от концентрации нанодобавки.

В области α -процесса температурные зависимости времени релаксации для всех исследованных образцов нелинейны. Нелинейность зависимостей $-\log\tau_{max} = \varphi(1/T)$ характерна для кооперативных форм молекулярной подвижности, когда энергия активации изменяется с температурой. К кооперативной форме молекулярной подвижности относится прежде всего α -процесс, обусловленный сегментальной подвижностью и связанный с переходом в высокоэластическое состояние. Для α -процесса зависимость $-\log\tau_{max} = \varphi(1/T)$

надежно описывается эмпирическим уравнением Фогеля–Таммана–Фульчера [26]:

$$\tau_{max} = \tau_0 \exp\left(\frac{B}{T - T_0}\right), \quad (4)$$

где τ_0 и B – температурно-независимые параметры, T_0 – так называемая температура Фогеля. Для исследованных нанокomпозитов в области α -процесса зависимости $-\log\tau_{max} = \varphi(1/T)$ надежно аппроксимируются уравнением (4), поэтому можно полагать, что он обусловлен сегментальной подвижностью. Значения параметров уравнения (4) и температуры стеклования, включая данные для ПФО с содержанием 0 мас. %, представлены в табл. 2.

Температура стеклования для ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 0.1, 0.5 и 1.0 мас. % соответственно была определена экстраполяцией зависимостей $-\log\tau_{max} = \varphi(1/T)$, описанных уравнением (4), к $-\log\tau_{max} = 0$ ($\tau_{max} = 1$ с). Табл. 2 показывает, что

Таблица 1. Параметры уравнения (3) для β -процесса (погрешность определения параметров $\leq 1\%$)

Образец	Содержание, мас. %	$-\log\tau_0$ [с]	E_a , ккал/моль
ПФО	0	11.9	18.9 [20]
ПФО–Fe@C ₆₀	0.1	7.85	8.11
	0.5	8.07	8.29
	1.0	8.15	8.14

Таблица 2. Параметры уравнения (4) для α -процесса (погрешность определения параметров $\leq 2\%$)

Образец	Содержание, мас. %	$-\log\tau_0$ [с]	B , К	T_0 , К	T_c^* , °С
ПФО	0	12.4	1312	441	212 [20]
ПФО–Fe@C ₆₀	0.1	12.6	1490	437	215
	0.5	11.4	1166	443	215
	1.0	12.9	1489	442	220

Примечание. T_c^* определена при $\tau_{max} = 1$ с.

наблюдается тенденция к повышению температуры стеклования (снижения молекулярной подвижности) с ростом концентрации наполнителя в полимерной матрице. Такой же эффект с ростом концентрации (вплоть до 4 мас. %) наблюдался для нанокмозитов на основе полифениленоксида с фуллереном (ПФО–C₆₀) [20].

Что касается интенсивности α -процесса, для нанокмозитов ПФО–Fe@C₆₀ она практически не меняется с концентрацией. Это означает, что движение сегментов, отвечающее за появление α -процесса, не включает нанодобавки. В случае β -процесса картина была иная: увеличение концентрации эндофуллерена не оказывало влияния на молекулярную подвижность, в то время как его интенсивность возрастала с увеличением содержания Fe@C₆₀ в композите (рис. 5).

Возникает вопрос о молекулярном механизме β -процесса в ПФО–Fe@C₆₀ нанокмозитах. Было показано, что для чистого ПФО β -процесс обусловлен локальной подвижностью на малые углы фенильных колец (в пределах небольшого свободного объема) и примыкающих к ним по-

лярных групп –O– хребта макромолекулы. При этом для ПФО с содержанием 0 мас. % значение энергии активации в уравнении Аррениуса превышало E_a для локального некооперативного процесса для ПФО–Fe@C₆₀ (см. табл. 1), что свидетельствует о вкладе межмолекулярных взаимодействий [20]. Близкие значения E_a наблюдали для ПФО [20], полиметакрилатов [27, 28], линейных полиэфиров [29] и полиимидов различной структуры [24, 30], для которых β -процесс рассматривали как прекурсор перехода в высокоэластическое состояние. Два факта указывают на то, что β -процесс в композитах ПФО–Fe@C₆₀ обусловлен именно присутствием нанодобавки. Во-первых, интенсивность β -процесса нанокмозитов ПФО–Fe@C₆₀ увеличивается с концентрацией Fe@C₆₀, что свидетельствует о возрастании полярности и(или) числа релаксаторов, дающих вклад в β -процесс. Такими релаксаторами могут являться молекулы эндометаллофуллерена, для которых эндоэдральная молекула обладает постоянным дипольным моментом [18]. Во-вторых, резкое уменьшение энергии активации β -процесса по сравнению с ПФО (с 18.9 до ~ 8 ккал/моль; табл. 1) свидетельствует об изменении механизма молекулярной подвижности от локального кооперативного (для ПФО с содержанием 0 мас. %) к локальному некооперативному процессу дебаевского типа (для нанокмозитов ПФО–Fe@C₆₀). Можно полагать, что, как и в случае ПФО с содержанием 0 мас. %, вклад в β -процесс для нанокмозитов ПФО–Fe@C₆₀ дает локальная подвижность кинетической единицы, включающей группы –O–. Выделить вклад в β -процесс, обусловленный подвижностью группы –O– не удастся, так как ПФО с содержанием 0 мас. % является слабополярным полимером с $\text{tg}\delta_{max} \sim 2 \times 10^{-3}$ (см. рис. 4, кривая 1).

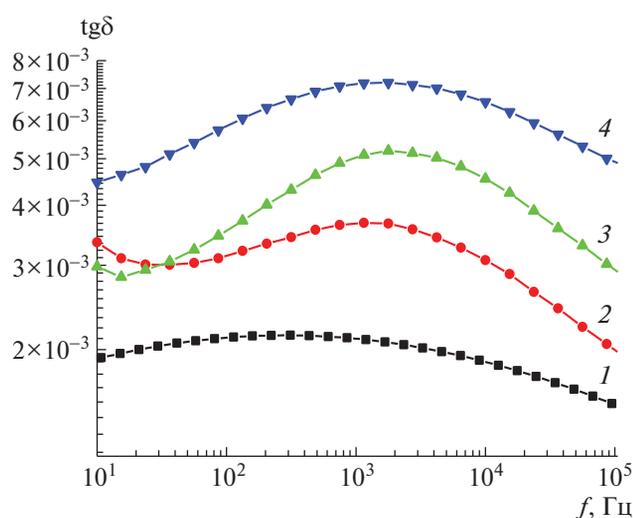


Рис. 5. Частотная зависимость $\text{tg}\delta$ для образцов ПФО (1) и ПФО–Fe@C₆₀ с содержанием 0.1 (2), 0.5 (3), 1.0 (4) при $T = 200^\circ\text{C}$.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Baker R.W. Membrane Technology and Applications. Chichester: Wiley, 2012.
2. Ярославцев А.Б. Мембраны и мембранные технологии. М.: Научный мир, 2013.

3. *Sing R.* // Membrane Technology and Engineering for Water Purification. eBOOK ISBN: 9780444634092
4. *Polotskaya G.A., Penkova A.V., Toikka A.M., Pientka Z., Brozova L., Bleha M.* // Sep. Sci. Technol. 2007. V. 42. № 2. P. 333.
5. *Peng F., Hu C., Jiang Z.* // J. Membr. Sci. 2007. V. 297. № 1–2. P. 236.
6. *Penkova A.V., Polotskaya G.A., Gavrilova V.A., Toikka A.M., Liu J.C., Trchova M., Pientka Z.* // Sep. Sci. Technol. 2009. V. 45. № 1. P. 35.
7. *Pulyalina A., Polotskaya G., Rostovtseva V., Pientka Z., Toikka A.* // Polymers. 2018. V. 10. № 8. P. 828.
8. *Polotskaya G.A., Gladchenko S.V., Zgonnik V.N.* // J. Appl. Polym. Sci. 2002. V. 85. № 14. P. 2946.
9. *Chung T.S., Chan S.S., Wang R., Lu Z., He C.* // J. Membr. Sci. 2003. V. 211. P. 91.
10. *Sun H., Ma C., Wang T., Xu Y., Yuan B., Li P., Kong Y.* // Chem. Eng. Technol. 2014. 37. № 4. P. 611.
11. *Penkova A.V., Dmitrenko M.E., Sokolova M.P., Chen B., Plisko T.V., Markelov D.A., Ermakov S.S.* // J. Mater. Sci. 2016. V. 51. № 16. P. 7652.
12. *Polotskaya G.A., Penkova A.V., Pientka Z., Toikka A.M.* // Desalin. Water Treatment. 2010. V. 14. № 1–3. P. 83.
13. *Sterescu D.M., Stamatialis D.F., Mendes E.T., Wubbenhorst M., Wessling M.* // Macromolecules. 2006. V. 39. P. 9234.
14. *Polotskaya G.A., Penkova A.V., Toikka A.M., Pientka Z., Brozova L., Bleha M.* // Sep. Sci. Technol. 2007. V. 42. № 2. P. 333.
15. *Shibaev L.A., Egorov V.M., Zgonnik V.N., Antonova T.A., Vinogradova L.V., Melenevskaya E.Yu., Bershtein V.A.* // Polymer Science A. 2001. V. 43. № 2. P. 101.
16. *Lebedev V.T., Szhogina A.A., Bairamukov Yu.V.* // J. Phys. Conf. Ser. 2017. V. 848. P. 012005.
17. *Polotskaya G.A., Lebedev V.T., Gofman I.V., Vinogradova L.V.* // Russ. J. Appl. Chem. 2017. V. 90. № 9. P. 1549.
18. *Polotskaya G.A.* // Polymers. 2018. V. 10. P. 1108.
19. *McCrum N.G., Read B.E., Williams G.* Anelastic and Dielectric Effects in Polymeric Solids. Chichester: Wiley, 1967.
20. *Nikonorova N.A., Polotskaya G.A., Kononov A.A., Hinderliter B.R., Levine K.L., Castro R.A.* // J. Non-Cryst. Solids. 2018. V. 483. P. 99.
21. *Havriliak S., Negami S.* // Polymers. 1967. V. 8. P. 161.
22. *Vallerien S.U., Kremer F., Boffel C.* // Liq. Cryst. 1989. V. 4. № 1. P. 79.
23. *Diaz-Calleja R.* // Macromolecules. 2000. V. 33. № 24. P. 8924.
24. *Chisca S., Musteata V.E., Sava I., Bruma M.* // Eur. Polym. J. 2011. V. 47. № 7. P. 1186.
25. *Nikonorova N.A., Yakimansky A.V., Smirnov N.N., Kudryavtsev V.V., Diaz-Calleja R., Pissis P.* // Polymer. 2007. V. 48. № 2. P. 556.
26. *Vogel H.* // Phys Z. 1921. V. 22. P. 645.
27. *Nikonorova N.A., Balakina M.Y., Fominykh O.D., Pudovkin M.S., Vakhonina T.A., Diaz-Calleja R., Yakimansky A.V.* // Chem. Phys. Lett. 2012. V. 552. P. 114.
28. *Garwe F., Schönhals A., Lockwenz H., Beiner M., Schröter K., Donth E.* // Macromolecules. 1996. V. 29. № 1. P. 247.
29. *Burshtein L.L., Borisova T.I., Zhukov S.V., Nikonorova N.A., Asinovskaya D.N., Skorokhodov S.S.* // Polymers. 1999. V. 40. № 7. P. 1881.
30. *Khazaka R., Locatelli M.L., Diaham S., Bidan P., Dupuy L., Grosset G.* // J. Phys. Appl. Phys. 2013. V. 46. № 6. P. 065501.