

кристаллизации во время протекания процесса полимеризации. Эта специфичность может заключаться, например, в возможности построения кристаллов из растущих цепей во время полимеризации.

Поступила в редакцию:
26 IV 1972

ЛИТЕРАТУРА

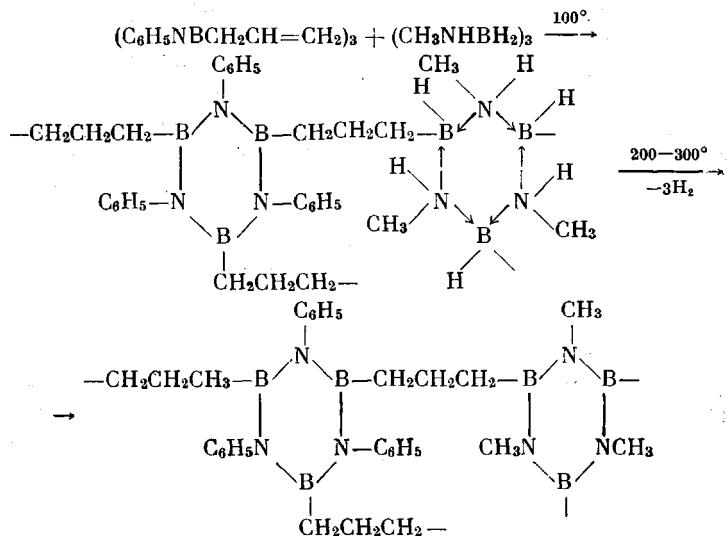
- Д. Н. Борт, И. В. Вишневская, Высокомолек. соед., А13, 1950, 1971.
- В. П. Лебедев, М. Н. Шлыкова, Высокомолек. соед., А15, 2314, 1973.
- S. Nagita, Kobunsi Kagaku, 16, 757, 1959.
- Л. И. Миркин, Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов, Физматгиз, 1961.

УДК 541.64 : 547.344

СИНТЕЗ СМЕШАННЫХ ПОЛИБОРАЗОЛОВ

В. А. Замятина, В. В. Коршак, Н. М. Гнутова

Продолжая наши исследования в области синтеза полиборазолов методом полиприсоединения 1,3,5-trimетилциклотриборазана к олефинам и диенам с последующим дегидрированием [1, 2], в данной работе мы выбрали объектом гидроборирования 1,3,5-трифенил-2,4,6-триаллилборазол.



Последовательность ступеней синтеза обязательна, так как преждевременное превращение 1,3,5-trimетилциклотриборазана в боразол исключает его взаимодействие с двойными связями N-трифенил-B-триаллилборазола.

Макромолекулы синтезированного полимера построены из чередующихся N-фенил- и N-метилзамещенных боразольных циклов, соединенных trimetilenовыми звеньями.

Полученный при соблюдении указанных условий полимер по элементному составу соответствовал приведенной формуле. Он имел температуру

стеклования 100° и температуру размягчения 290°. В инертной атмосфере потери в весе достигали при 400° — 10% и при 500° — 50%. Молекулярный вес полимера не определяли по причине его нерастворимости в органических растворителях.

Исследование исходных веществ и полимера методом ИК-спектроскопии показало, что характеристические частоты 3080, 1640, 1000 и 910 см⁻¹ двойной связи аллильных групп исходного боразола в спектре полимера отсутствуют. Также не наблюдается характеристических частот связей В—Н, что указывает на довольно полную завершенность реакции гидроборирования. Валентное колебание В—N в циклах полимера, так же как и в исходном аллилборазоле, представлено в спектрах широкой полосой поглощения в области 1440—1380 см⁻¹. Более точно определить соответствующую полосу затруднительно из-за экранирования деформационными колебаниями групп CH₃ и CH₂ органической части молекулы. Деформационное колебание связи В—N вне плоскости цикла, обычно наблюдаемое в области 750—700 см⁻¹[3], в данном случае в спектре полимера, так же как и в спектре исходного боразола представлено дублетом 760 и 750 см⁻¹.

Экспериментальная часть

И с х о д н ы е в е щ е с т в а . 1,3,5-триметилциклотрибозан получен по способу [4]. N-Трифенил-В-триаллилборазол синтезирован из N-трифенил-В-трихлорборазола [5] по способу [6]; т. пл. 97—98° (лит. данные т. пл. 98—99°). Молекулярный вес, определенный криоскопически в бензole — 430; вычислено 429.

С о п о л и м е р и з а ц и я N - т р и ф е н и л - В - т р и а л л и л б о р а з о л а с 1,3,5 - т р и м е т и л ц и к л о т р и б о р а з а н о м . 1,30 г N-трифенил-В-триаллилборазола, 0,38 г 1,3,5-триметилциклотрибозана и 0,1 г пиридина поместили в реакционную колбу, соединенную с газовой бюреткой. Колбу нагревали при 100° 8 час. и при последующем постепенном подъеме температуры до 300° в течение 12 час. Выделение водорода началось после 170°; всего выделилось 190 мл (95%) H₂. Вещество нагревали далее в вакууме при 300—340°/3 мм в течение 2 час. и получили твердое бесцветное вещество, нерастворимое в органических растворителях.

Найдено, %: C 64,31; H 7,12; B 10,81.
C₃₀H₄₂B₆N₆. Вычислено, %: C 65,30; H 7,68; B 11,77.

При пребывании на воздухе в течение 7 дней навеска увеличилась на 2,9%; после 12 дней вес не изменился.

Институт элементоорганических
соединений АН СССР

Поступила в редакцию
27 IV 1972

ЛИТЕРАТУРА

1. В. А. Замятин, В. В. Коршак, Изв. АН СССР, серия химич., 1971, 1816.
2. В. В. Коршак, В. А. Замятин, Р. М. Оганесян, Авт. свид. 309937, 1969. Бюлл. изобретений, 1971, № 23, 75.
3. J. E. Burch, W. Geggard, M. Goldstein, E. E. Mooney, D. E. Pratt, H. A. Willis, Spectrochim. acta, 19, 889, 1963.
4. D. E. Geines, R. Schaeffer, J. Amer. Chem. Soc., 85, 395, 1963.
5. S. J. Groszos, S. F. Stafiej, J. Amer. Chem. Soc., 80, 1357, 1958.
6. S. J. Groszos, S. F. Stafiej, Пат. США 2954361, 1961; РЖХим, 1963, 7T41П.