

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Национальный исследовательский Томский государственный университет
Томский государственный архитектурно-строительный университет
Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК

Сборник научных трудов
XII Международной конференция студентов и молодых ученых

21–24 апреля 2015 г.

PROSPECTS OF FUNDAMENTAL SCIENCES DEVELOPMENT

XII International Conference of students and young scientists

21–24 April, 2015

Томск 2015

УДК 50(063)
ББК 20л0
П27

Перспективы развития фундаментальных наук [Электронный П27 ресурс] : сборник трудов XII Международной конференция студентов и молодых ученых (Томск, 21–24 апреля 2015 г.) / Томский политехнический университет. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2015. – 1556 с.

ISBN 978-5-4387-0560-4

Сборник содержит труды участников XII Международной конференции студентов и молодых учёных «Перспективы развития фундаментальных наук». Включает доклады студентов и молодых ученых, представленные на секциях «Физика», «Химия», «Математика», «Биология и медицина», «Наноматериалы и нанотехнологии», «Технология», «Конкурс архитектурных работ», «IT-технологии и электроника».

Предназначен для студентов, аспирантов, молодых ученых, преподавателей в области естественных наук и высшей математики.

УДК 50(063)
ББК 20л0

Редакционная коллегия

И.А. Курзина, доктор физико-математических наук, доцент ТПУ.

Г.А. Воронова, кандидат химических наук, доцент ТПУ.

С.А. Поробова, инженер ТГАСУ.

ISBN 978-5-4387-0560-4

© ФГАОУ ВО НИ ТПУ,
электронный текст, 2015

**ВЛИЯНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ ОЛИГОМЕРОВ МОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ
НА ВЫХОД ЛАКТИДА И ЕГО ЧИСТОТУ**

В.В. Ботвин, О.С. Гордеева

Научный руководитель: профессор, д.х.н. А.Г. Филимошкин

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: botvinilo1991@gmail.com

**INFLUENCE OF MOLECULAR WEIGHT OF LACTIC ACID OLIGOMERS
ON LACTIDE YIELD AND ITS PURITY**

V.V. Botvin, O.S. Gordeeva

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.G. Filimoshkin

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: botvinilo1991@gmail.com

***Annotation.** From the 1970s to the present time medical materials, based on polylactide, attracted great attention of scientists. This paper is devoted to investigation of molecular weight influence of lactic acid oligomers on yield and purity of lactide. It is shown that oligomers with molecular weight from 600 to 1100 g/mol are the most proper for pure lactide synthesis.*

Уже более 40 лет ученые во всём мире занимаются исследованиями по созданию биосовместимых и биоразлагаемых синтетических материалов. Одним из таких материалов является полилактид (ПЛ). Исходным веществом для его производства является молочная кислота, которая относится к типу возобновляемого сырья. ПЛ находит широкое применение в медицине, фармакологии, лёгкой и пищевой промышленности [1]. Широкий спектр областей применения ПЛ и ежегодно увеличивающееся число работ, посвященных полилактидному направлению, свидетельствует об актуальности исследований. В силу обратимости реакции поликонденсации молочной кислоты невозможно получить ПЛ с высокой молекулярной массой (ММ). Высокомолекулярный ПЛ получают ионной полимеризацией циклического диэфира молочной кислоты (лактида), который синтезируют из олигомеров молочной кислоты путем термической циклизации.

Целью настоящей работы является изучение влияния ММ олигомеров молочной кислоты на выход и чистоту лактида.

Синтез олигомеров молочной кислоты проводили в ротационном испарителе **Heidolph Laborota 4003 Control** в присутствии катализатора – *n*-толуолсульфокислоты (*n*-ТСК) при температуре 180 °С и давлении 100 мбар. Лактид получали на стандартной установке для вакуумной перегонки при температуре 200 °С и давлении 50 мбар в присутствии оксида цинка в качестве катализатора (1 масс%). Очистку лактида проводили двукратной перекристаллизацией из этилацетата.

В табл. 1 приведены результаты влияния количества катализатора на ММ олигомеров молочной кислоты, которую определяли методом гель-проникающей хроматографии (Agilent Technologies 1200).

Таблица 1

Влияние концентрации катализатора на молекулярную массу олигомеров молочной кислоты

Содержание <i>n</i> -ТСК, масс%	ММ, г/моль	Степень полидисперсности	Степень полимеризации
0	600	1,5	8
1	1100	2,0	15
3	2200	2,2	30
5	3500	2,2	48

При увеличении количества катализатора (табл. 1) ММ олигомеров молочной кислоты увеличивается. При увеличении количества *n*-ТСК изменяется окраска олигомеров: слегка тёмным становится олигомер молочной кислоты, полученный в присутствии 5 масс% катализатора. Окраска олигомера несомненно влияет на чистоту полученного из него лактида.

Используемый в медицине ПЛ должен обладать высокой степенью чистоты, которая, по большей части, определяется степенью чистоты лактида в качестве исходного мономера. Образование лактида сопровождается образованием побочных продуктов: воды, молочной кислоты и димера молочной кислоты. Их количество во многом зависит от ММ олигомера молочной кислоты, из которого получают лактид. Поэтому в настоящей работе была поставлена задача определить влияние ММ олигомеров молочной кислоты на выход и чистоту лактида.

В табл. 2 представлены результаты влияния ММ олигомеров молочной кислоты на выход и чистоту лактида. Массовую долю лактида определяли методом ВЭЖХ (Agilent Technologies 1200).

Таблица 2

Влияние молекулярной массы олигомеров молочной кислоты на выход и чистоту лактида

ММ, г/моль	Выход лактида-сырца, %	Выход лактида после очистки, %	Массовая доля лактида-сырца, %	Массовая доля лактида после очистки, %
600	68,2	21,1	83,6	99,2
1100	93,9	36,0	85,2	98,9
2200	88,4	26,5	77,5	97,9
3500	18,4	5,1	74,3	97,0

Выход лактида максимален (табл. 2) при проведении реакции деполимеризации олигомера с ММ 1100 г/моль. При этом наиболее чистый лактид получается из олигомера молочной кислоты с ММ 600 г/моль. Идентификацию лактида проводили методами ИК- (рис.1) и ¹H ЯМР-спектроскопии (рис. 2). ИК-спектр очищенного лактида совпадает со спектром, представленным в литературе [2], во всём диапазоне волновых чисел. В ЯМР ¹H спектре в области 5,0 ppm присутствует квартет, отвечающий протонам метиновой группы, а в области 1,6 ppm имеется дуплет, соответствующий протонам метильной группы лактида.

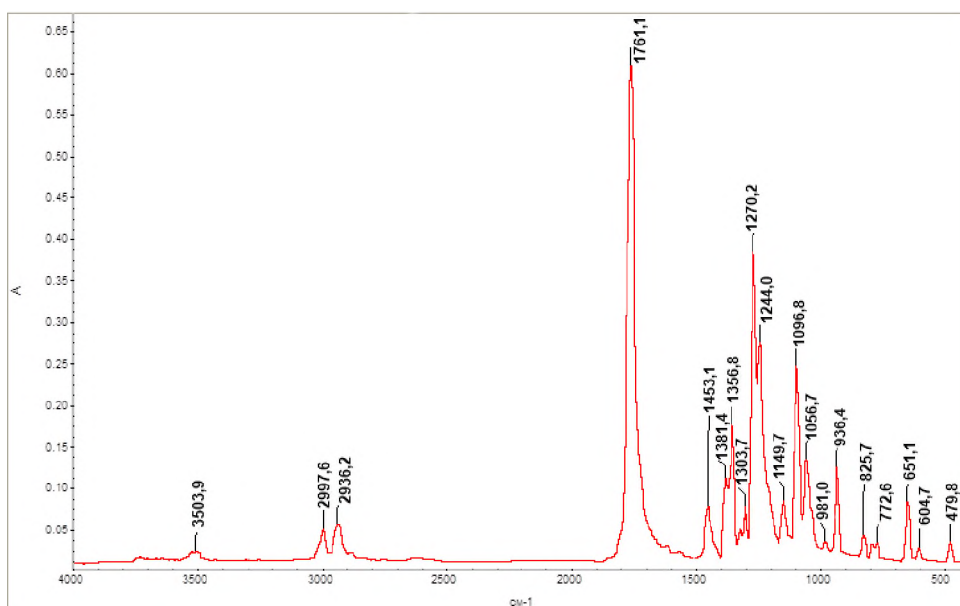


Рис. 1. ИК-спектр перекристаллизованного лактида,
полученного из олигомера молочной кислоты с ММ ~600 г/моль

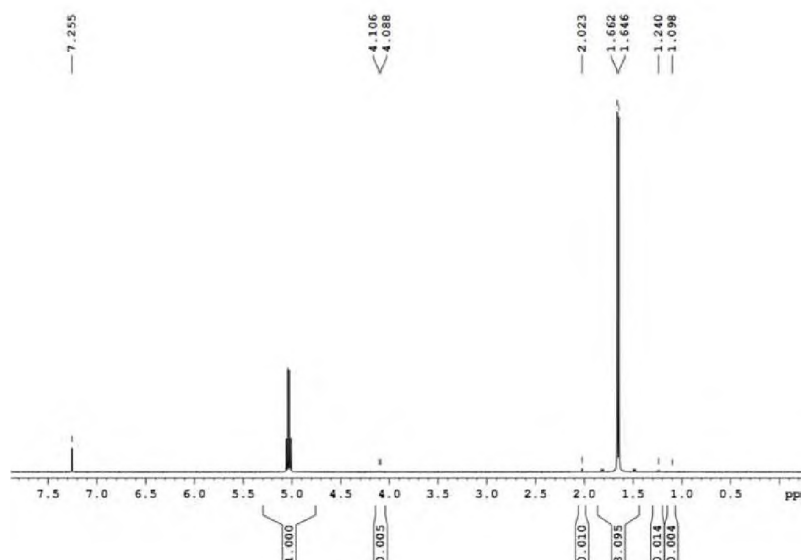


Рис. 2. Спектр ¹H ЯМР перекристаллизованного лактида (CDCl₃), ММ исходного олигомера ~600 г/моль

Выводы:

1. Для синтеза высокомолекулярного ПЛА следует использовать лактид, полученный из олигомера молочной кислоты с ММ от 600 до 1100 г/моль.
2. Выход лактида до и после очистки максимален при ММ исходного олигомера около 1100 г/моль.
3. Лактид высокой степени чистоты получается из олигомера с ММ ~600 г/моль.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. A. Lasprilla, G. Martinez, B. Lunelli et al. Poly-lactic acid synthesis for application in biomedical devices // Biotechnology Advances. – 2012. – Vol. 30. – P. 321–328.
2. C. C. Erbetta, R. J. Alves, J. M. Resende et al. Synthesis and Characterization of Poly(D,L-Lactide-co-Glycolide) Copolymer // Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology. – 2012. – Vol. 3. – P. 208–225.