

УДК 541.64:543.422.23:547.482.82

ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЗВЕНЬЕВ АЦЕТАТОВ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ МЕТОДОМ ЯМР-СПЕКТРОСКОПИИ

Усманов Т. И., Сулейманова Р. Т., Каримова У. Г., Таипулатов Ю. Т.

Методом ЯМР-спектроскопии исследовано распределение звеньев в диацетатах целлюлозы. Для получения количественной информации о распределении заместителей в полимере применен метод дейтерирования свободных гидроксильных групп, что позволило описать расположение ацетатных групп у 2,3,6-углеродных атомов. Методом ЯМР ^{13}C исследованы ацетаты целлюлозы, октаацетат α -целлюбиозы и пентаацетат α -D-глюкозы. Дано отнесение сигналов в спектрах изученных соединений к резонансу конкретных ядер углерода.

Проблемы влияния параметров распределения звеньев и композиционной неоднородности на комплекс физических и химических свойств полимеров заслуживают пристального внимания исследователей [1–3]. Как известно, производные целлюлозы, имеющие промежуточные степени замещения β , являются химически неоднородными и характеризуются различным распределением заместителей как в D-глюкоциранозном звене, так и между звеньями вдоль цепи. Эти различия объясняются разной реакционной способностью гидроксильных групп в положениях C-2, C-3, C-6, а также различной доступностью этих гидроксильных групп для атаки реагентом, определяемой морфологической структурой целлюлозы.

На протяжении многих лет для изучения распределения звеньев в производных целлюлозы использовались различные виды хроматографии: бумажная, колоночная, газовая, ионообменная и т. д. [4–7]. Однако применение этих методов сопряжено с определенными трудностями — громоздкостью определения и синтеза, значительными затратами времени. В связи с этим в последние годы для изучения распределения звеньев в углеводах и полисахаридах все шире применяются методы ЯМР-спектроскопии как в растворе, так и в твердой фазе [8–24].

Цель настоящей работы — исследование распределения звеньев в ацетатах целлюлозы методами ЯМР и ЯМР ^{13}C спектроскопии.

Объектами исследования в работе служили промышленные образцы трех типов диацетатов целлюлозы (ДАЦ), полученные при различных режимах омыления — ДАЦ-I, ДАЦ-II, ДАЦ-III с примерно одинаковыми степенями замещения (т. е. числом замещенных групп OH в одном элементарном звене макромолекулы целлюлозы) 2,40, отличающиеся качественными показателями прядильных растворов (фильтруемость, количество макроскопических гель-частиц, распределение ацетатных групп и т. д.), 2,3-ди-O-ацетат целлюлозы (2,3-ДАЦ) с $\beta=1,90$, триацетат целлюлозы (ТАЦ) с $M_n=11 \cdot 10^4$ и $\beta=2,90$ и их олигомеры.

Синтез 2,3-ДАЦ проводили по методике [25] ацетилированием 6-O-тритицеллюлозы насыщенным раствором ацетата натрия в смеси уксусного ангидрида и уксусной кислоты (9 : 1) при 135° с последующим дегидратированием 6-O-тритиц-2,3-ди-O-ацетат целлюлозы действием НВг в ледяной уксусной кислоте и сухом CHCl_3 .

Октаацетат α -целлюбиозы (ОАЦ) и пентаацетат α -D-глюкозы (ПАГ) синтезировали по методике [26] путем ацилирования α -целлюбиозы и α -D-глюкозы. Синтезированные образцы имели т. пл. 222 и 112° соответственно, что хорошо согласуется с литературными данными [27]. ДАЦ подвергались реакции дейтерирования хлористым ацетилом-D₃ (степень дейтерирования 98%, т. кип. 51° , $n_D^{20} 1,3895$) при 45° . Глубину реакции ацилирования контролировали ИК-спектроскопически по уменьшению интенсивности валентных колебаний гидроксильных групп в области 3400–3600 cm^{-1} . Полное замещение гидроксильных групп наблюдалось за 92 ч. ИК-спектры записывали на спектрометре UR-20 в таблетках с КBr. ЯМР-спектры ТАЦ, дейтерированных ДАЦ регистрировали на приборе «XL-100-15 Вариан», на частоте

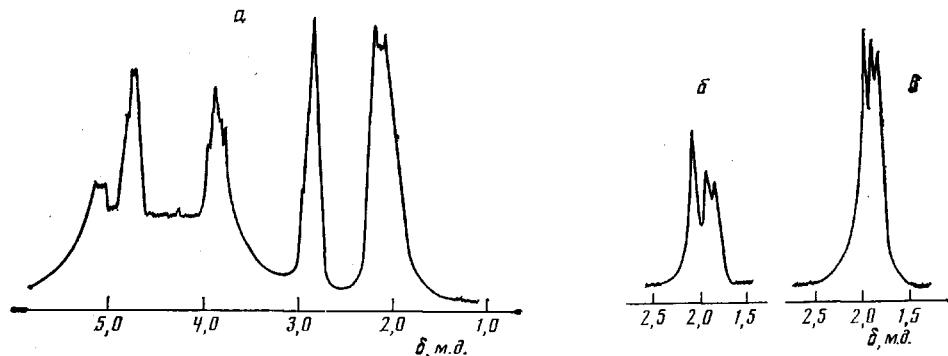


Рис. 1. ПМР-спектр ДАЦ в ацетоне- D_6 (а) и дейтерированных ДАЦ (б) и ТАЦ (с)
в области ацетильных групп в растворе метиленхлорида

100 МГц, в 7%-ном растворе хлористого метилена при 25°, в качестве внешнего стандарта использовали гексаметилдисилоксан (ГМДС). Спектры ЯМР ^{13}C ТАЦ, ОАЦ, ПАГ и ДАЦ регистрировали на том же спектрометре (частота для ядер ^{13}C – 25,2 МГц), в режиме развязки от протонов $^{13}\text{C}\{\text{H}\}$ с использованием техники фурье-преобразования. Концентрация растворов ТАЦ в смеси хлористый метилен – ацетон- D_6 и ДАЦ, ОАЦ, ПАГ в ацетоне- D_6 составила 150–200 мг/мл, хим. сдвиги ЯМР ^{13}C сигналов отсчитывали относительно центрального сигнала ядер ^{13}C метильных групп ацетона- D_6 и приводили в δ -шкалу относительно тетраметилсилина (TMC) по формуле $\delta = \delta' + 29,1$ м. д., где δ' – хим. сдвиги ядер ^{13}C исследуемого образца относительно ацетона- D_6 , м. д.; 29,1 – хим. сдвиг ацетона- D_6 , относительно TMC, м. д.

ПМР-спектры ацетатов целлюлозы. На рис. 1, а представлен ПМР-спектр высокого разрешения ДАЦ в широком диапазоне частот. Обзорный ПМР-спектр ДАЦ состоит из трех областей: область ацетильных групп с $\delta = 1,8\text{--}2,2$ м. д.; область гидроксильных групп $\delta = 2,9$ м. д.; область, характерная для карбинольных групп $\delta = 3,7\text{--}5,0$ м. д. Количественное распределение ацетильных групп из ПМР-спектра ДАЦ может быть рассчитано по отношению площадей сигналов OH-групп и по отношению площадей сигналов протонов ацетильных групп. Однако из-за большой скорости обмена протонов гидроксильных групп в производных целлюлозы и наличия в них межмолекулярных водородных связей регистрация сигналов отдельных групп OH у C-2, C-3, C-6 не представляется возможной. В результате в спектре ПМР наблюдается широкий одиночный сигнал при $\delta = 2,9$ м. д., присущий всем типам OH-групп ДАЦ. Получение информации о расположении заместителей в области ацетильных групп также затруднено в результате того, что ДАЦ представляет собой сополимер целлюлозы с ацетатом целлюлозы, содержащий восемь различных типов элементарных звеньев N_0 , N_2 , N_3 , N_6 , $N_{2,3}$, $N_{3,6}$, $N_{6,2}$, $N_{2,3,6}$, где N_0 – неацилированные звенья, $N_i = N_2$, N_3 , N_6 – монозамещенные звенья с ацетатной группой у C-2, C-3 и C-6 атомов; $N_{ij} = N_{2,3}$, $N_{2,6}$, $N_{3,6}$ – звенья с двумя ацетатными группами у C-2, 3; C-2, 6; C-3, 6 – атомов соответственно ($i \neq j$); $N_{2,3,6}$ – полностью ацилированные звенья. Эти звенья могут содержать 12 неэквивалентных ацетильных групп, отличающихся друг от друга по магнитным характеристикам. В спектре ПМР они дают 12 близко расположенных и перекрывающих друг друга сигналов, и даже применение спектрометров, работающих на сверхвысоких частотах, не дает обнадеживающих результатов в обнаружении этих сигналов и полного разрешения ПМР-спектра [9].

Следовательно, для получения количественных данных из ПМР-спектра высокого разрешения о распределении ацетильных групп в элементарном звене макромолекулы целлюлозы необходимо разработать подходы, позволяющие получить информацию о расположении звеньев. Для преодоления этой трудности авторы работ [12, 13] применили реакцию этерификации дейтерированным уксусным ангидридом- D_6 и дейтерированным хлористым ацетилом- D_3 ацилированных α -D-глюкопиранозидов. Используя методику [13], была проведена реакция этерификации исследуемых ДАЦ хлористым ацетилом- D_3 с целью получения количественных

Таблица 1

**Распределение ацетильных групп в D-глюкопиранозных звеньях
диацетатов целлюлозы**

Ацетат целлюлозы	Количество замещенных ацетильных групп на одно элементарное звено			
	общее	C-6	C-3	C-2
ДАЦ-I	2,40	0,87	0,72	0,81
ДАЦ-II	2,40	0,79	0,76	0,84
ДАЦ-III	2,40	0,76	0,77	0,85

данных о расположении ацетильных групп в элементарном звене макромолекулы целлюлозы из ПМР-спектра ДАЦ. Введенные таким путем группы CD_3CO создают такое же окружение, как и обычные ацетильные группы, но в спектре ПМР (в области ацетатных групп) не дают дополнительных сигналов.

Отнесение сигналов, принадлежащих ацетильным группам, расположенным у C-2 и C-3, сделано на основании работы [28], где исследовался ПМР-спектр 2,3-ди-O-ацетата целлюлозы (ацетильные группы расположены строго и 2 и 3 углеродных атомов), а отнесение сигнала, принадлежащего ацетильной группе, у C-6 произведено с учетом работы [13].

Как видно из рис. 1, б, спектр дейтерированного ДАЦ содержит три пика, соответствующих трем ацетильным группам у C-2, C-3 и C-6 атомов с хим. сдвигами $\delta=1,96$; 1,88 и 2,06 м.д. соответственно. Из рис. 1, б, в следует, что ПМР-спектры ДАЦ (дейтерированного) и ТАЦ — в области ацетильных групп идентичны, и каждый пик имеет модифицированную лоренцеву форму линий. Описанный метод дейтерирования в дальнейшем был применен для определения количества ацетильных групп в промышленных образцах ДАЦ путем интегрирования интенсивности резонансных пиков в спектрах ПМР (в области ацетильных групп). Результаты измерений приведены в табл. 1, откуда видно, что исследуемое ДАЦ различается между собой преимущественно расположением ацетильных групп у C-6, что, вероятно, существенно влияет на реологические свойства прядильных растворов [29].

Спектры ЯМР ^{13}C ацетатов целлюлозы и их олигомеров. Метод ЯМР ^{13}C в последнее время оказался эффективным при изучении химического строения, конформации многих моно-, ди-, полисахаридов и их отдельных производных [30–34]. В данной части работы приводятся результаты исследования спектров ЯМР ^{13}C растворов ацетатов целлюлозы, ОАЦ, ПАГ. Число сигналов в спектрах ЯМР ^{13}C исследованных ацетатов при полном шумовом подавлении протонов определяются числом химически неэквивалентных ядер углерода в каждом соединении.

В спектре ЯМР ^{13}C ПАГ (рис. 2, а) присутствуют 13 резонансных линий, характеризующих 16 химически неэквивалентных атомов углерода в полностью замещенном ПАГ. Сигналы в области $\delta=19,8$ и 20,0 м.д., где ожидаются сигналы метильных групп ядер ^{13}C , имеют втрое и вдвое большую интенсивность, чем остальные 11.

Спектр ЯМР ^{13}C ОАЦ (рис. 2, б) имеет довольно сложный характер, так как полностью замещенный ОАЦ содержит 28 химически неэквивалентных атомов углерода. В области хим. сдвигов $\delta=61$ –100 м.д., где ожидаются сигналы углеродных ядер ^{13}C двух пиранозных колец, присутствуют 11 резонансных пиков вместо 12 ожидаемых. Сигнал $\delta=71,6$ м.д. имеет вдвое большую интенсивность и характеризует положение углеродных атомов пиранозного кольца у C-2, C-5, а в области $\delta=167$ –169 м.д., присущей ядрам ^{13}C карбонильных групп, наблюдается присутствие четырех сигналов, характеризующих восемь химически неэквивалентных ядер углеродных атомов карбонильных групп. Сигналы с хим. сдвигами $\delta=20,1$ и 20,2 м.д. относятся к восьми химически неэквивалентным углеродным ядрам ^{13}C метильных группировок.

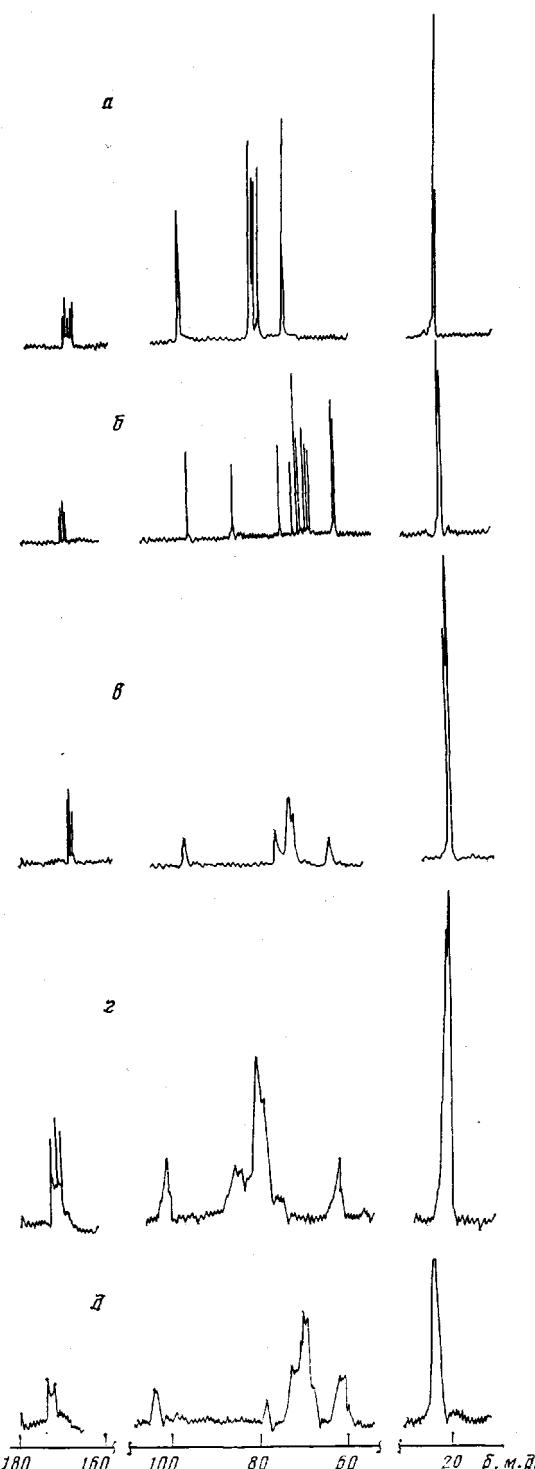


Рис. 2. Спектр ЯМР ^{13}C растворов ПАГ (а), ОАЦ в ацетоне- D_6 (б), ТАЦ в смеси метиленхлорид – ацетон- D_6 (в), ДАЦ в ацетоне- D_6 (г), и 2,3-ДАЦ в пиридине- D_5 (д)

На рис. 2, в приведен спектр ЯМР ^{13}C ТАЦ. Как известно, это стереорегулярный полимер, в котором D -глюкозные остатки (с тремя ацетильными группами у атомов C-2, C-3 и C-6) соединены посредством β -1,4 глюкозидных связей, он содержит 12 неэквивалентных атомов углерода, следовательно, в спектре ЯМР ^{13}C (при полном подавлении спин-спинового взаимодействия ядер ^{13}C с ядрами ^1H) следует ожидать 12 резо-

Положение сигналов ядер углерода ^{13}C в спектрах ЯМР ^{13}C ацетатов

Соединение	Хим. сдвиги,		
	C=O	углеродные	
		1	1'
 ПАГ	167,7 168,1 168,3 168,5 168,9	88,4	
 ОАЦ	167,8 167,9 168,1 168,8	100,3	88,5
 2,3-ДАЦ	169,5 170,3	101,5	
 ДАЦ	168,1 ** 168,5 169,3	100,1	
 ТАЦ	167,6 ** 168,0 168,7	99,5	

* Сигналы ядер углеродных атомов пиранозного кольца, не связанных и связанных с ацетатными группами.

** Сигналы ядер углеродов групп C=O, расположенных у атомов C-3, C-2 и C-6.

Таблица 2

целлюлозы и их модельных аналогов ($R-\overset{\underset{O}{\parallel}}{C}-CH_3$)

М. д.											CH_3
атомы ядер ^{13}C пиранозного кольца											CH_3
2	2'	3	3'	4	4'	5	5'	6	6'		CH_3
69,3		69,4		67,9		69,8		61,5			19,8 20,0
71,6	69,1	72,9	69,6	68,1	75,9	71,6	70,9	61,6	61,5		20,1 20,2
73,6		73,7		76,5		75,1		61,6			21,6
72,6 * 72,2		73,0 * 72,8		76,8		73,1		62,4 * 62,3			20,8 20,3 20,1
71,5		72,05		75,3		72,1		61,6			19,9 20,1

нансных линий. В действительности же, в спектре ЯМР ^{13}C раствора ТАЦ в смеси хлористый метилен — ацетон- D_6 с полным подавлением спин-спинового взаимодействия $^{13}\text{C}-^1\text{H}$ присутствуют 11 сигналов углерода в области 19—169 м. д. (один сигнал в области метильных групп $\delta=19,9$ м. д. не расщеплен, но имеет вдвое большую интенсивность, чем остальные 10).

Спектр ЯМР ^{13}C ДАЦ, представленный на рис. 2, г, имеет также сложный характер, поскольку ДАЦ содержит в себе 15 неэквивалентных углеродных атомов, и четкое разрешение спектра в области ядер ^{13}C пиранозного кольца затруднено.

Итоговое отнесение сигналов ядер углерода в спектрах ЯМР ^{13}C ацетатов целлюлозы и их модельных аналогов дано в табл. 2, отнесение сигналов ядер ^{13}C пиранозных колец этих соединений сделано на основании работ [31, 32].

Необходимо отметить, что в спектрах ЯМР ^{13}C исследованных соединений наблюдается четкое проявление сигналов ядер ^{13}C , присущих углеродным атомам карбонильных групп ($\delta=167-169$ м. д.), в зависимости от их числа, а в области метильных групп ($\delta=19-20$ м. д.) четкого проявления сигналов не наблюдается, видимо, в результате квазиэквивалентности некоторых ядер ^{13}C , что приводит к появлению двух-трех суммарных сигналов, заключающих в себе несколько групп CH_3 , расположенных у различных атомов углерода.

При сравнении спектров ЯМР ^{13}C ОАЦ и ацетатов целлюлозы видно, что для ОАЦ характерно наблюдение сигнала ядер ^{13}C пиранозного кольца для двух мономерных звеньев, тогда как у ацетатов целлюлозы проявляются сигналы от единичного звена макромолекулы целлюлозы. Действительно, по данным работы [30] для получения спектра ЯМР ^{13}C ацетатов олигосахаридов, идентичных спектру ацетатов целлюлозы, необходимо располагать ацетатами олигосахаридов, содержащих в себе не менее восьми элементарных звеньев. В этом случае спектр ЯМР ^{13}C ацетатов олигосахаридов может моделировать спектр ацетатов целлюлозы. Это предположение позволяет надеяться, что в дальнейшем при изучении химических превращений ацетатов целлюлозы можно использовать их модельные соединения — ацетаты олигосахаридов с длиной цепи не менее восьми элементарных звеньев.

Представляет интерес использовать спектр ЯМР ^{13}C ацетатов целлюлозы для получения количественной информации о распределении заместителей. Для получения этих данных можно использовать отношения интенсивностей интегрированных сигналов ^{13}C групп $\text{C}=\text{O}$ в области $\delta=167-169$ м. д. Y_1 , к сигналам атомов углерода пиранозного кольца в области $\delta=60-104$ м. д. Y_2 , или сигналам метильных групп в области $\delta=19-20$ м. д. Y_3 , также к сигналам атомов углерода пиранозного кольца Y_2 , согласно формуле

$$\beta = 6Y_1/Y_2 = 6Y_3/Y_2$$

Комбинация отношения площадей пиков групп $\text{C}=\text{O}$ в спектрах ЯМР

Таблица 3

Распределение ацетильных групп в ДАЦ и ТАЦ из ЯМР-спектров

Образец	Количество замещенных ацетильных групп на одно элементарное звено		Образец	Количество замещенных ацетильных групп на одно элементарное звено	
	ПМР	ЯМР ^{13}C		ПМР	ЯМР ^{13}C
ДАЦ ($\beta=2,40$)			ТАЦ ($\beta=2,90$)		
C-6	0,88	0,85	C-6	1,0 *	0,99
C-3	0,73	0,76	C-3	0,91	0,93
C-2	0,80	0,78	C-2	0,97	0,96

* Полное отсутствие свободных OH-групп у ТАЦ у атома C-6 подтверждено реакцией три-тилирования [29].

¹³C, где предполагается, что времена релаксации ядер ¹³C различаются незначительно [35], при трех различных положениях позволяет рассчитать распределение ацетильных групп, расположенных у C-2, C-3 и C-6 атомов из спектров ЯМР ¹³C ацетатов целлюлозы. Отнесение этих сигналов к 2,3-углеродным атомам сделано на основании изучения спектра ЯМР ¹³C 2,3-ДАЦ, приведенного на рис. 2, δ, а сигнал к 6-углеродному атому отнесен на основании количественных данных, полученных из ПМР-спектров ацетатов целлюлозы (рис. 1, б, в). Результаты, найденные из спектров ПМР и ЯМР ¹³C о распределении звеньев в ацетатах целлюлозы, приведенные в табл. 3, свидетельствуют о хорошем совпадении данных, полученных разными способами ЯМР-спектроскопии.

Таким образом, применение методов ЯМР-спектроскопии позволяет с удовлетворительной точностью описать и получить надежную количественную информацию о распределении ацетильных групп в элементарном звене целлюлозы.

Авторы выражают признательность Н. А. Платэ за интерес к работе, полезные замечания и советы при обсуждении полученных результатов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Платэ Н. А., Литманович А. Д., Ноа О. В. Макромолекулярные реакции. М.: Химия, 1977, с. 8.
2. Платэ Н. А., Литманович А. Д. Высокомолек. соед. А, 1972, т. 14, № 11, с. 2503.
3. Платэ Н. А., Ноа О. В., Строганов Л. Б. Высокомолек. соед. А, 1983, т. 26, № 11, с. 2243.
4. Rowland S. P., Bullock A. L., Cirino V. O., Roberts E. G., Hoiness D. E., Wade C. P., Bronnan A. F., Janssen H. J., Pittman P. F. Text. Res. J., 1967, v. 37, № 2, p. 1020.
5. Иванникова Л. Б., Михайловуло И. А., Пригожин М. И., Тропина В. А., Фанарь А. Я., Прокофьева М. В. Cellulose Chem. Technol., 1976, v. 10, № 6, p. 673.
6. Ramnäs O. Acta chem. Scand., 1973, B, 27, № 9, S. 3139.
7. Усов А. И., Кузнецова З. И., Архипова В. С. Высокомолек. соед. Б, 1973, т. 15, № 3, с. 147.
8. Keilich G., Siebert E., Friebolin M. Organ. Magn. Res., 1971, v. 3, № 1, p. 31.
9. Dunand J., Cagnaire D., Vincendon M. Organ. Magn. Res., 1972, v. 4, № 4, p. 523.
10. Gagnaire D., Vincendon M. Bull. Soc. Chim. France, 1977, v. 5/6, № 2, p. 479.
11. Demember J. R., Taylor L.-D., Trummer S., Rubin L. E., Chiklis Ch. K. J. Appl. Polymer Sci., 1977, v. 21, № 3, p. 621.
12. Horton D., Lauterback L. H. J. Organ. Chem., 1969, v. 34, № 1, p. 86.
13. Goodlett V. W., Dougherty J. T., Patton H. W. In: Abstrs of Papers Presented at the 152nd National Meeting Amer. Chem. Soc. N. Y., 1966.
14. Friebolin H., Keilich G., Siebert E. Angew. Chemie, 1969, v. 81, № 20, p. 791.
15. Gagnaire D., Mancier D., Vincendon M. Polymer Sci., 1980, v. 18, № 1, p. 13.
16. Attala R. H., Gast J. C., Sindorf D. W., Bartuska F. J., Maciel C. E. J. Amer. Chem. Soc., 1980, v. 102, № 9, p. 3249.
17. Earl W. L., Vander Hart D. L. J. Amer. Chem. Soc., 1980, v. 102, № 9, p. 3251.
18. Earl W. L., Vander Hart D. L. Macromolecules, 1981, v. 14, p. 570.
19. Dudley R. J., Fyfe C. A., Stephenson P. J., Deslandes Y., Hamer G. H., Marchessault R. H. J. Amer. Chem. Soc., 1983, v. 105, № 8, p. 2469.
20. Fyfe C. A., Dydley R. L., Stephenson P. I., Deslandes Y., Hamer G. H., Marchessault R. H. J. Macromolec. Sci. C, 1983, v. 23, № 2, p. 187.
21. Clark D. T., Fowler A. H. K., Stephenson P. J. Macromolec. Sci. C, 1983, v. 23, № 2, p. 217.
22. Жбанков Р. Г., Пупко О. А., Липпмаа Э. Т., Тээяэр Р. Э., Шипина О. Т., Марченко Г. Н., Забелин Л. Б. Высокомолек. соед. Б, 1984, т. 26, № 1, с. 39.
23. Липпмаа Э. Т., Тээяэр Р. Э., Жбанков Р. Г., Пупко О. А., Марченко Г. Н., Забелин Л. Б. Докл. АН СССР, 1983, т. 271, № 5, с. 1159.
24. Панов В. П., Сничак В. Д., Дубина В. И. Высокомолек. соед. А, 1981, т. 23, № 2, с. 412.
25. Гальбрайх Л. С., Роговин З. А., Халиль Ибрагим И. М., Васильев В. Б., Жбанков Р. Г., Жегалова Н. И., Илиева И. Н., Кулаков В. А., Меерсон А. И. Cellulose Chem. Technol., 1973, v. 7, № 5, p. 535.
26. Методы химии углеводов/Пер с англ. под ред. Кочеткова Н. К. М.: Мир, 1967, с. 115.
27. Whisler R. L., Wolfrom M. L. Methods in Carbohydr. Chem., 1962, v. 2, p. 211.
28. Усманов Х. У., Усманов Т. И., Сулейманова Р. Т. Химия древесины, 1982, № 3, с. 7.
29. Роговин З. А. Химия целлюлозы. М.: Химия, 1972, с. 392.
30. Capon B., Rycroft D., Thomson J. Carbohydr. Res., 1979, v. 70, № 1, p. 145.
31. Gagnaire D., Taravel F., Vignon M. Carbohydr. Res., 1976, v. 51, № 2, p. 157.
32. Dorman D., Roberts D. J. Amer. Chem. Soc., 1971, v. 93, № 8, p. 4463.

33. Lee D. S., Perlin A. S. Carbohyd. Res., 1982, v. 106, № 1, p. 1.
34. Kamide K., Okajima K. Polymer J., v. 13, № 2, p. 127.
35. Farrap T. C., Беккер Э. Д. Импульсная и фурье-спектроскопия ЯМР. М.: Мир, 1973.

Научно-исследовательский
институт химии и технологии
хлопковой целлюлозы

Поступила в редакцию
5.XI.1984

**STUDY OF UNITS DISTRIBUTION IN CELLULOSE ACETATES
BY NMR-SPECTROSCOPY METHOD**

Usmanov T. I., Suleimanova R. T., Karimova U. G., Tashpulatov Yu. T.

S u m m a r y

Units distribution in cellulose diacetates has been studied by PMR-spectroscopy method. Deuteration of free hydroxyl groups was used for determination of disposition of acetate groups at 2-, 3- and 6-carbon atoms. Cellulose acetates, α -cellobiose octaacetate and α -D-glucose pentaacetate were studied by ^{13}C NMR method. The signals in spectra of these compounds were referred to resonance of particular carbon nuclei.