

**ОПИСАНИЕ  
ИЗОБРЕТЕНИЯ  
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **23738**

(13) **С1**

(46) **2022.06.30**

(51) МПК

*D 21C 1/06* (2006.01)

*D 21C 3/22* (2006.01)

(54)

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ  
ЦЕЛЛЮЛОЗЫ**

(21) Номер заявки: а 20200360

(22) 2020.12.16

(71) Заявитель: Учреждение образования "Белорусский государственный технологический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Болтовский Валерий Станиславович; Залуцкая Анна Михайловна; Сергеенко Лидия Александровна; Горбачев Николай Михайлович; Макаренко Дмитрий Сергеевич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение образования "Белорусский государственный технологический университет" (ВУ)

(56) RU 2472808 C1, 2013.

RU 2684020 C1, 2019.

CN 101148830 A, 2008.

US 5769934 A, 1998.

PANG F. et al. Effects of microwave power and microwave irradiation time on pretreatment efficiency and characteristics of corn stover using combination of steam explosion and microwave irradiation (SE-MI) pretreatment. *Bioresource Technology*, 2012, v. 118, p. 111-119.

САРЫМСАКОВ А.А. и др. Диспергированная микрокристаллическая целлюлоза и гидрогели на ее основе. *Химия растительного сырья*, 2004, № 2, с. 11-16.

(57)

Способ получения микрокристаллической целлюлозы, заключающийся в том, что измельченную солому тритикале обрабатывают 4 %-ным раствором гидроксида натрия, помещают в реактор и нагревают под действием СВЧ-излучения до температуры 145-150 °С в атмосфере диоксида углерода при давлении 0,3-1,0 МПа, выдерживают в течение 1,5-17,5 мин, после чего осуществляют декомпрессию быстрым сбросом давления до атмосферного, полученный продукт промывают и сушат.

Изобретение относится к способам получения порошкообразных целлюлозных материалов (в частности, микрокристаллической целлюлозы) из возобновляемого лигноцеллюлозного растительного сырья и может быть использовано в целлюлозно-бумажном производстве, химической, фармацевтической, пищевой и других отраслях промышленности.

Микрокристаллическую целлюлозу (МКЦ) получают из различных видов целлюлозы (хлопковой, древесной и др.) и лигноцеллюлозных материалов (древесины, однолетних и энергетических растений, отходов переработки растительного сырья и др.) способами об-

работки, обеспечивающими максимальное удаление примесей (главным образом гемицеллюлоз и лигнина), предельную степень полимеризации, упорядоченность структуры и другие свойства, что позволяет использовать ее не только по традиционным направлениям, но и для получения нанокристаллической, микро- и наночеллюлозы.

Из уровня техники известны различные методы получения порошкообразных целлюлозных материалов (порошковой и микрокристаллической целлюлозы), основными и наиболее распространенными из которых являются способы гидролиза различных видов целлюлозы (выделенной из разнообразного растительного сырья) и лигноцеллюлозных материалов с применением в качестве катализаторов растворов кислот (главным образом серной, соляной, азотной и других).

Например, известен способ получения микрокристаллической целлюлозы [1] обработкой волокнистых отходов хлопкоочистительной и текстильной промышленности смесью 6 %-ного раствора соляной кислоты и окислителя, в качестве которого используется озон, при нагревании с последующей промывкой и сушкой целевого продукта.

Недостатками способа являются применение агрессивных химических реагентов при большом их отношении к обрабатываемому материалу и длительность процесса.

Известен способ получения микрокристаллической целлюлозы из соломы овса [2], заключающийся в ее механическом размоле на вибромельнице, обработке в растворе пероксимонсерной кислоты при заданной концентрации и атмосферном давлении при температуре кипения раствора.

Недостатки способа заключаются в дополнительных энергетических затратах, применении агрессивных и токсичных химических реагентов, высоком содержании лигнина в конечном продукте (заявленном как микрокристаллическая целлюлоза), несущественно отличающемся от содержания в исходной соломе, что дает основание отнести полученный материал не к микрокристаллической, а порошковой целлюлозе.

Известен способ получения микрокристаллической целлюлозы с пониженной степенью полимеризации [3], при котором тонкоизмельченный лигноцеллюлозный материал обрабатывается под давлением и нагревается, затем происходит сброс давления до атмосферного. Образуется продукт в форме кристаллических микроволокон.  $\alpha$ -Целлюлоза отделяется от лигнина, равномерно пропитывается раствором кислоты (серной, соляной или сернистой). Влажность целлюлозы уменьшают, чтобы концентрация кислоты составляла 0,5-2,0 %, и затем происходит высокотемпературная обработка паром в реакторе под давлением.

Недостатками этого способа являются использование растворов сильных неорганических кислот и 2-кратная паровзрывная обработка (вначале исходного лигноцеллюлозного материала, а затем  $\alpha$ -целлюлозы).

Наиболее близким по технической сущности к заявленному является способ [4], сущность которого заключается в получении целлюлозного материала путем взрывной делигнификации измельченного и замоченного в воде лигноцеллюлозного сырья, нагревания его в реакторе с помощью электронагревательного элемента (до 196-210 °C), выдерживания в течение 3-10 мин, быстрого сброса давления до атмосферного ("выстрел"), выделения целлюлозы щелочным агентом и промывки.

Недостатком способа является длительный конвективный нагрев до температуры автогидролиза, достаточно высокая температура обработки и необходимость выделения целлюлозы после парового взрыва.

Задачей, на решение которой направлено изобретение, является значительная интенсификация процесса получения порошкообразных целлюлозных материалов (в частности, микрокристаллической целлюлозы) за счет уменьшения продолжительности нагрева до достижения необходимой температуры автогидролиза и уменьшение температуры обработки.

Одним из путей интенсификации процесса получения микрокристаллической целлюлозы является использование микроволнового излучения (СВЧ-энергии).

Поставленная задача решается тем, что предлагается способ получения микрокристаллической целлюлозы, заключающийся в том, что измельченную солому тритикале обрабатывают 4 %-ным раствором гидроксида натрия, помещают в реактор и нагревают под действием СВЧ-излучения до температуры 145-150 °С в атмосфере диоксида углерода при давлении 0,3-1,0 МПа, выдерживают в течение 1,5-17,5 мин, после чего осуществляют декомпрессию быстрым сбросом давления до атмосферного, полученный продукт промывают и сушат.

Гидролиз возобновляемого лигноцеллюлозного материала в виде отходов сельскохозяйственного производства осуществляется без внесения кислотных катализаторов под действием образующейся в результате деацетилирования гемицеллюлоз при повышенных температурах уксусной кислоты. Осуществление процесса автогидролиза-взрыва в среде диоксида углерода и под действием СВЧ-энергии обеспечивает уменьшение температуры обработки и значительную интенсификацию процесса получения микрокристаллической целлюлозы.

Предложенный способ включает автогидролиз-взрыв измельченного и обработанного 4 %-ным раствором щелочи лигноцеллюлозного сырья, в качестве которого выбрана солома тритикале, при котором происходит нагревание в СВЧ-установке до температуры 145-150 °С в атмосфере диоксида углерода при давлении 0,3-1,0 МПа с выгрузкой через 1,5-17,5 мин.

Предварительная обработка раствором гидроксида натрия способствует делигнификации лигноцеллюлозного материала, СВЧ-нагрев - интенсификации процесса и повышению эффективности при указанных параметрах за счет гидролиза гемицеллюлоз и деструкции лигнина, которые затем удаляются при промывке.

Изобретение поясняется примерами.

**Пример 1.** Предварительно измельченную и обработанную 4 %-ным раствором щелочи солому тритикале загружают в пробоотборник, герметично закрывают крышкой и помещают в СВЧ-установку мощностью 700 Вт при давлении 1,0 МПа до температуры 145 °С в атмосфере диоксида углерода и выдерживают 3,5 мин, после чего осуществляют быструю декомпрессию растительной массы быстрым сбросом давления до атмосферного ("выстрел"). Полученный продукт промывают водой до нейтральной реакции и высушивают.

Содержание  $\alpha$ -целлюлозы 85,64 %, лигнина 4,9 %, степень полимеризации (СП) 225, насыпная плотность 120 кг/м<sup>3</sup>, зольность 1,47 %.

**Пример 2.** Предварительно измельченную и обработанную 4 %-ным раствором щелочи солому тритикале загружают в пробоотборник, герметично закрывают крышкой и помещают в СВЧ-установку мощностью 700 Вт при давлении 0,3 МПа до температуры 150 °С в атмосфере оксида углерода и выдерживают 17,5 мин, после чего осуществляют быструю декомпрессию растительной массы быстрым сбросом давления до атмосферного ("выстрел"). Полученный продукт промывают водой до нейтральной реакции и высушивают.

Содержание  $\alpha$ -целлюлозы 85,21 %, лигнина 5,67 %, СП 225, насыпная плотность 120 кг/м<sup>3</sup>, зольность 1,51 %.

**Пример 3.** Предварительно измельченную и обработанную 4 %-ным раствором щелочи солому тритикале загружают в пробоотборник, герметично закрывают крышкой и помещают в СВЧ-установку мощностью 700 Вт при давлении 1,0 МПа до температуры 150 °С в атмосфере оксида углерода и выдерживают 1,5 мин, после чего осуществляют быструю декомпрессию растительной массы быстрым сбросом давления до атмосферного ("выстрел"). Полученный продукт промывают водой до нейтральной реакции и высушивают.

# ВУ 23738 С1 2022.06.30

вают. Содержание  $\alpha$ -целлюлозы 85,42 %, лигнина 5,22 %, СП 229, насыпная плотность 120 кг/м<sup>3</sup>, зольность 1,49 %.

После отмывки продукт при необходимости подвергается обработке отбеливающими реагентами для снижения содержания лигнина.

Поставленная задача интенсификации процесса получения микрокристаллической целлюлозы решена за счет снижения продолжительности нагрева до необходимой температуры автогидролиза и уменьшения температуры обработки, что обеспечивается осуществлением процесса автогидролиза-взрыва в среде диоксида углерода под действием СВЧ-энергии. Это позволяет снизить температуру обработки на 50-60 °С по сравнению с прототипом и уменьшить продолжительность процесса.

В Республике Беларусь данное изобретение может быть использовано на предприятиях химической, биотехнологической, целлюлозно-бумажной и других отраслей промышленности.

Источники информации:

1. SU 181279 A1.
2. RU 2147057 C1.
3. US 4645541.
4. RU 2472808 C1 (прототип).