

чения на адсорбцию водяного пара композитами. Полученные результаты будут полезны при выборе составов для формирования на основе фумарата алюминия и других МОКП пленочных и гранулированных адсорбирующих водяной пар композитов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Air-Con Metal–Organic Frameworks in Binder Composites for Water Adsorption Heat Transformation Systems / S. Gökpinar [et al.] // Ind. Eng. Chem. Res. – 2019. – V. 58. – P. 21493–21503.
2. Shaping of metal-organic frameworks into mechanically stable monoliths with poly(vinyl alcohol) by phase separation technique / E. Hastürk [et al.] // Microporous and Mesoporous Materials. – 2019. – V. 280. – P. 277–287.
3. Forming MOFs into Spheres by Use of Molecular Gastronomy Methods / A. I. Spjelkavik [et al.] // Chem. Eur. J. – 2014. – V. 20. – P. 1–7.
4. Leung E., Miller U., Trukhan N., Mattenheimer H., Cox G., Blei S. Process for preparing porous metal-organic frameworks based on aluminum fumarate. Pat. US 20120082864A1/ Publ. date 05.04.2012
5. Metal organic framework/ polyelectrolyte composites for water vapor sorption applications / T. Shutava [et al.] // Dalton Trans. – 2022 – V. 51. – P. 7053–7067.

УДК.547.458.81

Р. С. Сайфутдинов, д-р техн. наук, проф.,  
У. Д. Мухитдинов, канд. техн. наук, доц.  
(ТХТИ, г. Ташкент, Республика Узбекистан)

#### **ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЫШЕНИЯ РЕАКЦИОННОЙ СПОСОБНОСТИ ХЛОПКОВОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ ПРЕДНАЗНАЧЕННОЙ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ**

Введение. Хлопковое волокно по своей природе имеет извитость, поэтому, они в сухом и мокром состояниях быстро собираются в комочки и узелки, образуя жгутики и верёвки, а также обволакиваются сорными примесями и делаются труднодоступными к очистке [1].

Реакционная способность хлопковой целлюлозы при химической переработке значительно ниже, чем у других видов целлюлозы, поскольку ее структура состоит из кристаллических и аморфных участков. Химические реагенты легко реагируют с функциональными группами в аморфном участке, однако эти реагенты трудно проникают в кристаллические участки. В результате часть целлюлозы вступает в химические реакции, а другая не вступает. Это приводит к остановке технологической линии из-за затруднения в проходе через

фильтр полученного продукта (эферы целлюлозы) [2–3].

Изучение научно-технической литературы в области повышения реакционной способности хлопковой целлюлозы позволило выявить ряд работ, направленных на решение этой проблемы. К примеру, предложен метод, суть которого заключается в следующем: набухшую в воде целлюлозу замораживают при температуре от  $-15$  до  $-20^{\circ}\text{C}$  с последующим размораживанием, что в итоге приводит к уменьшению кристаллических участков в структуре. Путем обработки хлопковой целлюлозы азот содержащими веществами, а также путем частичной этерификации хлопковой целлюлозы достигнуто некоторое увеличение расстояния между макромолекулами целлюлозы [4–6].

В процессе кислородно-щелочной варки, как и при других способах варки, наряду с рафинированием натуральной целлюлозы происходят ее структурные изменения. При выборе оптимального режима необходимо изучить изменения макро- и микроструктуры целлюлозного волокна в зависимости от условий приготовления [7].

Методы и материалы. В работе использовались физико-химические методы определения показателей качества получаемой при различных условиях хлопковой целлюлозы.

Характеристики ацетилирования хлопковой целлюлозы определяли методом предложенном французской фирмой Спейшен, которое определяется путем произведения вязкости на фильтруемость и деленное на 1000.

Полученные образцы целлюлозы перерабатывались на триацетаты, где изучалась кинетика ацетелирования.

Изучение изменения кристаллических и аморфных участков хлопковой целлюлозы после обработки электрическими зарядами осуществляли путем идентификации образцов на основе дифрактограмм, которые снимали на аппарате XRD-6100 (Shimadzu, Japan), управляемом компьютером.

Результаты и обсуждение. Мы провели исследования по активации хлопковой целлюлозы электрическим зарядом, чтобы уменьшить кристаллические площади, которые способствовали снижению реакционной способности хлопковой целлюлозы.

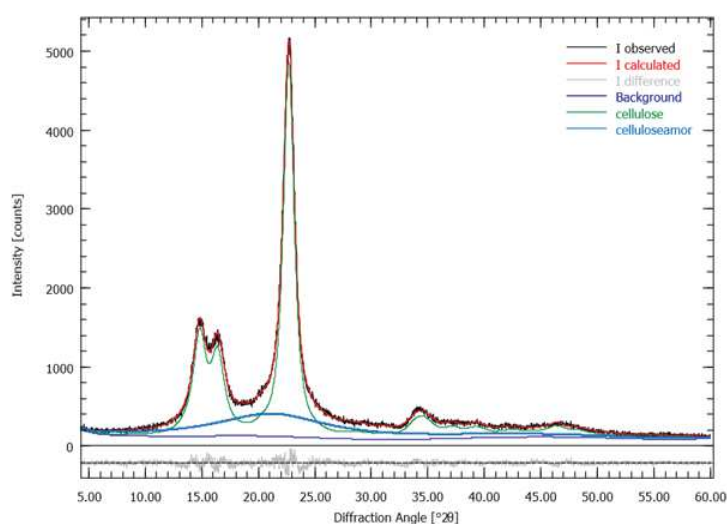
Для исследования были подготовлены образцы хлопковой целлюлозы без контроля активации (1), с обработкой водой (2) и обработкой электролитом (3). В качестве электролита был выбран раствор карбонатной соли аммония.

Визуальная информация о структурных изменениях в хлопковой целлюлозе после обработки электрическим зарядом в исследуемых образцах предоставлена с помощью рентгеноструктурного анализа.

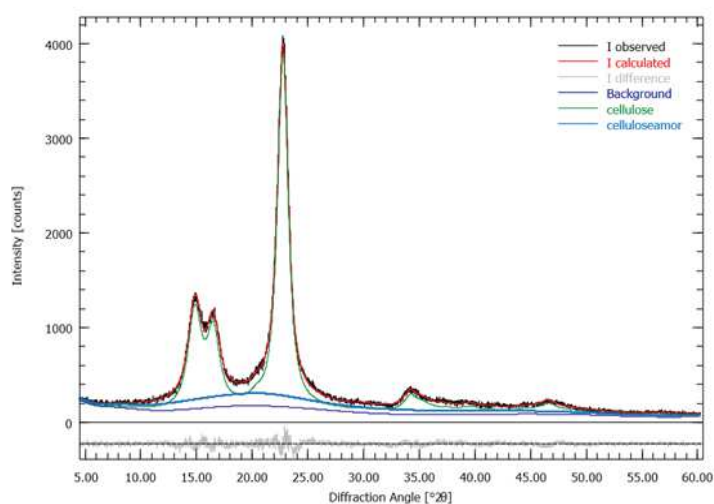
Структурные изменения в образцах целлюлозы, а также опреде-

ление степени кристалличности /СК/ целлюлозы были изучены наиболее распространенным рентгеновским методом, который основан на сравнении интенсивности рассеяния рентгеновских лучей в кристаллической и аморфной областях.

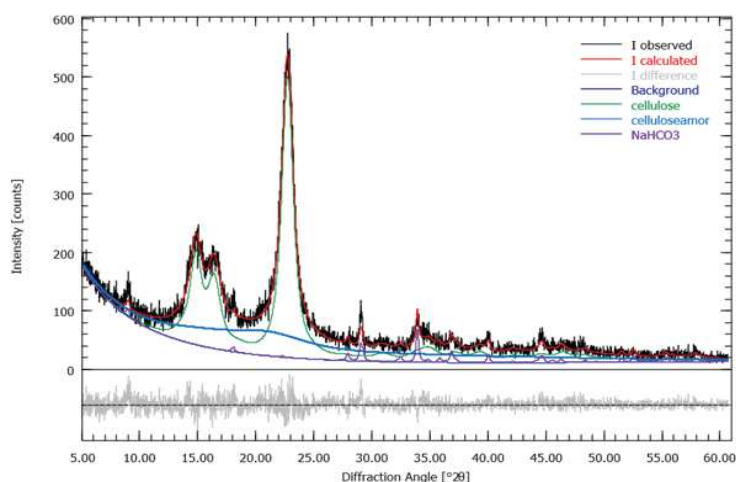
По результатам исследований установлено, что максимальный СК хлопковой целлюлозы наблюдается в контрольной пробе. В то же время при обработке электрическим зарядом без электролита и с электролитом наблюдается частичное разрушение межмолекулярных водородных связей. По данным дифрактограммного анализа (рисунки 1–3), можно оценить степень кристалличности полученных образцов по сравнению с эталонной и исходной микрокристаллической целлюлозой (образцы 1–3).



**Рисунок 1 – Дифрактограмма образца 1**



**Рисунок 2 – Дифрактограмма образца 2**



**Рисунок 3 – Дифрактограмма образца 3**

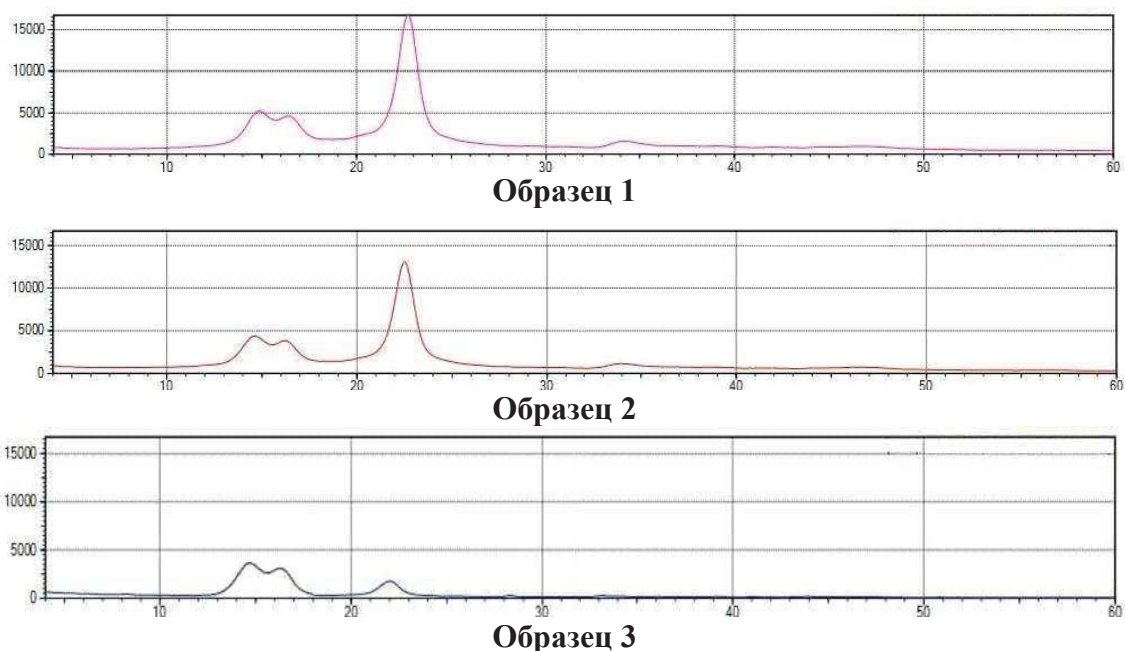
Поскольку аморфизация или уменьшение размера кристаллитов приводят к расширению пиков дифрактограмм, то проведение интегрирования наиболее интенсивных пиков кристаллической целлюлозы и суммирования интегралов пиков, с учетом фона и аморфных пиков, даёт возможность вычислить индекс кристалличности целлюлозы на основании данных рентгеновских дифрактограмм (таблица).

**Таблица – Данные расчета кристалличности образцов целлюлозы на основании рентгенофазового анализа**

| Образцы   | Интегралы 4-х кристаллических пиков целлюлозы | Сумма интегралов кристаллических пиков целлюлозы | Интеграл рентгеновской дифрактограммы (кристаллические, аморфные пики и фон) | Индекс кристалличности целлюлозы (сумма интегралов кристаллических пиков целлюлозы/интеграл рентгеновской дифрактограммы)*100 |
|-----------|-----------------------------------------------|--------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Образец 1 | 56.78942                                      | 282.47305                                        | 423.34631                                                                    | 66.72                                                                                                                         |
| Образец 2 | 54.52621                                      | 268.3713                                         | 410.37879                                                                    | 65.40                                                                                                                         |
| Образец 3 | 67.56028                                      | 303.29433                                        | 668.62411                                                                    | 45.36                                                                                                                         |

Кроме того, появление в рентгенограмме образца 3 пиков Тринарий карбонат (гидрокарбонат)\*2Н<sub>2</sub>О в виде отдельных кристаллических пиков с достаточной для вычисления интенсивностью позволяет заключить, что в образце присутствует некоторое количество примеси гидрокарбоната. Учитывая чувствительность метода рентгенофазового анализа и проведя количественный анализ дифрактограммы образца 3, мы нашли в нем наличие 4.79% гидрокарбоната. При этом для образца 3 наблюдается аномальное снижение индекса кристалличности, несмотря на то, что наличие 5% примеси приводит к появлению дополнительных пиков кристаллической природы. Применение метода ритвел-

да для анализа дифрактограммы образца 2, используя метод наименьших квадратов для уточнения и приближения теоретической линии всего профиля дифрактограммы к её экспериментальному профилю, позволяет проанализировать кристаллическую структуру и получить надежные результаты при перекрывании отражений от кристаллических фаз микрокристаллической целлюлозы и гидрокарбоната.



Образец 1 – контрольная хлопковая целлюлоза; образец 2 – влажная хлопковая целлюлоза; образец 3 – Хлопковая целлюлоза, увлажненная в электролите.

**Рисунок 4 – Структуры хлопковой целлюлозы по данным рентген анализа**

Идентификацию образцов проводили на основе дифрактограмм, которую снимали на аппарате XRD-6100 (Shimadzu, Japan), управляемом компьютером. Применяли  $\text{CuK}\alpha$ -излучение ( $\beta$ -фильтр, Ni, 1.54178 режим тока и напряжения трубки 30 mA, 30 kV) и постоянную скорость вращения детектора 4 град/мин с шагом 0,02 град. ( $\omega/2\theta$ -сцепление), а угол сканирования изменялся от 4 до 80° (рисунок 4).

Таким образом, можно сделать вывод, что при обработке целлюлозы электрическим импульсом (образец 2), структура целлюлозы практически не изменяется, т.е. не происходит аморфизация целлюлозы и она схожа с контрольным образцом (образец 1).

После химической обработки солью гидрокарбоната с последующим электрическим импульсом целлюлоза аморфизируется и пик в области 220 исчезает, что свидетельствует о полном исчезновении кристаллических участков целлюлозы (образец 3).

**Вывод.** Предложен способ повышения реакционной способности хлопковой целлюлозы, в результате которого показатели каче-

ства получаемый продуктов улучшаются путем обработки электрическим зарядом. Определена зависимость реакционной способности целлюлозы от напряжения, количества импульсов и емкости конденсатора. Оптимальные параметры были определены экспериментально: напряжение разряда 11–13 кВ, число импульсов 22–24 и емкость конденсатора 0,6 мкФ соответственно. Согласно результатам исследований, наивысший показатель качества ацетатных пленок и волокон наблюдался для триацетата целлюлозы, полученной на основе хлопковой целлюлозы, увлажненной электролитом и обработанной электрическим зарядом в оптимальном режиме.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Миркамилов Т. М. Технология хлопковой целлюлозы. – Ташкент: Монография, Фан, 1996. – 272 с.
2. Сайфутдинов Р. С. Разработка химической технологии использования отходов хлопководства для производства древесностружечных плит и целлюлозы: Автореферат д-р техн. наук. – Ташкент, 1998. – 49 с.
3. Sayfutdinov R. S., Muxitdinov U. D., Eshpulatov N. M. // Technical science and innovation. – 2020. – №1. – С. 35–42.
4. Примкулов М. Т., Исмоилов С. Н., Умарова В. К. // Буғдой сомони, шоли ва ғўза пояларидаан целлюлоза олиш ва уларнинг структурасини сувда бўқиши усули орқали ўрганиш. // Композицион материаллар. – 2015. – №1. – С. 62–64.
5. Sayfutdinov R. S., Muxitdinov U. D., Eshpulatov N. M. // Increasing reactivity cotton cellulose intended for acetylation // International Journal of Research. – 2020. – P. 854–860.
6. Sayfutdinov R. S., Muxitdinov U. D., Eshpulatov N. M. // Increasing reactivity of cotton celluloses for chemical processing // Construction Mechanics, Hydraulics and Water Resources Engineering (CON-MECHYDRO-2020). – P. 56–62.
7. Sayfutdinov R. S., Muxitdinov U. D. // Obtaining Paper Based On Cellulose From Low Grades of Lint In Combination with Waste // AIP INTERNATIONAL CONFERENCE ICPPMS. – 2022. – Scopus & Web of Science. – P. 50–51.