

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

ПОЛИФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

Материалы Международной научной конференции

22 – 25 мая 2019 г.



Томск 2019

Таким образом, можно сделать вывод, что введение дисперсного наполнителя, в количестве до 15 м.ч. позволяет формировать материалы, не уступающие по своим деформационно-прочностным показателям исходному первичному ПП и превышающие по показателям вторичный ПП.

Работа подготовлена в рамках выполнения научно-исследовательской работы в составе комплексного проекта по «Созданию высокотехнологичного производства биоразлагаемых полимерных композитов из вторичного сырья» в ФГБОУ ВО «Башкирский государственный университет» при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации.

Список литературы

1. Юскаев В.Б. Композиционные материалы: учеб. пособие. Сумы : СумГУ, 2006. 199 с.
2. Кербер М.Л. и др. Полимерные композиционные материалы. Структура. Свойства. Технологии: учеб. Пособие. СПб.: изд. Профессия, 2008. 560 с.
3. Панова Л.Г. Наполнители для полимерных композиционных материалов: учеб. пособие. Саратов : СГТУ, 2010. 68 с.

УДК 547-326+54.057

СИНТЕЗ ЭТИЛГЛИОКСИЛАТА ИЗ НЕКОТОРЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ГЛИОКСАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ SYNTHESIS OF ETHYL GLYOXYLATE FROM SOME DERIVATIVES OF GLYOXYLIC ACID

Салова О.А., Ботвин В.В.
Salova O.A., Botvin V.V.

Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия
e-mail: salova.oles@gmail.com

Ethyl ester of glyoxylic acid was synthesized from calcium and sodium salts of glyoxylic acid. Isolation and purification of ethyl glyoxylate were carried out. Structure and mass concentration were determined by HPLC, GC-MS and NMR spectroscopy.

В настоящее время изучение строения и способов синтеза биоразлагаемых полимеров имеет большое значение в современной молекулярной биологии и медицинском материаловедении. Благодаря их ценному свойству – способности подвергаться быстрой деструкции под влиянием факторов окружающей среды, в том числе, разрушаться под воздействием микроорганизмов, биоразлагаемые полимеры используются в медицине в качестве шовного материала для хирургии, имплантатов, которые могут постепенно заменяться в организме на костную, хрящевую и другие виды тканей. Кроме того, перспективно их использование в качестве носителей лекарственных средств в системах с контролируемым дозированием, что позволяет снизить объем вводимого препарата и минимизировать его воздействие на другие клетки [1]. Полиэтилглиоксилаты относятся к малоизученному классу нетоксичных биоразлагаемых полимеров, получаемых из этилового эфира глиоксалево́й кислоты, которые могут быть использованы в качестве полимерной матрицы систем адресной доставки лекарств [2]. Сам этилглиоксилат является реакционноспособным соединением, используемым при синтезе различных ценных органических веществ. При этом, его производство в Российской Федерации отсутствует.

Данная работа посвящена разработке способа синтеза этилглиоксилата как исходного мономера для получения биоразлагаемых полиэтилглиоксилатов из кальциевой и натриевой солей глиоксалевого кислоты с высокими выходом и чистотой.

В качестве исходного вещества использовали глиоксальную кислоту, полученную по методике [3]. Кальциевые и натриевые соли глиоксалевого кислоты синтезировали путем их обменной реакции с карбонатами кальция и натрия, соответственно. Для синтеза этилглиоксилата из кальциевой соли глиоксалевого кислоты использовали сухую кальциевую соль (дигидрат), этиловый спирт и серную кислоту. По окончании реакции в продуктах реакции содержались целевой этиловый эфир глиоксалевого кислоты, сульфат кальция и вода (рис. 1). Сульфат кальция удаляли из раствора фильтрованием, а из полученного раствора этилглиоксилат выделяли и очищали по методике [4].

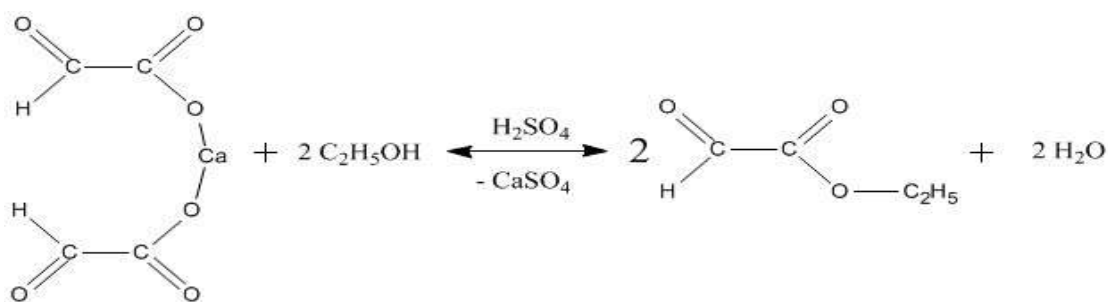


Рис. 1. Получение этилглиоксилата из кальциевой соли глиоксалевого кислоты

По другой методике синтез этилглиоксилата проводили из натриевой соли глиоксалевого кислоты и йодистого этила в среде этанола (рис.2).

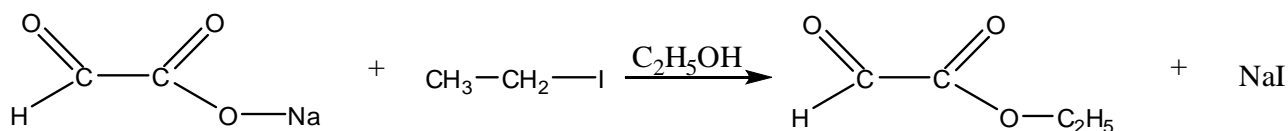


Рис.2. Получение этилглиоксилата из натриевой соли глиоксалевого кислоты

По окончании реакции проводили фракционную перегонку при пониженном давлении 35 мм рт. ст., целевую фракцию этилглиоксилата собирали при температуре 49 °С. В случае обоих методов продукты реакции и очищенный мономерный этилглиоксилат анализировали методами ВЭЖХ, ГХ-МС и ЯМР-спектроскопии. В качестве примера на рисунке 3 представлен ЯМР ¹H спектр полученного этилглиоксилата.

В ЯМР ¹H мономерного этилглиоксилата содержатся сигналы протонов метильных, метиленовых и альдегидной групп в области 1,38 ppm, 4,37 ppm и 9,39 ppm, соответственно, а также малоинтенсивные сигналы, относящиеся к олигомерным примесям. Преимуществом данных методов является использование доступных и недорогих реактивов, а также малое количество этапов проведения синтеза. Метод синтеза этилглиоксилата из натриевой соли глиоксалевого кислоты считается наиболее предпочтительным, поскольку не сопровождается образованием большого количества побочных продуктов.

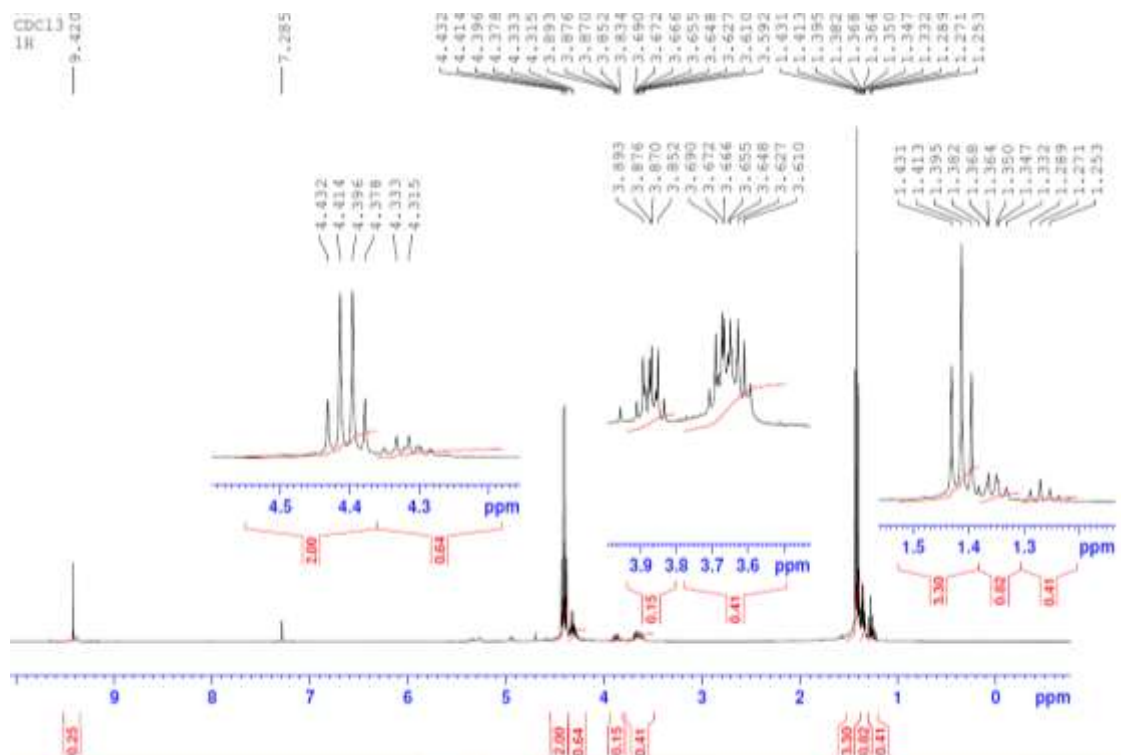


Рис.3. ЯМР ^1H спектр полученного этиглиоксилата

Список литературы

1. Hoffman A. S. The origins and evolution of «controlled» drug delivery systems // J. Contr. Release. 2008. Vol. 132. P. 153–163.
2. P Polyglyoxylates: A Versatile Class of Triggerable Self-Immolative Polymers from Readily Accessible Monomers / B. Fan [etc.] // J. Am. Chem. Soc. 1975. Vol. 17. P.4264–4268.
3. Pozdniakov M., Rubtsov K., Botvin V. Exchange reactions control for selective separation of glyoxylic acid in technological mixtures of glyoxal oxidation // Separation Science and Technology. 2017. Vol. 52 (5). P.876–882.
4. Nikhil R. Synthesis of alkyl glyoxylates / R. Nikhil, B. Samptraaj // Technical Notes. 1998. Vol. 2. P.332–333.

УДК 546.62'41

ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИНТЕЗ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ АЛЮМИНАТА КАЛЬЦИЯ $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}:\text{Eu}, \text{Nd}$ ZOL-GEL SYNTHESIS OF LUMINESCENT MATERIAL BASED ON CALCIUM ALUMINATE $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}:\text{Eu}, \text{Nd}$

Селюнина Л.А., Брославская Т.В., Мишенина Л.Н.
Selyunina L.A., Broslavskaya T.V., Mishenina L.N.

Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия
e-mail: SelyuninaLA@mail.ru

Calcium aluminate $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ and phosphors based on it were obtained using sol-gel technology. Complex studies were used to identify the dynamics of phase and structural transformations in the synthesis of $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$. The main stages of the calcium aluminate formation were determined using thermal analysis, IR spectroscopy and X-ray phase analysis. Solid-phase interaction in the formation of $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ includes the steps of obtaining calcium carbonate and amorphous alumina (800 °C), aluminates of composition $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ and CaAl_2O_4 (900–1000 °C), $\text{Ca}_5\text{Al}_6\text{O}_{14}$ and $\text{Ca}_4\text{Al}_6\text{O}_{13}$ (1000–1100 °C). $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ begins to form at 1100 °C. The graphic image of the structure was constructed according to the obtained atomic coordinates using the ReX Powder diffraction program. Luminescent properties of the