

СРАВНИТЕЛЬНАЯ ОЦЕНКА МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ ГЛИЦИДИЛОВЫХ ЭФИРОВ ОЛИГООКСИПРОПИЛЕНТРИОЛОВ МЕТОДАМИ ПРОТОННОГО МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА И ГЕЛЬ-ПРОНИКАЮЩЕЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Е.Ф. Колесникова*, Е.С. Жаворонок*, А.Е. Чалых*, А.В. Панов**

* Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН

** Российский химико-технологический Университет им. Д.И. Менделеева

В последние годы в химии реакционноспособных эпоксидных связующих наметилась тенденция, связанная с использованием разветвленных полифункциональных олигомеров. Применение таких продуктов, определение их свойств, выбор условий формирования пространственных сеток и оценка их совместимости с линейными эпоксидными олигомерами (ЭО) настоятельно требует корректного определения молекулярных масс этих компонентов. Данная проблема осложняется полифункциональностью и различной природой концевых функциональных групп таких олигомеров. Целью настоящей работы являлось определение соотношения эпоксидных и гидроксильных функциональных групп, а также молекулярной массы разветвленных алифатических эпоксидных олигомеров на основании данных метода протонного магнитного резонанса и сравнение результатов с величинами, полученными методом гель-проникающей хроматографии.

В качестве объектов исследования использовались глицидиловые эфиры олигооксипропиленetriолов различной молекулярной массы (Лапроксид 503М, 603 и 703).

Спектры ^1H ЯМР регистрировали на спектрометре Bruker WP-200 с рабочей частотой на протонах 200 МГц. Образцы растворяли в дейтерированном хлороформе и исследовали при температуре 303 К.

Гель-хроматограммы снимали на хроматографе Waters с рефрактометрическим детектором и двумя колонками PL-GEL 5u MIXC, 300x7,5 мм, откалиброванными по полистирольным стандартам. В качестве элюента использовали тетрагидрофуран со скоростью подачи 1 мл/мин. Расчет среднечисловой (M_n), среднемассовой (M_w) и z-средней молекулярной массы (M_z), а также коэффициента полимолекулярности $P=M_w/M_n$ проводили с помощью программы Z-lab.

Получены спектры ^1H ЯМР и дифференциальные кривые молекулярно-массового распределения. По данным метода ^1H ЯМР определено мольное соотношение гидроксильных и эпоксидных функциональных групп, методом титрования определена массовая концентрация эпоксидных групп. на основании полученных данных предложен способ расчета среднечисловой молекулярной массы разветвленных полифункциональных олигомеров. показано, что результаты находятся в хорошем количественном согласии с данными гель-проникающей хроматографии.