

## ХІМІЧНІ ТЕХНОЛОГІЇ

УДК 676.166+661.123  
DOI: 10.20535/1810-0546.2018.1.118670

В.А. Барбаш\*, І.В. Трембус, С.В. Сиротюк  
КПІ ім. Ігоря Сікорського, Київ, Україна

### СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ МІКРОКРИСТАЛІЧНОЇ ЦЕЛЮЛОЗИ ІЗ ВОЛОКОН КОНОПЕЛЬ

**Проблематика.** Одержання зі щорічно відновлюваної рослинної сировини, зокрема із волокон конопель, мікрокристалічної целюлози (МКЦ), придатної для використання у хімічній промисловості.

**Мета дослідження.** Розробка технології отримання МКЦ із волокон конопель для скорочення кількості стадій технологічного процесу та визначення оптимальних значень основних технологічних параметрів процесів хелатування і гідролізу пероцтової конопляної целюлози, за яких показники якості одержаної МКЦ будуть задовольняти вимоги нормативних документів.

**Методика реалізації.** Пероцтове варіння волокон конопель тривалістю від 60 до 240 хв проводили за гідромодуля 10:1, температури  $90 \pm 1$  °С. Процес хелатування целюлози трилоном Б досліджували за витрат від 5 до 30 % у кислому та лужному середовищах. На заключній стадії одержання МКЦ проводили гідроліз конопляної целюлози сульфатною кислотою за концентрації від 0,5 до 2,0 %, гідромодуля 15:1 і температури  $90 \pm 1$  °С протягом 90 хв. Показники якості одержаної МКЦ визначали за стандартними методиками.

**Результати дослідження.** Показано високу ефективність пероцтового способу одержання целюлози із волокон конопель. Експериментально обґрунтовано, що процес хелатування конопляної целюлози доцільно проводити в кислому середовищі за витрат трилону Б 20 % від маси абсолютно сухої сировини. Показано, що проведення гідролізу пероцтової конопляної целюлози розчином сульфатної кислоти концентрацією 1,5 % за температури 90 °С тривалістю 90 хв дає змогу одержати МКЦ, яка задовольняє вимоги нормативних документів.

**Висновки.** Запропонована технологія одержання МКЦ із волокон конопель забезпечує зменшення собівартості готової продукції за рахунок використання вітчизняної щорічно відновлюваної рослинної сировини, зокрема волокон конопель, порівняно з імпортною бавовняною або хвойною целюлозою, а також за рахунок виключення стадії вибілювання целюлози. Одержана МКЦ відповідає вимогам технічних умов і може бути використана у хімічній промисловості як сорбент, наповнювач у виробництві пластичних мас і стабілізатор водневих фарб та емульсій.

**Ключові слова:** волокно конопель; делігніфікація; хелатуюча обробка; гідроліз; мікрокристалічна целюлоза.

#### Вступ

Останнім часом зростає кількість досліджень з одержання нових перспективних матеріалів на основі природних полімерів, зокрема целюлози, що пов'язано з економічною та екологічною необхідністю заміни природних вичерпних джерел вуглеводнів (нафти, газу і кам'яного вугілля) на відновлювану рослинну сировину [1]. Завдяки своїм цінним властивостям целюлоза та її похідні, зокрема мікрокристалічна целюлоза (МКЦ), знаходять широке застосування не лише у виробництві картонно-паперової продукції [2], але й у інших галузях промисловості: хімічній, харчовій, фармацевтичній, косметичній [3, 4]. Високий вміст упорядкованої частини целюлози з кристалографічною орієнтацією макромолекул, граничний ступінь кристалічності, висока щільність і питома поверхня МКЦ [5] визначають її застосування як сорбенту для масел і жирів, наповнювача для лікарських засобів, харчової добавки у продуктах харчування [6].

У світовій практиці целюлозно-паперової промисловості найбільш поширеними методами одержання целюлози залишаються сульфатний і сульфатний способи делігніфікації рослинної сировини, які характеризуються забрудненням навколишнього середовища шкідливими сірко- і хлорвмісними реагентами [7]. Для зменшення екологічного навантаження на навколишнє середовище як альтернатива традиційним методам отримання целюлози розробляються органосольвентні способи делігніфікації рослинної сировини, зокрема з використанням розчинів пероксиду водню і оцтової кислоти [8]. В той же час більшість існуючих технологій одержання МКЦ потребують великих витрат хімікатів, енергії та води із застосуванням як сировини переважно хвойної деревини та бавовни, які мають більш довгі волокна порівняно з листяною деревиною або іншими представниками недеревної рослинної сировини [9]. У країнах із розвиненим сільським господарством щорічно вирощується велика кількість технічних культур, у результаті переробки

\* corresponding author: v.barbash@kpi.ua

яких утворюються значні обсяги лігноцелюлозних матеріалів, що розглядаються як сировинна база для виробництва целюлози та її похідних. Серед таких рослин однією з найбільш рентабельних сільськогосподарських культур є коноплі. Коноплі (*Cannabis*) – рід однорічний луб'яних рослин сімейства конопляних, що належить до технічних прядильних культур і використовується в целюлозно-паперовій промисловості, будівництві, для виготовлення канатів, шпагату або як паливо. Луб'яні волокна конопель становлять 20–25 % обсягу стебел, менш еластичні, але міцніші порівняно з волокнами льону, мають довжину від 5 до 55 мм [10]. Тому стебла конопель привертають увагу вчених як сировина для розробки технологій їх переробки на целюлозу і похідні целюлози, зокрема МКЦ.

Для забезпечення МКЦ необхідних показників якості у світовій практиці використовують різні способи її одержання: механічний (розмелювання), термомеханічний, хімічний (гідроліз), висадження целюлози з розчину у вигляді порошку [11, 12]. Більшість промислових способів одержання МКЦ базуються на дії на попередньо підготовлену рослинну сировину різними хімічними реагентами для забезпечення максимального видалення з неї лігніну, геміцелюлоз, екстрактивних і мінеральних речовин та переведення їх у розчин [13]. Забезпечення необхідних показників якості МКЦ значною мірою залежить від кількості та послідовності стадій одержання МКЦ, значень їх технологічних параметрів, виду рослинної сировини і хімічних реагентів, що використовуються в процесі її одержання.

### Постановка задачі

У наших роботах [14–17] показано вплив попередньої лужної та кислотної обробки конопель і льону на показники якості целюлози та МКЦ і встановлено, що підвищений вміст мінеральних речовин у різних представниках недревної рослинної сировини порівняно з деревиною потребує проведення додаткових стадій обробки сировини для зниження зольності МКЦ до рівня вимог стандарту. Для визначення оптимальних значень технологічних параметрів отримання МКЦ із волокон конопель необхідне подальше вивчення умов проведення різних стадій їх обробки. Тому метою досліджень є розробка технології отримання МКЦ із волокон конопель.

Для досягнення вказаної мети поставлено такі задачі:

– скоротити кількість стадій технологічного процесу одержання МКЦ за рахунок об'єднання процесів делігніфікації рослинної сировини та вибілювання;

– встановити значення основних технологічних параметрів процесів хелатування та гідролізу пероцтової конопляної целюлози, за яких показники якості одержаної МКЦ будуть задовольняти вимоги нормативних документів.

### Методи дослідження

Для одержання МКЦ у роботі використовувалися волокна конопель (*Cannabis sativa*) врожаю 2016 року із Чернігівської обл., які відсортовувалися від сторонніх включень (костриці, насіння, трави), подрібнювалися до розмірів  $5 \pm 2$  мм і зберігалися в ексікаторах для підтримання постійної вологості та хімічного складу. Хімічний склад рослинної сировини визначався за стандартними методиками ТАРРІ [18] і мав такі показники: вміст целюлози – 46,6 %, лігніну – 14,4 %, пентозанів – 21,1 %, розчинність у воді – 7,1 %, розчинність у розчині луку – 23,8 %, вміст смол, жирів та восків – 1,2 %, зольність – 1,62 %, сульфатна зола – 1,81 % від маси абс. сух. сировини (а.с.с.).

На першій стадії обробки рослинної сировини проводили пероцтове варіння волокон конопель сумішшю розчину льодяної оцтової кислоти і 35 %-ного розчину пероксиду водню за об'ємного співвідношення хімічних реагентів 70:30 %, гідромодуля 10:1, температури  $90 \pm 1$  °С, тривалості від 60 до 240 хв. Для збереження втрат варильного розчину процес делігніфікації рослинної сировини проводили в термостійких колбах, з'єднаних зі зворотними холодильниками. Після закінчення процесу варіння целюлозу промивали дистильованою водою до нейтральної реакції, висушували на повітрі і визначали її показники якості відповідно до стандартних методик ТАРРІ [18].

Другу стадію – хелатування конопляної целюлози – проводили розчином трилону Б концентрацією 10 г/л за витрати від 5 до 30 % від маси а.с.с., за гідромодуля 10:1 та різних значень рН середовища – 3 і 12. Дослідження проводилися за температури  $50 \pm 1$  °С, тривалості 60 хв, концентрації целюлозної маси 4 %.

Для зниження ступеня полімеризації конопляної целюлози, вмісту в ній лігніну і мінеральних речовин проводили гідроліз пероцтової целюлози розчином сульфатної кислоти за різної

її концентрації від 0,5 до 2,0 %, гідромодуля 15:1 і температури  $90 \pm 1$  °C протягом 90 хв. Після завершення гідролізу МКЦ промивали дистильованою водою до нейтрального рН і висушували до повітряно-сухого стану. Для одержаної МКЦ визначали показники якості, які передбачені вимогами нормативного документу [19].

### Результати та їх обговорення

У результаті проведеної серії процесів делігніфікації волокон конопель отримано органосольвентну целюлозу, показники якості якої наведено в табл. 1.

Як видно з наведених у табл. 1 даних, зі збільшенням тривалості процесу пероцтової делігніфікації волокон конопель знижуються вихід, зольність і вміст у целюлозі залишкового лігніну та мінеральних речовин, а також зростає білість пероцтової целюлози. Зменшення виходу целюлози пов'язане з деструкцією вуглеводної частини та переходом до варильного розчину лігніну, екстрактивних речовин, мінеральних речовин і низькомолекулярних полісахаридів – геміцелюлоз. При цьому спостерігається зміна кольору пероцтової целюлози від коричневого до білого, що свідчить не лише про дію пероцтової кислоти на прості етерні зв'язки між структурними одиницями макромолекул лігніну, але й про деструкцію хромофорних груп лігніну.

Дані табл. 1 також показують переважну селективну дію варильного розчину на лігнін і мінеральні речовини порівняно з полісахаридами рослинної сировини. Незначне зменшення виходу пероцтової целюлози пояснюється тим, що іони гідроксонію  $H_3O^+$ , які утворюються у вариль-

ному розчині в процесі взаємодії протонів оцтової кислоти з молекулами води [20], практично не руйнують глікозидні зв'язки між елементарними ланками макромолекули целюлози і геміцелюлоз. Відносно високий вихід конопляної целюлози за відносно низького вмісту залишкового лігніну і мінеральних речовин у целюлозі підтверджується отриманими нами раніше значеннями показників ступенів делігніфікації, селективності та вилучення вуглеводнів для пероцтового способу делігніфікації пшеничної соломи і діаграмою залежності виходу волокнистого напівфабрикату від вмісту в ньому залишкового лігніну для різних способів делігніфікації [21].

Важливою особливістю застосування пероцтового способу делігніфікації рослинної сировини є високий ступінь білості одержаної пероцтової целюлози, що дає змогу виключити традиційну для промислових методів стадію вибілювання і тим самим знизити собівартість процесу одержання МКЦ.

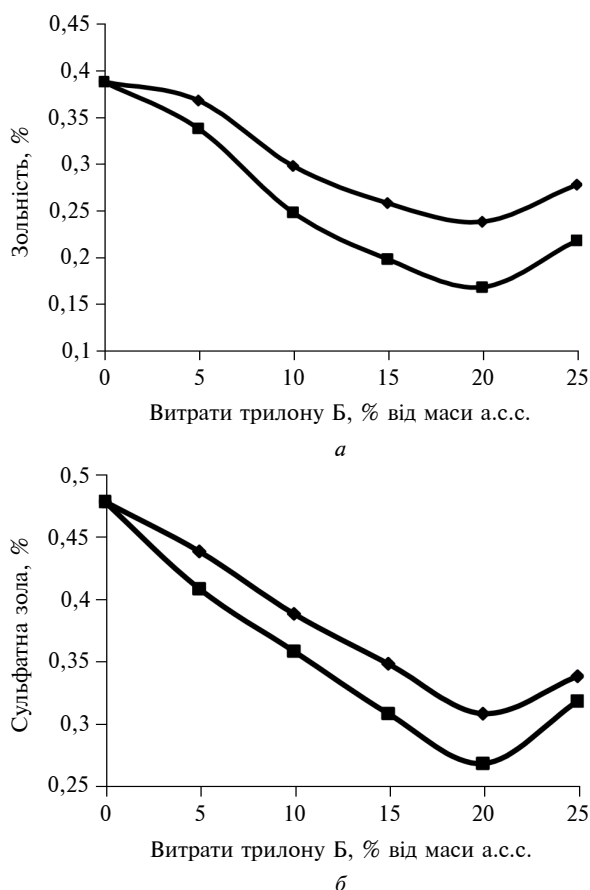
Проведені дослідження показують, що мінімальний вміст мінеральних речовин у пероцтій конопляній целюлозі спостерігається за тривалості варіння 240 хв. Тому отримана целюлоза саме за таких умов використовувалася для наступної стадії хелатування. Застосування стадії хелатування дає змогу видалити із рослинної сировини мінеральні речовини, вміст яких у МКЦ повинен бути не більше 0,3 % [19]. Для цього як хелатуючий реагент використовували трилон Б (динатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти) [22], який має меншу вартість і добре розчиняється у воді порівняно з етилендіамінтетраоцтовою кислотою (ЕДТА). Завдяки утворенню комплексів трилону Б із більшістю катіонів металів перемінної валентності [22] в органосольвентній целюлозі зменшується залишковий вміст мінеральних речовин, що підтверджується нашими попередніми результатами [14, 15] і що важливо для подальшого використання МКЦ у хімічній промисловості.

Трилон Б реагує з катіонами металів за рахунок наявності в його молекулі одночасно декількох солетвірних карбоксильних груп, а також атомів азоту, які проявляють електрондонорні комплексотвірні властивості. Реакція між трилоном Б і катіонами металів відбувається за різних значень рН

Таблиця 1. Показники якості пероцтової конопляної целюлози

Тривалість варіння, хв	Вихід целюлози, % від маси а.с.с.	Вміст залишкового лігніну, % від маси а.с.с.	Зольність, % від маси а.с.с.	Вміст сульфатної золи, % від маси а.с.с.	Білість, %
60	77,8	4,2	1,2	1,43	44
90	76,2	4,0	0,91	1,12	52
120	74,7	3,4	0,87	0,96	68
150	73,8	2,5	0,73	0,88	70
180	72,1	2,2	0,51	0,67	74
210	71,6	1,7	0,44	0,56	76
240	70,1	1,4	0,39	0,48	78

середовища. Тому в роботі досліджено вплив витрат трилону Б за кислого і лужного середовища на вміст залишкових мінеральних речовин у пероцтовій конопляній целюлозі (рисунок).



Залежність вмісту золи (а) та сульфатної золи (б) у конопляній целюлозі від витрат трилону Б за різних значень рН середовища: ■ – рН 3, ◆ – рН 12

Із наведених на рисунку даних видно, що зі збільшенням витрат трилону Б до 20 % від маси а.с.с. відбувається зниження зольності та вмісту сульфатної золи в конопляній целюлозі як у кислому, так і в лужному середовищах. Збільшення витрат трилону Б понад 20 %, як у кислому, так і в лужному середовищі, призводить до зростання зольності целюлози за рахунок осадження хімічного реагенту на волокнах целюлози у вигляді білого порошку. Слід зазначити, що пероцтову конопляну целюлозу з мінімальним вмістом сульфатної золи 0,27–0,30 % від маси а.с.с. отримано в кислому середовищі,

для якого характерне зв'язування тривалентних металів, у той час як повне зв'язування лужно-земельних металів відбувається тільки в лужному середовищі [22]. Тому в подальших дослідженнях хелатуючу обробку конопляної целюлози проводили трилоном Б за його витрат 20 % від маси а.с.с. у кислому середовищі за рН 3.

Для досягнення необхідного значення ступеня полімеризації МКЦ на завершальній стадії отримання МКЦ проводили процес гідролізу пероцтової конопляної целюлози. Результати впливу витрат сульфатної кислоти на показники якості одержаної МКЦ наведено в табл. 2.

Як видно з даних табл. 2, зростання концентрації сульфатної кислоти не істотно впливає на вміст сульфатної золи у МКЦ, яка зменшувалася від 0,29 до 0,21 %, але істотно зменшує ступінь полімеризації МКЦ, що сприяє переходу конопляної целюлози до порошкоподібного стану. Тому оптимальними умовами проведення гідролізу целюлози із волокон конопель було визначено такі: концентрація сульфатної кислоти 1,5 %, температура 90 °С, гідромодуль 15:1, тривалість 90 хв. За таких умов гідролізу отримано МКЦ із вмістом залишкового лігніну – 0,12 %, сульфатної золи – 0,28 % і золи – 0,13 % від маси а.с.с. та середнім ступенем полімеризації 150, що задовольняє вимоги технічних умов [19].

На основі проведених досліджень рекомендується для одержання МКЦ використовувати таку схему обробки волокон конопель: пероцтове варіння – хелатуюча обробка – гідроліз. Використання запропонованої схеми дає змогу одержати МКЦ із показниками якості, які наведено в табл. 3.

Як видно із даних табл. 3, одержана МКЦ із волокон конопель відповідає вимогам технічних умов і може бути використана у хімічній промисловості як сорбент, наповнювач у виробництві пластичних мас і стабілізатор водневих фарб та

Таблиця 2. Показники якості конопляної мікрористалічної целюлози після гідролізу сульфатною кислотою

Концентрація $H_2SO_4$ , %	Зольність, % від маси а.с.с.	Сульфатна зола, % від маси а.с.с.	Вміст залишкового лігніну, % від маси а.с.с.	Ступінь полімеризації
0,5	0,16	0,32	0,19	360
1,0	0,14	0,3	0,15	210
1,5	0,13	0,28	0,12	150
2,0	0,12	0,27	0,11	90

емульсій.

**Таблиця 3.** Показники якості мікрокристалічної целюлози із волокон конопель

Показники якості	Вимоги технічних умов [19]	Результат
Зовнішній вигляд і колір	Однорідний порошок білого або злегка жовтуватого-сірого кольору без сторонніх включень неволокнистого характеру	Однорідний порошок білого кольору без сторонніх включень
Смак	Без смаку, під час розжовування не викликає неприємних відчуттів і роздратування	Відповідає
Ступінь полімеризації	≤200	150
pH водної витяжки	5,0–7,5	6,9
Масова частка води, %	≤6,0	6,0
Масова частка золи, %	≤0,3	0,13
Масова частка лігніну, %	–	0,12

## References

- [1] B. Hong *et al.*, "Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from bamboo pulp", *Cellulose Chem. Technol.*, vol. 50, no. 2, pp. 225–231, 2016.
- [2] M.A. Nassar and M.H.El Shakankery, "Improvement of paper properties of rice straw pulps by microcrystalline cellulose/calcium carbonate", *Int. Res. J. Pure Appl. Chem.*, vol. 4, no. 6, pp. 871–879, 2014. doi: 10.9734/IRJPAC/2014/7347
- [3] Md.Z. Karim *et al.*, "Statistical optimization for acid hydrolysis of microcrystalline cellulose and its physicochemical characterization by using metal ion catalyst", *Materials*, vol. 7, no. 10, pp. 6982–6999, 2014. doi: 10.3390/ma7106982
- [4] B.N. Tukaran *et al.*, "The effects of lactose, microcrystalline cellulose and dicalcium phosphate on swelling and erosion of compressed hpmc matrix tablets: texture analyzer", *Iran. J. Pharm. Res.*, vol. 9, no. 4, pp. 349–358, 2010.
- [5] M.A. Odeniyi *et al.*, "Compressibility and flow characteristics of binary mixtures of metronidazole with lactose and microcrystalline cellulose", *Farmacia*, vol. LVI 6, pp. 625–639, 2008.
- [6] J.Ch. Cintil, "Review of recent research in nanocellulose preparation from different lignocellulosic fibers", *Rev. Adv. Mater. Sci.*, no. 37, pp. 20–28, 2014.
- [7] J. Oral *et al.*, "Processing of waste from pulp and paper plant", *J. Cleaner Production*, no. 3, pp. 509–515, 2005.
- [8] A.V. Vurasko *et al.*, "Appropriate technology of cellulose materials obtaining during agricultural wastes utilization", *Khimiia Rastitel'nogo Syr'ya*, no. 4, pp. 5–10, 2006 (in Russian).
- [9] V.A. Barbash, "Microcrystalline cellulose from bast plants", *Naukovi Visti NTUU KPI*, no. 1, pp. 117–122, 2013.
- [10] G.M. Mihaylova and R.N. Gilyzetdinov, "Revival of bast fibers in Ukraine", *Tovarnoznavstvo ta Innovatsiji*, no. 2, pp. 2–3, 2010 (in Ukrainian).
- [11] S. Suvachitanont and P. Ratanapan, "Evaluation of microcrystalline cellulose from corn cob for development to the pharmaceutical industry", in *Proc. TICHe Int. Conf.*, Hatyai, Songkhla, Thailand, Nov. 10–11, 2011, pp. 22–27.

## Висновки

Показано, що застосування пероцтового варіння волокон конопель дає змогу отримати целюлозу з високим виходом, низьким вмістом мінеральних речовин, білістю на рівні 78 % і виключає необхідність проведення стадії вибілювання целюлози.

Показано, що за витрат трилону Б 20 % від маси а.с.с. у кислому середовищі за рН 3 відбувається максимальне зниження вмісту мінеральних речовин в органосольвентній конопляній целюлозі до 0,17 % і сульфатної золи до 0,27 % від маси а.с.с.

Встановлено, що проведення гідролізу пероцтової конопляної целюлози розчином сульфатної кислоти концентрацією 1,5 % за температури 90 °С тривалістю 90 хв дає змогу одержати МКЦ, яка задовольняє вимоги технічних умов для її застосування у хімічній промисловості.

Запропонована технологія одержання МКЦ із волокон конопель забезпечує зменшення собівартості готової продукції за рахунок використання вітчизняної щорічно відновлюваної рослинної сировини порівняно з імпоротною бавовняною або хвойною целюлозою, а також за рахунок виключення стадії вибілювання целюлози.

У майбутньому планується розробити технологію одержання МКЦ, яка буде придатна для використання у фармацевтичній промисловості.

- [12] H. Stupinska *et al.*, "An environment-friendly method to prepare microcrystalline cellulose", *Fibres and Textiles in Eastern January*, no. 15, pp. 167–172, 2007.
- [13] S.A. Autlov *et al.*, "Microcrystalline cellulose: structure, properties and applications", *Khimiia Rastitel'nogo Syr'ia*, no. 3, pp. 33–41, 2013 (in Russian).
- [14] V.A. Barbash and Yu.A. Nahorna, "Influence of pre-treatment of flax fibers on cellulose properties", *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, no. 4/6 (70), pp. 4–8, 2014 (in Ukrainian).
- [15] V.A. Barbash and Yu.A. Nahorna, "Development of technology for obtaining microcrystalline cellulose from flax fibers", *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, no. 5, pp. 42–46, 2015 (in Ukrainian).
- [16] V.A. Barbash and Yu.A. Nahorna, "Influence of bast fibers treatment stages on microcrystalline cellulose indices", *Naukovi Visti NTUU KPI*, no. 2, pp. 117–120, 2014 (in Ukrainian).
- [17] V.A. Barbash *et al.*, "Development of technology for obtaining microcrystalline cellulose from hemp fibers", *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, no. 6, pp. 42–46, 2016 (in Ukrainian).
- [18] *TAPPI Test Methods*. Atlanta, Georgia: Tappi Press, 2004.
- [19] *Microcrystalline cellulose*: TU 9199-001-07508109-2004 [Online]. Available: <https://e-ecolog.ru/reestr/doc/988108>
- [20] V.A. Barbash *et al.*, "Obtaining of straw pulps by peracetic pulping method of delignification", *Naukovi Visti NTUU KPI*, no. 3, pp. 42–49, 2010 (in Ukrainian).
- [21] V.A. Barbash *et al.*, "Comparative pulping of sunflower stalks", *Science Rise*, no. 3/2 (20), pp. 71–78. 2010 (in Ukrainian).
- [22] P.W.J. Morrison and V.V. Khutoryanskiy, "Enhancement in corneal permeability of riboflavin using calcium sequestering compounds", *International Journal of Pharmaceutics*, no. 472, pp. 56–64, 2014. doi:10.1016/j.ijpharm.2014.06.007

В.А. Барбаш, И.В. Трембус, С.В. Сиротюк

#### СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ ИЗ ВОЛОКОН КОНОПЛИ

**Проблематика.** Получение из ежегодно возобновляемого растительного сырья, в частности из волокна конопли, микрокристаллической целлюлозы (МКЦ), пригодной для использования в химической промышленности.

**Цель исследования.** Разработка технологии получения МКЦ из волокон конопли для сокращения количества стадий технологического процесса и определения оптимальных значений основных технологических параметров процессов хелатирования и гидролиза перуксусной конопляной целлюлозы, при которых показатели качества полученной МКЦ будут удовлетворять требованиям нормативных документов.

**Методика реализации.** Перуксусную варку волокон конопли продолжительностью от 60 до 240 мин проводили при гидромодуле 10:1, температуре  $90 \pm 1$  °С. Процесс хелатирования целлюлозы трилоном Б исследовали при расходах от 5 до 30 % в кислой и щелочной средах. На заключительной стадии получения МКЦ проводили гидролиз конопляной целлюлозы сульфатной кислотой при ее концентрации от 0,5 до 2,0 %, гидромодуле 15:1 и температуре  $90 \pm 1$  °С в течение 90 мин. Показатели качества полученной МКЦ определяли по стандартным методикам.

**Результаты исследования.** Показана высокая эффективность перуксусного способа получения целлюлозы из волокна конопли. Экспериментально обосновано, что процесс хелатирования конопляной целлюлозы целесообразно проводить в кислой среде при расходе трилона Б 20 % от массы абсолютно сухого сырья. Показано, что проведение гидролиза перуксусной конопляной целлюлозы раствором серной кислоты концентрацией 1,5 % при температуре 90 °С продолжительностью 90 мин приводит к получению МКЦ, которая удовлетворяет требованиям нормативных документов.

**Выводы.** Предложенная технология получения МКЦ из волокон конопли обеспечивает уменьшение себестоимости готовой продукции за счет использования отечественного ежегодно возобновляемого растительного сырья, в частности волокон конопли, по сравнению с импортной хлопковой или хвойной целлюлозой, а также за счет исключения стадии отбеливания целлюлозы. Полученная МКЦ соответствует требованиям технических условий и может быть использована в химической промышленности как сорбент, наполнитель в производстве пластических масс и стабилизатор водных красок и эмульсий.

**Ключевые слова:** волокно конопли; делигнификация; хелатирующая обработка; гидролиз; микрокристаллическая целлюлоза.

V.A. Barbash, I.V. Trembus, S.V. Sirotuk

#### A METHOD FOR PRODUCING MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM HEMP FIBERS

**Background.** Obtaining from annually renewable plant raw materials, in particular from hemp fiber, microcrystalline cellulose (MCC), which is suitable for use in the chemical industry.

**Objective.** The was aim of the paper is to develop a technology for obtaining MCC from hemp fibers to reduce the number of the technological process stages and to determine the optimum values of the main technological parameters of the chelating and hydrolysis processes of peracetic hemp pulp, in which the quality indicators of the obtained MCC will meet the requirements of regulatory documents.

**Methods.** Peracetic cooking of hemp fibers was carried out at liquor to solid ratio 10: 1 and temperature of  $90 \pm 1$  °С, ranging from 60 to 240 min. The process of chelating pulp by Trilon B was investigated at consumption from 5 to 30 % in acidic and alkaline environments. At the final stage of MCC preparation, the hemp pulp hydrolysis process was carried out by sulfate acid at its concentration of 0.5 to 2.0 %, liquor to solid ratio 15:1 and a temperature of  $90 \pm 1$  °С for 90 min. The quality indices of the obtained microcrystalline cellulose were determined by standard methods.

**Results.** The high efficiency of the peracetic method of pulp production from hemp fiber is shown. It has been experimentally proved that the chelating process of hemp pulp is expediently carried out in acid environment at a Trilon B consumption of 20 % from the the bone dry process weight. It is shown that the MCC can be obtained by the hydrolysis of peracetic hemp pulp with a solution of 1.5 % sulfuric acid at a temperature of 90 °C during 90 min that satisfies the requirements of regulatory documents.

**Conclusions.** The proposed technology for the MCC production from hemp fibers reduces the cost of finished products by eliminating the bleaching stage of pulp as well as due to the use of domestic renewable plant raw materials, in particular hemp fibers compared with imported cotton or softwood pulp. The obtained MCC meets the requirements of technical conditions and can be used in the chemical industry as a sorbent or filler in the production of plastics and a water stabilizer for paints and emulsions.

**Keywords:** hemp fiber; delignification; chelating treatment; hydrolysis; microcrystalline cellulose.

Рекомендована Радою  
хіміко-технологічного факультету  
КПІ ім. Ігоря Сікорського

Надійшла до редакції  
16 грудня 2017 року

Прийнята до публікації  
08 лютого 2018 року