



УДК 661.728

DOI: 10.37482/0536-1036-2021-6-173-183

**ОТБЕЛКА МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ,
ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ГАЗОФАЗНОГО ГИДРОЛИЗА***А.И. Сизов¹, канд. техн. наук, доц.; ResearcherID: [AAL-2030-2020](https://orcid.org/0000-0001-9412-5557),**ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9412-5557>**С.Д. Пименов¹, аспирант; ResearcherID: [AAC-9435-2020](https://orcid.org/0000-0001-6042-0021),**ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6042-0021>**А.Д. Строителева², химик-аналитик; ResearcherID: [AAL-9152-2020](https://orcid.org/0000-0002-9031-0007),**ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9031-0007>**Е.Д. Строителева², химик-аналитик; ResearcherID: [AAL-9208-2020](https://orcid.org/0000-0001-5888-9349),**ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5888-9349>*

¹Санкт-Петербургский государственный лесотехнический университет им. С.М. Кирова, Институтский пер., д. 5, литер У, Санкт-Петербург, Россия, 194021;

e-mail: sizov.alex@gmail.com, chudopim@mail.ru

²ООО «Кристалл», ул. Шахматова, д. 10, оф. 131, Санкт-Петербург, Россия, 198504;

e-mail: anastasia_stroiteleva1019@mail.ru, katherine_stroiteleva1007@mail.ru

Оригинальная статья / Поступила в редакцию 25.04.20 / Принята к печати 16.06.20

Аннотация. Одним из основных потребителей микрокристаллической целлюлозы является фармацевтическая промышленность, где такую целлюлозу используют в качестве связующего компонента и наполнителя при прямом прессовании таблеток. Микрокристаллическую целлюлозу получают кислотным гидролизом целлюлозы, при этом, как правило, происходит снижение ее белизны, что связано с деструкцией образующихся при гидролизе сахаров и последующим образованием окрашенных продуктов. Их состав и свойства зависят от способа гидролиза, концентрации кислоты, температуры и времени проведения процесса. Одним из наиболее перспективных методов получения микрокристаллической целлюлозы является газозофазный гидролиз целлюлозы газозо-воздушными смесями хлористого водорода. Способ отличается высокой скоростью протекания гидролиза, низкими расходом реагентов и энергетическими затратами. Требования фармацевтической промышленности определяют необходимость получения микрокристаллической целлюлозы с высокой белизной. Цель работы – подбор режимов отбеливания микрокристаллической целлюлозы с использованием в качестве отбеливающих агентов гипохлорита натрия и пероксида водорода. Для исследования брали микрокристаллическую целлюлозу, полученную газозофазным гидролизом беленой древесной целлюлозы. Белизну и величину желтого оттенка микрокристаллической целлюлозы определяли методом цифровой цветометрии на планшетном сканере. Показано, что гипохлорит натрия и пероксид водорода позволяют достичь белизны не менее 90 % и интенсивности желтого оттенка не более 3 усл. ед. Качественная отбеливание может быть проведена даже для образцов микрокристаллической целлюлозы с исходной белизной около 40 %. Гипохлорит натрия отбеливает наиболее эффективно при рН отбелочного раствора 2...3. Пероксид водорода при рН 10...11 также позволяет добиться высокой белизны микрокристаллической целлюлозы, однако расход активного кислорода в этом

Данная статья опубликована в режиме открытого доступа и распространяется на условиях лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (CC BY 4.0) • Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов

случае более чем в 3 раза выше в сравнении с расходом активного хлора. Установлено, что красящие вещества микрокристаллической целлюлозы, полученной методом газофазного гидролиза, состоят из двух хромофорных групп, обесцвечивающихся с различной скоростью. Легкоокисляемая группа компонентов составляет около 90 % от общего количества красящих веществ, а трудноокисляемые компоненты – около 10 % и обуславливают интенсивность желтого оттенка микрокристаллической целлюлозы. Определены режимы отбеливания микрокристаллической целлюлозы гипохлоритом натрия и пероксидом водорода с получением образцов, имеющих белизну, сравнимую с белизной импортных образцов.

Для цитирования: Сизов А.И., Пименов С.Д., Строителева А.Д., Строителева Е.Д. Отбеливание микрокристаллической целлюлозы, полученной методом газофазного гидролиза // Изв. вузов. Лесн. журн. 2021. № 6. С. 173–183. DOI: 10.37482/0536-1036-2021-6-173-183

Ключевые слова: отбеливание, микрокристаллическая целлюлоза, отбеливающие агенты, гипохлорит натрия, пероксид водорода, газофазный гидролиз целлюлозы.

BLEACHING OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE PRODUCED BY GAS-PHASE HYDROLYSIS

Alexander I. Sizov¹, Candidate of Engineering, Assoc. Prof.;

ResearcherID: [AAI-2030-2020](https://orcid.org/0000-0001-9412-5557), ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9412-5557>

Sergey D. Pimenov¹, Postgraduate Student; ResearcherID: [AAC-9435-2020](https://orcid.org/0000-0001-6042-0021),

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6042-0021>

Anastasia D. Stroiteleva², Analytical Chemist; ResearcherID: [AAL-9152-2020](https://orcid.org/0000-0002-9031-0007),

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9031-0007>

Katherine D. Stroiteleva², Analytical Chemist; ResearcherID: [AAL-9208-2020](https://orcid.org/0000-0001-5888-9349),

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5888-9349>

¹Saint-Petersburg State Forest Technical University named after S.M. Kirov, Institutskiy per., 5, Liter U, Saint Petersburg, 194021, Russian Federation;

e-mail: sizov.alex@gmail.com, chudopim@mail.ru

²ООО “Kristatsel”, ul. Shakhmatova, 10, of. 131, Saint Petersburg, 198504, Russian Federation; e-mail: anastasia_stroiteleva1019@mail.ru, katherine_stroiteleva1007@mail.ru

Original article / Received on April 25, 2020 / Accepted on June 16, 2020

Abstract. One of the main consumers of microcrystalline cellulose (MCC) is the pharmaceutical industry, where MCC is used as a binder and filler in direct compression of tablets. MCC is produced by acidic hydrolysis of cellulose, which usually results in a decrease in whiteness. This is due to the destruction of sugars formed during hydrolysis and the subsequent formation of colored products. The composition and properties of these products depend on the method of hydrolysis, acid concentration, temperature, and process duration. One of the most promising methods for producing MCC is gas-phase hydrolysis of cellulose with hydrogen chloride gas-air mixtures. The method has a high rate of hydrolysis, low reagent and energy consumption. The requirements of the pharmaceutical industry determine the need to produce MCC with high whiteness. The research purpose is to select bleaching modes for MCC using sodium hypochlorite and hydrogen peroxide as bleaching agents. MCC produced by gas-phase hydrolysis of bleached wood pulp was used during the study. The whiteness and intensity of the yellow tint of MCC in the bleaching process were determined by digital colorimetry on a flatbed scanner. The paper shows that sodium hypochlorite and hydrogen peroxide allow achieving the whiteness not less than 90 % and the intensity of the yellow tint not more than 3 standard units. High-quality bleaching can be carried out even for MCC

This is an open access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International (CC BY 4.0) license • The authors declare that there is no conflict of interest

samples with an initial whiteness of about 40 %. The most effective bleaching agent is sodium hypochlorite when the pH of the bleaching solution is 2–3. Hydrogen peroxide also provides high whiteness of MCC at pH of 10–11. However, the consumption of active oxygen (AO) for bleaching is more than three times higher in comparison with the consumption of active chlorine (ACh). It was found that the dyes of MCC produced by gas-phase hydrolysis consist of two chromophore groups that decolorize at different rates. The easily oxidized group of components makes up about 90 % of the total amount of dyes, and the resistant to oxidation components make up about 10 % and determine the intensity of the yellow tint of MCC. The modes of bleaching MCC with sodium hypochlorite and hydrogen peroxide to produce samples with whiteness comparable to that of imported samples were determined.

For citation: Sizov A.I., Pimenov S.D., Stroiteleva A.D., Stroiteleva K.D. Bleaching of Microcrystalline Cellulose Produced by Gas-Phase Hydrolysis. *Lesnoy Zhurnal* [Russian Forestry Journal], 2021, no. 6, pp. 173–183. DOI: 10.37482/0536-1036-2021-6-173-183

Keywords: bleaching, microcrystalline cellulose, bleaching agents, sodium hypochlorite, hydrogen peroxide, gas-phase hydrolysis of cellulose.

Введение

Микрокристаллическую целлюлозу (МКЦ) используют во многих отраслях производства. Одним из основных потребителей является фармацевтическая промышленность, где МКЦ применяют в качестве связующего компонента и наполнителя при прямом прессовании таблеток.

МКЦ получают кислотным гидролизом целлюлозы, при этом, как правило, происходит снижение белизны исходного сырья [10, 21]. Потемнение обусловлено деструкцией образующихся при гидролизе сахаров с последующим образованием окрашенных продуктов. Состав и свойства этих продуктов зависят от способа гидролиза, температуры, концентрации кислоты и времени проведения процесса. В некоторых случаях белизна целлюлозы после гидролиза уменьшается на 20–50 % по сравнению с исходной [10, 21]. Существует ряд патентов, посвященных описанию методов отбеливания МКЦ (с использованием гипохлорита натрия и пероксида водорода), полученной различными способами [18, 14].

Одним из наиболее перспективных методов получения МКЦ является газофазный гидролиз целлюлозы хлористым водородом. Способ отличается высокой скоростью гидролиза, низкими расходом реагентов и энергетическими затратами [7, 9]. Так как этот метод описан в литературе относительно недавно, сведения об отбеливании МКЦ, полученной при помощи этого способа, отсутствуют, что обусловило наш интерес к изучению данного аспекта.

МКЦ как продукт, используемый в фармацевтической промышленности, должна обладать высокой белизной и однородностью, из чего следует, что процесс отбеливания является одной из основных стадий производства МКЦ.

Целью настоящей работы стало исследование процесса отбеливания МКЦ, полученной методом газофазного гидролиза хлористым водородом, с сопутствующим поиском режимов отбеливания, необходимых для обеспечения высокой белизны продукта, чтобы его возможно было использовать в фармацевтической промышленности.

Объекты и методы исследования

В качестве целлюлозного материала для газофазного гидролиза использовали сульфатную беленую целлюлозу из лиственных пород марки ЛС-0 по ГОСТ 28172–89 Усть-Илимского целлюлозно-бумажного комбината (исходная белизна в соответствии с ГОСТ – не менее 89 %). Сначала целлюлозу измельчали на шредере до размера частиц 3×30 мм. Для проведения гидролиза измельченную целлюлозу влажностью 10...12 % обрабатывали 25 %-й газовой смесью хлороводорода при температуре 45 °С в течение 15 мин. МКЦ суспендировали в воде и нейтрализовали до pH = 2 концентрированным раствором едкого натра. Отбелку проводили в термостатических условиях в снабженном мешалкой химическом стакане вместимостью 1 л при гидромодуле (ГМ) 10. Через каждые 15 мин отбирали пробы суспензии, далее их фильтровали через стеклянный пористый фильтр Шотта S1, выполняли анализ фильтрата, а остаток МКЦ на фильтре промывали сначала подкисленной дистиллированной водой (нейтрализовали избыток щелочи соляной кислотой с нормальной концентрацией (молярной концентрацией эквивалента, или нормальностью) 0,1 моль-экв/л), а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции по метилоранжу.

В фильтрате, полученном после фильтрации отбеленной пробы суспензии, определяли концентрацию активного хлора (АХ) иодометрическим титрованием, концентрацию активного кислорода (АК) – методом перманганатометрии [3].

Белизну образцов МКЦ анализировали методом цифровой цветометрии на сканере с контактным датчиком изображения (CIS, ContactImageSensor) [1, 4]. Сканирование проводили на планшетном сканере HP 1120 ML (Китай), использовали цветовой режим TrueColor (16,5 млн цветовых оттенков), оптическое разрешение – 600 dpi.

Количественную оценку белизны осуществляли в рамках цветовой модели RGB, где яркость измеряется от 0 (минимум) до 255 (максимум) усл. ед., а цвет определяется смешиванием красного (R), зеленого (G) и синего (B) каналов [5, 6]. Белому цвету соответствует R – 255, G – 255, B – 255.

При анализе и обработке изображений использовали графический редактор GIMP 2.8, позволяющий получать усредненные значения яркостей красного, зеленого и синего каналов для выделяемой области. Количественное выражение белизны, т. е. степень приближения к идеально белому цвету, осуществляли через относительную белизну [8, 16, 17]:

$$W_c = \frac{\dot{u}_r + \dot{u}_g + \dot{u}_b}{\dot{u}_{r_0} + \dot{u}_{g_0} + \dot{u}_{b_0}},$$

где W_c – относительная белизна исследуемого образца вещества по показаниям сканера, %; R, G, B – яркости красного, зеленого и синего каналов соответственно, характеризующие окраску исследуемого образца вещества, усл. ед.; R_0, G_0, B_0 – яркости красного, зеленого и синего каналов соответственно, обуславливающие абсолютно белый цвет вещества, $R_0, G_0, B_0 = 255$ усл. ед.

Кроме белизны для визуальной оценки внешнего вида материала большое значение имеет характеристика цветовых оттенков. Целлюлозе и материалам на ее основе, как правило, свойственен желтый оттенок, который является нежелательным показателем их внешнего вида, особенно для фармацевтического производства. Для снижения степени желтизны применяют различные

добавки, увеличивающие синюю составляющую в спектре отраженного света (ультрамарин, оптические отбеливатели).

Количественную характеристику желтого оттенка целлюлозных материалов определяли как разницу между средней яркостью всех каналов и относительной яркостью синего канала:

$$K_{\text{ж}} = \frac{R + G + B}{3} - B,$$

где $K_{\text{ж}}$ – интенсивность желтого оттенка, усл. ед.

Результаты исследования и их обсуждение

В табл. 1 приведены результаты анализа образцов МКЦ различных иностранных производителей, полученные сканированием образцов по методу цифровой цветометрии. Визуально белизна образцов почти одинакова, хотя RGB-спектры фиксируют незначительное отличие в интенсивности желтого оттенка. В данной работе условия отбеливания МКЦ были ориентированы на достижение белизны конечного продукта не менее 90 % и интенсивности желтого оттенка не более 3 усл. ед.

Таблица 1

Белизна и интенсивность желтого оттенка образцов МКЦ различных производителей

Марка образца МКЦ	RGB _{ср} , усл. ед.	B, усл. ед.	$K_{\text{ж}}$, усл. ед.	$W_{\text{с}}$, %
Образец из Санкт-Петербургского государственного химико-фармацевтического университета (импорт)	253,1	251	2,1	90,9
Prosolv “JRSpharma” (Германия)	253,5	252	1,5	91,2
MCC102D+ “JRSpharma” (Германия)	252,5	250	2,5	90,8
Vivapur 101 “JRS pharma” (Германия)	251,7	250	1,7	90,1
HiCel “Sigachi Industries” (Индия)	252,3	249	3,3	90,5

Отбеливание микрокристаллической целлюлозы гипохлоритом натрия. Гипохлорит натрия как отбеливающий агент находит широкое применение в различных отраслях промышленности – текстильной, целлюлозно-бумажной и др. Активному использованию гипохлорита способствуют его низкая цена, высокие белильные свойства и возможность вступать в реакцию при низких температурах.

Известно, что pH среды сильно влияет на процесс отбеливания различных материалов гипохлоритом натрия, т. к. в зависимости от pH белильными агентами выступают Cl_2 и ClO^- [11]. На рис. 1 приведена динамика изменений белизны и интенсивности желтого оттенка МКЦ при отбеливании гипохлоритом натрия при pH = 2 и pH = 5,2. Как видно из данных, отбеливание гипохлоритом натрия при pH = 2 протекает очень интенсивно и позволяет достичь требуемой белизны (более 90 %) менее чем за 30 мин. Интенсивность желтого оттенка МКЦ также снижается, однако для достижения требуемой величины (не более 3 усл. ед.) длительность процесса должна быть не менее 45 мин. Полученные результаты указывают на наличие в МКЦ разнородных хромофорных компонентов, которые окисляются хлором с различной скоростью.

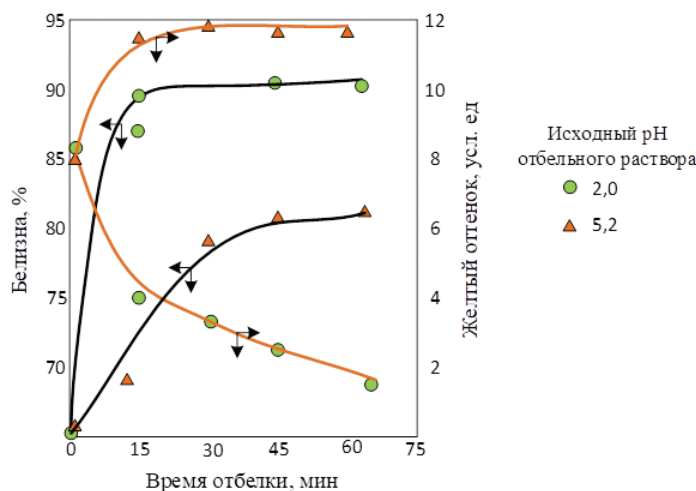


Рис. 1. Динамика изменения белизны и интенсивности желтого оттенка образцов МКЦ при различных pH отбелочного раствора с гипохлоритом натрия ($t = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$; ГМ = 10; исходная концентрация АХ $C_{\text{АХ}} = 1000\text{ мг/л}$)

Fig. 1. Dynamics of whiteness and yellow tint intensity of the MCC samples at different pH values of the bleaching solution with sodium hypochlorite: $t = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$; HM (hydromodule) = 10; initial concentration of ACh $C_{\text{ACh}} = 1000\text{ mg/L}$

Обработка МКЦ гипохлоритом натрия при $\text{pH} = 5,2$ показывает, что при более высоком pH процесс протекает медленнее, а интенсивность желтого оттенка даже имеет тенденцию к росту.

В процессе гидролиза целлюлозы с использованием газофазного хлористого водорода может происходить значительное потемнение материала. Снижение исходной белизны при неудачно выбранном режиме гидролиза составляет более 50 %. Для оценки возможности отбелки МКЦ с очень низкой исходной белизной проведены соответствующие эксперименты (рис. 2). Как видно из полученных данных, МКЦ после гидролиза возможно отбелить гипохлоритом натрия до требуемой белизны (не менее 90 %) даже при исходной белизне около 40 %. Однако расход АХ при этом увеличивался почти в 2 раза – с 3500 до 6500 мг АХ/кг МКЦ.

По данным исследования произведен расчет режима отбелки гипохлоритом натрия МКЦ с различной исходной белизной. Результаты приведены в табл. 2.

Отбелка микрокристаллической целлюлозы пероксидом водорода. Отбелка целлюлозы хлорсодержащими реагентами загрязняет окружающую среду токсичными хлорорганическими соединениями. Современные технологии отбелки предполагают снижение или полную замену хлорирования отбелкой пероксидами [11]. Поэтому, несмотря на высокую эффективность и простоту процесса отбелки МКЦ гипохлоритом натрия, были проведены исследования по отбелке МКЦ с использованием пероксида водорода.

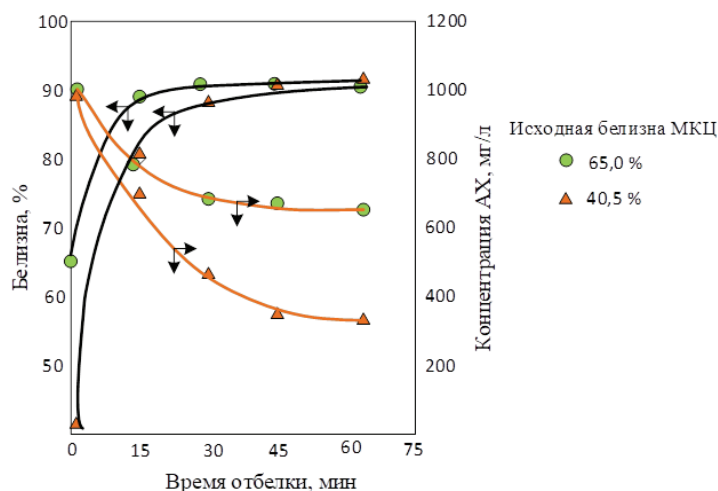


Рис. 2. Динамика изменения белизны и концентрации АХ в отбельном растворе при отбелке гипохлоритом натрия образцов МКЦ с различной исходной белизной ($pH = 2$; $t = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$; ГМ = 10)

Fig. 2. Dynamics of whiteness and concentration of ACh in the bleaching solution during sodium hypochlorite bleaching of the MCC samples with different initial whiteness: $pH = 2$; $t = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$; HM = 10

Таблица 2

Параметры режима отбелки гипохлоритом натрия МКЦ с различной исходной белизной до достижения конечной белизны 90 % и интенсивности желтого оттенка не более 3 усл. ед

Исходная белизна МКЦ, %	pH	t , $^{\circ}\text{C}$	ГМ	Расход АХ, г/кг	Расход гипохлорита натрия (15 % АХ) на 1 т МКЦ, кг	Продолжительность отбелки, мин
40	2...3	20...25	10	6,1	0,32	60
50				5,6	0,30	60
60				5,2	0,27	40
70				4,7	0,25	40

В патентной литературе описаны способы отбелки МКЦ пероксидом водорода [12, 13, 15, 19, 20]. Известно, что отбелку целлюлозы кислородом воздуха и пероксидом водорода проводят только в щелочной среде и при повышенных температурах [2].

На рис. 3, где приведена динамика изменения белизны и интенсивности желтого оттенка при отбелке МКЦ пероксидом водорода с различными исходными pH отбельного раствора, видно, что отбелка пероксидом водорода позволяет достичь требуемой белизны МКЦ (не менее 90 %) при всех взятых первоначальных pH, интенсивность желтого оттенка превышает требуемую величину (не более 3 усл. ед.). Примечательно, что при увеличении времени

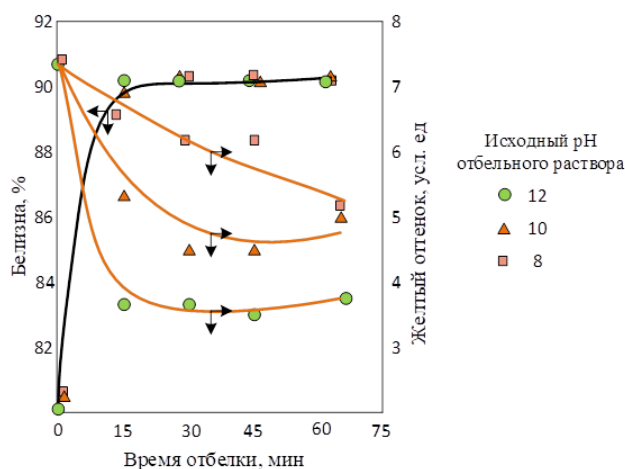


Рис. 3. Динамика изменения белизны и интенсивности желтого оттенка при отбелке МКЦ пероксидом водорода с различными исходными рН отбелочного раствора ($t = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$; ГМ = 10; исходная концентрация АК $C_{\text{АК}} = 2000\text{ мг/л}$)

Fig. 3. Dynamics of whiteness and yellow tint intensity in MCC bleaching with hydrogen peroxide with different initial pH values of the bleaching solution: $t = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$; HM = 10; initial concentration of AO $C_{\text{AO}} = 2000\text{ mg/L}$

процесса отбелки интенсивность желтого оттенка (особенно при исходных величинах рН 8 и 12), несмотря на наличие остаточного АК, возрастает.

Анализируя данные рис. 3, можно предположить, что красящие вещества МКЦ состоят из двух групп компонентов. Для 1-й группы компонентов – легкоокисляемых АК – характерно быстрое обесцвечивание в широком диапазоне рН от 8 до 12. Эта группа определяет более 90 % общей цветности МКЦ. 2-я группа компонентов – трудноокисляемых АК – составляет менее 10 % общей цветности и обуславливает желтый оттенок МКЦ. Для компонентов данной группы скорость окисления в значительной степени определяется рН отбелочного раствора. При рН менее 7 снижения интенсивности желтого оттенка практически не происходит [10].

Увеличение рН отбелочного раствора приводит к росту расхода АК. Так, при рН = 12 расход АК в 2 раза выше, чем для рН = 8. Это, на наш взгляд, связано с быстрым распадом пероксида водорода в щелочной среде.

Наибольшее снижение интенсивности желтого оттенка образцов МКЦ при отбелке пероксидом водорода до требуемых значений происходит при рН отбелочного раствора 10...11. Однако интенсивность желтого оттенка МКЦ при исходной концентрации АК 2000 мг/л превышает требуемое значение и составляет более 5 усл. ед. Для снижения показателя была исследована зависимость интенсивности желтого оттенка от концентрации пероксида водорода.

Данные о динамике изменения белизны и интенсивности желтого оттенка образцов МКЦ в зависимости от концентрации пероксида водорода представлены в табл. 3.

Таблица 3

Изменение белизны и интенсивности желтого оттенка МКЦ в зависимости от концентрации пероксида водорода ($pH = 10-11$; $t = 60$ °С; исходная белизна МКЦ – 65 %; время отбели – 60 мин)

Концентрация АК, мг/л	Расход АК, г/кг МКЦ	Белизна, %	Интенсивность желтого оттенка, усл. ед.
2000	12,2	90,7	3,5
3700	27,0	90,6	2,9
5000	43,1	90,8	3,0

Как видно из табл. 3, стабилизация pH в диапазоне 10...11 и увеличение концентрации АК до 3700 мг/л позволяют добиться необходимых белизны и интенсивности желтого оттенка МКЦ.

Известно, что скорость химических реакций зависит от температуры. Для определения влияния температуры на процесс отбели МКЦ были проведены исследования зависимости белизны и интенсивности желтого оттенка МКЦ от температуры отбели (табл. 4).

Таблица 4

Изменение белизны и интенсивности желтого оттенка при отбели МКЦ пероксидом водорода при различных температурах ($pH = 10$; исходная белизна МКЦ – 65 %; исходная концентрация АК $C_{AK} = 2000$ мг/л; время отбели – 60 мин)

Температура отбели, °С	Расход АК, г/кг МКЦ	Белизна, %	Интенсивность желтого оттенка, усл. ед.
60	12,2	90,7	3,5
80	13,6	90,3	3,6
100	14,1	90,4	4,2

Данные табл. 4 позволяют заключить, что увеличение температуры отбели почти не повышает белизну и практически не снижает желтый оттенок МКЦ. В то же время расход АК при увеличении температуры отбели возрастает, это связано, по нашему мнению, с разложением части пероксида водорода.

В табл. 5 приведены данные по отбели пероксидом водорода МКЦ с различной исходной белизной.

Таблица 5

Параметры режима отбели МКЦ с различной исходной белизной пероксидом водорода до достижения конечной белизны МКЦ 90 % и интенсивности желтого оттенка не более 3 усл. ед.

Исходная белизна МКЦ, %	pH	t, °С	ГМ	Расход АК, г/кг	Расход перекиси водорода (40 % АК) на 1 т МКЦ, кг	Продолжительность отбели, мин
40	10...11	60	10	27,5	69,0	60
50				27,2	69,0	60
60				27,0	67,7	40
70				23,3	58,2	40

Выводы

1. Показана возможность достижения высокой белизны (не менее 90 %) микрокристаллической целлюлозы, полученной гидролизом газо-воздушной смесью хлористого водорода, при использовании в качестве отбеливающих агентов гипохлорита натрия или пероксида водорода.

2. Качественно отбелить можно образцы микрокристаллической целлюлозы даже с исходной белизной около 40 %.

3. Наибольшая эффективность отбелики достигается применением гипохлорита натрия при рН отбелного раствора 2...3 и температуре 20...25 °С.

4. Пероксид водорода позволяет добиться высокой белизны микрокристаллической целлюлозы при рН 10...11 и температуре 60 °С, однако расход активного кислорода на проведение отбелики более чем в 3 раза выше в сравнении с расходом активного хлора.

5. Показано, что красящие вещества микрокристаллической целлюлозы, полученной методом газофазного гидролиза, состоят из двух хромофорных групп, обесцвечивающихся с различной скоростью. Легкоокисляемая группа компонентов составляет около 90 % от общего количества красящих веществ, а трудноокисляемые компоненты – около 10 % и определяют интенсивность желтого оттенка микрокристаллической целлюлозы.

6. Подобраны режимы проведения отбелики микрокристаллической целлюлозы гипохлоритом натрия и пероксидом водорода с получением образцов, имеющих белизну, сравнимую с белизной импортных образцов микрокристаллической целлюлозы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Байдичева О.В., Хрипушин В.В., Рудакова Л.В., Рудаков О.Б. Цветометрия – новый метод контроля качества пищевой продукции // Пищевая пром-сть. 2008. № 5. С. 20–22. Baydicheva O.V., Khripushin V.V., Rudakova L.V., Rudakov O.B. Colorimetry – A New Method for Quality Control of Food Products. *Pishchevaya promyshlennost'* [Food Industry], 2008, no. 5, pp. 20–22.

2. Бернард В. Практика беления и крашения текстильных материалов: Механическая и химическая технология. М.: Легк. индустрия, 1971. 472 с. Bernard V. *Practice of Bleaching and Dyeing Textile Materials*. Moscow, Legkaya industriya Publ., 1971. 472 p.

3. Емельянова И.З. Химико-технический контроль гидролизных производств. М.: Лесн. пром-сть, 1976. 328 с. Emel'yanova I.Z. *Chemical and Engineering Control of Hydrolysis Production*. Moscow, Lesnaya promyshlennost' Publ., 1976. 328 p.

4. Зяблов А.Н., Жиброва Ю.А., Селеменов В.Ф. Цифровая обработка изображений. Достоинства и недостатки // Сорбц. и хроматограф. процессы. 2006. Т. 6, вып. 6. С. 1424–1429. Zyablov A.N., Zhibrova Yu.A., Selemenev V.F. Digital Image Processing. Advantages and Disadvantages. *Sorbtsionnye i Khromatograficheskie Protsessy* [Sorptions and chromatography processes], 2006, vol. 6, iss. 6, pp. 1424–1429.

5. Иванов В.М., Кузнецова О.В. Химическая цветометрия: возможности метода, области применения и перспективы // Успехи химии. 2001. Т. 70, № 5. С. 411–428. Ivanov V.M., Kuznetsova O.V. Chemical Chromaticity: Potential of the Method, Scope and Prospects. *Uspekhi khimii* [Russian Chemical Reviews], 2001, vol. 70, no. 5, pp. 411–428. DOI: <https://doi.org/10.1070/RC2001v070n05ABEH000636>

6. Кривошеев М.И., Кустарев А.К. Цветовые измерения. М.: Энергоатомиздат, 1990. 241 с. Krivosheyev M.I., Kustarev A.K. *Colorimetric Measurement*. Moscow, Energoatomizdat Publ., 1990. 241 p.

7. Патент 2669845 РФ, МПК C08B 15/02. Способ непрерывного гидролиза для получения микрокристаллической целлюлозы: № 2018102867: заявл. 25.01.2018; опубл. 16.10.2018 / А.Ю. Лаптев, Ю.А. Лаптев, А.И. Сизов, С.Д. Пименов. Laptev A.Yu., Laptev Yu.A., Sizov A.I., Pimenov S.D. *Method of Continuous Hydrolysis for the Production of Microcrystalline Cellulose*. Patent RF no. RU 2669845 C1, 2018.

8. Рудакова Л.В., Васильева А.П., Шведов Г.И., Поплавская Б.В. Цифровые технологии для определения цветности и белизны лекарственных средств // Фармацевтические технологии и упаковка № 1. 2012. № 2(215). С. 38–40. Режим доступа: http://www.medbusiness.ru/Images/FTU_1-2012_38-40.pdf (дата обращения: 08.11.21). Rudakova L.V., Vasil'yeva A.P., Shvedov G.I., Poplavskaya B.V. Digital Technologies for Determining the Color and Whiteness of Medicines. *Farmatsevticheskiye tekhnologii i upravka № 1*, 2012, no. 2(215), pp. 38–40.

9. Сизов А., Васильев В. Инновационная технология получения микрокристаллической целлюлозы // ЛесПромИнформ, 2019. № 5(143). Режим доступа: <https://lesprominform.ru/jarticles.html?id=5391> (дата обращения: 08.11.21). Sizov A., Vasil'yev V. Innovative Technology for Producing Microcrystalline Cellulose. *LesPromInform*, 2019, no. 5(143).

10. Тамм Л.А., Чистоклетов Н.В., Платонов А.Ю. Теоретические основы химических превращений моносахаридов в процессах ЦБП. Ленинград: ЛТИЦБП, 1990. 87 с. Tamm L.A., Chistokletov V.N., Platonov A.Yu. *Theoretical Basis of Chemical Transformations of Monosaccharides in Processes of Pulp and Paper Industry*. Leningrad, LTITsBP Publ., 1990. 87 p.

11. Хакимова Ф.Х., Ковтун Т.Н. Отбелка целлюлозы. Пермь: Перм. гос. техн. ун-т, 2010. 182 с. Режим доступа: <https://elib.pstu.ru/Record/RUPNRPUelib3129> (дата обращения: 08.11.21). Khakimova F.Kh., Kovtun T.N. *Cellulose Bleaching*. Perm, PSTU Publ., 2010. 182 p.

12. Kopesky R., Tsai A.G., Ruskay T.A. *Production of Microcrystalline Cellulose*. Patent WO no. WO 2004/011501 A1, 2004.

13. Nguyen X.T. *Process for Preparing Microcrystalline Cellulose*. Patent US no. US 2004/0074615 A1, 2004.

14. Rabelo M.S., Colodette J.L., Sacon V.M., Silva M.R., Azevedo M.A.B. Molybdenum Catalyzed Acid Peroxide Bleaching of Eucalyptus Kraft Pulp. *BioResources*, 2008, vol. 3, no. 3, pp. 881–897.

15. Schaible D., Sherwood B. *Treatment of Pulp to Produce Microcrystalline Cellulose*. Patent US no. US 2005/0145351 A1, 2005.

16. Shishkin Yu.L., Dmitrienko S.G., Medvedeva O.M., Badakova S.A., Pyatkova L.N. Use of a Scanner and Digital Image-Processing Software for the Quantification of Adsorbed Substances. *Journal of Analytical Chemistry*, 2004, vol. 59, iss. 2, pp. 102–106. DOI: <https://doi.org/10.1023/B:JANC.0000014733.32082.4b>

17. Soldat D.J., Barak Ph., Lepore B.J. Microscale Colorimetric Analysis Using a Desktop Scanner and Automated Digital Image Analysis. *Journal of Chemical Education*, 2009, vol. 86, iss. 5, pp. 617–621. DOI: <https://doi.org/10.1021/ed086p617>

18. Tian J., Wang J., Zhao S., Jiang C., Zhang X., Wang X. Hydrolysis of Cellulose by the Heteropoly Acid $H_3PW_{12}O_{40}$. *Cellulose*, 2010, vol. 17, pp. 587–594. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10570-009-9391-0>

19. Toshkov T.S., Gospodinov N.R., Vidimski E.P. *Method of Producing Microcrystalline Cellulose*. Patent US no. US 3954727 A, 1976.

20. Trusovs S. *Microcrystalline Cellulose*. Patent US no. US 6392034 B1, 2002.

21. Vanhatalo K.M., Dahl O.P. Effect of Mild Acid Hydrolysis Parameters on Properties of Microcrystalline Cellulose. *BioResources*, 2014, vol. 9, no. 3, pp. 4729–4740. DOI: <https://doi.org/10.15376/biores.9.3.4729-4740>