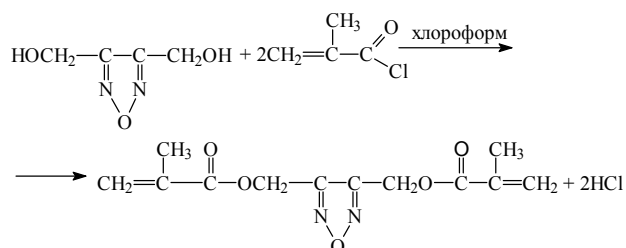


Реакция начинается при температуре 60–66⁰С и заканчивается после полного прекращения выделения хлористого водорода.

Ацилирование 3,4-бис-метилол-1,2,5-оксадиазола хлорангидридом метакриловой кислоты протекает аналогично:



Реакция начинается при 60-66⁰С, реакционная смесь в хлороформе становится гомогенной, выделение же заканчивается через 8 часов.

Синтезированные метакрилаты многоатомных спиртов представляют собой подвижные высококипящие жидкости. Структура синтезированных эфиров идентифицирована на основании данных ИК- и УФ-спектров и данных элементного анализа. Идентичность продуктов реакции контролировалась данными высокоэффективной жидкостной хроматографией.

Экспериментальная часть

Физико-химические характеристики синтезированных продуктов были получены на приборах Центра коллективного пользования «Спецхимия и спецтехнологии» ИХТИ. ИК-спектры синтезированных соединений регистрировали на инфракрасном Фурье-спектрометре модели Nicolet 5. Элементный анализ выполнялся на элементном анализаторе EA 3000 (ЕвроВектор). Хроматограммы снимались на хроматографе НРР 5001. УФ-спектры синтезированных соединений снимали на УФ-спектрометре фирмы Шимадзу UV-2600/2700.

Синтез трис-метакрилата глицерина (типовая методика)

В трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой, термометром, капельной воронкой и обратным холодильником, с хлоркальциевой трубкой, помещали 10 г (0,1 М) обезвоженного глицерина, 38 г (0,36 М) свежеперегнанного хлорангидрида метакриловой кислоты, 1 г однохлористой меди в качестве ингибитора полимеризации и реакционную смесь нагревали при температуре 60 – 66 ⁰С 8 часов при интенсивном перемешивании до окончания выделения хлористого водорода.

Далее реакционную смесь охлаждали холодной водой до комнатной температуры, реакционную массу фильтровали на воронке Шотта (для отделения от однохлористой меди), избыток хлорангидрида метакриловой кислоты отгоняли в вакууме водоструйного насоса. Светло-желтое масло растворяли в диэтиловом эфире, раствор сушили над сульфатом магния с добавлением силикагеля и активированного угля для удаления примесей. Эфир удаляли, полученное масло анализировали.

Выход трис-метакрилата глицерина составил: 18 г (63,3%).

$T_{\text{кип.}} 119-120^{\circ}\text{C}/2 \text{ мм.рт.ст.}$

$n_D^{20} = 1,4640$

$d_4^{20} = 1,2673 \text{ г/см}^3$

$MR_{\text{Д выч}} = 64,44$

$MR_{\text{Д найд}} = 64,12$

Найдено, %: С 60,75; 60,84; Н 6,16; 6,49; $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_6$

Вычислено, %: С 60,81; Н 6,75.

ИК-спектр ($\gamma, \text{см}^{-1}$): 1645 (C=C), 1740 (сложно-эфирная связь).

УФ-спектр (λ_{max} , н.м.): 236.

На хроматограмме – один пик основного вещества.

По вышеприведенной методике были получены метакрилаты нитроизобутилглицерина и бис-метилол-1,2,5-оксадиазола.

Физико-химические свойства, данные элементного анализа, данные ИК- и УФ-спектрометрии синтезированных метакрилатов представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Физико-химические свойства синтезированных метакрилатов

Соединение	Выход, %	$T_{\text{кип.}}$ °C/мм.рт.ст.	n_D^{20}	d_4^{20}	MR		Брутто-формула	Найдено, %/ вычислено			ИК-спектр см^{-1}	УФ-спектр н.м.
					Выч.	Найд.		С	Н	О		
Трис-метакрилат глицерина	63,3	119-120/2	1,4640	1,2673	64,44	64,12	$\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_6$	60,75/ 60,81	6,16/ 6,75	-	1740, 1645	236
Трис-метакрилат нитроизобутилглицерина	66,3	122-123/2	1,5430	1,5474	72,28	72,45	$\text{C}_{16}\text{H}_{21}\text{O}_8$	54,16/ 4,08	5,75/ 5,91	3,65/ 3,94	1735,1 635	238
Бис-метакрилат бис-метилол-1,2,5-оксадиазола	69,4	88-89/2	1,4820	1,0931	69,35	69,40	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_5$	54,16/ 54,13	5,14/ 5,26	10,31/ 10,52	1735, 1640	226

Литература

1. *Никитин В.Г.* Некоторые эфиры фторнитроспиртов и непредельных спиртов / В.Г.Никитин [и др.] // Вестник Казанского технологического университета, 2013, - т. 16. № 8, с. 214 – 217.
2. *Ганькин Ю.А.* / Ю.А.Ганькин. Автореферат дисс. докт. хим.наук, ЛТИ, 1987.
3. *Кирсанов А.П.* / А.П.Кирсанов. Автореферат дисс. канд. хим.наук, Казань, 1974

© **В. Г. Никитин** – д.х.н., профессор кафедры химии и технологии органических соединений азота КНИТУ Wnik43@mail.ru; **Н. М. Ляпин** – д.т.н., профессор, консультант директора ФКП «ГосНИИХП»; **Р. З. Гильманов** – д.х.н., профессор, заведующий кафедрой химии и технологии органических соединений азота КНИТУ; **Ф. Г. Хайрутдинов** – к.х.н., доцент той же кафедры.