NAMANGAN DAVLAT UNIVERSITETI
ILMIY AXBOROTNOMASI, [2026-6]
ISSN:2181-1458
ISSN:2181-0427

02.00.00-KIMYO FANLARI
journal.namdu.uz
CHEMICAL SCIENCES

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ И МОЛЕКУЛЯРНО-МАССОВЫХ ЗНАЧЕНИЙ НИТРО-КАРБОКСИМЕТИЛИНУЛИНА

Ф.О. Абдухомидова
Каршинский государственный технический университет
А.Ш. Хусенов
Ташкентский химико-технологический институт
Б.Ш. Примов
Ташкентский химико-технологический институт
Г. Рахманбердиев
Ташкентский химико-технологический институт

Аннотация. *В настоящей статье представлены данные о получении нитро производных карбоксиметилинулина (нитро-КМИ). Установлено, что некоторые физико-химические свойства образцов нитро-КМИ зависят от степени замещения. Методами элементного анализа и ИК-спектроскопии обоснована структура и состав полученных эфиров инулина. Методом гель-хроматографии было выявлено, что с повышением степени замещения снижается средняя молекулярная масса нитро-КМИ.*

Ключевые слова: *полисахариды, инулин, карбоксиметилинулин, нитрование, нитро-КМИ, молекулярная масса.*

NITRO-KARBOKSIMETILINULINNING TUZILISHI VA MOLEKULYAR MASSA KO‘RSATKICHLARINI O‘RGANISH

Annotatsiya. *Ushbu maqolada karboksimetilinulinning nitro hosilalarini (nitro-KMI) olish bo‘yicha ma’lumotlar keltirilgan. Nitro-KMI namunalarining ba’zi fizik-kimyoviy xossalari almashinish darajasiga bog‘liqligi aniqlandi. Olingan inulin efirlarining tuzilishi va tarkibi element tahlili hamda IQ-spektroskopiya usullari yordamida isbotlandi. Gel-xromatografiya usuli yordamida nitro-KMI namunalarni almashinish darajasi ortishi bilan o‘rtacha molekulyar massasi kamayishi aniqlandi.*

Kalit so‘zlar: *polisaxaridlar, inulin, karboksimetilinulin, nitrolash, nitro-KMI, molekulyar massa.*

STUDY OF THE STRUCTURE AND MOLECULAR WEIGHT VALUES OF NITRO-CARBOXYMETHYL INULIN

Abstract. *The present paper reports data on the synthesis of nitro derivatives of carboxymethyl inulin (nitro-CMI). It was established that certain physicochemical properties of nitro-CMI samples depend on the degree of substitution. The structure and composition of the obtained inulin esters were confirmed by elemental analysis and FTIR-spectroscopy. Gel permeation chromatography revealed that an increase in the degree of substitution leads to a decrease in the average molecular weight of nitro-CMI.*

Keywords: *polysaccharides, inulin, carboxymethyl inulin, nitration, nitro-CMI, molecular weight.*

Введение. Современная химия высокомолекулярных соединений активно развивается, предлагая новые подходы к созданию функциональных материалов [1-3]. Особое внимание исследователей уделяется природным полимерам как возобновляемым и биосовместимым источникам растительного сырья [4,5]. По этим причинам в последние годы наблюдается устойчивый рост интереса к модифицированным полисахаридам, что обусловлено их широкими возможностями применения в фармацевтике, медицине и пищевой промышленности [6,7]. Среди различных полисахаридов особое место занимает инулин, природный фруктан, обладающий сахароснижающим действием. Уникальная структура инулина делает его перспективной основой для создания новых биологически активных соединений.

Синтез производных инулина представляет собой перспективное направление, открывающее широкие возможности для целенаправленного синтеза полимерных материалов с заданными физико-химическими и медико-биологическими свойствами. Наличие в макромолекуле инулина множества реакционно-способных

гидроксильных групп создаёт условия для проведения различных типов химической модификации - этерификации, окисления, прививки мономеров и получения сшитых структур. Контролируемое введение функциональных заместителей позволяет регулировать растворимость, молекулярную массу, стабильность и биодеградируемость получаемых производных.

Исходя из вышеизложенного, актуальной задачей химии и технологии полимеров является разработка эффективных методов направленной модификации инулина, обеспечивающих получение производных с необходимой структурой и физико-химическими свойствами. Особый интерес представляет установление взаимосвязи между строением и физико-химическими особенностями производных инулина.

Объекты и методы исследования. *Синтез Na-КМИ.* Карбоксиметилирование инулина проводили в среде изопропилового спирта (ИПС). Для этого в трехгорлую колбу снабженный обратным холодильником, механической мешалкой и термометром помещали измельченный инулин и проводили диспергирование в среде ИПС в течение 2 часов. Далее к суспензии добавляли 10% раствор щелочи и оставляли перемешиваться на 1 час. Карбоксиметилирования мерсеризованного инулина проводили с помощью Na-МХУК добавлением алкилирующего реагента при соотношении инулин:Na-МХУК=1:3, при температуре 70°С и времени 1,5 часа. Очистку образца проводили путем экстрагирования 96% этанолом. В конце образец оставляли сушиться при t=50-60°С. Степень замещения, синтезированного Na-КМИ, составило 30 моль% [10].

Нитрование Na-КМИ. Образцы обрабатывали смесью концентрированных H_2SO_4 и HNO_3. Условия нитрования: H_2SO_4 и HNO_3 в массовом соотношении 3:1, температура - 20 °С, продолжительность нитрования - 60 и 90 мин, модуль нитрования - 100. После нитрования нитро-КМИ отделяли от нитрующей смеси, отмывали дистиллированной водой, стабилизировали 2%-м раствором $NaHCO_3$ и промывали горячей водой. Образцы нитро-КМИ высушивали до постоянной массы, определяли выход и рассчитывали степень замещения.

ИК-спектры образцов регистрировали на спектрометре Vector-22 в области длин волн 400-4000 $см^{-1}$ в таблетках KBr (3 мг образца/300 мг KBr). Таблетки прессовали под давлением 8-10 т в течение 1-2 мин до получения прозрачных дисков [8].

Определения весового содержание азота в синтезированных производных инулина проводили методом Кьельдаля [9].

Характеристическую вязкость всех образцов определяли с помощью вискозиметра Уббелоде (d = 0,34 мм) в ацетатном буферном растворе при 25 °С. Измерения проводили при нескольких концентрациях растворов с последующей экстраполяцией приведённой и удельной вязкости к нулевой концентрации. Время истечения раствора и растворителя фиксировали не менее трёх раз для каждого образца, после чего рассчитывали среднее значение.

Молекулярно-массовые характеристики синтезированных производных, определяли методом гель хроматографии на жидкостном хроматографе Agilent 1260 Infiniti, снабженным рефрактометрическим детектором, с использованием хроматографической колонки PL Aquagel OH Mixed длиной 300 мм и внутренним диаметром 7,5 мм (Waters, USA). Концентрация и объем вводимой пробы составляли 2 мг/мл и 100 мкл соответственно. В качестве элюента использовали водный 0,1 н раствор нитрата натрия. Объемная скорость потока элюента составляла 0,8 мл/мин.

Результаты и их обсуждение. В таблице представлены физико-химические характеристики синтезированных образцов нитро-КМИ с различным содержанием азота и степенью замещения. Полученные данные позволяют сделать заключение о влиянии степени замещения образцов на их вязкостные свойства. С увеличением степени замещения наблюдается снижение приведённой вязкости с 0,58 до 0,53 дл/г. Данная тенденция может быть обусловлена частичной деструкцией макромолекулярной цепи в процессе нитрования. Также повышение содержания нитро-групп приводит к изменению цвета образцов от светло-жёлтого к желтовато-коричневому. Более интенсивная окраска может быть связана с усилением хромофорного эффекта нитро-групп и возможными побочными процессами (частичный гидролиз).

Таблица

Выявленные физико-химические свойства нитро-КМИ

№	Содержание азота, %	Степень замещения, моль%	Цвет	[η], дл/г
1	2,7	34	Светло-желтый	0,58
2	3,5	46	Желтовато-коричневый	0,53

В ИК-спектре карбоксиметилинулина наблюдается широкая интенсивная полоса в области 3200-3400 $см^{-1}$, соответствующая валентным колебаниям ОН-групп. Полосы в диапазоне 2920-2930 $см^{-1}$ обусловлены валентными колебаниями -СН- связей. Характерными для карбоксиметильных заместителей являются полосы

асимметричных и симметричных колебаний карбоксилат-ионов COO^{-1} в области 1650 $см^{-1}$. В области 1050-1145 $см^{-1}$ фиксируются интенсивные полосы колебаний C-O-C и C-O связей полисахаридного остова. Появление и усиление полос, относящихся к карбоксильным группам, подтверждает успешное введение карбоксиметильных фрагментов в структуру инулина.

В ИК-спектрах (рис.1) образцов Нитро-КМИ снижается интенсивность широкой полосы валентных колебаний ОН-групп около 3300 $см^{-1}$, увеличивается интенсивность полос 1660 $см^{-1}$ и 1280 $см^{-1}$, что соответствует валентным асимметричным и валентным симметричным колебаниям NO_2-группы. Изменения в ИК-спектре свидетельствуют об успешном нитровании Na-КМИ и подтверждают введение нитрогрупп в структуру эфира инулина.

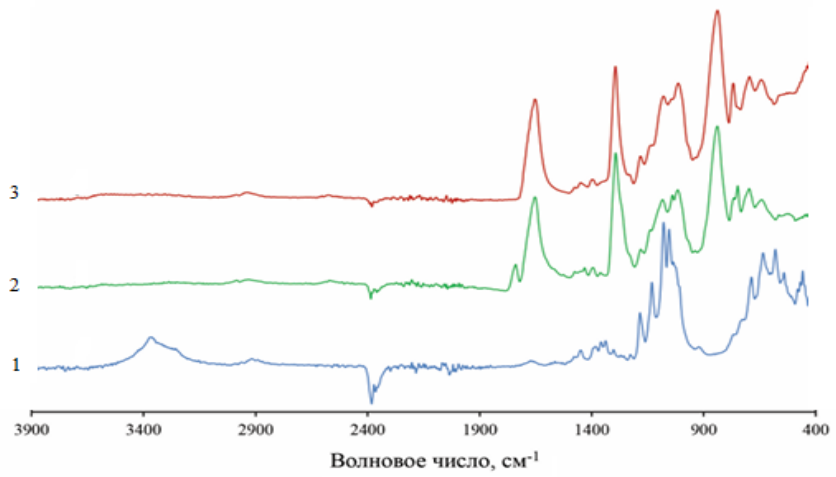


Рис.1. ИК-спектры Na-КМИ (1), нитро-КМИ (2) содержание азота 2,7% и нитро-КМИ (3) содержание азота 3,5%

На рисунке 2 представлены гель-хроматограммы образцов Na-КМИ и нитро-КМИ. Из хроматограмм видно, что Na-КМИ обладает наибольшим временем удерживания (около 4,7 мин), что соответствует самой высокой средней молекулярной массе 4500 Да. Нитро-КМИ со степенью замещения 2 (кривая 2) имеет несколько меньшее время удерживания - около 5,3 мин, что соответствует молекулярной массе 3350 Да. Нитро-КМИ со степенью замещения 3 (кривая 3) демонстрирует еще большее время удерживания - примерно 5,7 мин, и молекулярная масса для этого образца составляет 3180 Да. Наблюдаемая тенденция уменьшения молекулярной массы с увеличением степени замещения нитро-групп может связана с частичным гидролизом макромолекулы КМИ в процессе нитрования.

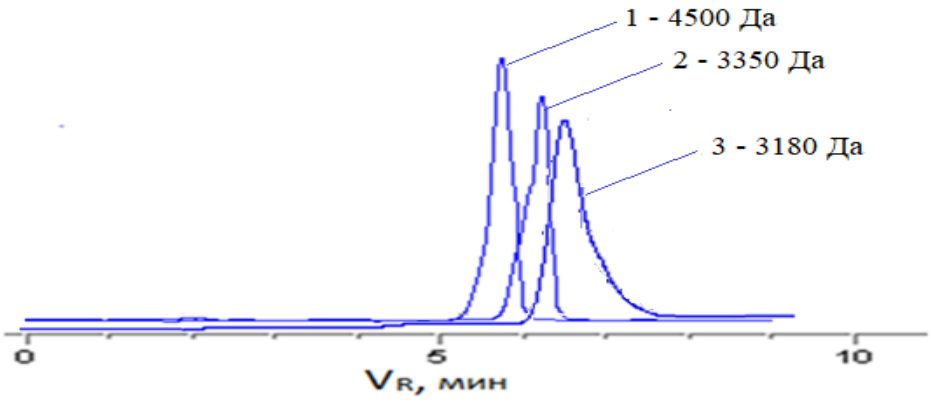


Рис.2. Сравнительные гель хроматограммы Na-КМИ (1), нитро-КМИ (2) содержание азота 2,7% и нитро-КМИ содержание азота 3,5%

Заключение. Таким образом, в результате проведенных исследований были синтезированы образы нитро-КМИ с различной степенью замещения. Физико-химическими методами исследования были изучены структурные и молекулярно-массовые свойства нитро производных инулина. Установлено, что с повышением степени замещения образцов нитро-КМИ снижется молекулярная масса.

Foydalanilgan adabiyotlar

1. Smith J., Brown L. Advances in polymer chemistry. Macromolecules. 2020;53(3):1234-1245.

2. Ivanov P., Petrov A. Functionalization of natural polymers: Methods and applications // Polymers. 2021; 13(7). P.1120.

3. Zhang Y., Liu X. Renewable polysaccharides as biomaterials // Carbohydrate Polymers. 2019; 207. P.215-227.

4. Lee S.H., Kim J.H. Chemical modification of polysaccharides for biomedical use // Journal of Applied Polymer Science. 2018; 135(15). P.46234.

5. Kumar R., Sharma S. Polysaccharide-based drug delivery systems: A review // International Journal of Biological Macromolecules. 2022; 202. P.1332-1348.

6. Wang L., Chen Y. Applications of modified polysaccharides in food industry // Food Hydrocolloids. 2020; 102. P.105623.

7. Garcia F., Martinez M. Inulin: Structure, properties, and applications // Critical Reviews in Food Science and Nutrition. 2021; 61(5). P.712-727.

8. Silverstein R.M., Webster F.X., Kiemle D.J., Bryce D.L. Spectrometric Identification of Organic Compounds. John Wiley & Sons. 2015. p. 464

9. Шаталов Д.О. Разработка и стандартизация методов контроля качества, разветвленного олигогексаметиленгуанидин гидрохлорида / дис. канд. фарм. наук. Москва. 2015. с.137.

10. Хусенов А.Ш., Абдухомидова Ф.О., Абдуллаев О.Х., Рахманбердиев Г. Карбоксиметилирования инулина суспензионным способом // Узбекский Научно-технический и производственный журнал композиционные материалы. 2024. №4. С. 262-265.