

УДК 547.1'13

СИНТЕЗ НОВОГО ПРОИЗВОДНОГО ТРИФЕНИЛСУРЬМЫ С МЕТАНИТРОКОРИЧНОЙ КИСЛОТОЙ И ИССЛЕДОВАНИЕ ЕГО СТРОЕНИЯ МЕТОДАМИ ИК-, ЯМР-СПЕКТРОСКОПИИ

© 2013 г. *А.В. Гушин, О.С. Калистратова, Р.А. Верховых, М.С. Румянцев, М.В. Гуленова, А.Ю. Поткина, А.В. Маркин, Н.С. Ситников, А.Ю. Перевезенцев*

Нижегородский госуниверситет им. Н.И. Лобачевского

gushchin@chem.unn.ru

Поступила в редакцию 19.12.2012

Взаимодействием трифенилсурьмы с *m*-нитрокоричной кислотой и пероксидом водорода в ТГФ получен ди-*m*-нитроциннамат трифенилсурьмы $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{C}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NO}_2-m)_2$, который идентифицирован методами ИК- и ^1H ЯМР-спектроскопии.

Ключевые слова: ди-*m*-нитроциннамат трифенилсурьмы, синтез, строение, ИК-спектроскопия, ЯМР-спектроскопия.

Введение

В последнее время интенсивно развивается структурная химия производных трифенилсурьмы типа Ph_3SbX_2 с двумя диацетатными группами. Ранее были получены диакрилат [1], диметакрилат [2] трифенилсурьмы и исследованы их структуры. Они имеют конфигурацию тригональной бипирамиды, в которой монодентатные лиганды находятся в аксиальном положении.

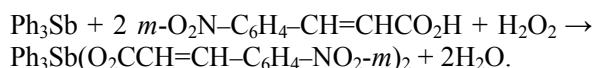
Поскольку подобные соединения имеют непредельные группы в своем составе, они могут быть использованы для полимеризационного наполнения полимеров, в результате чего должны получаться металлосодержащие полимерные материалы. Участие в полимеризации обеих ацетатных групп приводит к наличию пространственной сшивки, что значительно замедляет термоокислительную деструкцию полученного полимера [3–5]. В связи с этим, синтез новых сурьмасодержащих мономеров и получение (со)полимеров на их основе являются актуальными для синтеза новых материалов. Диметакрилат трифенилсурьмы был использован в качестве сшивающей добавки в клеевую композицию для склеивания ПВХ [6].

Цель данной работы – синтез нового производного трифенилсурьмы с *m*-нитрокоричной кислотой, изучение его структуры и ее сравнение с полученными ранее производными трифенилсурьмы и таких кислот, как акриловая, метакриловая. Также планировалось изучить изменение структуры в зависимости от заместителя около двойной связи в остатке кислоты.

Обсуждение результатов

Ди-*m*-нитроциннамат трифенилсурьмы получали методом окислительного присоединения

из трифенилсурьмы, *m*-нитрокоричной кислоты и пероксида водорода в соотношении 1:2:1 соответственно:



В качестве растворителя использовали тетрагидрофуран. Реакцию проводили при комнатной температуре. Выход основного продукта составил 59% после перекристаллизации из смеси хлороформа и гексана. Т. пл. 193°C. Полученное соединение представляет собой желтое кристаллическое вещество, устойчивое к действию кислорода и влаги воздуха, хорошо растворяется в хлороформе, ТГФ, бензоле.

Для изучения строения ди-*m*-нитроциннамата трифенилсурьмы использовали ^1H ЯМР-, ИК-спектроскопию.

ИК-спектр ди-*m*-нитроциннамата трифенилсурьмы снимали на ИК-спектрофотометре «IR Prestige-21» фирмы *Shimadzu*, Япония. В спектре имеется полоса поглощения средней интенсивности при 458 см^{-1} , соответствующая валентным колебаниям связи Sb–C. Полоса поглощения 687 см^{-1} относится к валентному колебанию связи Sb–O. Сигналы высокой интенсивности с максимумами 1530 см^{-1} и 1318 см^{-1} отнесены, соответственно, к антисимметричным и симметричным валентным колебаниям COO-группы. Полоса поглощения с максимумом 3069 см^{-1} соответствует валентным колебаниям C–H связей фенильных групп. Волновые числа всех указанных колебаний были близки к соответствующим значениям диакрилата и диметакрилата трифенилсурьмы [1, 2].

Спектр ^1H -ЯМР ди-*m*-нитроциннамата трифенилсурьмы снимали на ЯМР-спектрометре «*Ajilent DD2 400*». В области слабого поля наблюдаются мультиплетные сигналы *орто*-протонов фенильных групп (8.13 м.д.); в области более сильного поля – мультиплеты, соответствующие *мета*- и *пара*-протонам фенильных групп (7.53 м.д.). Сигналы протонов при двойной С=C-связи находятся в области 7.71 и 6.45 м.д. Значения химсдвига этих групп протонов близки к соответствующим значениям для диакрилата и диметакрилата трифенилсурьмы [1, 2].

Таким образом, взаимодействием трифенилсурьмы с *m*-нитрокоричной кислотой и пероксидом водорода в ТГФ получен ди-*m*-нитроциннамат трифенилсурьмы $\text{Ph}_3\text{Sb}(\text{O}_2\text{C}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NO}_2\text{-}m)_2$, который идентифицирован методами ИК- и ^1H ЯМР-спектроскопии. Данное соединение в дальнейшем будет использовано в качестве сурьмаорганического мономера для получения металлосодержащих полимерных материалов. С применением данного металлоорганического соединения возможно изучение закрепления на поверхности алюминия и исследование гидрофобных свойств полимерного покрытия, изучение возможностей регулирования толщины прививаемого полимерного слоя, исследование зависимости изменения контактного угла

смачивания от морфологических особенностей полимерного покрытия, а также исследование свойств нанокomпозиционных материалов на основе полиметилметакрилата.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы, соглашения № 14.В37.21.0254, № 14.В37.21.2039.

Список литературы

1. Гуцин А.В., Прыткова Л.К., Шашкин Д.В., Додонов В.А., Фукин Г.К., Баранов Е.В., Шавырин А.С., Рыкалин В.И. // Вестник ННГУ. 2010. Вып. 3 (1). С. 95–99.
2. Гуцин А.В., Шашкин Д.В., Прыткова Л.К., Сомов Н.В., Баранов Е.В., Шавырин А.С., Рыкалин В.И. // Журн. общей химии. 2011. Т. 81. Вып. 3. С. 397–400.
3. Котон М.М. // Металлоорганические соединения и радикалы. М.: Наука, 1985. С. 13.
4. Пат. U.S. 3. 287. 210 (C1 167–30) Nov. 22. 1966. Appl. Dec. 26. 1967. V. 66. № 19. 85070.
5. Карраер Ч., Моран М. // Металлоорганические полимеры. М.: Мир, 1981. 121 с.
6. Верховых Р.А., Додонов В.А., Гуцин А.В. // Тез. докл. IV Всерос. конф. по химической технологии с международным участием ХТ'12, Москва, 2012. Т. 3. С. 69–71.

SYNTHESIS OF A NEW TRIPHENYLANTIMONY DERIVATIVE OF THE *M*-NITROCINNAMIC ACID AND ITS STRUCTURE INVESTIGATION WITH IR AND NMR SPECTROSCOPY

A.V. Gushchin, O.S. Kalistratova, R.A. Verkhovyykh, M.S. Rumyantsev, M.V. Gulenova, A.Yu. Potkina, A.V. Markin, N.S. Sitnikov, A.Yu. Perevezentsev

Triphenylantimony reacts with *m*-nitrocinnamic acid and hydrogen peroxide to give triphenylantimony di-*m*-nitrocinnamate which has been confirmed by IR and NMR spectroscopy data.

Keywords: triphenylantimony di-*m*-nitrocinnamate, synthesis, structure, IR and NMR spectroscopy.