

УДК 678.7: 543.429.23

DOI: 10.17072/2223-1838-2021-3-193-201

М.П. Красновских, А.В. Ширинкин, И.Г. Мокрушин

Пермский государственный национальный исследовательский университет, Пермь, Россия

**КОНФИГУРАЦИОННО-ИЗОМЕРНЫЙ СОСТАВ КАУЧУКОВ:
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ ЯМР ^1H И ^{13}C**

Спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР) является удобным методом изучения структуры и изомерного состава диеновых каучуков. Предложена простая методика определения содержания как каучука, так и соединений-примесей, не требующая дополнительной пробоподготовки. Приведены формулы для расчета состава промышленных продуктов и определения исходных веществ, подтверждена применимость метода анализа. В процессе работы проанализированы каучуки различных марок, установлен их конфигурационно-изомерный состав. Обнаружено, что приведенные в литературе ранее диапазоны интегрирования и методики обработки ЯМР-спектров ^1H различаются, сигналы групп часто перекрываются на спектре, что повышает погрешность вычислений. Показано, что наиболее точно структура исследуемых промышленных продуктов устанавливается спектроскопией углеродного протонного резонанса, а расчет на основании спектров ПМР позволяет подтвердить полученные данные с достаточной точностью.

Ключевые слова: ядерный магнитный резонанс; спектроскопия ЯМР; полибутадиен; каучук; изомерный состав

Поступила в редакцию 07.09.2021; после правок 20.09.2021 принята к публикации 20.09.2021

M. P. Krasnovskikh, A. V. Shirinkin, I. G. Mokrushin

Perm State University, Perm, Russia

**CONFIGURATION AND ISOMERIC COMPOSITION OF RUBBERS:
DETERMINATION BY ^1H AND ^{13}C NMR SPECTROSCOPY**

Nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy is a convenient method for studying the structure and isomeric composition of diene rubbers. A simple and reproducible method is proposed for determining the content of both rubber and impurity compounds, which does not require additional sample preparation. Formulas for calculating the composition of industrial products and determining the initial substances are given, the applicability of the analysis method is confirmed. In the process of work, rubbers of various brands were analyzed, their configuration-isomeric composition was established. It was found that the integration ranges given in the literature earlier and the methods for processing ^1H NMR spectra differ, the signals of the groups often overlap in the spectrum, which increases the calculation error. It is shown that the structure of the industrial products under study is established most accurately by carbon proton resonance spectroscopy, and the calculation based on the PMR spectra allows confirming the data obtained with sufficient accuracy.

Key words: nuclear magnetic resonance; NMR spectroscopy; polybutadiene; rubber; isomeric composition

Received 07.09.2021; revised 20.09.2021; accepted 20.09.2021

© Красновских М.П., Ширинкин А.В., Мокрушин И.Г., 2021



Данная статья распространяется на условиях лицензии
Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная.

Спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР) является удобным методом изучения структуры и изомерного состава различных полимеров, в том числе и диеновых каучуков [1–6]. С помощью методов ЯМР-спектроскопии решается обширный ряд задач, например:

- определение стереорегулярности полимера: определение изо-, синдио- или атактической конфигурации;
- оценка качественного состава продуктов полимеризации ассиметричных диеновых мономеров;
- определение локальной конфигурации присоединения: «голова-хвост», «голова-голова»;
- определение конформационного обмена;
- определение последовательности мономеров;
- расчет констант сополимеризации.

Но это далеко не полный список возможностей метода. Одновременно с ростом чувствительности и разрешения приборного обеспечения повышается доступность данного метода анализа для контроля технологических процессов синтеза широкого ряда полимеров на основе полибутадиена, чему в последнее время посвящено немало работ [7–11], в том числе и модифицированных полидиенов с концевыми гидроксильными группами, а также диенуретанов с концевыми эпоксидными группами [12, 13]. С помощью метода ЯМР-спектроскопии можно исследовать и кинетику полимеризационных процессов [14]. Очевидно, что от структуры каучука зависит большинство потребительских свойств данного материала, поэтому инструментальное и достоверное определение в составе 1,2; 1,4 цис- и

1,4 транс- конфигураций крайне важно [15]. Исследуются методами ЯМР-спектроскопии и составы бутадиен-нитрильных каучуков. Например, в работе [16] проведен анализ формы линии поглощения ПМР бутадиен-нитрильного каучука при вулканизации.

Вместе с тем назревает и необходимость методологических исследований в данной области. Известно, что сополимеризацией бутадиена с нитрилом акриловой кислоты (НАК) получают ценный бутадиен-нитрильный каучук. В процессе производства необходимо определение содержания НАК в образцах, однако большинство используемых в настоящее время методов трудозатратны и длительны; это ведет к тому, что важной задачей становится разработка новых экспрессных и информативных методов установления состава основного полимера и идентификация примесей [17].

Основные плюсы ^1H и ^{13}C спектроскопии каучуков – простота эксперимента, отсутствие необходимости предварительных калибровок, информативность. Поэтому ЯМР-анализу олигомеров диенов посвящено множество работ. Однако при повышении средневесовой M_w и среднечисленной M_n молекулярных масс, показателя разветвленности g , критическом изменении изомерного состава значительными становятся и недостатки метода. Так, линии протонного резонанса могут уширяться, перекрываться, а сигналы концевых групп теряться в шумах и сателлитах. Особенности качественного и количественного ЯМР описаны в работах [18, 19].

В работах [20, 21] приводятся детально описанные спектры полибутадиенов некоторых марок, а также раскрываются современ-

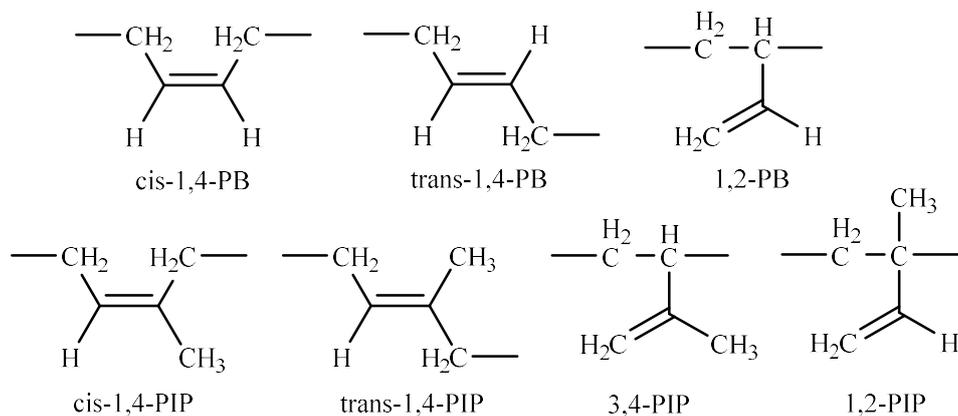
ные подходы к анализу изомерно-структурного состава каучука. Показано, что для количественного анализа, при условии тщательного подбора условий эксперимента и его обработки, возможно применение как ^1H , так ^{13}C спектроскопии, а перекрывание сигналов возможно при условии комбинации данных методов.

В рамках проводимого исследования представляло интерес проанализировать полибутадиеновые и полиизопреновые каучуки методом ЯМР-спектроскопии и выбрать наиболее оптимальный метод расчета их конфигурационно-изомерного состава. Данная работа пред-

ставляет простую методику для контроля некоторых показателей качества товарного каучука марок ПБ, НТРВ, ПДИ-3А.

Объекты и методы исследования

Проанализированы промышленные образцы полибутадиенов: *образец 1* – низкомолекулярный ПБ-0; *образцы 2–5* – гидроксилсодержащий бутадиеновый марки ПБ № 1; *образцы 6, 7* – гидроксилсодержащий бутадиеновый марки НТРВ; *образцы 8–12* – полидиенуретаны с концевыми эпоксидными группами Каучук ПДИ-3А. Исследуемые мономерные звенья, их обозначение приведены на рисунке.



Конфигурации мономерных звеньев в полибутадиене - цис-1,4, транс-1,4 и 1,2; полиизопрене - цис-1,4, транс-1,4, 3,4 и 1,2

Условия записи спектров ЯМР подбирались варьированием концентрации исследуемых образцов. Установлено сохранение относительной интегральной интенсивности сигналов в основных интервалах. Специального исследования воспроизводимости не проводилось. Растворы (5% масс.) продуктов в дейтерохлороформе проанализированы на спектрометре Bruker Avance III HD 400 MHz, температура съемки 40°C. Химические сдвиги выставлены относительно остаточного сигнала дейтерированного растворителя CDCl_3 7,28 м.д. для ^1H ,

77,36 м.д. для ^{13}C (относительно TMS). Работы проводились с соответствием с особенностями и закономерностями анализа методом ЯМР [23]. С помощью программного обеспечения, поставляемого с прибором, определялась интегральная интенсивность сигналов отдельных групп в соответствующих интервалах химических сдвигов (далее в тексте и формулах – S_n).

В статье [23] приводятся формулы только для виниловых мономеров и общей концентрации цис- и транс- изомеров, с диапазонами

интегрирования для спектров ^1H S_1 5,7–5,15 м.д.; S_2 5,15–4,75 м.д.:

$$C_{1,4\text{общ}} = \frac{S_1 - S_2/S_1}{S_1} \quad (1)$$

$$C_{1,2} = \frac{S_2/S_1}{S_1} \quad (2)$$

В статье [24] применяются следующие формулы с диапазонами интегрирования для спектров ^1H : S_1 5,1–4,3 м.д.; S_2 6,0–5,1 м.д., для спектров ^{13}C : S_3 33,0–32,5 м.д. S_4 27,9–27,3 м.д.:

$$C_{1,4\text{общ}} = \frac{S_1 - S_2/2}{2} \quad (3)$$

$$C_{1,2} = \frac{S_2}{2} \quad (4)$$

$$C_{1,4\text{цис}} = \frac{C_{1,4\text{общ}} \cdot S_3}{S_3 + S_4} \quad (5)$$

$$C_{1,4\text{транс}} = \frac{C_{1,4\text{общ}} \cdot S_4}{S_3 + S_4} \quad (6)$$

По мнению автора статьи [11] нельзя точно определить состав полимера по спектру ^1H , поэтому расчет целесообразно вести по ^{13}C спектрам. Диапазоны интегрирования для спектра ^{13}C : S_1 150,0–105,0 м.д.; S_2 50,0–5,0 м.д.; S_3 144,0–141,0 м.д.; S_4 116,0–113,0 м.д.; S_5 46,0–33,8 м.д.; S_7 32,4–33,2 м.д.; S_8 31,0–29,0 м.д.; S_{12} 127,9–127,6 м.д.; S_{13} 43,8–43,6 м.д.; S_{17} 34,4–34,1 м.д.; S_{23} 25,0–24,8 м.д. [11]:

$$C_{1,2} = \frac{2 \cdot (S_3 + S_4)}{S_1 + S_2} \quad (7)$$

$$\frac{C_{1,4\text{цис}}}{C_{1,4\text{транс}}} = \frac{S_6 + \frac{S_{13} + S_{17} + S_{23}}{3}}{S_5 + S_7 + S_8 - S_3 - S_4 - \frac{S_{13} + S_{17} + S_{23}}{3}} \quad (8)$$

Дальнейший расчет мольных долей ведется по формулам (9) и (10):

$$C_{1,4\text{цис}} = \frac{(1 - C_{1,2} - C_{\text{примесей}}) \cdot \frac{C_{1,4\text{цис}}}{C_{1,4\text{транс}}}}{\frac{C_{1,4\text{цис}}}{C_{1,4\text{транс}}} + 1} \quad (9)$$

$$C_{1,4\text{транс}} = \frac{1 - C_{1,2} - C_{\text{примесей}}}{\frac{C_{1,4\text{цис}}}{C_{1,4\text{транс}}} + 1} \quad (10)$$

Результаты и обсуждение

В процессе работы подтверждены данные, что для анализа низкомолекулярного бутадиенового каучука (образец 1) целесообразно использовать формулы (1) и (2). Для остальных образцов использование формул (1–6) давало разброс значений до 35% от мольной доли вследствие перекрывания сигналов и субъективности оценки и выбора интервала. Данная проблема решается применением формул (7–10) для определения конфигурационно-изомерного состава.

При расчете концентрации глицидола были проинтегрированы пики в диапазонах 2,7–2,6, 2,9–2,8, 3,3–3,2, 3,6–3,4, 3,8–3,7 м.д. Для расчета содержания ароматических групп были выбраны пики в интервале 8,5–5,9 м.д., кроме пика растворителя (хлороформ, 7,28 м.д.). Результаты определения составов приведены в таблице. Прочерк в таблице обозначает отсутствие компонента.

Заключение

Современные приборы ЯМР достигают точности определения состава веществ порядка 0,1 % (мол.) при соблюдении описанных выше требований, а сам метод анализа уже успешно зарекомендовал себя при изучении тонкой структуры полимерных материалов и

превращениях в различных физико-химических процессах.

В приведенных статьях диапазоны интегрирования и методики подсчета немного различаются, сигналы групп часто перекрываются на спектре, что, несомненно, повышает погрешность вычислений. Однако комбинация данных протонного и углеродного магнитного резонанса, а также статистическая обработка

данных позволяют провести и уточнить необходимые расчеты.

В процессе работы проанализированы каучуки различных марок, установлен их конфигурационно-изомерный состав. Показано, что наиболее точно структура исследуемых промышленных продуктов устанавливается спектроскопией углеродного протонного резонанса, а расчет на основании спектров ПМР позволяет подтвердить полученные данные.

Найденный состав (% мол.) исследованных каучуков по формулам (1,2, 7–10)

Мономерное звено	Номер образца каучука											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1,2-РВ	64,7	20,7	20,5	20,2	21,5	20,6	20,5	19,1	15,8	16,7	18,5	12,6
cis-1,4РВ	23,8 сумм.	18,6	20,7	21,0	21,3	18,6	19,2	23	21,7	21,5	23,6	28,4
trans-1,4РВ		55,4	54,2	52,5	54,6	56,2	48,2	25,2	44,7	47,8	26,6	25,2
Σ 1,4-РВ		74,0	74,9	73,5	75,9	74,8	67,4	48,2	66,6	69,3	50,2	53,6
trans-1,4-PIР	-	-	-	-	-	-	-	5,2	след.	след.	6,1	4,4
cis-1,4-PIР	-	-	-	-	-	-	-	14	8,9	след.	14,5	14,4
Σ 1,4-PIР	-	-	-	-	-	-	-	19,2	8,9	3,9	20,6	18,8
Σ 1,2 и 3,4-PIР	-	-	-	-	-	-	-	5,6	1,4	0,6	4	5,4
Глицидол	-	-	-	-	-	-	-	1,2	2,7	2,6	1,2	1,1
Ароматические соединения	5,8	-	-	-	-	-	-	след.	след.	3,5	1,8	след.
Сумма	94,3	94,7	95,4	93,7	97,4	95,4	87,9	93,3	95,4	96,6	96,4	91,5
Разница (примеси)	5,7	5,3	4,6	6,4	2,6	4,6	12,1	6,7	4,6	3,4	3,6	8,5

Список литературы

1. Смирнов Л.П. ЯМР-исследование структуры сетчатых полимеров // Высокомолекулярные соединения. 2000. Т. 42, № 10. С. 1775–1792.
2. Koshut W.J., Arnold A.M., et al. Teaching polymer theory through the living polymerization and characterization of poly (methylmethacrylate) and poly(butylmethacrylate) homo- and copolymers // Journal of Chemical Education. 2019. Vol. 96, № 5. P. 895–904.
3. Siolek M., Henzel N., Matlengiewicz M. Microstructure study of poly (isobutyl acrylate) and poly(sec-butyl acrylate) by incremental analysis of ^{13}C NMR spectra // Journal of Polymer Research. 2016. Vol. 23, № 4. P. 67.
4. Kong L., Jiang B. Free radical branching homopolymerization of asymmetrical divinyl monomers in isopropyl alcohol // Polymer. 2018. Vol. 151. P. 316–324.
5. Mochizuki S., Ogiwara N., Takayanagi M., et al. Sequence-regulated copolymerization based on periodic covalent positioning of monomers along one-dimensional nanochannels // Nature Communications. 2019. Vol. 9. P. 329.

6. Sangroniz A., Zhu J-B., et al. Packaging materials with desired mechanical and barrier properties and full chemical recyclability // *Nature Communications*. 2019. Vol. 10. P. 3559.
7. Махиянов Н. Определение конфигурационно-изомерного состава полибутадиенов с помощью спектроскопии ЯМР на ядрах ^1H и ^{13}C // *Высокомолекулярные соединения. Серия А*. 2012. Т. 54, № 2. С. 1–13.
8. Розенцвет В.А., Хачатуров А.С., Иванова В.П. Строение фрагментов цепи полипептилена по спектрам ЯМР ^{13}C высокого разрешения // *Высокомолекулярные соединения. Серия А*. 2006. № 6. С. 939–944.
9. Махиянов Н. Характеристика нарушений регулярности в макромолекулах каучуков по данным спектроскопии ЯМР ^{13}C : полибутадиены с высоким содержанием цис 1,4 звеньев // *Каучук и резина*. 2012. № 6. С. 2–8.
10. Хачатуров А.С., Иванова В.П., Подкорытов И.С., Осетрова Л.В. Отнесение линий ЯМР ^{13}C алифатических атомов углерода полибутадиена // *Высокомолекулярные соединения. Серия А*. 1998. № 6. С. 964–969.
11. Махиянов Н. Микроструктура бутадиеновых каучуков с высоким содержанием цис-1,4-звеньев по данным ЯМР ^{13}C : количественные соотношения // *Каучук и резина*. 2014. № 6. С. 8–11.
12. Горячева О.С., Куликов М.В., Минеева Н.С., Туров Б.С. Структура и свойства эпоксицированных олигодиенов различного строения // *Химия и химическая технология*. 2008. Т. 51, № 8. С. 49–51.
13. Хакимуллин Ю.Н., Минкин В.С., Суханов П.П., Игнашина Т.В., Суханов А.П. Тиоэпоксидные герметизирующие композиции. Сообщение 3. Анализ структуры и состава сополимерных с олигоэпоксидом тиоколов методом ЯМР спектроскопии // *Вестник технологического университета*. 2016. Т. 19, № 12. С. 31–33.
14. Кузнецова О.Н., Архиреев В.П., Саханова А.К. Исследование отверждения терморективных смол методом ПМР-спектроскопии // *Вестник Казанского технологического университета*. 2010. № 11. С. 137–141.
15. Махиянов Н. Микроструктура промышленных бутадиеновых каучуков по данным спектроскопии ЯМР и ДСК // *Каучук и резина*. 2009. № 6. С. 4–6.
16. Кондрасенко А.А., Лундин А.Г., Фалалеев О.В. Анализ формы линии поглощения ПМР бутадиеннитрильных каучуков в высокоэластичном состоянии // *Известия вузов. Химия и химическая технология*. 2006. Т. 49, № 12. С. 42–44.
17. Машуков В.И., Мاستушкина И.В., Максимова Н.В., Максимов Д.А., Казаков Ю.М., Егоров А.В. Исследование состава бутадиен-нитрильных каучуков методами ЯМР, ИК-спектроскопии и дифференциальной сканирующей калориметрии // *Каучук и резина*. 2010. № 1. С. 18–21.
18. Kwan E.E, Huang S.G. Structural Elucidation with NMR Spectroscopy: Practical Strategies for Organic Chemists // *European Journal of Organic Chemistry*. 2008. Vol. 16. P. 2671–2688.
19. Bharti S. K., Roy R. Quantitative ^1H NMR spectroscopy // *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2012. Vol. 35. P. 5–26.
20. Махиянов Н., Ахметов И.Г., Бурганов Р.Т. Особенности молекулярной структуры полибутадиенов, полученных с помощью ли-

тийсодержащей иницирующей системы // Высокомолекулярные соединения. Серия А. 2010. Т. 52, № 6. С. 926–933.

21. Махиянов Н. Определение конфигурационно-изомерного состава полибутадиенов с помощью спектроскопии ЯМР на ядрах ^1H и ^{13}C // Высокомолекулярные соединения. Серия А. 2012. Т. 54, № 2. С. 195–207.
22. Brandolini A.J., Hills D.D. NMR spectra of polymers and polymer additives. New York. 2000. 634 p.
23. Машуков В.И., Мاستушкина И.В., Максимов Д.А., Казаков Ю.М., Егоров А.В. Анализ микроструктуры бутадиен-нитрильных каучуков методами ^1H и ^{13}C ЯМР-спектроскопии // Известия Томского политехнического университета. 2010. Т. 316, № 3. С. 106–108.
24. Орлов А.С., Киселев С.А., Киселева Е.А., Будеева А.В., Машуков В.И. Определение состава бутадиен-стирольных каучуков методом ИК спектроскопии НПВО // Журнал прикладной спектроскопии. 2013. Т. 80, № 1. С. 51–57.
25. Давлетбаев Р.Р., Махиянов Н. Определение молекулярных характеристик цис-бутадиеновых каучуков с помощью спектроскопии ЯМР // Вестник СПбГУ. Сер. 4. 2016. Т. 3, № 2. № 61. С. 164–170.

References

1. Smirnov, L.P. (2000) “NMR study of the structure of cross-linked polymers”, *Polymer Sciences*. vol. 42, no. 10, pp. 1775–1792 (in Russian).
2. Koshut, W.J. and Arnold A.M. (2019) “Teaching polymer theory through the living polymerization and characterization of poly (methyl-methacrylate) and poly(butyl-methacrylate) homo- and copolymers”, *Journal of Chemical Education*, vol. 96, no 5, pp. 895–904.
3. Siolek, M., Henzel, N. and Matlengiewicz, M. (2016) “Microstructure study of poly (isobutyl acrylate) and poly(sec-butyl acrylate) by incremental analysis of ^{13}C NMR spectra”, *Journal of Polymer Research*, vol. 23, no 4, pp. 67.
4. Kong, L. and Jiang, B. (2018) “Free radical branching homopolymerization of asymmetrical divinyl monomers in isopropyl alcohol”, *Polymer*, vol. 151, pp. 316–324.
5. Mochizuki, S., Ogiwara, N. and Takayanagi, M. (2019) “Sequence-regulated copolymerization based on periodic covalent positioning of monomers along one-dimensional nanochannels”, *Nature Communications*, vol. 9, pp. 329.
6. Sangroniz, A. and Zhu, J-B. (2019) “Packaging materials with desired mechanical and barrier properties and full chemical recyclability”, *Nature Communications*, vol. 10, pp. 3559.
7. Makhiyanov, N. (2012) “Determination of the configuration-isomeric composition of polybutadienes using ^1H and ^{13}C NMR spectroscopy”, *Polymer Science. Series A*, vol. 54, no. 2. pp. 1–13 (in Russian).
8. Rozentsvet, V.A., Khachaturov, A.S., Ivanova, V.P. (2006) “The structure of polypiperylene chain fragments according to high-resolution ^{13}C NMR spectra”, *Polymer Science. Series A*, no. 6, pp. 939–944 (in Russian).
9. Makhiyanov, N. (2012) “Characterization of irregularities in rubber macromolecules according to ^{13}C NMR spectroscopy: polybutadienes with a high content of cis-1,4 units”, *International Polymer Science and Technology*, no. 6, pp. 2–8 (in Russian).
10. Khachaturov, A.S., Ivanova, V.P., Podkorytov, I.S. and Osetrova, L.V. (1998) “Assignment of

- 13C NMR lines of aliphatic carbon atoms of polybutadiene”, *Polymer Science. Series A*, no. 6, pp. 964–969 (in Russian).
11. Makhiyanov, N. (2014) “Microstructure of butadiene rubbers with a high content of cis-1,4-links according to 13C NMR data: quantitative ratios”, *International Polymer Science and Technology*, no. 6, pp. 8–11 (in Russian).
12. Goryacheva, O. S., Kulikov, M. V., Mineeva, N. S. and Turov, B. S. (2008) Struktura i svoystva epoksidirovannykh oligodienov razlichnogo stroeniya [Structure and properties of epoxidized oligodienes of various structures], *Himiya i himicheskaya tekhnologiya*, vol. 51, no 8, pp. 49–51 (in Russian).
13. Hakimullin, Yu. N., Minkin, V. S., Suhanov, P. P., Ignashina, T. V. and Suhanov, A. P. (2016) Tioepoksidnye germetiziruyushchie kompozicii. Soobshchenie 3. Analiz struktury i sostava sopolimernykh s oligoepoksidom tiokolov metodom NMR spektroskopii [Thioepoxy sealing compositions. Communication 3. Analysis of the structure and composition of thiols copolymer with oligo-epoxide by NMR spectroscopy], *Vestnik tekhnologicheskogo universiteta*, vol. 19, no. 12, pp. 3–33 (in Russian).
14. Kuznecova, O. N., Arhireev, V. P. and Sahapova, A. K. (2010) Issledovanie otverzhdeniya termoreaktivnykh smol metodom PMR-spektroskopii [Investigation of the curing of thermosetting resins by the method of PMR spectroscopy], *Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta*, no. 11, pp. 137–141 (in Russian).
15. Makhiyanov, N. (2009) “Microstructure of industrial butadiene rubbers according to NMR and DSC spectroscopy data”, *International Polymer Science and Technology*, no. 6, pp. 46 (in Russian).
16. Kondrasenko, A. A., Lundin, A. G. and Falaleev, O. V. (2006) “Analysis of the shape of the PMR absorption line of nitrile butadiene rubbers in a highly elastic state”, *The Journal ChemChemTech*, vol. 49, no 12, pp. 42–44 (in Russian).
17. Mashukov, V.I., Mastushkina, I.V., Maksimova, N.V., Maksimov, D.A., Kazakov, Yu.M. and Egorov, A.V. (2010) “Investigation of the composition of nitrile butadiene rubbers by NMR, IR spectroscopy and differential scanning calorimetry”, *International Polymer Science and Technology*, no. 1, pp. 18–21 (in Russian).
18. Kwan, E.E and Huang, S.G. (2008) “Structural Elucidation with NMR Spectroscopy: Practical Strategies for Organic Chemists”, *European journal of organic chemistry*, vol. 16, pp. 2671–2688.
19. Bharti, S.K. and Roy, R. (2012) “Quantitative 1H NMR spectroscopy”, *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, vol. 35, pp. 5–26.
20. Makhiyanov, N., Akhmetov, I.G. and Burganov, R.T. (2010) “Features of the molecular structure of polybutadienes obtained using a lithium-containing initiating system”, *Polymer Science. Series A*, vol. 52, no. 6, pp. 926–933 (in Russian).
21. Makhiyanov, N. (2012) “Determination of the configuration-isomeric composition of polybutadienes using 1H and 13C NMR spectroscopy”, *Polymer Science. Series A*, vol. 54, no. 2, pp. 195–207 (in Russian).
22. Brandolini A.J. and Hills D.D. (2000) *NMR spectra of polymers and polymer additives*. New York.

23. Mashukov, V.I., Mastushkina, I.V., Maksimov, D.A., Kazakov, Yu.M. and Egorov, A.V. (2010) "Analysis of the microstructure of nitrile butadiene rubbers by ^1H and ^{13}C NMR spectroscopy", *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University*, vol. 316, no. 3, pp. 106–108 (in Russian).
24. Orlov, A.S., Kiselev, S.A., Kiseleva, E.A., Budeeva, A.V. and Mashukov, V.I. (2013) "Determination of the composition of styrene-butadiene rubbers by ATR IR spectroscopy", *Journal of Applied Spectroscopy*, vol. 80, no. 1, pp. 51–57 (in Russian).
25. Davletbaev, R.R. and Mahiyarov, N. (2016) "Opredelenie molekulyarnykh karakteristik cis-butadienovykh kauchukov s pomoshch'yu spektroskopii NMR [Determination of molecular characteristics of cis-butadiene rubbers using NMR spectroscopy]", *Vestnik SPbGU, Ser. 4. Is. 2.* vol. 3, no 61, pp. 164–170 (in Russian).

Об авторах

Марина Павловна Красновских,
заведующий лабораторией термического анализа, кафедра неорганической химии, химической технологии и техносферной безопасности, Пермский государственный национальный исследовательский университет
614990, г. Пермь, ул. Букирева, 15.
krasnovskih@yandex.ru

Андрей Витальевич Ширинкин,
студент, химический факультет, Пермский государственный национальный исследовательский университет
614990, г. Пермь, ул. Букирева, 15.
mig@psu.ru

Иван Геннадьевич Мокрушин,
кандидат химических наук,
доцент, кафедра неорганической химии, химической технологии и техносферной безопасности, Пермский государственный национальный исследовательский университет
614990, г. Пермь, ул. Букирева, 15.
mig@psu.ru

About the authors

Marina P. Krasnovskikh,
Head of laboratory of thermal analysis, Department of Inorganic Chemistry, Chemical Technology and Technosphere Security, Perm State University
15, Bukireva st., Perm, Russia, 614990.
krasnovskih@yandex.ru

Andrey V. Shirinkin,
Student, Chemistry Faculty, Perm State University
15, Bukireva st., Perm, Russia, 614990.
mig@psu.ru

Ivan G. Mokrushin,
Candidate of Chemical Sciences, Associate professor, Department of Inorganic Chemistry, Chemical Technology and Technosphere Security Perm State University
15, Bukireva st., Perm, Russia, 614990.
mig@psu.ru

Информация для цитирования:

Красновских М.П., Ширинкин А.В., Мокрушин И.Г. Конфигурационно-изомерный состав каучуков: определение методом спектроскопии ЯМР ^1H и ^{13}C // Вестник Пермского университета. Серия «Химия». 2021. Т. 11, вып. 3. С. 193–201. DOI: 10.17072/2223-1838-2021-3-193-201.

Krasnovskikh M.P., Shirinkin A.V., Mokrushin I.G. *Konfiguratsionno-izomernyy sostav kauchukov: opredeleniye metodom spektroskopii YAMR ^1H i ^{13}C* [Configuration and isomeric composition of rubbers: determination by ^1H and ^{13}C NMR spectroscopy], *Bulletin of Perm University. Chemistry*. 2021, vol. 11, no. 3, pp. 193–201. (In Russ.). DOI: 10.17072/2223-1838-2021-3-193-201.