

## СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ ХАРАКТЕРИСТИК МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

Микрокристаллическая целлюлоза (МКЦ) – является одним из наиболее широко распространенных производных целлюлозы, используемых во многих сферах жизнедеятельности человека.

МКЦ обладает структурой и свойствами, отличающими ее от традиционных волокнистых и порошковых целлюлоз. Обладая развитой удельной поверхностью и уникальной способностью образовывать тиксотропные гидрогели МКЦ характеризуется высокой степенью кристалличности (до 85%)[1].

Известные методы определения степени кристалличности основаны на дифракции рентгеновских лучей, ИК-спектроскопии или ЯМР  $^{13}\text{C}$  твердого тела.

Наиболее распространённым и общепринятым является метод определения степени кристалличности по данным рентгеновской дифракции, основанный на эмпирической формуле, предложенной Сегалом [2], связывающей интенсивность рефлекса (пик кристалличности) и интенсивность минимума. Однако данный метод может давать завышенные результаты. Степень кристалличности, определяемая указанным методом, составляет около 80 % для хлопковой МКЦ и 63–70 % для древесных МКЦ [3, 4].

Оценка степени кристалличности по данным ЯМР-спектроскопии осуществляется из отношения площадей кристаллической и аморфной областей сигнала углерода C-4. По результатам ряда исследований показано, что степень кристалличности составляет около 82% для хлопковой МКЦ и 64–79% для древесных МКЦ [5].

Определение степени кристалличности методом ИК-спектроскопии, разработанным Нельсоном и О'Коннором, согласно которому в качестве критерия степени кристалличности целлюлозы предлагается величина отношения интенсивности полосы поглощения при  $1372\text{ см}^{-1}$  (деформационные колебания СН-групп) к интенсивности поглощения при  $2900\text{ см}^{-1}$  (валентные колебания СН-групп). Полосу поглощения при  $2900\text{ см}^{-1}$  используют в качестве внутреннего стандарта, так как она не зависит от кристалличности целлюлозы, в то время как интенсивность деформационных колебаний С-Н-связи СН-групп прямо пропорционально зависит от степени упорядоченности

структуры [6]. Данный метод зачастую используют только для качественного анализа из-за большого ряда условий влияющих на интенсивность полос поглощения.

В тоже время описанные методы не позволяют измерить абсолютную степень кристалличности. Они отражают лишь индекс кристалличности, который показывает сравнительное содержание кристаллической фракции в исследуемом образце целлюлозы. Основными причинами, затрудняющими определение абсолютной степени кристалличности, являются отсутствие полностью кристаллического и аморфного вида целлюлозы, которые можно было бы использовать в качестве стандартов, отсутствие стандартных протоколов подготовки образцов для исследования, а также использование различных расчетных формул и программного обеспечения. Все это затрудняет сравнительную оценку степени кристалличности МКЦ, полученных исследователями различными методами, и требует обоснованного подхода к выбору метода определения данного показателя при разработке способа интенсификации процесса получения МКЦ.

#### ЛИТЕРАТУРА:

1. Структура и физико-химические свойства целлюлоз и нанокompозитов / Л.А. Алешиной [и др.] – Петрозаводск : ПетрГУ, 2014. – 242 с.
2. Segal, L. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer / L. Segal, J.J. Creely, A.E.Jr. Martin, C.M. Conrad // *Textile Research Journal*. – 1959. – Vol. 29, № 10. – P. 786–794.
3. Ioelovich, M. Physicochemical methods for determination of cellulose crystallinity/ M. Ioelovich // *ChemXpress*. – 2016 – Vol. 9, №3– P. 245–251
4. Lavonine, N. Microfibrillated cellulose – Its barrier properties and applications in cellulosic materials: A review / N. Lavoine, I. Desloges, A. Dufresne, J. Bras // *Carbohydrate Polymers*. – 2012. – № 90. – P. 735–764.
5. Щербакова, Т.П. Сравнительное изучение образцов порошковой и микрокристаллической целлюлозы различного природного происхождения / Т.П. Щербакова, Н.Е. Котельников, Ю.В. Быховцова // *Химия растительного сырья*. – 2012. – № 2. – С. 5–14.
6. Котенёва, И.В. Анализ модифицированной целлюлозы методом ИК-спектроскопии / И.В. Котенёва, В.И. Сидоров, И.А. Котлярова // *Химия растительного сырья*. – 2011. – №1. – С. 21–24.