

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**  
**БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ**  
**ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ**

**Кафедра высокомолекулярных соединений**

**ЕДЧИК  
Александра Викторовна**

**ИЗУЧЕНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ФОСФОРИЛИРОВАНИЯ ПУЛЛУ-  
ЛАНА В СИСТЕМЕ ТРИБУТИЛФОСФАТ – ФОСФОРНАЯ КИСЛОТА –  
ОКСИД ФОСФОРА (V) – ХЛОРОФОРМ**

**Дипломная работа**

**Научный руководитель:  
младший научный сотрудник  
НИИ ФХП БГУ, В.Э. Огородников**

**Допущена к защите**

**«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2024 г.**

**Зав. кафедрой высокомолекулярных соединений  
доктор химических наук, профессор С.В. Костюк**

**Минск, 2024**

## РЕФЕРАТ

Дипломная работа состоит из 52 страниц, в том числе 10 рисунков, 1 таблицы, 27 использованных источников.

Тема: «Изучение закономерностей фосфорилирования пуллулана в системе трибутилфосфат – фосфорная кислота – оксид фосфора (V) – хлороформ».

Перечень ключевых слов: ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ, ПОЛИМЕРЫ, ФОСФОРИЛИРОВАНИЕ, ПОЛИСАХАРИДЫ, ПУЛЛУЛАН, ГИДРОГЕЛИ, СТЕПЕНЬ НАБУХАНИЯ, ВОДОРАСТВОРИМЫЕ ФОРМЫ.

Объект исследования – гидрогели и водорастворимые формы фосфатов пуллулана, полученные в системе трибутилфосфат – фосфорная кислота – оксид фосфора – хлороформ.

Методы исследования: ИК-спектроскопия (подтверждение введения в структуру пуллулана фосфорнокислых групп), ЯМР-спектроскопия (определение структуры образуемых полифосфатов), сканирующая электронная микроскопия (определение морфологии образуемых фосфатов пуллулана), метод Мёрфи и Райли в совокупности со спектрофотометрией (определение содержания фосфора в образцах), высокоэффективная жидкостная хроматография (гель-проникающая, определение молекулярной массы водорастворимых образцов), определение степени набухания посредством определения масс в высушенном и набухшем состояниях, определение влажности через массы в высушенном и влажном состоянии.

Проведён синтез ряда образцов в системе трибутилфосфат – фосфорная кислота – оксид фосфора – хлороформ при различных соотношениях реагентов, а именно ГПЗ:  $TBP: H_3PO_4: P_2O_5 = 1:(2 \div 5):(6 \div 21):(6 \div 15)$  в течение 2-48 часов. С использованием спектральных методов подтверждено введение в структуру полимера фосфорнокислых групп. Для всех образцов были определены основные параметры: содержание фосфора, степень набухания, молекулярная масса. На основании полученных результатов было определено влияние содержания каждого из компонентов фосфорилирующей смеси, а также продолжительности синтеза на свойства получаемых образцов. В результате модификации происходит образование как водорастворимых, так и гелеобразующих форм. Посредством варьирования параметров синтеза можно добиться получения образцов с желаемыми характеристиками.

## РЭФЕРАТ

Дыпломная праца складаецца з 52 старонак, у тым ліку 10 малюнкаў, 1 табліцы, 27 скарыстанных крыніц.

Тэма: «Вывучэнне заканамернасцяў фасфаралявання пулулану ў сістэме трывутылфасфат – фосфарная кіслата – аксід фосфару (V) – хлараформ».

Пералік ключавых слоў: ВЫСОКАМАЛЕКУЛЯРНЫЯ ЗЛУЧЭННІ, ПАЛАМЕРЫ, ФАСФАРАЛЯВАННЕ, ПОЛІЦУКРЫДЫ, ПУЛУЛАН, ГІДРАГЕЛІ, СТУПЕНЬ НАБРАКАННЯ, ВОДАРАСТВАРАЛЬНЫЯ ФОРМЫ.

Аб'ект даследавання – гідрагелі і водарастваральныя формы фасфатаў пулулану, атрыманыя ў сістэме трывутылфасфат – фосфарная кіслата – аксід фосфару (V) – хлараформ

Метады даследавання: ІЧ-спектраскопія (пацвярджэнне ўвядзення ў структуру пулулану фасфатных групп), ЯМР-спектраскопія (вызначэнне структуры ўтвораных поліфасфатаў), сканавальная электронная мікраскопія (вызначэнне марфалогіі ўтвораных фасфатаў пулулану), метад Мерфі і Райлі ў спалучэнні з спектрафотаметрыяй (вызначэнне колькасана га зместу фосфару), высокаэфектыўная вадкасная храматаграфія (гель-пранікальная, вызначэнне малекулярнай масы водарастваральных узоруў), вызначэнне ступені набракання пасродкам вызначэння мас у высушаным і набраклым станах, вызначэнне вільготнасці праз масы ў высушаным і вільготным станах.

Праведзены сінтэз шэрагу узораў у сістэме трывутылфасфат – фосфарная кіслата – аксід фосфару – хлараформ пры розных суадносінах рэагентаў: ГПЗ:  $TBP: H_3PO_4: P_2O_5 = 1: (2 \div 5): (6 \div 21): (6 \div 15)$  на працягу 2-48 гадзін. З выкарыстаннем спектральных метадаў было пацверджана ўвядзенне ў структуру пулулану фасфатных групп. Для ўсіх узораў былі вызначаны асноўныя параметры: колькасны змест фосфару, малекулярная маса, ступень набракання. Па атрыманых дадзеных быў вызначаны ўплыў кожнага з кампанентаў і часу рэакцыі на ўласцівасці атрыманых узоруў. У выніку мадыфікацыі адбываеца атрыманне як гелеўтваральных, так і водарастваральных формаў. Праз змену параметраў сінтэзу магчыма атрымаць рэчывы з жаданымі ўласцівасцямі.

## ABSTRACT

This thesis consists of 52 pages, including 10 figures, 1 table and 27 sources have been used.

Subject: «Study of patterns of phosphorylation of pullulan with the system tributyl phosphate – phosphoric acid – phosphorus oxide (V) – chloroform”.

Key words: HIGH MOLECULAR WEIGHT COMPOUNDS, POLYMERS, PHOSPHORYLATION, POLYSACCHARIDES, PULLULAN, HYDROGELS, SWELLING DEGREE, WATER-SOLUBLE FORMS.

The subject of this study were hydrogels and water-soluble forms of pullulan phosphates which were obtained with the use of tributyl phosphate – phosphoric acid– phosphorus oxide (V) – chloroform system.

Investigation methods: IR-spectroscopy (for confirmation of the introduction of phosphate groups into the structure of pullulan), NMR-spectroscopy (structure definition of polyphosphates), scanning electron microscopy (morphology study), Murphy and Riley method with spectrophotometry (quantitative analysis of phosphorus content), high pressure liquid chromatography (gel permeation chromatography, molecular weight definition of water-soluble forms), swelling degree determination by weighing of dried and swelled forms of pullulan phosphates, determination of moisture content by weighing wet and dry substance.

The synthesis of different samples with the use of tributyl phosphate – phosphoric acid – phosphorus oxide (V) – chloroform system was conducted. The investigated ratios were  $Pul:TBP:H_3PO_4:P_2O_5 = 1:(2 \div 5):(6 \div 21):(6 \div 15)$  with duration of synthesis from 2 to 48 hours. The introduction of phosphate groups was confirmed by spectral methods. For all of the samples the key characteristics were studied. These parameters are phosphorus content, molecular weight, swelling degree. Based on the obtained data the content influence of each reagent and synthesis duration on sample properties was estimated. During the modification can be produced gel forms or water-soluble forms. With varying synthesis parameters any set of sample properties may be obtained.