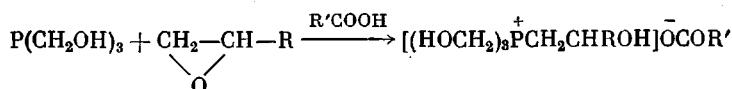


**СИНТЕЗ ЧЕТВЕРТИЧНОЙ
ТРИОКСИМЕТИЛ-2-ОКСИЭТИЛФОСФОНИЕВОЙ СОЛИ
МОНОКАРБОКСИЛЦЕЛЛЮЛОЗЫ**

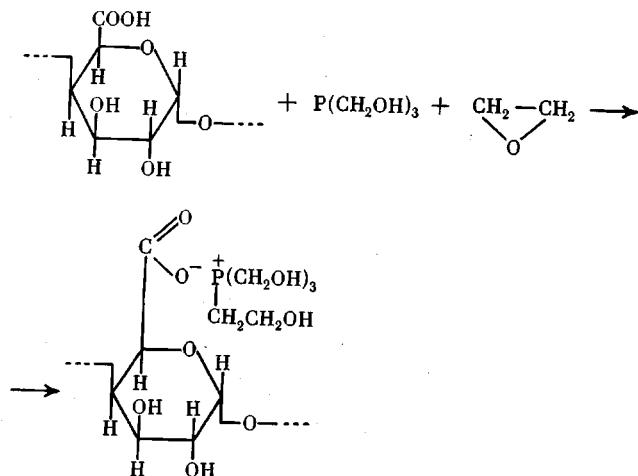
Хардин А. П., Тужиков О. И., Лемасов А. И.

Получение фосфорсодержащих производных целлюлозы имеет большое практическое значение, так как введение фосфора в макромолекулу целлюлозы сопровождается увеличением огнестойкости. Интересные перспективы открываются при получении водорастворимых производных целлюлозы с большим содержанием химически связанного фосфора и высокой молекулярной массой, так как на их основе можно формовать пленки и волокна без использования органических растворителей.

Известна [1–5] возможность фосфорилирования карбоновых кислот и карбоксилсодержащих полимеров под воздействием триоксиметилфосфина и окисей алкиленов при 50–100°. Карбоновые кислоты взаимодействуют при этом в соответствии со схемой



Нами была исследована возможность получения четвертичной триоксиметил-2-оксиэтилфосфониевой соли монокарбоксилцеллюлозы при взаимодействии триоксиметилфосфина и окиси этилена с монокарбоксилцеллюлозой по схеме



По этой схеме можно получать четвертичные фосфониевые соли монокарбоксилцеллюлозы с необходимым содержанием химически связанного фосфора, количество которого зависело от содержания карбоксильных групп в монокарбоксилцеллюлозе.

Четвертичная триоксиметил-2-оксиэтилфосфониевая соль монокарбоксилцеллюлозы с содержанием фосфора от 3,5% и выше хорошо растворима в воде. Из водного раствора она легко осаждается ацетоном или спиртами: метиловым, этиловым, пропиловым и изопропиловым.

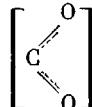
Пленки, отлитые из их водных растворов, обладают огнестойкостью, прозрачностью и хорошо окрашиваются красителями для целлюлозы. Огнен-

стойкость полученных пленок оценивали по показателю кислородного индекса, который в зависимости от содержания фосфора изменялся от 22 до 31.

Исследования вязкости водных растворов полученной фосфониевой соли показали, что она является полиэлектролитом (зависимости приведенной вязкости от концентрации представляют собой кривые, характерные для полиэлектролитов). Поэтому измерения характеристических вязкостей проводили с добавками низкомолекулярных электролитов, например NaCl.

Идентификацию полученного соединения проводили ИК-спектральным анализом. Были сняты спектры исходной монокарбоксилцеплюлозы, фосфониевой соли монокарбоксилцеплюлозы в таблетках с бромистым калием и спектр пленки, отлитой на стекле из водного раствора фосфониевой соли монокарбоксилцеплюлозы. Спектры фосфониевой соли монокарбоксилцеплюлозы, снятые с КBr, и спектры пленки идентичны. В них можно отметить резкое уменьшение полосы в области 1740 см^{-1} , характерной для группы C=O [6], и одновременное появление новых полос в области 1590 и 1420 см^{-1} , отнесенных к асимметричным и симметричным валент-

ным колебаниям карбоксилатного иона



[7]. В спектрах фос-

фониевой соли монокарбоксилцеплюлозы наблюдалось появление полосы поглощения в области 900 см^{-1} , которая отсутствовала в спектре исходной монокарбоксилцеплюлозы. Эта полоса была отнесена к маятниковым колебаниям групп CH_2 и является подтверждением изменений, происходящих у шестого углеродного атома.

В трехгорлый реактор, снабженный мешалкой, термометром и обратным ходильником, загружали 3,3 г монокарбоксилцеплюлозы (содержание карбоксильных групп 15%). Затем приливали раствор 1 г (0,023 моля) окиси этилена в 40 мл воды и раствор 2,8 г (0,023 моля) триоксиметилфосфина в 40 мл воды. Перемешивали 2 часа при 20–40° до полного растворения полученного продукта. Осаждение вели в ацетон или в спирты и промывали несколько раз спиртом. Сушили при комнатной температуре до постоянной массы. Содержание химически связанного фосфора в полученном полимере составляло 4,6%. При вынесении из пламени горелки полимер не горел. Показатель кислородного индекса – 31,1%.

Волгоградский политехнический
институт

Поступила в редакцию
14 VIII 1978

ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. ФРГ 1042583, 1959; РЖХим, 1960, 81986П.
2. Е. Г. Гейтер, М. И. Кабачник, Успехи химии, 31, 285, 1962.
3. Пат. США 2830964, 1958; РЖХим, 1960, 59556П.
4. А. П. Хардин, О. И. Тужиков, В. Е. Ляпичев, Авт. свид. 455129, 1972; Бюлл. изобретений, 1974, № 8.
5. А. П. Хардин, О. И. Тужиков, В. Е. Ляпичев, В. П. Медведев, Химия и технология элементоорганических соединений и полимеров, Казань, 1977, вып. 6, стр. 28.
6. Б. И. Степанов, Р. Г. Жбанков, Заводск. лаб., 29, 696, 1963.
7. И. Н. Ермоленко, Спектроскопия в химии окисленных целлюлоз, Изд-во АН БССР, 1959.