



## ТЕХНОЛОГИЯ ХИМИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ДРЕВЕСИНЫ И ПРОИЗВОДСТВО ДРЕВЕСНО-ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ

Научная статья

УДК 676.154.3

DOI: 10.37482/0536-1036-2024-2-152-165

### Влияние вида ножевой размалывающей гарнитуры на процесс получения микрокристаллической целлюлозы

*Л.В. Юртаева*<sup>✉</sup>, канд. техн. наук, доц.; ResearcherID: [ITU-6565-2023](https://orcid.org/0009-0002-6045-3442),

ORCID: <https://orcid.org/0009-0002-6045-3442>

*Ю.Д. Алашкевич*, д-р техн. наук, проф.; ResearcherID: [ITU-6674-2023](https://orcid.org/0009-0005-9894-2630),

ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-9894-2630>

*Е.А. Слизикова*, аспирант; ResearcherID: [ITU-6598-2023](https://orcid.org/0009-0003-2708-0653),

ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-2708-0653>

*Е.В. Каплёв*, аспирант; ResearcherID: [ITU-6526-2023](https://orcid.org/0009-0005-0235-7630),

ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-0235-7630>

*С.А. Пожаркова*, мл. науч. сотр.; ResearcherID: [IUQ-1617-2023](https://orcid.org/0009-0000-6403-1701),

ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-6403-1701>

Сибирский государственный университет науки и технологий им. академика М.Ф. Решетнёва, просп. им. газеты «Красноярский рабочий», д. 31, г. Красноярск, Россия, 660037; 2052727@mail.ru<sup>✉</sup>, alashkevichud@sibsau.ru, 905426521lena@mail.ru, kaplyov2017@mail.ru, pzh02@mail.ru

Поступила в редакцию 06.07.23 / Одобрена после рецензирования 04.10.23 / Принята к печати 07.10.23

**Аннотация.** Показана возможность интенсификации процесса получения микрокристаллической целлюлозы с использованием предварительного размола волокнистых полуфабрикатов перед гидролизом. Рассмотрены технологические факторы, определяющие размол волокнистых материалов. На эффективность процесса получения микрокристаллической целлюлозы влияет выбор технологии ее производства. Для размола использовалась полупромышленная дисковая мельница с размалывающей гарнитурой с прямолинейной и криволинейной формами ножей. Построены мультифизические модели течения волокнистой массы в зоне размола дисковой мельницы при разных рисунках размалывающих ножевых гарнитур. Морфологические свойства волокна измерены на автоматическом анализаторе волокна Morfi Neo после размола до 65 °ШР. Проанализирован характер изменения свойств беленой сульфатной листовенной и хвойной целлюлозы. Выяснено, что он идентичен для всех степеней помола, но в наибольшей степени количественные характеристики изменяются при размолу хвойной целлюлозы с использованием прямолинейной гарнитуры: средневзвешенная длина волокон уменьшается на 17 %, ширина – на 14 %; содержание обломанных волокон увеличивается на 22 %, мелочи по длине – на 67 %, индекс фибрилляции – в 1,9 раза. Проведен сравнительный анализ значений степени полимеризации в зависимости от рисунка размалывающих ножевых гарнитур. Определены условия получения микрокристаллической целлюлозы после размола волокнистой массы в полупромышленной дисковой мель-

© Юртаева Л.В., Алашкевич Ю.Д., Слизикова Е.А., Каплёв Е.В., Пожаркова С.А., 2024

 Статья опубликована в открытом доступе и распространяется на условиях лицензии CC BY 4.0

нице в зависимости от степени помола. Показано, что с повышением степени помола волокнистой массы с 15 до 65 °ШР степень полимеризации микрокристаллической целлюлозы снижается с 272 до 120, концентрация соляной кислоты – с 2,5 до 1,5 н., продолжительность гидролиза – со 120 до 90 мин. Разработанный метод получения микрокристаллической целлюлозы позволяет сократить расходы на химическую обработку волокнистой массы (концентрацию кислоты, продолжительность обработки и температуру гидролиза) в 1,5 раза.

**Ключевые слова:** размол волокнистых материалов, микрокристаллическая целлюлоза, размалывающая гарнитура, гидролиз, фибрилляция, дисковая мельница, деструкция, степень полимеризации

**Для цитирования:** Юртаева Л.В., Алашкевич Ю.Д., Слизикова Е.А., Каплёв Е.В., Пожаркова С.А. Влияние вида ножевой размалывающей гарнитуры на процесс получения микрокристаллической целлюлозы // Изв. вузов. Лесн. журн. 2024. № 2. С. 152–165. <https://doi.org/10.37482/0536-1036-2024-2-152-165>

Original article

### The Effect of the Knife Tacking Type on the Process of Producing Microcrystalline Cellulose

**Larisa V. Yurtayeva**<sup>✉</sup>, Candidate of Engineering, Assoc. Prof.;

ResearcherID: [ITU-6565-2023](https://orcid.org/0009-0002-6045-3442), ORCID: <https://orcid.org/0009-0002-6045-3442>

**Yuriy D. Alashkevich**, Doctor of Engineering, Prof.; ResearcherID: [ITU-6674-2023](https://orcid.org/0009-0005-9894-2630),

ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-9894-2630>

**Elena A. Slizikova**, Postgraduate Student; ResearcherID: [ITU-6598-2023](https://orcid.org/0009-0003-2708-0653),

ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-2708-0653>

**Evgeniy V. Kaplyov**, Postgraduate Student; ResearcherID: [ITU-6526-2023](https://orcid.org/0009-0005-0235-7630),

ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-0235-7630>

**Snezhana A. Pozharkova**, Junior Research Scientist;

ResearcherID: [IUQ-1617-2023](https://orcid.org/0009-0000-6403-1701), ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-6403-1701>

Reshetnev Siberian State University of Science and Technology, prosp. imeny gazety “Krasnoyarskiy rabochiy”, 31, Krasnoyarsk, 660037, Russian Federation; 2052727@mail.ru<sup>✉</sup>, alashkevichud@sibsau.ru, 905426521lena@mail.ru, kaplyov2017@mail.ru, pzh02@mail.ru

Received on July 6, 2023 / Approved after reviewing on October 4, 2023 / Accepted on October 7, 2023

**Abstract.** The article shows the possibility of intensifying the process of producing microcrystalline cellulose via pregrinding of fibrous semi-finished products before hydrolysis. The technological factors determining the grinding of fibrous materials have been considered. The efficiency of the microcrystalline cellulose production process is influenced by the choice of its production technology. For grinding, a semi-industrial disc mill with a tacking with rectilinear and curvilinear knives has been used. Multiphysics models of the flow of fibrous mass in the grinding zone of a disc mill with different knife tacking patterns have been constructed. The morphological properties of the fiber have been measured on the Morfi Neo automatic fiber analyzer after grinding to 65 °SR. The nature of the change in the properties of bleached sulfate hardwood and softwood cellulose has been analyzed. It has been found that it is identical for all degrees of grinding, but the quantitative characteristics change to the greatest extent when grinding softwood cellulose using a tacking with rectilinear knives:

the weighted average length of fibers decreases by 17 %, the width – by 14 %; the content of broken fibers increases by 22 %, the content of fines along the length – by 67 % and the fibrillation index – by 1.9 times. A comparative analysis of the values of the degree of polymerization depending on the knife tacking pattern has been carried out. The conditions for producing microcrystalline cellulose after grinding the fibrous mass in a semi-industrial disc mill, depending on the degree of grinding, have been determined. It has been shown that with an increase in the degree of grinding of the fibrous mass from 15 to 65 °SR, the degree of polymerization of microcrystalline cellulose decreases from 272 to 120, the concentration of hydrochloric acid – from 2.5 to 1.5 N and the duration of hydrolysis – from 120 to 90 min. The developed method for producing microcrystalline cellulose makes it possible to reduce the cost of chemical treatment of the fibrous mass (acid concentration, treatment duration and hydrolysis temperature) by 1.5 times.

**Keywords:** grinding of fibrous materials, microcrystalline cellulose, tacking, hydrolysis, fibrillation, disc mill, destruction, degree of polymerization

**For citation:** Yurtayeva L.V., Alashkevich Yu.D., Slizikova E.A., Kaplyov E.V., Pozharkova S.A. The Effect of the Knife Tacking Type on the Process of Producing Microcrystalline Cellulose. *Lesnoy Zhurnal* = Russian Forestry Journal, 2024, no. 2, pp. 152–165. (In Russ.). <https://doi.org/10.37482/0536-1036-2024-2-152-165>

### *Введение*

Целлюлоза – самый распространенный в природе полимер, содержащийся в волокнах деревьев, однолетних растений, в отходах сельскохозяйственных культур и другой биомассе. Волокна, которые содержат целлюлозу, могут быть расщеплены на отдельные фибриллы – фибриллированную целлюлозу (различной длины и ширины) – до наноразмеров. Для устранения свойственных природной целлюлозе недостатков (низкой устойчивости к действию микроорганизмов (гниению), света, тепла, атмосферы) и придания новых ценных свойств ее модифицируют 2 методами: изменением надмолекулярной структуры (структурная модификация) и разнообразными химическими превращениями (химическая модификация) [19, 21]. Модификация целлюлозы в большинстве случаев позволяет получать материалы с улучшенными или заданными свойствами, что зависит от направления трансформации [23, 26, 27].

Внедрение модифицированной мелкодисперсной целлюлозы в различные отрасли промышленности будет способствовать снижению экономических затрат при производстве продуктов на биологической основе в сравнении с продуктами, полученными на основе нефти. Наноматериалы из растительных полимеров намного дешевле, чем из нефти, кроме того, их можно извлекать из различного вида сырья, тогда как залежи легкодобываемых нефтяных ресурсов практически истощены [24].

Независимо от отрасли, в которой ее используют, модифицированная мелкодисперсная целлюлоза (микросталлическая целлюлоза – МКЦ, микрофибриллярная целлюлоза) обладает свойствами, определяющими реакцию готовой продукции на различные воздействия. В ряде работ, связанных с получением МКЦ, основное внимание уделяется действию кислот на волокнистую массу [12, 13, 16, 20, 22, 25]. Анализ этих работ показал, что при производстве МКЦ с использованием неорганических кислот не всегда удается минимизировать концентрацию кислоты или выбрать оптимальный технологический режим. На наш

взгляд, снизить вредное воздействие неорганических кислот на окружающую среду и энергозатраты при получении МКЦ можно за счет обработки волокнистой массы перед размолом (безножевым или ножевым способом).

Основное назначение размола волокнистой массы для производства бумаги заключается в изменении свойств волокон (увеличение гибкости, эластичности, появление жирности на ощупь). Ряд технологических факторов, влияющих на эффективность размола волокнистых материалов, подробно рассмотрен исследователями [1, 6].

К главным характеристикам ножевой гарнитуры относятся: толщина ножей и ширина канавок между ними, угол наклона ножа к радиусу диска, наличие и расположение перегородок в канавках между ножами [8, 9]. Расстояние между ножами 0,65...0,8 мм будет способствовать слабой гидратации волокон; 0,5...0,6 мм – более сильной; 0,2...0,4 мм – слабому рубящему воздействию на волокно; 0,1...0,2 мм – среднему; зазор менее 0,1 мм – сильному воздействию [18]. Установлено, что средний угол наклона ножей к радиусу диска колеблется от 12,5 до 25° [31], а угол скрещивания ножей составляет 25...50°. При этом основной (механический) разمول волокнистого полуфабриката происходит на передней кромке ножа небольшой ширины, остальная часть ширины ножа играет второстепенную роль [4, 8]. Исходя из этого авторы указанных работ считают, что характер разработки волокна в первую очередь зависит от числа режущих кромок, а не от ширины размалывающих ножей. Для размола любого волокнистого материала ширина ножей должна быть не более 3...4 мм. В этом случае достигаются высокие бумагообразующие свойства целлюлозы при минимальной энергоёмкости процесса.

При размоле целлюлоза для производства бумаги проходит следующие стадии обработки [3]: окончательное разделение пучков на отдельные волокна; разрушение поверхностей оболочки (первичной стенки) волокон; внешнее и внутреннее фибриллирование, что в дальнейшем способствует ускорению процесса набухания; выравнивание длины волокон.

На целлюлозно-бумажных предприятиях, при их большой производительности, разمول полуфабрикатов осуществляется в основном на дисковых мельницах [5]. Они являются универсальным размалывающим оборудованием, которое успешно используется для измельчения различных видов целлюлозы и полуцеллюлозы, отходов сортирования целлюлозы и древесной массы, включая и разمول сучков, щепы при производстве древесной массы, термомеханической массы и массы для древесноволокнистых плит, для рафинирования бумажной и макулатурной массы. Преимуществами данного вида оборудования служат компактность, удобство в эксплуатации и техническом обслуживании, возможность получения тонкодисперсных порошков при относительно малых энергозатратах, высокой степени механохимической активации продуктов помола.

На наш взгляд, способность размалывающего оборудования разделять различные растительные волокнистые полуфабрикаты на волокна, измельчать их и развивать у них определенные свойства можно использовать не только с целью получения длиноволокнистых фракций, но и мелкодисперсной целлюлозы гидrolитической деструкции (МКЦ) [1, 7, 11, 17].

Принимая во внимание, что модифицированная целлюлоза представляет собой предмет активного изучения [28] и применение данного вида сырья важ-

но для химической, нефтехимической, медицинской, фармацевтической промышленности, т. к. открывает перспективу получения материалов с качественно и количественно новыми характеристиками, исследования влияния размола волокнистой массы на процесс получения модифицированной целлюлозы являются актуальными.

Цель работы – изучение влияния рисунка размалывающей гарнитуры полупромышленной дисковой мельницы на процесс получения МКЦ.

#### Объекты и методы исследования

Объект исследования – процесс получения МКЦ. В качестве сырья использованы беленая сульфатная хвойная целлюлоза (БСХЦ) и беленая сульфатная лиственная целлюлоза (БСЛЦ) – полуфабрикаты РОП ОАО «Группа Илим» (г. Братск).

Одной из проблем при получении мелкодисперсных целлюлозных материалов химическим способом является утилизация отработанного раствора кислоты после гидролиза [29, 30]. Для снижения вредного воздействия неорганических кислот на окружающую среду и энергозатрат при получении МКЦ волокнистая масса подвергалась размолу.

Для анализа движения потока волокнистой массы в дисковой мельнице с размалывающими гарнитурами, имеющими разную форму ножей, были построены мультифизические модели (рис. 1). Компьютерное моделирование проходило в несколько стадий: создание твердотельной 3D-модели; формирование расчетной сетки (рис. 1, а); задание граничных условий (рис. 1, б); моделирование потока внутри мельницы; анализ полученных результатов. Количество элементов сетки – 257 320; входные данные: давление на входе – 500 кПа, частота вращения ротора – 2000 об./мин.

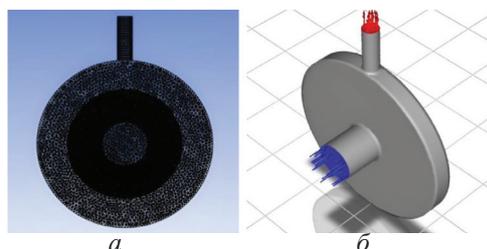


Рис. 1. Мультифизические модели дисковой мельницы: а – расчетная сетка; б – граничные условия (вход и выход)

Fig. 1. The multiphysics models of a disc mill: а – computational grid; б – boundary conditions (inlet and outlet)

Модель построена на основании решения уравнений Рейнольдса для моделирования течений внутри дисковой мельницы с учетом ее реальной геометрии. В общем случае рассматривали турбулентное течение. Для моделирования турбулентного течения в качестве основной использовали 2-зонную 2-параметрическую модель Ментера SST, т. к. модели типа  $k-\epsilon$  лучше описывают свойства свободных сдвиговых течений; модели  $k-\omega$  имеют преимущество при моделировании пристеночных течений и записывается путем суперпозиции моделей  $k-\epsilon$  и  $k-\omega$ . Суть этого подхода заключается в решении осредненных уравнений Навье–Стокса:

$$\frac{\partial \rho V}{\partial t} + \nabla(\rho V \cdot V) = -\nabla p + \nabla(\tau - \overline{\rho V' \cdot V'} + F),$$

где  $V$  – усредненное по времени поле скоростей;  $\rho$  – плотность моделируемой жидкости, кг/м<sup>3</sup>;  $t$  – время, с;  $p$  – давление, Па;  $\tau$  – кинетическая энергия турбулентности, Дж/м<sup>3</sup>;  $-\rho V' \cdot V'$  – тензор рейнольдсовых напряжений;  $F$  – площадь контакта ножей, м<sup>2</sup>.

При построении 2-параметрических моделей турбулентности для определения компонента тензора рейнольдсовых напряжений применяли гипотезу Буссинеска об изотропной турбулентной вязкости:

$$-\rho V' \cdot V' = \mu_t \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) - \frac{2}{3} \left( \rho k + \mu_t \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) \delta_{ij},$$

где  $\mu_t$  – турбулентная вязкость;  $u_i, u_j$  – компоненты векторов скорости в  $i$ -й и  $j$ -й координатных осях соответственно, м/с;  $x$  – пространственные координаты, м;  $k$  – кинетическая энергия турбулентных пульсаций.

Плавный переход от модели  $k$ - $\omega$  в пристеночной области к модели  $k$ - $\epsilon$  вдали от твердых стенок обеспечивали введением весовой эмпирической функции  $F_1$ .

Размол волокнистой массы проводили в лабораторных условиях на полупромышленной дисковой мельнице после роспуска в гидроразбивателе при концентрации 10 кг/м<sup>3</sup> [20]. Пробы отбирали каждые 10 мин размола до степени помола 65 °ШР. Степень помола измеряли в соответствии с ISO 5267-1.

Схемы ножевых размалывающих гарнитур: традиционной 8-секторной с прямолинейной формой ножей с углом 22,5° [15] и с криволинейными ножами серповидной формы [14] – представлены на рис. 2, их конструктивные и технологические характеристики – в табл. 1.

Рис. 2. Схемы ножевых размалывающих гарнитур: *a* – с прямолинейной формой ножей; *b* – с криволинейными ножами серповидной формы



Fig. 2. The schemes of the knife tackings: *a* – with rectilinear knives; *b* – with curvilinear crescent-shaped knives

Таблица 1

**Конструктивные и технологические характеристики ножевых размалывающих гарнитур**

**The design and technological characteristics of the knife tackings**

Форма ножей	Наружный / внутренний диаметр, мм	Размер ножей, мм		Ширина канавки, мм	Секундная режущая длина, м/с	Площадь контакта ножей ротора и статора, м <sup>2</sup>	Отношение площади поверхности ножей к общей площади поверхности гарнитуры, %
		толщина	высота				
Прямолинейная	300/120	4	4	4	23070	0,0198	45
Криволинейная		6	5	6	7200	0,0119	41

Морфологические свойства волокна при различной степени помола исследованы на оптическом анализаторе волокна Morfi Neo. После размолла целлюлозу сухостью 93...98 % подвергали гетерогенному гидролизу при атмосферном давлении с использованием 1,5–2,5 н. соляной кислоты с целью деструкции волокнистой структуры целлюлозы. Регулируемыми параметрами гидролиза являлись степень помола (интервал варьирования – 15...65 °ШР), температура (80...100 °С), продолжительность (90...120 мин) и концентрация кислоты (1,5...2,5 н.). Гидро модуль оставался постоянным – 15:1.

Далее выполнен механический размол гидролизованной целлюлозы на мельнице до мелкодисперсного состояния. Для определения степени полимеризации МКЦ по ГОСТ 9105–74 применяли комплексное соединение гексанатрий тристаратрат железа [10]. Индекс кристалличности МКЦ установлен на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3. Излучение CuKa – сканированием: 1 °/мин, шаг сканирования – 0,02°. Ситовой анализ осуществляли по ГОСТ 3584–73.

#### Результаты исследования и их обсуждение

*Распределение движения потока волокнистой массы.* Как видно из рис. 3, скорости движения волокнистой массы на гарнитурах независимо от формы ножей достигают наиболее высоких значений по периферии ножевых размалывающих гарнитур. При этом ширина зоны низкой скорости движения потока у прямолинейной 8-секторной гарнитуры немного больше и составила 1/3 от общего диаметра гарнитуры, тогда как у криволинейной – 1/4.

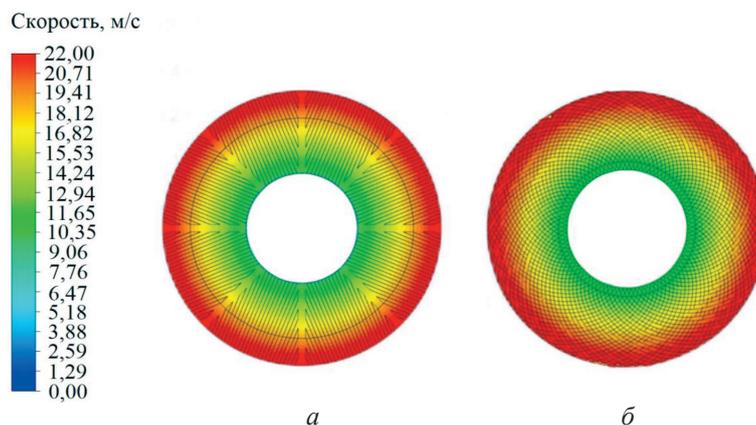


Рис. 3. Мультифизическая модель распределения угловой скорости движения волокнистой массы: *a* – прямолинейная гарнитура; *б* – криволинейная гарнитура

Fig. 3. The multiphysics model of the distribution of angular velocity of the fibrous mass movement: *a* – a tacking with rectilinear knives; *б* – a tacking with curvilinear knives

Из рис. 4, *a* видно, что ширина сектора минимального давления на ножевой прямолинейной гарнитуре больше, чем на криволинейной гарнитуре, примерно в 3 раза.

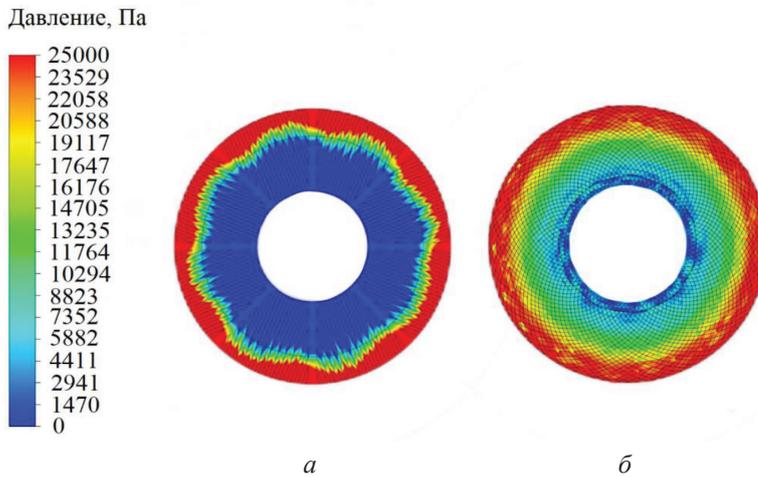


Рис. 4. Мультифизическая модель распределения давления движения волокнистой массы: *a* – прямолинейная гарнитура; *б* – криволинейная гарнитура

Fig. 4. The multiphysics model of the distribution of pressure of the fibrous mass movement: *a* – a tacking with rectilinear knives; *б* – a tacking with curvilinear knives

*Технологические параметры дисковой мельницы.* Расчет технологических параметров дисковой мельницы включал определение секундной режущей длины по конкретному рисунку гарнитуры (м/с), площади контакта ножей, секундной размалывающей способности ( $\text{м}^2/\text{с}$ ) [2, 3]. Установлены секундная режущая длина 23 070 и 7200 м/с для прямолинейной и криволинейной гарнитур соответственно, секундная размалывающая способность 0,66 и 0,397  $\text{м}^2/\text{с}$  соответственно и площадь контакта ножей ротора и статора 0,0198 и 0,0119  $\text{м}^2$  соответственно. Исходя из этих значений, благодаря криволинейной форме ножей снизятся усилия, действующие на волокно по касательной, т. е. будет преобладать фибриллирование при значительных энергозатратах, в то время как использование прямолинейной гарнитуры позволит достичь оптимальных соотношений как рубящего, так и фибриллирующего эффектов, что является наилучшим вариантом для получения МКЦ.

Количественные данные о морфологических свойствах БСХЦ и БСЛЦ, полученные после размола, представлены в табл. 2. Как показывают данные таблицы, независимо от способа обработки волокнистой массы изменения морфологических свойств волокна имеют одинаковую тенденцию при различном рисунке ножевой размалывающей гарнитуры. Причем после механической обработки волокнистой массы средневзвешенная длина и содержание обломанных волокон уменьшаются, а доля мелочи увеличивается для обоих видов сырья.

Таблица 2

**Морфологические свойства волокон БСХЦ и БСЛЦ  
при различных ножевых размалывающих гарнитурах и степени помола**  
**The morphological properties of the bleached sulfate softwood and hardwood cellulose  
fibers at different knife tacking types and degrees of grinding**

Форма ножей	Степень помола, °ШР	Размер волокон, мкм		Содержание, %		Индекс фибрилляции
		средне-взвешенная длина	ширина	обломанных волокон	коротких волокон	
<i>БСЛЦ</i>						
_*	15	965	20,5	20,3	20,7	0,91
Прямолинейная	65	851	21,0	22,9	58,4	1,15
Криволинейная	65	894	20,8	21,7	32,6	1,25
<i>БСХЦ</i>						
_*	15	2184	27,4	35,2	27,7	0,84
Прямолинейная	65	1596	28,1	41,2	53,4	1,62
Криволинейная	65	1807	27,7	40,1	43,3	2,56

\* До помола.

Таким образом, с увеличением степени помола сравниваемых волокнистых полуфабрикатов наибольший фибриллирующий эффект выявлен при использовании гарнитуры с криволинейной формой ножей. Средневзвешенная длина волокон ниже у волокнистой массы, прошедшей обработку с применением гарнитуры с прямолинейной формой ножей, в результате более неравномерного распределения давления в зоне помола. Ширина волокон БСХЦ выше по сравнению с БСЛЦ за счет большего сплющивания и набухания в среднем на 35 %. Содержание мелочи по длине для гарнитуры с прямолинейной формой ножей в сравнении с криволинейной в среднем увеличилось на 7 %.

Так как после помола содержание мелочи по длине выше у волокнистого полуфабриката из хвойной целлюлозы, дальнейшие исследования по получению МКЦ проводили с использованием данного вида сырья. Образцы БСХЦ со степенью помола 15, 28, 50 и 65 °ШР подвергали обработке соляной кислотой с целью удаления аморфной части и получения МКЦ.

Анализ результативных данных показал, что у образцов со степенью помола 65 °ШР в сравнении с образцами, имеющими степень помола 15 °ШР, продолжительность гидролиза снижается со 120 до 90 мин; температура проведения химической обработки – со 100 до 80 °С; концентрация кислоты – с 2,5 до 1,5 н. Снижение происходит за счет предварительного разрушения при помоле клеточной стенки волокна, расщепления ее на фибриллы, повышения мягкости и набухающей способности волокон, что положительно сказывается на проникновении кислоты в структуру волокна при гидролизе. Кроме того, разрыв гликозидных связей в цепных макромолекулах целлюлозы во время кислотной обработки приводит к уменьшению степени полимеризации, удалению аморфной части целлюлозы и образованию МКЦ. Таким образом, наиболее эффективные условия получения МКЦ: степень помола – 65 °ШР, концентрация кислоты – 1,5 н., продолжительность гидролиза – 90 мин, температура – 80 °С (табл. 3, 4).

Таблица 3

Качественные показатели образцов МКЦ при разных ножевых размалывающих гарнитурах и технологических параметрах гидролиза  
The qualitative indicators of the microcrystalline cellulose samples at different knife tacking types and technological parameters of hydrolysis

Вариант эксперимента	Технологические параметры гидролиза					Показатели образцов МКЦ					
	концентрация кислоты, н.	степень размола, °ШР	продолжительность, мин	температура, °С	степень полимеризации	индекс кристалличности	выход, %	белизна, %	насыпная плотность, г/мл		
—*	2,5	15	120	100	272	0,70	92,6	84,0	0,294		
Прямойлинейная форма ножей	2,0	28	110	95	190	0,72	93,2	85,0	0,301		
	1,6	50	100	90	158	0,72	94,6	86,0	0,305		
Криволинейная форма ножей	1,5	65	90	80	120	0,75	97,0	90,0	0,308		
	1,5	65	90	80	170	0,75	97,0	86,0	0,301		
Традиционный способ размола	Avicel стандарт FAO UN MCC 460 i				265	0,63...0,82	—	90,0	0,280...0,360		

\* До размола.

Таблица 4

Влияние рисунка ножевых размалывающих гарнитур на размерность и потерю МКЦ  
The effect of the knife tacking pattern on the dimension and loss of microcrystalline cellulose

Форма ножей	Концентрация кислоты, н.	Потеря сырья, %	Средний размер частиц, мкм	
			длина	ширина
Прямойлинейная	1,5	3,0	48	15
		2,9	76	21

## Выводы

1. С увеличением степени помола независимо от вида размалывающей гарнитуры степень полимеризации микрокристаллической целлюлозы снижается.

2. В результате кислотного гидролиза наименьшие степень полимеризации и средний размер частиц микрокристаллической целлюлозы достигнуты при предварительном размоле волокнистой массы с использованием прямолинейной 8-секторной гарнитуры с углом наклона ножей  $22,5^\circ$ .

3. Применение целлюлозы, предварительно обработанной на ножевой размалывающей установке, позволяет сократить расходы на дальнейшую химическую обработку (концентрацию кислоты, продолжительность обработки и температуру проведения гидролиза) при получении микрокристаллической целлюлозы.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Алашкевич Ю.Д. Основы теории гидродинамической обработки волокнистых материалов в размольных машинах: дис. ... д-ра техн. наук. Л., 1980. 334 с.

Alashkevich Yu.D. *Fundamentals of the Theory of Hydrodynamic Processing of Fibrous Materials in Grinding Machines*: Doc. Techn. Sci. Diss. Leningrad, 1980. 334 p. (In Russ.).

2. Алашкевич Ю.Д., Решетова Н.С. Теория и проектирование машин и оборудования в промышленности. Ч. 1. Красноярск: СибГТУ, 2013. 197 с.

Alashkevich Yu.D., Reshetova N.S. *Theory and Design of Machinery and Equipment in the Industry*. Part 1. Krasnoyarsk, SibSTU Publ., 2013. 197 p. (In Russ.).

3. Алашкевич Ю.Д., Решетова Н.С., Марченко Р.А. Теория и конструкция машин и оборудования отрасли: практикум / СибГУ им. М.Ф. Решетнева. Красноярск, 2020. 96 с.

Alashkevich Yu.D., Reshetova N.S., Marchenko R.A. *Theory and Design of Machinery and Equipment of the Branch: Practicum*. Krasnoyarsk, Reshetnev Siberian State University of Science and Technology Publ., 2020. 96 p. (In Russ.).

4. Гаузе А.А., Гончаров В.Н. Машины для размола и сортирования бумажной массы: конспект лекций. Л., 1975. 115 с.

Gause A.A., Goncharov V.N. *Machines for Grinding and Sorting Paper Pulp*: Lecture Notes. Leningrad, 1975. 115 p. (In Russ.).

5. Дятлов Е.С., Рублев А.И., Кондрашов А.И., Литвинов А.Б. Дисковые мельницы отечественного производства для целлюлозно-бумажной промышленности // Целлюлоз.-бум. машиностроение. 1974. № 1. С. 1–5.

Dyatlov E.S., Rublev A.I., Kondrashov A.I., Litvinov A.B. Disc Mills of Domestic Production for Pulp and Paper Industry. *Tsellyulozno-bumazhnoe mashinostroenie*, 1974, no. 1, pp. 1–5. (In Russ.).

6. Иванов С.Н. Технология бумаги. 3-е изд. М.: Шк. бумаги, 2006. 696 с.

Ivanov S.N. *Paper Technology*. 3rd ed. Moscow, Shkola Bumagi Publ., 2006. 696 p. (In Russ.).

7. Каплёв Е.В., Юртаева Л.В., Алашкевич Ю.Д., Таразеев Д.С. Исследование механических прочностных свойств целлюлозы, полученной из биоповрежденной древесины // Современные тенденции развития химической технологии, промышленной экологии и экологической безопасности: материалы III Всерос. науч.-практ. конф. с участием молодых ученых, Санкт-Петербург, 7–8 апр. 2022 г. СПб.: СПбГУПТД, 2022. С. 25–28.

Kaplyov E.V., Yurtayeva L.V., Alashkevich Yu.D., Tarazeev D.S. Investigation of Mechanical Strength Properties of Cellulose Obtained from Bio-Damaged Wood. *Modern Trends in the Development of Chemical Technology, Industrial Ecology and Environmental Safety: Materials of the 3rd All-Russian Scientific and Practical Conference with the Participation of Young Scientists* (St. Petersburg, April 7–8, 2022). St. Petersburg, Saint Petersburg State University of Industrial Technologies and Design Publ., 2022, pp. 25–28. (In Russ.).

8. Легоцкий С.С., Гончаров В.Н. Размалывающее оборудование и подготовка бумажной массы. М.: Лесн. пром-сть, 1990. 222 с.

Legotskiy S.S., Goncharov V.N. *Grinding Equipment and Preparation of Paper Pulp*. Moscow, Lesnaya promyshlennost' Publ., 1990. 222 p. (In Russ.).

9. Легоцкий С.С., Лантнев Л.Н. Размол бумажной массы. М.: Лесн. пром-сть, 1981. 93 с.

Legotskiy S.S., Laptev L.N. *Paper Pulp Grinding*. Moscow, Lesnaya promyshlennost' Publ., 1981. 93 p. (In Russ.).

10. Оболенская А.В., Щеголев В.П., Аким Г.Л., Аким Э.Л., Коссович Н.Л., Емельянова И.З. Практические работы по химии древесины и целлюлозы. М.: Лесн. пром-сть, 1965. 411 с.

Obolenskaya A.V., Shchegolev V.P., Akim G.L., Akim E.L., Kossovich N.L., Emelyanova I.Z. *Practical Work on the Chemistry of Wood and Pulp*. Moscow, Lesnaya promyshlennost' Publ., 1965. 411 p. (In Russ.).

11. Патент 2147057 РФ, МПК D21C 9/00, C08B 1/02. Способ получения микрокристаллической целлюлозы: № 99117051: заявл. 04.08.1999: опубл. 27.03.2000 / А.П. Карманов, Л.С. Кочева, А.А. Киселева.

Karmanov A.P., Kocheva L.S., Kiseleva A.A. *Method for Producing Microcrystalline Cellulose*. Patent RF, no. RU 2147057 C1, 2000. (In Russ.).

12. Патент 2155192 РФ, МПК C08B 15/02. Способ получения микрокристаллической целлюлозы: № 99116394: заявл. 04.08.1999: опубл. 27.08.2000 / А.В. Тихомиров, Р.А. Буланов.

Tikhomirov A.V., Bulanov R.A. *Method for Producing Microcrystalline Cellulose*. Patent RF, no. RU 2155192 C1, 2000. (In Russ.).

13. Патент 2178033 РФ, МПК D21C 1/04, C08B 15/00. Способ получения микрокристаллической целлюлозы из соломы злаковых: № 2006126226: заявл. 19.07.2006: опубл. 10.12.2007 / Б.Н. Кузнецов, В.Г. Данилов, О.В. Яценкова, Е.Ф. Ибрагимова.

Kuznetsov B.N., Danilov V.G., Yatsenkova O.V., Ibragimova E.F. *Method for Producing Microcrystalline Cellulose from Cereal Straw*. Patent RF, no. RU 2178033 C1, 2007. (In Russ.).

14. Патент 2307833 РФ, МПК D21D 1/30, B02C 7/12. Размалывающая гарнитура: № 2006110647: заявл. 03.04.2007: опубл. 10.10.2007 / Ю.Д. Алашкевич, В.И. Ковалев, В.Ф. Харин, А.П. Мухачев.

Alashkevich Yu.D., Kovalev V.I., Kharin V.F., Mukhachev A.P. *Tacking*. Patent RF, no. RU 2307833 C1, 2007. (In Russ.).

15. Патент 2314381 РФ, МПК D21D 1/30, B02C 7/12. Размалывающая гарнитура для дисковой мельницы: № 2006121711: заявл. 19.06.2006: опубл. 10.01.2008 / Ю.Д. Алашкевич, В.И. Ковалев, А.А. Набиева.

Alashkevich Yu.D., Kovalev V.I., Nabieva A.A. *Tacking for a Disc Mill*. Patent RF, no. RU 2314381 C1, 2008. (In Russ.).

16. Патент 2395636 РФ, МПК D21B 1/36, D21C 1/04, C08B 1/00, C08B 15/02. Способ получения микрокристаллической целлюлозы из автогидролизованной древесины: № 2009126875: заявл. 13.07.2009: опубл. 27.07.2010 / Б.Н. Кузнецов, В.Г. Данилов, О.В. Яценкова, Е.Ф. Ибрагимова.

Kuznetsov B.N., Danilov V.G., Yatsenkova O.V., Ibragimova E.F. *Method for Producing Microcrystalline Cellulose from Autohydrolyzed Wood*. Patent RF, no. RU 2395636 C1, 2010. (In Russ.).

17. Патент 2797202 РФ, МПК D21C 1/04, C08B 15/00. Способ получения микрокристаллической целлюлозы: № 2022132617: заявл. 13.12.2022: опубл. 31.05.2023 / Ю.Д. Алашкевич, В.И. Ковалев, Л.В. Юртаева, Е.В. Каплёв, Р.А. Марченко.

Alashkevich Yu.D., Kovalev V.I., Yurtayeva L.V., Kaplyov E.V., Marchenko R.A. *Method for Producing Microcrystalline Cellulose*. Patent RF, no. 2797202 C1, 2023. (In Russ.).

18. Симигин П.С. О размоле и размалывающем оборудовании // Бум. пром-сть. 1970. № 6. С. 15–17.

Simigin P.S. On Grinding and Grinding Equipment. *Bumazhnaya promyshlennost'*, 1970, no. 6, pp. 15–17. (In Russ.).

19. Юртаева Л.В., Алашкевич Ю.Д. Способ получения микрокристаллической целлюлозы на основе биоповрежденной древесины // Хвойные бореал. зоны. 2022. Т. XL, № 2. С. 158–163.

Yurtayeva L.V., Alashkevich Yu.D. A Method for Producing Microcrystalline Cellulose Based on Bio-Damaged Wood. *Khvoynye boreal'noi zony = Conifers of the Boreal Area*, 2022, vol. XL, no. 2, pp. 158–163. (In Russ.). <https://doi.org/10.53374/1993-0135-2022-2-158-163>

20. Юртаева Л.В., Алашкевич Ю.Д., Каплёв Е.В., Слизикина Е.А. Влияние размола однолетних растительных полимеров на процесс получения мелкодисперсной целлюлозы // Хвойные бореал. зоны. 2023. Т. XLI, № 4. С. 361–368.

Yurtayeva L.V., Alashkevich Yu.D., Kaplev E.V., Slizikova E.A. The Effect of Grinding Annual Plant Polymers on the Process of Obtaining Fine Cellulose. *Khvoynye boreal'noi zony = Conifers of the Boreal Area*, 2023, vol. XLI, no. 4, pp. 361–368. (In Russ.). <https://doi.org/10.53374/1993-0135-2023-4-361-368>

21. García Hernández M.A., Marure A.L., Neira Velázquez M.G., Mariano Torres J.A., Galvan A.A. Microcrystalline Cellulose Isolation – Proposed Mechanism: Enhanced Coupling. *BioResources*, 2023, vol. 18, iss. 1, pp. 1788–1802. <https://doi.org/10.15376/biores.18.1.1788-1802>

22. Hermawan D., Lai T.K., Jafarzadeh S.J., Gopakumar D.A., Hasan M., Owolabi F.A.T., Sri Aprilia N.A., Rizal S., Abdul Khalil H.P.S. Development of Seaweed-Based Bamboo Microcrystalline Cellulose Films Intended for Sustainable Food Packaging Applications. *BioResources*, 2019, vol. 14, iss. 2, pp. 3389–3410. <https://doi.org/10.15376/biores.14.2.3389-3410>

23. Hou W., Ling C., Shi S., Yan Z. Preparation and Characterization of Microcrystalline Cellulose from Waste Cotton Fabrics by Using Phosphotungstic Acid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2019, vol. 123, pp. 363–368. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.11.112>

24. Piyas R.A., Sapuan S.M., Ishak M.R., Zainudin E.S., Atikah M.S. Characterization of Sugar Palm Nanocellulose and its Potential for Reinforcement with a Starch-Based Composite. *Sugar Palm Biofibers, Biopolymers, and Biocomposites*. 1st ed. Boca Raton, CRC Press, 2018, chapt. 10. <https://doi.org/10.1201/9780429443923-10>

25. Kale R.D., Bansal P.S., Gorade V.G. Extraction of Microcrystalline Cellulose from Cotton Sliver and its Comparison with Commercial Microcrystalline Cellulose. *Journal of Polymers and the Environment*, 2018, vol. 26, pp. 355–364. <https://doi.org/10.1007/S10924-017-0936-2>

26. Kushnir E.Yu., Autlov S.A., Bazarnova N.G. Preparation of Microcrystalline Cellulose Directly from Wood under Microwave Radiation. *Russian Journal of Bioorganic Chemistry*, 2015, vol. 41, pp. 713–718. <https://doi.org/10.1134/S1068162015070079>

27. Li T., Chen C., Brozena A.H., Hu L., Zhu J.Y., Xu L., Driemeier C., Dai J., Rojas O.J., Isogai A., Wågberg L., Hu L. Developing Fibrillated Cellulose as a Sustainable Technological Material. *Nature*, 2021, vol. 590, pp. 47–56. <https://doi.org/10.1038/s41586-020-03167-7>
28. *Microcrystalline Cellulose (MCC) Market by Source Type and Application: Global Opportunity Analysis and Industry Forecast 2018 – 2025*. Portland, Allied Market Research, 2018. 212 p.
29. Queiroz A.L.P., Kerins B.M., Yadav J., Farag F., Faisal W., Crowley M.E., Lawrence S.E., Moynihan H.A., Healy A.-M., Vucen S., Crean A.M. Investigating Microcrystalline Cellulose Crystallinity using Raman Spectroscopy. *Cellulose*, 2021, vol. 28, pp. 8971–8985. <https://doi.org/10.1007/s10570-021-04093-1>
30. Tan W.Y., Gopinath S.C.B., Anbu P., Velusamy P., Gunny A.A.N., Chen Y., Subramaniam S. Generation of Microcrystalline Cellulose from Cotton Waste and its Properties. *BioResources*, 2023, vol. 18, iss. 3, pp. 4884–4896. <https://doi.org/10.15376/biores.18.3.4884-4896>
31. Vasilyeva D.Yu., Yurtaeva L.V., Marchenko R.A., Kaplyov E.V., Zyryanov D.E., Reshetova N.S. Investigation of the Influence of the Pattern of a Disc Mill Set on the Process of Obtaining Powdered Pulp. *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, Krasnoyarsk, vol. 2094, art. no. 042050. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2094/4/042050>

**Конфликт интересов:** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов  
**Conflict of interest:** The authors declare that there is no conflict of interest