

**Таблица 1.** Физико-химические свойства ОМК

Мощность время нагрева Вт/(мин.)	Химические сдвиги $^1\text{H}$ ЯМР ОМК				M, [Da]	$T_{пл.}$ , °C
	$\delta$ , м (С–Н) МК	$\delta$ , м (С–Н) ОМК	$\delta$ ОН – групп МК	Степень пре- вращения, %		
80(35)	4,3	5,1	7,3	46	–	–
130(35)	4,4	5,2	6,5	64	270	–
280(35)	4,4	5,2	7,0	67	310	–
360(15)	4,4	5,2	6,8	83	750	–
500(15)	4,3	5,1	7,5	66	440	–
280(165)	4,3	5,2	–	95	16350	160
360(60)	4,3	5,2	8,2	94	9350	140

эффективно при 360 Вт. С увеличением времени вакуумирования образцов в условиях МВО резко возрастает молекулярный вес. Так при вакуумировании в течение 1 часа при 360 Вт, молекулярный вес ОМК возрастает в 10 раз.

Из полученных данных следует, что процесс поликонденсации МК при одинаковой температуре определяется мощностью МВО, т.е. присутствует, так называемый «микроволновой эффект».

### Список литературы

1. Komorowska-Durka M., Dimitrakis G., and at. A concise review on microwave-assisted polycondensation reactions and curing of polycondensation polymers with focus on the effect of process conditions. *Chemical Engineering Journal* 264 (2015) 633–644.
2. Gotelli G. and at. Microwave-assisted polymer synthesis (MAPS) as a tool in biomaterials science: How new and how powerful. *Polymer Science* 36 (2011).
3. Bakibaev A.A., Guba G.Ya and at. Polymerization of Lactic Acid Using Microwave and Conventional Heating. *Procedia Chemistry* 15 (2015) 97 – 102.

## СИНТЕЗ ОЛИГОМЕРОВ МОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ, В ПРИСУТСТВИИ $p$ -ТОЛУОЛСУЛЬФОКИСЛОТЫ В УСЛОВИЯХ МИКРОВОЛНОВОГО ОБЛУЧЕНИЯ

И.Р. Долгов

Научный руководитель – к.х.н, доцент Г.Я. Губа

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, Ilya.dolgov94@mail.ru

В последнее время получение полимеров медицинского назначения выступает одним из важнейших направлений. Полимолочная кислота (ПМК) является одним из перспективных полимеров и широко применяется в медицине и фармакологии [1].

Известно, что  $p$ -толуолсульфокислота (ТСК) используется в синтезах ПМК в качестве катализатора, со-катализатора, однако сведения о каталитической активности противоречивы [2, 3].

Микроволновое облучение (МВО) широко применяется в органическом синтезе. Это обусловлено тем, что под действием МВО значительно сокращается время реакции (в десятки

и сотни раз), увеличивается выход и молекулярный вес получаемого продукта, а также разрабатывается много экологически чистых методов синтеза органических соединений. [4]

Целью данного исследования является изучение влияния мощности облучения и электро-донорных молекул на полимеризацию молочной кислоты (МК), в присутствии ТСК в условиях МВО.

Синтез ПМК в условиях МВО проводили в два этапа: 1) олигомеризация МК; 2) синтез ПМК в присутствии 0.3% ТСК.

Синтез ПМК проводили в мультимодальном реакторе в вакууме при барботировании азотом при мощностях 130, 280, 360 Вт в течение 30

Таблица 1. Условия синтезов и физико-химические свойства образцов ПМК

№	Химический сдвиг, млн.д.			Степень превращения, %	Мощность реакции (температура реакции), Вт (°С)	Со-катализатор, %	Температура плавления, °С	M, Da
	$\delta$ , м (С–Н) МК	$\delta$ , м (С–Н) ПМК	ОН – групп МК					
1	4,4	5,2	6,7	0,87	130(200)	ДМСО, 0,3%	119	1970
2	4,4	5,2	6,7	0,90	280(215)	ДМСО, 0,3%	167	6930
3	4,4	5,2	6,5	0,90	130(200)	–	123	4872
4	4,4	5,2	6,7	0,92	280(215)	–	181	9350
5	4,4	5,2	7,0	0,88	130(200)	Бенз.сп., 0,3%	112	1875
6	4,27	5,2	6,7	0,90	280(215)	Бенз.сп., 0,3%	144	3550
7	–	–	–	–	360(215)	образуется лактид		

минут, а дегидратацию при мощности 280 Вт 25 минут.

Полученные образцы были исследованы методами ИК- («AgilentResolutionsPro», НПВО) и ЯМР-спектроскопии. Молекулярные веса определены вискозиметрическим методом.

В ИК-спектрах синтезированных образцов, отсутствуют полосы поглощения валентных колебаний О–Н групп ( $3500\text{--}3000\text{ см}^{-1}$ ), и наблюдаются интенсивные полосы в области валентных колебаний С=О групп с максимумом  $1756\text{ см}^{-1}$  и С–О–С групп ( $1188\text{ см}^{-1}$ ).

В спектрах  $^1\text{H}$  ЯМР наблюдаются химические сдвиги в области 6,7–7 млн.д., которые можно отнести к непрореагировавшим гидроксильным группам ОН; 4,4 млн.д, которые характеризуют сдвиг протонов МК, 5,2 млн.д, которые характеризуют сдвиг протонов ПМК (табл. 1).

При увеличении мощности МВО наблюдается увеличение молекулярного веса ПМК.

### Список литературы

1. Luc Avérous. // *Handbook of Biopolymers and Biodegradable Plastics*, 2013.– №5.– P.171–188.
2. Ritsuko Nagahata. // *Rapid Commun.*, 2007.– №28.– P.437–442.
3. EP 2 028 209 A1. *European patent application published in accordance with Art. 153 (4) EPC.*
4. Bakibaev A.A., Guba G.Ya. // *Procedia Chemistry*, 2015.– №15.– P.97–102.

Однако при мощности облучения 360 Вт происходит преимущественно образование лактида. На основании полученных результатов можно предположить, что в данном случае наблюдается так называемый, «микроволновой эффект», поскольку процесс протекает по-разному при одинаковой температуре, но различных мощностях.

Установлено, что добавление электронно-донорных молекул к ТСК приводит к снижению молекулярного веса ПМК.

Показано, что синтез в условиях МВО протекает быстрее в 10–12 раз, чем при конвекционном нагреве и при этом молекулярный вес увеличивается в 2–3 раза [4].

ПМК, получаемая при помощи МВО, может использоваться в медицинских целях, так как в ее синтезе не используются вредные органические вещества.