

УДК.676.2

Е. Г. Шлык, аспирант; Г. М. Горский, профессор; А. Д. Алексеев, доцент

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ КРИСТАЛЛИЧНОСТИ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА**

The article examines the influence of the beating degree of cellulose on the degree of crystallizing on fibres.

У большинства целлюлозных препаратов степень упорядоченности на различных участках образца разная. Поэтому нельзя определить абсолютное значение кристалличности или аморфности. В настоящее время можно предположить, что физические, химические и механические свойства многих целлюлозных материалов определяются не столько свойствами высокоупорядоченных областей, сколько имеющимися нарушениями упорядоченности. По-видимому, это объясняется свойством макромолекул целлюлозы образовывать различные структурные формы, которые ни в коем случае нельзя назвать совершенными с точки зрения их кристаллической структуры.

Именно в этом, вероятно, заключается основная причина того, что макромолекула целлюлозы является структурной единицей в растениях. Если бы кристаллическая структура целлюлозы была совершенной, то макромолекулы целлюлозы не обладали бы гибкостью, достаточной для образования разнообразных структур, включающих фибриллы и волокна [1].

Для изучения степени кристалличности древесной целлюлозы и ее изменения в процессе размола в водной среде был использован метод рентгенофазового анализа. Для исследования использовались образцы сульфитной беленой хвойной целлюлозы со степенью помола 14, 27, 42, 52 и 70<sup>0</sup> ШР. Размол проводился в лабораторных условиях на центробежном размалывающем аппарате конструкции ЦНИИБ. Образцы целлюлозы с различной степенью помола инкубировали толуолом с последующей сушкой при комнатной температуре. Рентгенофазовый анализ проводили на установке Дрон-3.

После проведения рентгенофазового анализа (рис. 1) и расшифровки полученной рентгенограммы получили сравнение межплоскостных расстояний исследуемого образца с единственно совпавшей карточкой № 03 - 0289 (из более 300 тыс.). Поиск подходящих карточек осуществлялся с точностью совпадения линии ( $\pm 2\theta$ ), равной 0.2.

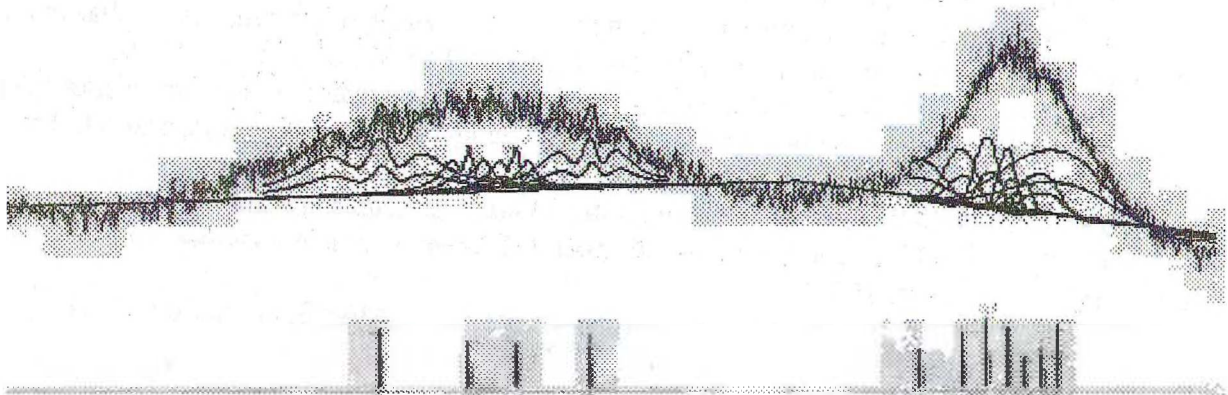


Рис. 1. Рентгенограмма целлюлозы со степенью помола 14<sup>0</sup> ШР, полученная на установке Дрон-3

Сравнение интенсивностей линий спектра и межплоскостных расстояний исследуемого образца с интенсивностью линий и межплоскостными расстояниями эталона (выбранная карточка) осуществлялось с вероятностью совпадения, равной 100 % (рис. 2).

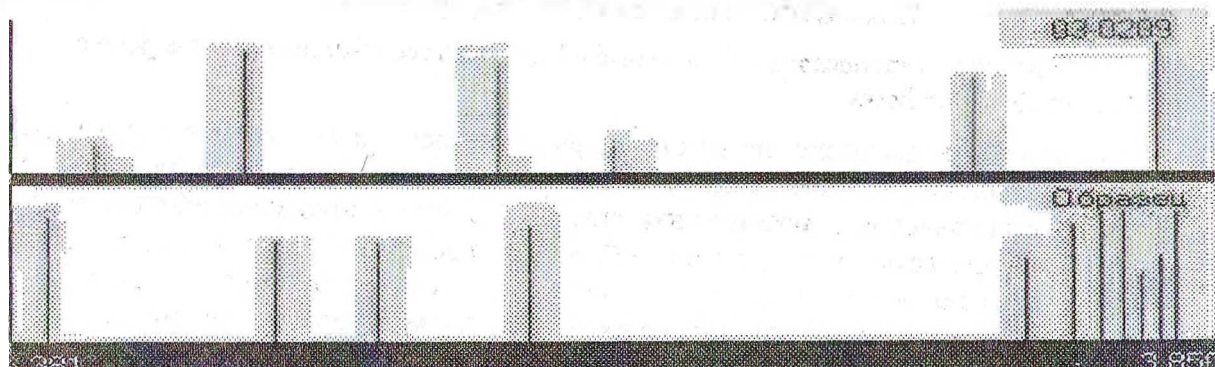


Рис. 2. Сравнение интенсивностей линий спектра сульфитной целлюлозы с эталоном

При интерпретации структуры целлюлозы целесообразно сделать вывод, что элементарная ячейка и взаимное расположение глюкопиранозных циклов у этой ячейки такое же, как у целлюлозы I.

С помощью рентгенофазового анализа была рассчитана степень кристалличности целлюлозы и ее изменение в процессе размола [2].

Рентгеновская степень кристалличности была рассчитана по принципу Германса и Вейдингера [1]. Следует отметить, что параллельно определялось изменение степени кристалличности целлюлозы методом ИК-спектроскопии [3]. Результаты исследования изменения степени кристалличности целлюлозы в процессе размола методом рентгенофазового анализа представлены в таблице.

Таблица

Изменение степени кристалличности целлюлозы в процессе размола

| Степень помола целлюлозы, °ШР | Степень кристалличности, определенная рентгенофазовым методом, % | Степень кристалличности, определенная методом ИК-спектроскопии, % |
|-------------------------------|--|---|
| 14                            | 71   | 68  |
| 27                            | 69   | 65  |
| 42                            | 66   | 58  |
| 57                            | 53   | 55  |
| 70                            | 52   | 53  |

Как видно из таблицы, степень кристалличности уменьшается с увеличением степени помола, что, вероятно, связано с нарушением упорядоченности в расположении цепей, а это значит, что количество аморфной части целлюлозы увеличивается за счет кристаллической ее части.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Целлюлоза и ее производные / Под ред. Н. Байклза и Л. Сегала. – М.: Мир, 1974. – Т1.
2. Гетце К. Производство вискозных волокон. – М.: Химия, 1972.
3. Жбанков Р.Г. Инфракрасные спектры и структура углеводов. – Минск: Наука и техника, 1972.