



Научная статья

2.6.11 – Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов (технические науки)
УДК 676.168

doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2026.01.029

EDN:MHJMJO

ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАБОТКИ ВОЛОКНИСТЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Евгений Алексеевич Топтунов ¹, Юлия Вениаминовна Севастьянова ²,
Алексей Валерьевич Малков ³

^{1,2,3} Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова, Архангельск, Россия

¹ zhenyatope@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-8441-788X>

² J.Sevastyanova@narfu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1806-9052>

³ a.malkov@narfu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0555-9201>

Аннотация. Статья посвящена вопросу изучения влияния особенностей различных волокнистых полуфабрикатов на процесс их переработки в порошковые целлюлозные материалы. В качестве волокнистых полуфабрикатов рассматриваются товарные образцы белой хвойной сульфатной и сульфитной, а также белой лиственной сульфатной целлюлозы. Оценивается влияние как компонентного состава волокнистых полуфабрикатов, так и способ их получения, и структурно-морфологические характеристики. В статье оценено влияние данных особенностей на свойства порошковой целлюлозы, получаемой методом сухого размола, а также на свойства микрокристаллической целлюлозы, полученной методом гидролитической деструкции. Оценивалось влияние способа получения полуфабриката и продолжительности сухого размола на свойства получаемого продукта (размер частиц, насыпная плотность, степень полимеризации). Было определено, что наиболее эффективно сухой размол проходит в течение 60 минут, однако, при использовании сухого размола в качестве ступени предобработки перед гидролизом продолжительность размола может быть сокращена до 30 минут. Полученные порошковые целлюлозы были подвергнуты кислотному гидролизу с использованием серной и лимонной кислот. Для оценки влияния вида исходного сырья на свойства получаемого продукта гидролиз проводился при различных концентрациях кислоты (2, 6 и 10 %) и различной продолжительности обработки (10, 20, 30, 60, 120 минут). По результатам эксперимента установлено, что наиболее эффективным режимом гидролиза является обработка при температуре 80 °С, концентрации кислоты 10 % и продолжительности 60 минут. Для образцов, полученных по данному режиму, был проведен сравнительный анализ на основании требований к микрокристаллической целлюлозе. По результатам проведенного исследования были выявлены особенности технологии получения порошковой и микрокристаллической целлюлозы из различных полуфабрикатов.

Ключевые слова: порошковые целлюлозные материалы, микрокристаллическая целлюлоза, гидролиз, волокнистые полуфабрикаты, степень полимеризации.

Для цитирования: Топтунов Е. А., Севастьянова Ю. В., Малков А. В. Особенности переработки волокнистых полуфабрикатов для получения порошковых целлюлозных материалов // Ползуновский вестник. 2026. № 1, С. 182–189. doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2026.01.029. EDN: <https://elibrary.ru/MHJMJO>.

Original article

FEATURES OF PROCESSING FIBROUS SEMI-FINISHED PRODUCTS TO PRODUCE POWDERED CELLULOSE MATERIALS

Evgeniy Alekseevich Toptunov ¹, Yulia Veniaminovna Sevastyanova ²,
Alexey Valerievich Malkov ³

^{1,2,3} Northern (Arctic) federal university, Arkhangelsk, Russia

¹ zhenyatope@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-8441-788X>

² J.Sevastyanova@narfu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1806-9052>

³ a.malkov@narfu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0555-9201>

Abstract. The article is devoted to the issue of studying the influence of various fibrous semi-finished products on the process of their processing into powder cellulose materials. Commercial samples of bleached coniferous sulfate and sulfite, as well as bleached hard-wood sulfate cellulose are considered as fibrous semi-finished products. The influence of both the component composition of fibrous semi-finished products and the method of their production, as well as

© Топтунов Е. А., Севастьянова Ю. В., Малков А. В., 2026

ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАБОТКИ ВОЛОКНИСТЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ

structural and morphological characteristics, is estimated. The article evaluates the influence of these features on the properties of powder cellulose obtained by dry grinding, as well as on the properties of microcrystalline cellulose obtained by hydrolytic destruction. The influence of the method of obtaining a semi-finished product and the duration of dry grinding on the properties of the resulting product (particle size, bulk density, degree of polymerization) was estimated. It was determined that dry milling is most effective for 60 minutes, but when using dry milling as a pretreatment step before hydrolysis, the milling time can be reduced to 30 minutes. The resulting powdered celluloses were subjected to acid hydrolysis using sulfuric and citric acids. To assess the effect of the type of raw material on the properties of the resulting product, hydrolysis was carried out at different acid concentrations (2, 6, and 10%) and different processing times (10, 20, 30, 60, 120 minutes). Based on the experiment results, it was found that the most effective hydrolysis mode is processing at a temperature of 80 °C, an acid concentration of 10%, and a duration of 60 minutes. A comparative analysis was carried out for the samples obtained using this mode based on the requirements for microcrystalline cellulose. Based on the results of the study, the features of the technology for obtaining powder and microcrystalline cellulose from various semi-finished products were identified.

Keywords: powdered cellulosic materials, microcrystalline cellulose, hydrolysis, fibrous semi-finished products, degree of polymerization.

For citation: Toptunov, E. A., Sevastyanova, Y. V., Malkov, A. V. (2026). Features of processing fibrous semi-finished products to produce powdered cellulose materials. *Polzunovskiy vestnik*, (1), 182-189. (In Russ). doi: 10/25712/ASTU.2072-8921.2026.01.029. EDN: <https://elibrary.ru/MHJMJO>.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время целлюлозно-бумажная промышленность активно развивается как с точки зрения получения новых продуктов, так и с точки зрения расширения сырьевой базы и модернизации существующих производств [1, 2]. Наряду с производством продукции для печати и тароупаковки все больше исследуется получение различных продуктов с более высокой добавленной стоимостью. К ним можно отнести продукты деструкции целлюлозы (порошковая, микро- и наноцеллюлоза) и целлюлозу для химической переработки [3–5]. Одним из наиболее исследуемых продуктов является микрокристаллическая целлюлоза (МКЦ). Это обуславливается потребностью рынка, связанной с тем, что в России, по сути, отсутствует собственное производство МКЦ и потребность в данном продукте закрывается преимущественно импортом.

Микрокристаллическая целлюлоза – представляет собой продукт деструкции целлюлозы, получаемый преимущественно гидролизом с использованием неорганических кислот. Помимо этого, она может быть получена путем механической, ферментативной или комбинированной обработки из различного целлюлозного сырья как растительного, так и бактериального происхождения [6–10]. Она имеет форму белого порошка без вкуса и запаха и отличается низкой степенью полимеризации (менее 350) [11, 12]. Основной отраслью, в которой используется МКЦ, является фармацевтическая промышленность, однако наряду с этим она находит применение в косметической, пищевой, строительной, целлюлозно-бумажной, химической и прочих отраслях промышленности [13–15].

Основным источником сырья для получения МКЦ остается товарная беленая целлюлоза. Известно, что в зависимости от вида исходного сырья, особенностей способов варки древесины и дальнейшей отбелки целлюлозы может изменяться содержание основных компонентов в волокнистом полуфабрикате [16]. Основными ключевыми компонентами, содержащимися в древесине, являются непосредственно целлюлоза, гемицеллюлозы, лигнин, экстрактивные вещества и неорганические компоненты (зола) [14, 17]. Поскольку содержание этих компонентов в технической целлюлозе различается в зависимости от исходного сырья и способа получения, можно предположить, что оно также будет оказывать влияние на процессы деструкции с получением порошковой и микрокристаллической целлюлозы. Так, например,

основываясь на различных литературных данных, можно предположить, что более высокое содержание альфа-целлюлозы будет оказывать положительное влияние на чистоту конечного продукта. Содержание сопутствующих веществ – лигнина, гемицеллюлоз, низкомолекулярных компонентов и экстрактивных веществ будет оказывать влияние на способность технической целлюлозы взаимодействовать с кислотой. При повышенном содержании гемицеллюлоз, например, часть кислоты будет расходоваться сначала на их гидролиз, что будет оказывать эффект на свойства конечного продукта [18–20].

Так как в литературных источниках недостаточно информации о том, каким образом на процесс дальнейшей переработки целлюлозы влияют ее изначальные характеристики (порода древесины и компонентный состав, способ варки), актуальным становится вопрос оценки влияния этих факторов на свойства порошковой и микрокристаллической целлюлозы.

Целью работы стало исследование влияния структурно-морфологических и компонентных характеристик исходного сырья на свойства получаемых продуктов переработки – порошковой и микрокристаллической целлюлозы.

МЕТОДЫ

В качестве исходного сырья для получения порошковой и микрокристаллической целлюлозы использовались образцы товарной беленой целлюлозы из хвойных пород, полученных сульфатным (ГОСТ 9571-89) и сульфитным способом варки (ГОСТ 3914-89), а также образцы товарной беленой сульфатной лиственной целлюлозы (ГОСТ 28172-89).

Определение компонентного состава образцов целлюлозы осуществляли путем оценки содержания α -целлюлозы, лигнина, экстрактивных веществ, золы. Содержание гемицеллюлоз и низкомолекулярных компонентов определялось исходя из суммарного содержания всех компонентов, которое не может превышать 100 %.

Получение порошковой целлюлозы осуществляли путем сухого размола технической целлюлозы на планетарной шаровой мельнице РМ 400 (Retsch). В качестве размалывающих элементов использовались шарики из нержавеющей стали, в один размольный стакан (250 мл) загружалось 24 размалывающих элемента (диаметр 1 шарика – 10 мм, масса – 3,9 г.). Навеска целлюлозы составляла 5 г.а.с.ц. Размол проводился при скорости вращения 400 оборотов в минуту.

Определение структурно-морфологических характеристик целлюлозных материалов осуществляли с использованием анализатора Fiber Tester согласно ISO 16065-2:2014.

Основная стадия кислотной деструкции целлюлозы осуществлялась путем гидролиза с использованием ротационного испарителя Heidolph Hei-VAP Advantage (марка: ML/G3B, страна-производитель: Германия). Для управления процессом варьировали концентрацию кислоты и продолжительность обработки.

Определение насыпной плотности полученных образцов порошковых целлюлозных материалов осуществлялось путем измерения массы навески целлюлозного материала, распределенного в известном объеме без уплотнения.

Фракционный анализ распределения частиц по размерам проводили путем просеивания навески микрокристаллической целлюлозы через сита с разного размера с использованием вибрационной установки (просеивающая машина Restch AS 200). Для распределения частиц использовали сита со следующими диаметрами отверстий: 1 мм, 500 мкм, 250 мкм, 125 мкм, 71 мкм, 63 мкм, 45 мкм. Также оценивали остаток на поддоне.

Определение средней степени полимеризации, полученных образцов целлюлозы проводили согласно ГОСТ 25438-82. Сущность метода заключается в растворении навески целлюлозы в растворе кадоксена с последующим термостатированием и определе-

Таблица 1 – Компонентный состав и структурно-морфологические характеристики волокон образцов товарной целлюлозы

Table 1 – Component composition and structural and morphological characteristics of fibers of cellulose samples

Наименование образца целлюлозы	Компонентный состав, %					Структурно-морфологические характеристики волокна			Степень полимеризации
	α-Целлюлоза	Гемиллолозы и низкомолекулярные соединения	Лигнин	Экстрактные вещества	Неорганические компоненты	Средняя длина, мм	Средняя ширина, мкм	Фактор формы, %	
Товарная беленая сульфитная хвойная	94,15	3,98	1,13	0,52	0,22	1,967	27,4	76,6	940
Товарная беленая сульфатная хвойная	89,88	8,97	0,80	0,19	0,16	2,243	26,9	82,5	850
Товарная беленая сульфатная лиственная	87,12	11,07	1,26	0,26	0,29	0,888	21,2	89,8	1560

На основании данных, представленных в таблице 1, было отмечено, что наибольшим содержанием α-целлюлозы отличается сульфитная целлюлоза, это может быть обусловлено кислотой природой варки, оказывающей селективное действие на лигнин и в меньшей степени разрушающее целлюлозу и гемиллолозы. На содержание остальных компонентов также существенное влияние оказывает способ варки. Например, при сульфатной варке хвойной целлюлозы содержание остаточного лигнина в полуфабрикате оказывается меньше, чем при сульфитной варке, поскольку белый щелок, содержит в себе Na₂S, замедляющий обратную конденсацию лигнина.

Целлюлоза, полученная из хвойных пород древесины, отличается большей длиной волокон, что связано с природой сырья (длинные трахеиды). Об-

разец товарной сульфатной целлюлозы из лиственных пород древесины отличается более высокой степенью полимеризации, что может быть обусловлено повышенным содержанием гемиллолоз, которые также могут растворяться в кадоксене и оказывать влияние на вязкость пробы. Можно предположить, что образцы хвойной целлюлозы будут в меньшей степени подвергаться деструкции при механической обработке, однако будут более эффективно подвергаться гидролизу по сравнению с лиственной целлюлозой (ввиду меньшего содержания примесей и более низкой начальной степени полимеризации).

Образцы целлюлозы размалывались на планетарной шаровой мельнице в течение 30, 60 и 120 минут.

Определение скорости истечения полученного раствора (вискозиметрический способ). Степень кристалличности определена по методу Сегала для полученных образцов в виде таблетки диаметром 25 мм и толщиной 0,9...1,05 мм на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000 S [21].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Определение остатка после прокаливания проводили согласно ГОСТ Р ИСО 1762-2013. Определение содержания веществ, растворимых в воде и в эфире, проводили в соответствии с фармакопейным стандартом «Целлюлоза микрокристаллическая».

Для определения удельной электропроводности водной вытяжки смесь из навески испытуемого образца (5,0 г.) и 40 мл воды, свободной от диоксида углерода, встряхивали в колбе в течение 20 минут. Полученную смесь центрифугировали и отбирали для проведения испытания супернатант. Определение удельной электропроводности водной вытяжки проводили с использованием лабораторного кондуктометра (Эксперт 002). Отдельно измеряли удельную электропроводность воды, используемой для приготовления раствора.

На первом этапе эксперимента проводился сравнительный анализ исходных товарных образцов целлюлозы с точки зрения их компонентного состава и структурно-морфологических характеристик волокон. Результаты представлены в таблице 1.

Определение содержания веществ, растворимых в воде и в эфире, проводили в соответствии с фармакопейным стандартом «Целлюлоза микрокристаллическая».

Для определения удельной электропроводности водной вытяжки смесь из навески испытуемого образца (5,0 г.) и 40 мл воды, свободной от диоксида углерода, встряхивали в колбе в течение 20 минут. Полученную смесь центрифугировали и отбирали для проведения испытания супернатант. Определение удельной электропроводности водной вытяжки проводили с использованием лабораторного кондуктометра (Эксперт 002). Отдельно измеряли удельную электропроводность воды, используемой для приготовления раствора.

Определение скорости истечения полученного раствора (вискозиметрический способ). Степень кристалличности определена по методу Сегала для полученных образцов в виде таблетки диаметром 25 мм и толщиной 0,9...1,05 мм на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000 S [21].

Определение остатка после прокаливания проводили согласно ГОСТ Р ИСО 1762-2013. Определение содержания веществ, растворимых в воде и в эфире, проводили в соответствии с фармакопейным стандартом «Целлюлоза микрокристаллическая».

Для определения удельной электропроводности водной вытяжки смесь из навески испытуемого образца (5,0 г.) и 40 мл воды, свободной от диоксида углерода, встряхивали в колбе в течение 20 минут. Полученную смесь центрифугировали и отбирали для проведения испытания супернатант. Определение удельной электропроводности водной вытяжки проводили с использованием лабораторного кондуктометра (Эксперт 002). Отдельно измеряли удельную электропроводность воды, используемой для приготовления раствора.

На первом этапе эксперимента проводился сравнительный анализ исходных товарных образцов целлюлозы с точки зрения их компонентного состава и структурно-морфологических характеристик волокон. Результаты представлены в таблице 1.

ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАБОТКИ ВОЛОКНИСТЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ

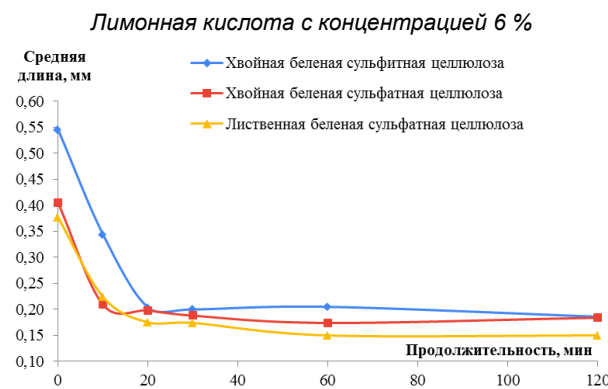
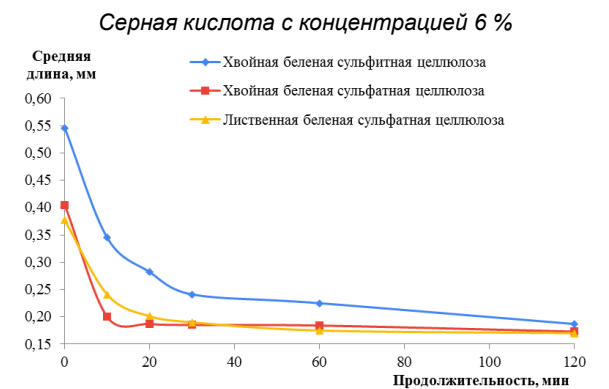
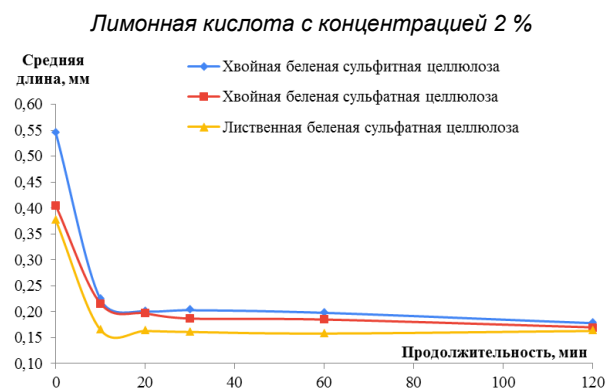
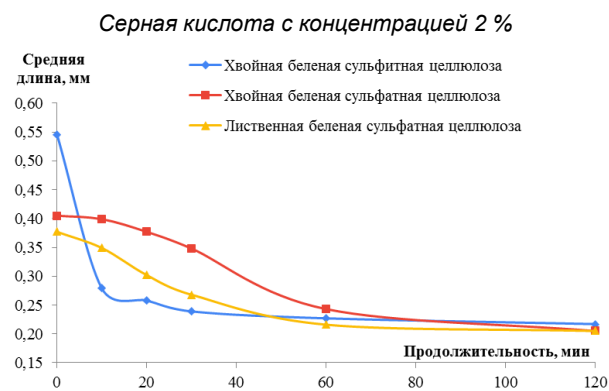
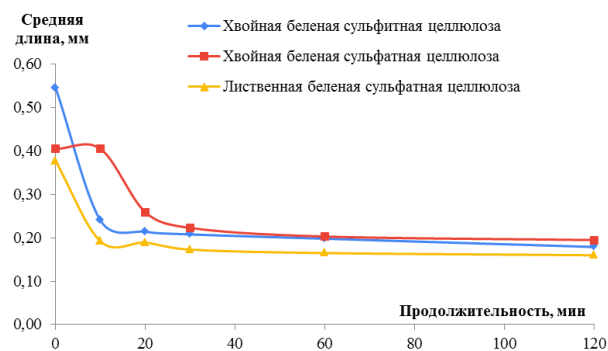
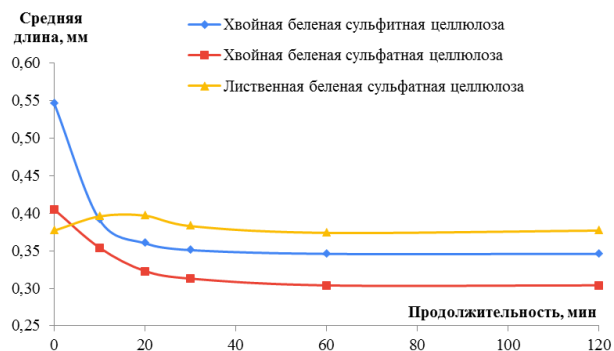
Таблица 2 – Оценка влияния продолжительности сухого размола на характеристики порошковой целлюлозы

Table 2 – Evaluation of the influence of dry milling duration on the characteristics of powdered cellulose

Наименование образца целлюлозы	Продолжительность размола, мин	Средняя длина, мм	Насыпная плотность, кг/м ³	Средняя степень полимеризации
Хвойная белая сульфитная	30	0,546	280	610
	60	0,296	360	490
	120	0,281	435	260
Хвойная белая сульфатная	30	0,405	180	630
	60	0,389	250	550
	120	0,262	345	400
Лиственная белая сульфатная	30	0,377	150	510
	60	0,351	230	290
	120	0,234	270	270

Оценивалось изменение средней длины волокон, средней степени полимеризации и насыпной плотности. Результаты эксперимента приведены в таблице 2.

На основании данных, представленных в таблице 2, можно отметить, что наиболее интенсивное измельчение волокна происходит за первые 30 минут размола, снижение средней длины в таком случае составляет 72,24 % для хвойной сульфитной целлюлозы, 81,94 % – для хвойной сульфатной и 57,55 % – для лиственной сульфатной целлюлозы. Небольшое снижение длины для лиственной сульфатной целлюлозы на первом этапе размола обуславливается изначально меньшим размером волокна и большей плотностью волокна. Динамика процесса размола показывает, что при увеличении продолжительности до 120 минут средняя длина частиц хвойной сульфитной целлюлозы дополнительно уменьшается на 13,47 %, хвойной сульфатной целлюлозы – на 6,38 %, а лиственной сульфатной целлюлозы – на 16,10 %.



Серная кислота с концентрацией 10 %

Лимонная кислота с концентрацией 10 %

Рисунок 1 – Изменение средней длины частиц целлюлозы в зависимости от концентрации и вида кислоты
Figure 1 – Change in the average length of cellulose particles depending on the concentration and type of acid

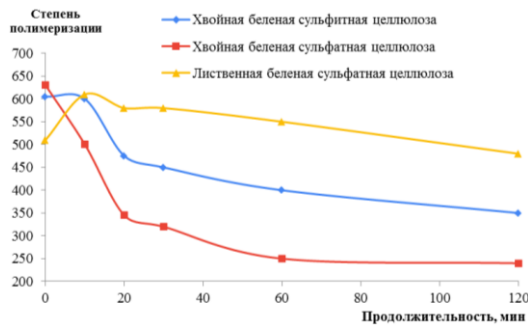
Таким образом, хвойная сульфатная целлюлоза в меньшей мере поддается механической обработке, что обусловлено изначально высокой длиной волокна и его структурой. Следует также отметить: с увеличением продолжительности размола снижается интенсивность уменьшения средней длины. Это обусловлено частичным разрывом гликозидных связей целлюлозы (сопровождающимся снижением средней степени полимеризации) и как следствие более плотной упаковки молекул, препятствующей дальнейшему разрыву связей под механическим действием.

Было определено, что наиболее эффективно процесс сухого размола идет в течение 60 минут, что применимо для технологии получения порошковой целлюлозы. В соответствии с технологией производства микрокристаллической целлюлозы за стадией размола следует стадия кислотного гидролиза, поэтому имеется возможность сокращения продолжительности стадии сухого размола до 30 минут.

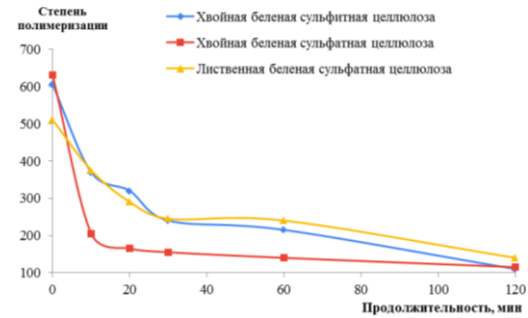
Гидролиз с целью получения МКЦ проводили с использованием серной и лимонной кислоты. Выбранный

диапазон концентраций – 2, 6 и 10 %. Гидролиз проводили по ранее разработанным режимам: температура обработки 80 °С, гидромодуль 1:10. Поскольку лимонная кислота слабо диссоциирует в воде (исходный pH 2,58), ожидается, что такой гидролиз будет более щадящим в сравнении с гидролизом серной кислотой. Для оценки влияния процесса гидролиза на изменение средней длины и степени полимеризации осуществляли отбор проб спустя 10, 20, 30, 60 и 120 минут после начала гидролиза (рисунок 1).

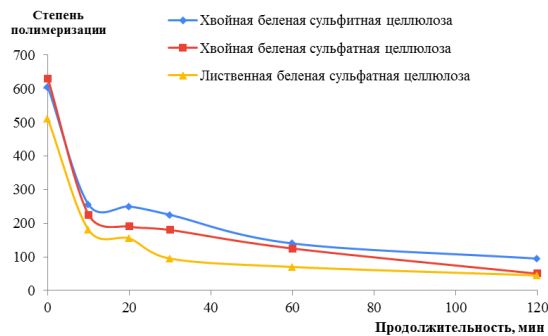
Изменение средней длины частиц целлюлозы в процессе гидролиза в большей степени зависит от концентрации кислоты, чем от ее природы. Установлено, что при увеличении продолжительности процесса снижается интенсивность изменения средней длины – преимущественно уменьшение размеров частиц происходит в течение первых 10 минут обработки и во всех случаях значительно замедляется после 60 минут. Природа кислоты оказывает основной эффект на среднюю степень полимеризации получаемого продукта, что подтверждается графиками на рисунке 2.



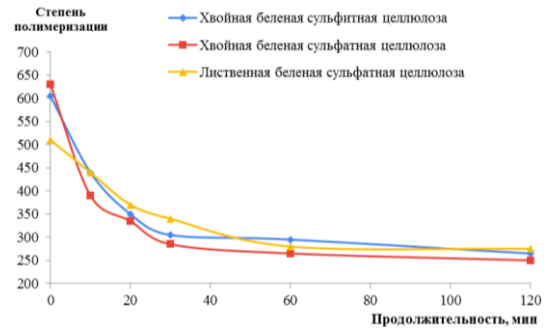
Серная кислота с концентрацией 2 %



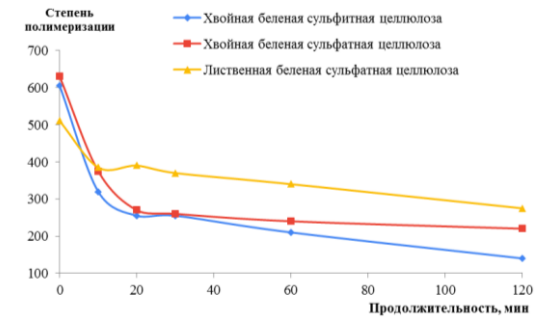
Серная кислота с концентрацией 6 %



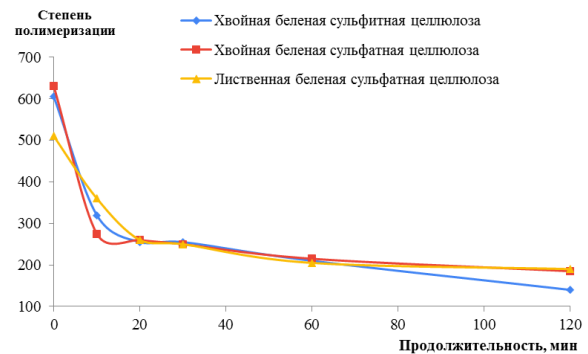
Серная кислота с концентрацией 10 %



Лимонная кислота с концентрацией 2 %



Лимонная кислота с концентрацией 6 %



Лимонная кислота с концентрацией 10 %

Рисунок 2 – Изменение средней степени полимеризации целлюлозы в зависимости от концентрации и вида кислоты
Figure 2 – Change in the average degree of polymerization of cellulose particles depending on the concentration and type of acid

ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАБОТКИ ВОЛОКНИСТЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ

На основании представленных данных были сделаны следующие **выводы**:

При увеличении продолжительности гидролиза и концентрации кислоты наблюдается снижение средней длины частиц и степени полимеризации, оптимальная продолжительность процесса составляет 40...60 минут. Так, при гидролизе серной кислотой с концентрацией 2 % средняя длина частиц сульфитной хвойной целлюлозы за 10 минут размола снижается на 28,39 %, максимальное снижение составляет 36,26 % и достигается за 60 минут гидролиза. Для хвойной сульфатной целлюлозы эти значения составляют соответственно 12,59 % за 10 минут и максимально 24,92 %, которые также достигаются за 60 минут. В случае с лиственной целлюлозой наблюдается небольшое увеличение средней длины, которое может быть обусловлено раздавливанием волокон. Схожая ситуация наблюдается при гидролизе органической кислотой, наибольшее снижение наблюдается для хвойной сульфитной целлюлозы и составляет 67,22 %. В случае со средней степенью полимеризации наибольшее снижение наблюдается при гидролизе хвойной сульфатной целлюлозы при продолжительности 120 минут (61,91 %). Это может быть обусловлено тем, что при получении хвойной сульфатной целлюлозы она проходит достаточно жесткую

обработку наиболее полно удаляющие гемицеллюлозы и низкомолекулярные компоненты, которые могли бы замедлять процесс гидролиза.

Поскольку ранее авторами было показано, что наиболее эффективно процесс гидролиза происходит при продолжительности обработки 60 минут и использовании 10 %-ной концентрации кислоты, такой режим был выбран для проведения сравнительного анализа препаратов микрокристаллической целлюлозы. В таблице 3 представлены результаты фракционного анализа выбранных образцов. Следует отметить, что наибольшее количество остатка на поддоне остается при гидролизе серной и лимонной кислотой хвойной сульфатной целлюлозы, что подтверждает самую высокую реакционную способность у данного образца. Как упоминалось раньше, это может быть обусловлено более жесткой обработкой и, как следствие, низким содержанием остаточного лигнина, который придает волокну механическую прочность, низким содержанием низкомолекулярных компонентов, а также поврежденной структурой клеточной стенки волокна. В таблице 4 представлен сравнительный анализ полученных образцов с требованиями фармакопейного стандарта и товарным образцом китайского производства.

Таблица 3 – Фракционный состав препаратов микрокристаллической целлюлозы
Table 3 – Fractional composition of microcrystalline cellulose samples

Остаток на сите, %	МКЦ пр-во Китай	Серная кислота			Лимонная кислота		
		МКЦ из БСФИ	МКЦ из БХЦ	МКЦ из БЛЦ	МКЦ из БСФИ	МКЦ из БХЦ	МКЦ из БЛЦ
1 мм–500 мкм	0,00	0,47	0,73	11,43	0,41	0,41	0,51
250 мкм	0,16	3,23	2,71	6,00	5,05	3,61	4,48
Остаток 1 мм–250 мкм	0,16	3,70	3,44	17,43	5,46	4,02	4,99
125 мкм	36,21	12,08	11,30	15,72	13,86	11,67	13,08
71 мкм	22,25	17,17	16,82	16,24	17,19	17,59	19,67
Остаток 125–71 мкм	58,46	29,25	28,12	31,96	31,05	29,26	32,75
63 мкм	6,04	8,08	8,40	6,97	6,98	8,37	9,34
45 мкм	10,34	21,22	17,43	12,10	17,16	19,54	19,17
Остаток 63–45 мкм	16,38	29,3	25,83	19,07	24,14	27,91	28,51
Поддон	23,43	27,05	34,32	25,86	29,77	32,45	23,13

Таблица 4 – Сравнительный анализ образцов микрокристаллической целлюлозы
Table 4 – Comparative analysis of microcrystalline cellulose samples

Наименование показателя	МКЦ пр-во Китай	Серная кислота			Лимонная кислота		
		МКЦ из БСФИ	МКЦ из БХЦ	МКЦ из БЛЦ	МКЦ из БСФИ	МКЦ из БХЦ	МКЦ из БЛЦ
Средняя длина частиц, мкм	176	226	296	295	212	387	201
Степень полимеризации	235	150	125	85	280	215	320
Насыпная плотность, кг/м ³	428	326	423	354	366	391	381
Остаток после прокаливания, %	0,08	0,08	0,05	0,00	0,01	0,24	0,06
Вещества, растворимые в воде, %	0,27	0,01	0,10	0,10	0,43	0,02	0,39
Вещества, растворимые в эфире, %	0,01	0,38	0,11	0,04	0,09	0,14	0,04
Электропроводность, мкСм/см	42,02	38,74	24,43	54,06	60,86	49,4	43,06
Степень кристалличности, %	–	75,7	71,6	67,9	70,4	63,8	–

На основании данных, представленных в таблице, можно сделать следующие выводы.

Все полученные образцы МКЦ преимущественно соответствуют требованиям к микрокристаллической целлюлозе и демонстрируют близкие значения характеристик с коммерческим образцом китайского производства.

Следует отметить, что образец из лиственной целлюлозы, гидролизованный серной кислотой, демонстрирует степень полимеризации менее 100, что говорит о сильной деструкции материала.

Наибольшее значение насыпной плотности демонстрируют образцы, полученные из хвойной сульфатной целлюлозы, гидролизом как серной, так и лимонной кислотой. Следует отметить, что образец, полученный гидролизом серной кислотой, демонстрирует значение насыпной плотности, сопоставимое китайскому образцу.

При гидролизе лимонной кислотой в образцах наблюдается большее содержание веществ, растворимых в воде, что свидетельствует о большем количестве образующихся

побочных продуктов (продукты деструкции целлюлозы, остатки кислоты, минеральные примеси).

МКЦ, полученная из сульфитной целлюлозы гидролизом с серной кислотой, демонстрирует высокое значение содержания веществ, растворимых в эфире, что может быть обусловлено изначально большим содержанием смол и жиров в исходном сырье.

В ходе исследования влияния качества исходного полуфабриката и условий гидролиза на степень кристалличности получаемых образцов МКЦ, установлено, что при кислотном гидролизе целлюлозы в первую очередь разрушаются гликозидные связи, расположенные в аморфных участках, что приводит к увеличению степени кристалличности относительно исходного образца.

Наибольшие значения как при гидролизе серной, так и при гидролизе лимонной кислотой характерны для МКЦ из сульфитной целлюлозы и составляют соответственно 75,7 и 70,4 %, что обусловлено частичным гидролизом целлюлозы, происходящим в процессе сульфитной делигнификации растительного сырья.

Выявлено, что гидролиз серной в сравнении с лимонной кислотой позволяет получить образцы МКЦ с большей степенью кристалличности, так, например, для образцов белой хвойной сульфатной целлюлозы, гидролизованных 10 %-ной серной и лимонной кислотой в одинаковых условиях, степень кристалличности соответственно составляет 71,6 и 63,8 %, что также подтверждается интенсивностью изменения степени полимеризации образцов.

ВЫВОДЫ

Исследованные особенности исходного сырья для получения МКЦ – белой целлюлозы – компонентный состав, структурно-морфологические характеристики волокна, способ делигнификации оказывают ключевое влияние на процесс гидролиза и свойства получаемой порошковой и микрокристаллической целлюлозы.

При механической обработке образцов товарной целлюлозы с целью получения порошковой целлюлозы основным определяющим фактором являются именно структурно-морфологические характеристики волокна (в первую очередь его длина), а не его химический состав.

На процесс кислотного гидролиза целлюлозы существенное влияние оказывают качественные параметры исходного сырья. При этом динамика процесса характеризуется следующими особенностями:

– увеличение продолжительности гидролиза оказывает положительное влияние на характеристики МКЦ до 60 минут;

– повышение концентрации кислоты также способствует интенсификации процесса.

Эти же особенности оказывают влияние на свойства получаемой микрокристаллической целлюлозы, например, образцы, полученные из сульфитной целлюлозы, демонстрируют более высокое значение степени кристалличности, что обуславливается кислотой природой варки, приводящей к частичной деструкции целлюлозы на этапе ее получения.

На основании проведенного исследования были отмечены следующие особенности при получении порошковой и микрокристаллической целлюлозы из различных полуфабрикатов:

1. Образцы сульфатной и сульфитной хвойной целлюлозы требуют больших энергетических затрат на проведение стадии сухого размола до порошкового состояния в сравнении с образцом сульфатной лиственной целлюлозы.

2. Наибольшую интенсивность разрушения демонстрирует хвойная сульфатная целлюлоза, что обуславливается способом делигнификации полуфабриката. Также при гидролизе хвойной сульфатной целлюлозы образуется наибольшее количество частиц с размером менее 45 мкм в сравнении с остальными полученными препаратами МКЦ.

3. При гидролизе хвойной сульфитной целлюлозы

как серной, так и лимонной кислотой наблюдается значительное увеличение индекса кристалличности в сравнении с другими образцами, что может быть обусловлено кислотой природой варки, приводящей к частичному разрушению аморфной части еще на этапе получения целлюлозы.

Для всех изученных образцов сырья для получения МКЦ является режим: ГМ 1:10, продолжительность 60 минут, температура 80 °С, концентрация кислоты 10 %. В зависимости от используемого сырья параметры данного режима могут быть скорректированы для получения продукта с заданными свойствами.

Таким образом, при получении порошковых целлюлозных материалов актуальным вопросом становится оценка характеристик исходного полуфабриката с целью оптимизации стадий получения и достижения требуемых характеристик качества МКЦ.

Работа выполнена на базе инновационно-технологического центра «Современные технологии переработки биоресурсов Севера», а также с применением оборудования центра коллективного пользования научным оборудованием «Арктика», Северного (Арктического) Федерального университета имени М.В. Ломоносова.

The study was carried out at the Innovation and Technology Center "Modern Technologies for Processing Northern Bioresources" and using Instrumentation of the Core Facility Center «Arktika» of Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пыжев А.И. Российская целлюлозно-бумажная промышленность: в поисках новых точек роста // Экономика и управление. 2023. № 8. С. 917–926.
2. Пинягина Н.Б., Горшенина Н.С. Современное состояние, тенденции и перспективы развития целлюлозно-бумажной промышленности Российской Федерации // Лесной вестник. 2022. № 6. С. 148–159.
3. Топтунов Е.А., Севастьянова Ю.В. Порошковые целлюлозные материалы: обзор, классификация, характеристики и области применения // Химия растительного сырья. 2021. № 4. С. 31–45.
4. Целлюлоза и наноцеллюлоза. Обзор / А.Н. Зарубина [и др.] // Лесной вестник. 2019. № 23. С. 116–125.
5. Dufresne A. Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial // Mater. Today. 2013. № 16. P. 220–227.
6. Юртаева Л.В., Алашкевич Ю.Д. Способ получения микрокристаллической целлюлозы на основе биоповрежденной древесины // Хвойные бореальной зоны. 2022. № 2. С. 158–163.
7. Получение микрокристаллической целлюлозы из тростника методом гидротермальной конверсии / Ю.В. Куликова [и др.] // Известия вузов. Северо-Кавказский регион. Серия: Технические науки. 2025. № 1. С. 113–119.
8. Отбелка микрокристаллической целлюлозы, полученной методом газозольного гидролиза / А.И. Сизов [и др.] // Известия ВУЗов. Лесной журнал. 2021. № 6. С. 173–183.
9. Получение и оценка токсичности *in vivo* микрокристаллической целлюлозы бактериального происхождения / К.С. Болотова [и др.] // Экология человека. 2018. № 2. С. 21–25.
10. Влияние вида ножевой размалывающей гарнитуры на процесс получения микрокристаллической целлюлозы / Л.В. Юртаева [и др.] // Известия ВУЗов. Лесной журнал. 2024. № 2. С. 152–165.
11. Щербакова Т.П., Котельникова Н.Е., Быховцева Ю.В. Сравнительное изучение образцов порошковой и микрокристаллической целлюлозы различного происхождения. Физико-химические характеристики // Химия растительного сырья. 2011. № 3. С. 33–42.
12. Щербакова Т.П., Котельникова Н.Е., Быховцева Ю.В. Сравнительное изучение образцов порошковой и микрокристаллической целлюлозы различного происхождения. Надмолекулярная структура и химический состав порошковых образцов // Химия растительного сырья. 2012. № 2. С. 5–14.
13. Аутлов С.А., Базарнова Н.Г., Кушнир Е.Ю. Микрокристаллическая целлюлоза: структура, свойства и области применения (обзор) // Химия растительного сырья. 2013. № 3. С. 33–41.

ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАБОТКИ ВОЛОКНИСТЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ

14. Азаров В.И., Буров А.В., Оболенская А.В. Химия древесины и синтетических полимеров : учеб. для вузов. Лань, СПб., 2010. 627 с.

15. Azubuike C.P., Okhamafe A.O. Physicochemical spectroscopic and thermal properties of microcrystalline cellulose derived from cormcobs // *International Journal of Recycling of Organic Waste in Agriculture*. 2012. № 1. P. 9.

16. Кононов Г.Н., Зайцев В.Д. Древесина как химическое сырье: история и современность // *Лесной вестник*. 2020. № 24. С. 74–89.

17. Терентьева Э.П., Удовенко Н.К., Павлова Е.А. Химия древесины, целлюлозы и синтетических полимеров : учеб. пособие. СПбГТУРП, СПб., 2014. Ч. 1. 53 с.

18. Хакимова Ф.Х., Носкова О.А. Использование древесной целлюлозы повышенного выхода в качестве сырья для получения порошковой целлюлозы // *Известия ВУЗов. Лесной журнал*. 2003. № 1. С. 101–106.

19. Новое гидратцеллюлозное волокно из льняной целлюлозы / И.С. Макаров [и др.] // *Российский химический журнал*. 2020. № 64. С. 13–21.

20. Пустынная М.А., Гусакова М.А., Боголицын К.Г. Региональные и возрастные изменения химического состава лигноуглеводной матрицы лиственной древесины (на примере осины *populus tremula*) // *Известия ВУЗов. Лесной журнал*. 2015. № 1. С. 133–143.

21. Segal L., Creely J.J., Martin Jr., A.E. and Conrad C.M. An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer // *Textile Research Journal*. 1959. № 29. P. 786–794.

Информация об авторах

Е. А. Топтунов – младший научный сотрудник ИТЦ «Современные технологии переработки биоресурсов Севера», старший преподаватель кафедры ЦБЛХП САФУ.

Ю. В. Севастьянова – кандидат технических наук, директор ИТЦ «Современные технологии переработки биоресурсов Севера», доцент кафедры ЦБЛХП САФУ.

А. В. Малков – кандидат химических наук, старший научный сотрудник ЦКП «Арктика», доцент кафедры теоретической и прикладной химии САФУ.

REFERENCES

1. Pyzhev, A.I. (2023). Russian pulp and paper industry: in search of new growth points. *Economy and Management*, (8), 917-926. (in Russ.).

2. Pinyagina, N.B. & Gorshenina, N.S. (2022). Current state, trends and prospects for the development of the pulp and paper industry of the Russian Federation. *Forest Bulletin*, (6), 148-159. (in Russ.).

3. Toptunov, E.A. & Sevastyanova, Yu.V. (2021). Powder cellulose materials: review, classification, characteristics and areas of application. *Chemistry of plant raw materials*, (4), 31-45. (in Russ.).

4. Zarubina, A.N., Ivankin, A.N., Kuleznev, A.S. & Kochetkov, V.A. (2019). Cellulose and nanocellulose. Review. *Forest Bulletin*, (23), 116-125. (in Russ.).

5. Dufresne, A. (2013). Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial. *Mater. Today*, (16), 220-227.

6. Yurtaeva, L.V. & Alashkevich, Yu.D. (2022). Method for obtaining microcrystalline cellulose based on biodegraded wood. *Conifers of the boreal zone*, (2), 158-163. (in Russ.).

7. Kulikova, Yu.V., Orlov, N.I., Kapitonova, A.I., Zhikhreva, A.V. & Babich, O.O. (2025). Obtaining microcrystalline cellulose from reed by hydrothermal conversion. *News of universities. North Caucasian region. Series: Technical sciences.*, (1), 113-119. (in Russ.).

8. Sizov, A.I., Pimenov, S.D., Stroiteleva, A.D. & Stroiteleva, E.D. (2021). Bleaching of microcrystalline cellulose obtained by gas-phase hydrolysis. *Forestry Journal*, (6), 173-183 (in Russ.).

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 07 октября 2025; одобрена после рецензирования 24 февраля 2026; принята к публикации 16 марта 2026.

The article was received by the editorial board on 07 Oct 2025; approved after editing on 24 Feb 2026; accepted for publication on 16 Mart 2026.

9. Bolotova, K.S., Buyuklinskaya, O.V., Chistyakova, A.S., Travina, O.V. & Chukhchin, D.G. (2018). Production and in vivo toxicity assessment of microcrystalline cellulose of bacterial origin. *Human ecology*, (2), 21-25. (in Russ.).

10. Yurtaeva, L.V., Alashkevich, Yu.D., Slizikova, E.A., Kaplev, E.V. & Pozharkova, S.A. (2024). Influence of the type of knife grinding set on the process of obtaining microcrystalline cellulose. *Forestry Journal*, (2), 152-165. (in Russ.).

11. Shcherbakova, T.P., Kotelnikova, N.E. & Bykhovtseva, Yu.V. (2011). Comparative study of powder and microcrystalline cellulose samples of different origin. Physicochemical characteristics. *Chemistry of plant raw materials*, (3), 33-42. (in Russ.).

12. Shcherbakova, T.P., Kotelnikova, N.E. & Bykhovtseva, Yu.V. (2012). Comparative study of powder and microcrystalline cellulose samples of different origin. Supramolecular structure and chemical composition of powder samples. Physicochemical characteristics. *Chemistry of plant raw materials*, (2), 5-14. (in Russ.).

13. Outlov, S.A., Bazarnova, N.G. & Kushnir, E.Yu. (2013). Microcrystalline cellulose: structure, properties and areas of application (review). *Chemistry of plant raw materials*, (3), 33-41. (in Russ.).

14. Azarov, V.I., Burov, A.V. & Obolenskaya, A.V. (2010). Chemistry of wood and synthetic polymers: textbook for universities. Lan, St. Petersburg, 627 p.

15. Azubuike, C.P. & Okhamafe, A.O. (2012). Physicochemical spectroscopic and thermal properties of microcrystalline cellulose derived from corn cobs. *International Journal of Recycling of Organic Waste in Agriculture*, (1), 9.

16. Kononov, G.N. & Zaitsev, V.D. (2020). Wood as a chemical raw material: history and modernity. *Forest Bulletin*, (24), 74-89. (in Russ.).

17. Terentyeva, E.P., Udoenko, N.K. & Pavlova, E.A. (2014). Chemistry of wood, cellulose and synthetic polymers: a tutorial. SPbGTURP, SPb. Part 1. 53 p.

18. Khakimova, F.Kh. & Noskova, O.A. (2003). Use of high-yield wood cellulose as a raw material for producing powder cellulose. *Forestry journal*, (1), 101-106. (in Russ.).

19. Makarov, I.S., Golova, L.K., Vinogradov, M.I., Egorov, Yu.A., Kulichikhin, V.G. & Mikhailov, Yu.M. (2020). New hydrated cellulose fiber from flax cellulose. *Russian Chemical Journal*, (64), 13-21. (in Russ.).

20. Pustynnaya, M.A., Gusakova, M.A. & Bogolitsyn, K.G. (2015). Regional and age-related changes in the chemical composition of the lignocarbhydrate matrix of deciduous wood (on the example of aspen *populus tremula*). *Forestry Journal*, (1), 133-143. (in Russ.).

21. Segal, L., Creely, J.J., Martin Jr., A.E. & Conrad, C.M. (1959). An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Textile Research Journal*, 29, 786-794.

Information about the authors

E.A. Toptunov - Junior Researcher, ITC "Modern Technologies for Processing Northern Bioresources", Senior Lecturer, Department of Centralized Biological and Forestry Production, NARFU.

Yu.V. Sevastyanova - Candidate of Technical Sciences, Director, ITC "Modern Technologies for Processing Northern Bioresources", Associate Professor, Department of Centralized Biological and Forestry Production, NARFU.

A.V. Malkov - Candidate of Chemical Sciences, Senior Researcher, Core Facility Center «Arktika», Associate Professor, Department of Theoretical and Applied Chemistry, NARFU.