

А. М. Залуцкая, асп.; Н. Ю. Адамцевич, асп;
В. С. Болтовский, проф., д-р техн. наук (БГТУ, г. Минск)

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ГИДРОЛИЗА ЦЕЛЛЮЛОЗЫ И СОЛОМЫ НА ПОЛУЧЕНИЕ МКЦ

В последние десятилетия значительное внимание уделяется получению, изучению свойств и возможностей применения микрокристаллической целлюлозы (МКЦ), т.е. порошковой целлюлозы «предельной» степени полимеризации.

МКЦ широко применяется в качестве компонента при изготовлении лекарственных средств, добавки при изготовлении различных видов пищевой продукции, для стабилизации водно-латесных красок и эмульсий и т.д.

МКЦ обладает большой твёрдостью спрессованного материала, высокой гелеобразующей способностью, повышенной степенью кристалличности, увеличенной удельной поверхностью, высокой реакционной способностью гидроксильных групп, стабильностью глюкозидной связи [1].

Использование МКЦ, обладающей более высокой, чем у обычной целлюлозы, реакционной способностью в реакциях карбоксиметилирования, ацетилирования, нитрирования, окисления, позволяет легко и быстро получать высокозамещенные производные целлюлозы.

Для получения МКЦ используются различные виды природной целлюлозы: наиболее химически «чистую» хлопковую целлюлозу, а также льняную и древесные целлюлозы, выделенные из хвойных (сосна, ель, кедр) и лиственных (береза, осина, тополь) пород древесины сульфатной или сульфитной варкой; целлюлозу, выделенную из багассы, тростника, соломы и др. В последние годы заметно возрос интерес к выделению целлюлозы и получению МКЦ из волокон сельскохозяйственных растений – стеблей злаковых культур и риса [2]. В основном МКЦ получают из целлюлозы кислотным способом, который заключается в воздействии на исходную целлюлозу неорганическими кислотами различной концентрации (соляной, серной, азотной, кислотами Льюиса). После гидролиза проводят механическое разрушение гидролизованной целлюлозы, в результате чего образуется фракция частиц с размерами от 10 до 300 мкм, обладающая высокой степенью кристалличности и содержанием α -целлюлозы.

Качество и выход МКЦ зависят от состава исходного волокна и условий его гидролиза, а размер получаемых кристаллов МКЦ определяется продолжительностью гидролиза, температурой и концентрацией кислот.

В настоящее время разработаны способы получения МКЦ из различных видов сырья, однако многие из них недостаточно эффективны, многостадийны и длительны. Актуальным является исследование закономерностей и условий получения МКЦ из различных видов отечественной целлюлозы и целлюлозосодержащих отходов (в том числе соломы сельскохозяйственных культур), позволяющих интенсифицировать и повысить эффективность процесса.

Одним из перспективных методов повышения эффективности процессов получения микрокристаллической целлюлозы является применение СВЧ-энергии [3].

Для получения МКЦ в данной работе применяли образцы бленой сульфатной целлюлозы и бленой химико-термомеханической массы (БХТММ) с высоким содержанием α -целлюлозы и значением степени кристалличности, которые подвергали кислотному гидролизу с использованием в качестве катализатора 0,5 и 5%-ного растворов серной кислоты под действием конвективного и СВЧ-нагрева. В таблице приведены результаты получения МКЦ при различных параметрах гидролиза.

Таблица – Влияние параметров процесса получения МКЦ на содержание и выход α -целлюлозы при различных параметрах гидролиза бленой сульфатной целлюлозы и БХТММ

Метод нагрева при гидролизе	Сырьё	Концентрация кислоты (H ₂ SO ₄), %	Мощность СВЧ-генератора, Вт	Продолжительность, мин	Температура, °С	Содержание α -целлюлозы, %	Выход α -целлюлозы, %
СВЧ	БХТММ	0,5	600	0,5	80	83,94	67
			450	0,5	81	81,78	67
			100	2,13	85	84,03	66
				5	81	83,72	69
			5,0	4	69	83,65	70
Конвективный		0,5	—	90	120	81,96	69
		5,0	—			83,12	70
СВЧ	Сульфатная бленая целлюлоза	0,5	100	5	87	98,06	79
		5,0		4	78	98,23	86
Конвективный		0,5	—	90	120	98,01	80
		5,0				97,93	87

Содержание α -целлюлозы в исходных БХТММ и в беленой сульфатной целлюлозе составило 71,59 и 82,06% соответственно. Наиболее высокое содержание α -целлюлозы в МКЦ (максимально 98,23%) и выход α -целлюлозы достигаются при гидролизе беленой сульфатной целлюлозы с использованием в качестве катализатора 5%-ного раствора серной кислоты.

Применение СВЧ-энергии позволяет значительно интенсифицировать процесс (4–5 мин) по сравнению с конвективным нагревом (90 мин).

Перспективным способом получения целлюлозы и технической МКЦ из лигноцеллюлозного растительного сырья, в том числе отходов сельскохозяйственного производства (например, соломы) является метод автогидролиза-взрыва.

Для обработки соломы тритикале использовали метод автогидролиза-взрыва, обеспечивающий растворение и гидролиз гемицеллюлоз и перевод части лигнина в водорастворимое состояние. Для повышения деструкции лигнина часть образцов подвергали «паровому взрыву» в присутствии 4%-ного раствора гидроксида натрия, часть – после автогидролиза-взрыва.

Нами определены параметры процесса автогидролиза-взрыва соломы тритикале в атмосфере азота, диоксида углерода и водяного пара, позволяющие обеспечить гидролиз гемицеллюлоз, получить растворимую фракцию лигнина, удаляемую из целлюлозы 4%-ным раствором гидроксида натрия, и получить порошкообразную целлюлозу с высоким содержанием α -целлюлозы (73,20–76,30%) и низким – лигнина (4,01–5,76%) при двухстадийной обработке.

ЛИТЕРАТУРА

1. Микрокристаллическая целлюлоза: структура, свойства и области применения (обзор) /С.А. Аутлов [и др.] // Хим. раст. сырья. – 2013. – № 3. – С. 33–41.
2. Кочева Л.С. Новые способы получения микрокристаллической целлюлозы / Л.С. Кочева // Хим. и техн. раст. веществ. – 2002. – № 4. – С. 16–19.
3. Method for producing microcrystalline cellulose [Electronic resource]: pat. US 5769934/ J. Manfred, J. Bergfeld. – Publ. date 23.06.1998. – Mode of access: <https://patents.google.com/patent/US5769934A/en?q=5769934>. – Date of access: 03.03.2019.