

**АКАДЕМИЯ НАУК РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН  
ИНСТИТУТ ХИМИИ И ФИЗИКИ ПОЛИМЕРОВ**

На правах рукописи  
УДК 661.728.8

**САЙПИЕВ ТУРСУНПУЛОТ СОБИТОВИЧ**

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ  
ВОДОРАСТВОРИМОЙ КАРБОКСИМЕТИЛЦЕЛЛЮЛОЗЫ  
ИЗ ХЛОПКОВОГО ЛИНТА И ПРОДУКТОВ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ**

05.21.03. Технология и оборудование химической переработки  
древесины, химия древесины.

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

**Ташкент-2005**

Работа выполнена в лаборатории "Технология целлюлозы и её производных" Института химии и физики полимеров АН РУз и на кафедре общей химии Наманганского государственного университета

**Научный руководитель:** академик, доктор химических наук, профессор, заслуженный деятель науки Республики Узбекистан Рашидова С.Ш.

**Официальные оппоненты:** доктор технических наук, профессор, Эргашев К.Э.  
кандидат химических наук, доцент, Арипов Х.Ш.

**Ведущая организация:** Институт биоорганической химии АН РУз им.акад. Садыкова А.С.

Защита диссертации состоится «\_\_\_»\_\_\_\_\_2005г.  
в \_\_\_ часов на заседании специализированного совета ДК 015.24.01 в Институте химии и физики полимеров АН РУз по адресу: 700128, г. Ташкент, ул. А. Кадыри 7-б, Факс (371) 144-26-61.

E-mail: [carbon@uzsci.net](mailto:carbon@uzsci.net)

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института химии и физики полимеров АН РУз.

Автореферат разослан «\_\_\_»\_\_\_\_\_2005г.

Ученый секретарь  
специализированного совета,  
кандидат технических наук

Абдуразаков М.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность проблемы.** Разработка технологий производства водорастворимых полимеров, обладающих комплексом ценных физико-химических и эксплуатационных свойств на основе местного сырья, была и остается актуальной проблемой современной химии и технологии высокомолекулярных соединений.

Благодаря комплексу ценных физико-химических свойств представитель простых эфиров целлюлозы – Na - карбоксиметилцеллюлоза (Na - КМЦ) широко применяется в нефтегазодобывающей, горно-металлургической, текстильной, целлюлозно-бумажной отраслях промышленности, в производстве синтетических моющих средств, а также клеев для строительной индустрии. Очищенные марки Na - КМЦ высокой степени чистоты находят широкое применение в медицинской, парфюмерно-косметической и пищевой промышленности.

В настоящее время во всем мире известно более 35 торговых марок Na-КМЦ, отличающихся химическим составом, структурой, физико-химическими показателями и способами их получения. Несмотря на это возможности разработки новых способов производства Na - КМЦ из различных видов целлюлозосодержащего сырья с использованием экологически безопасных менее энергоемких и ресурсосберегающих технологий до конца не исчерпаны.

Производство Na - КМЦ в нашей стране было основано на твердофазном карбоксиметилировании древесной целлюлозы монохлорацетатом натрия. Однако, отсутствие древесной целлюлозы в последние годы привело к практическому свертыванию производства Na - КМЦ на ОАО “Карбонам”, проектная мощность которого 26,0 тыс.т в год.

Потребность различных отраслей промышленности Республики в настоящее время практически полностью удовлетворяется за счет импорта Na-КМЦ из России, Китая, Германии, Финляндии и других стран.

В этой связи актуальность проблемы заключается в усовершенствовании действующих и разработке новых экономичных технологий производства водорастворимой Na - КМЦ различной степени замещения (СЗ) и степени полимеризации (СП), отличающихся физико-химическими и эксплуатационными показателями, на основе местного сырья - хлопковой целлюлозы (ХЦ), полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта.

**Целью диссертационной работы** является разработка технологии получения водорастворимой Na - КМЦ из местного целлюлозосодержащего сырья - хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта посредством исследования процессов синтеза и изучения физико-химических, структурных особенностей Na - КМЦ с установлением зависимости между типом исходного сырья и свойствами конечного продукта.

**Поставленная цель включает решение следующих основных задач:**

- выбор целлюлозосодержащего сырья, исследование физико-химических, структурных особенностей и определение его пригодности к реакции карбоксиметилирования;
- исследование процесса карбоксиметилирования выбранных образцов хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта в сопоставлении с древесной целлюлозой;
- усовершенствование действующих технологий производства Na - КМЦ из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта посредством их предварительной активации;
- определение СЗ и СП Na-КМЦ и исследование её физико-химических, и структурных особенностей от типа исходного целлюлозосодержащего сырья, установление зависимости "тип сырья - свойства КМЦ";
- получение опытных партий водорастворимой Na - КМЦ по усовершенствованной технологии в условиях действующего предприятия и разработка нормативно технической документации на водорастворимую Na - КМЦ.

Работа выполнялась в соответствии с планом НИР Нам ГУ по теме 19.2- "Разработка экологически чистых технологий производства хлопковой целлюлозы (ХЦ), её производных и полисахаридов для различных отраслей народного хозяйства" с государственным номером № 01970005995.

**Научная новизна работы** заключается в установлении особенностей процесса карбоксиметилирования хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта, подвергнутых предварительной активации, и выявлении зависимости "тип сырья-способ активации-свойства КМЦ". Установлены корреляции между способом предварительной химической и физической активации хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта, а также реакционной активностью при карбоксиметилировании. Найдены условия карбоксиметилирования, позволяющие получать образцы Na - КМЦ с высокими значениями растворимости в зависимости от условий предварительной активации сырья и их О-алкилирования.

Разработаны предварительные химические и физические методы активации хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта при их карбоксиметилировании. Разработана технология получения водорастворимой Na - КМЦ из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта, отвечающие требованиям, предъявляемым к Na - КМЦ различного назначения.

Разработан химический способ повышения реакционной активности целлюлозы хлопкового линта и полупродуктов процесса производства целлюлозы посредством их предварительного частичного карбоксиметилирования.

Показана возможность разрыхления структуры посредством сушки влажной хлопковой целлюлозы в сверхвысокочастотном (СВЧ) поле, что в конечном итоге способствует её аморфизации и повышению степени набухания в растворе щелочи и увеличению её реакционной активности при карбоксиметилировании.

**Практическая значимость** работы заключается в усовершенствовании действующих технологий производства водорастворимой Na - КМЦ различной СЗ и СП из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта взамен технологии производства КМЦ из древесной целлюлозы.

Разработана технология производства высоковязкой водорастворимой Na - КМЦ различной СЗ и СП на основе хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта. Показана возможность внедрения разработанных технологий на действующем предприятии по производству КМЦ. Разработаны технические условия TSh 88.2-12:2005 "Карбоцелл" (карбоксиметилцеллюлоза-КМЦ).

**Автор защищает:**

-способ предварительной химической и физической активации хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта.

-условия и режимы карбоксиметилирования, позволяющие получать водорастворимую Na-КМЦ с высокими значениями вязкости.

-технологию получения водорастворимой высоковязкой Na-КМЦ различной СЗ и СП из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта.

**Личный вклад автора** заключается в экспериментальных исследованиях процесса карбоксиметилирования хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта, в разработке технологии производства, в изучении физико-химических, структурных особенностей образцов Na - КМЦ различной СЗ и СП, интерпретации и обобщении полученных результатов.

**Публикации и апробация работы.** Основное содержание диссертации отражено в 18 печатных работах, в том числе в 4 статьях и 14 тезисах докладов. Материалы диссертации докладывались на международных и республиканских конференциях.

**Объем и структура работы.** Диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов, списка цитируемой литературы, приложений. Основные задачи работы сформулированы во введении. В первой главе приводится обзор литературы, посвященной современ-

ному состоянию способов получения, технологии производства, физико-химическим свойствам и перспективам практического применения КМЦ. Во второй главе приведены данные об исходных реагентах, описание методик экспериментов и физико-химических методов исследования, образцов КМЦ и исходного сырья для карбоксиметилирования.

В третьей главе представлены результаты исследований по получению водорастворимой КМЦ, процессам активации исходного сырья, сушки, физико-химическим и структурным особенностям КМЦ и разработке технологии получения водорастворимой КМЦ из ХЦ, полупродуктов процесса производства хлопковой целлюлозы и хлопкового линта.

Четвертая глава посвящена оценке экономической эффективности внедрения разработанной технологии.

В заключительной части диссертации приведены выводы и список цитируемой литературы. Практическая значимость работы отражена в приложениях.

Диссертация изложена на 130 страницах, содержит 38 таблиц и 14 рисунков, список использованной литературы включает 137 наименований.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

### **Глава 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ**

В главе 1 диссертационной работы рассмотрено современное состояние производства КМЦ, в том числе прогрессивные методы получения Na - карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ), полунепрерывная и непрерывная технология производства КМЦ, физико-химические свойства образцов КМЦ, перспективы производства и возможности практического применения КМЦ, а также синтез КМЦ из различного целлюлозосодержащего сырья.

Анализ литературы свидетельствует о возможности разработки технологии производства водорастворимой КМЦ из сырья местного происхождения, в частности из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта посредством их физико-химической активации, отвечающей требованиям, предъявляемым к КМЦ, получаемой из древесной целлюлозы.

### **Глава 2. ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ**

Основными объектами исследований были образцы хлопковой целлюлозы, полученные различными способами, небеленая целлюлоза и хлопковый линт.

Показатели качества исходных образцов и свойства конечных продуктов (КМЦ) были изучены с помощью физико-химических методов (ИК - спектроскопический, рентгеноструктурный анализ, электронно-микроскопические и сорбционные исследования).

### **Глава 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ**

#### **Исследование процесса карбоксиметилирования хлопковой целлюлозы.**

Проведены исследования процесса карбоксиметилирования хлопковой целлюлозы в сравнении с древесной целлюлозой этерифицирующим агентом - монохлорацетатом натрия. Изучены влияние внешнего вида, чистоты, влажности исходных образцов, условий щелочной обработки, соотношений компонентов, температуры и времени реакции на процесс этерификации целлюлозы.

Установлено, что при карбоксиметилировании хлопковой целлюлозы в условиях действующего предприятия по производству КМЦ, растворимость образцов не превышает 72-76 %, при значениях  $S_3=0,74-0,76$ . В аналогичных условиях из древесной целлюлозы получают КМЦ с растворимостью в воде 98-98,5 %.

Проведены исследования процесса карбоксиметилирования ХЦ различной СП. Образцы ХЦ различной СП (1800-1510) после промывки и отжима были подвергнуты щелочной обработке при влажности 50-60 %.

Карбоксиметилирование щелочной целлюлозы проводили в течение 60 минут, при соотношении целлюлоза: Na - МХУК 1:1,6 моль, температуре 45-50 °С. Качественные показатели КМЦ, полученные из вышеуказанных образцов ХЦ, представлены в таблице 1.

Таблица 1. Качественные показатели образцов КМЦ, полученных из ХЦ различной СП

№	Показатели	1800	1710	1650	1580	1535	1510	По TSh 88.2-12:2005
	СП исходной целлюлозы							
1.	Влажность, % не более	10	10	11	10	10	9	10
2.	Остаток на сите №2, %	2,8	2,8	1,6	2,9	2,8	2,7	-
3.	Степень замещения КМЦ, не менее	0,73	0,74	0,74	0,75	0,75	0,76	0,80
4.	Степень полимеризации КМЦ, не менее	800	710	700	670	650	610	700
5.	Содержание Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , %, не более	-	0,7	0,5	-	0,3	-	-
6.	Содержание основного вещества, %, н/м	48,8	44,6	48,1	46,6	48,0	47,3	50-55
7.	Содержание NaOH, %, не более	0,5	1,0	0,7	-	0,9	0,4	-
8.	Растворимость в воде в пересчете на абсол. сух. техн. продукт, %, не менее	80,3	80,9	81,0	81,5	82,1	82,3	97,0

На основании результатов проведенных исследований установлено, что с увеличением СП ХЦ наблюдалось снижение степени замещения и увеличение средней СП полученной КМЦ. Однако, образцы КМЦ, полученные из ХЦ, в исследуемом диапазоне СП имеют низкие значения растворимости в воде, по сравнению с образцами КМЦ из ДЦ, и не соответствуют требованиям, представленным в TSh 88.2-12:2005. Для повышения реакционной активности целлюлозы, нами впервые предложена методика предварительной активации хлопковой целлюлозы, позволяющей увеличить степень набухания в процессе её щелочной обработки с образованием алкалицеллюлозы, содержащей максимальное количество связанной щелочи.

#### **Активация хлопковой целлюлозы перед карбоксиметилированием.**

Впервые проведены исследования возможности повышения реакционной активности посредством включения небольшого количества карбоксиметильных групп в макромолекулы в процессе производства целлюлозы, что способствует увеличению степени набухания в процессе щелочной обработки целлюлозы и повышению доступа этерифицирующего агента к гидроксильным группам макромолекулы в процессе этерификации.

Процесс варки и отбеливания способствует некоторому ослаблению межмолекулярных водородных связей, а частичное карбоксиметилирование, видимо способствует дальнейшему разрушению водородных связей за счет включения в макромолекулы объемистых ионогенных функциональных групп. Полученные образцы КМЦ с низкой степенью этерификации (СЗ=0,05) на ИК спектрах имеют слабые полосы (плечо) при  $\lambda=1610 \text{ см}^{-1}$ , характерное для карбоксилат анионов карбоксиметильных групп.

При рентгенографических исследованиях этих образцов установлено снижение их степени кристалличности (СК) по отношению к исходной целлюлозе на 2-3 %. Частично-замещенную КМЦ, полученную в процессе варки и отбеливания хлопкового линта, далее под-

вергали карбоксиметилированию в условиях, приближенных к промышленным. Качественные показатели полученных образцов КМЦ представлены в таблице 2.

Таблица 2. Качественные показатели образцов КМЦ, полученных традиционным способом и из образцов частично карбоксиметилированной хлопковой целлюлозы.

№	Показатели КМЦ	КМЦ из хлопковой целлюлозы	КМЦ из частично карбоксиметилированной целлюлозы (СЗ=0,05)
Соотношение целлюлоза : Na - МХУК		1:1,8	1:1,6
1.	Влажность в пересчете на абсол.сух.навеску. %, не более	10	9
2.	Остаток на сите №2, %	1,7	1,4
3.	Средняя степень замещения, не менее	0,75	0,84
4.	Средняя степень полимеризации, не менее	750	865
5.	Содержание свободной NaOH, %, не более	1,0	1,1
6.	Содержание основного вещества в пересчете на абсол. сух. навеску. %, не менее	52,1	54,8
7.	Содержание Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , %, не более	0,50	0,54
8.	Растворимость в воде в пересчете на абсол. сух. навеску. %, не менее	81,8	99,4
9.	pH-1 % водного раствора.	7,88	8,20

Как видно из таблицы 2, образцы частично карбоксиметилированной целлюлозы имеют более высокую реакционную активность (СЗ КМЦ=0,84), в сравнении с образцами ХЦ (СЗ КМЦ=0,75). Это, видимо, связано с более высокими значениями их степени набухания (360 %), по сравнению с целлюлозой, полученной по классической технологии (степень набухания 210 %). Частично карбоксиметилированная целлюлоза имеет более высокие значения степени набухания в растворах щелочей, вследствие чего происходит разрыхление структурных элементов, способствующих повышению доступности гидроксильных групп к алкилирующему агенту.

Таким образом, показана возможность получения образцов водорастворимой КМЦ различной СЗ и СП из хлопковой целлюлозы посредством её предварительной активации. Активацию хлопковой целлюлозы проводили посредством частичного карбоксиметилирования в процессе получения целлюлозы. Влажную частично карбоксиметилированную целлюлозу подвергали щелочной обработке и реакции карбоксиметилирования в гетерогенных условиях.

#### **Исследование процесса карбоксиметилирования промежуточных продуктов производства хлопковой целлюлозы.**

В данном разделе представлены результаты исследований возможности получения водорастворимой КМЦ на основе линта и полупродуктов процесса производства целлюлозы, подвергнутых активации, которые по показателям качества соответствуют требованиям, предъявляемым к КМЦ из древесной целлюлозы. Для получения водорастворимой КМЦ использованы следующие виды целлюлозосодержащего сырья: небеленая целлюлоза, полученная под давлением (А); небеленая целлюлоза, полученная без давления (Б); линт, отбеленный пероксидом водорода, без варки (В); небеленая целлюлоза, полученная без давления с предварительной кислотной обработкой при комнатной температуре (Г).

Таблица 3. Качественные показатели КМЦ, полученные из промежуточных активированных продуктов процесса производства хлопковой целлюлозы

№	Показатели	А	Б	В	Г
1.	Влажность в пересчете на абсол.сух.навеску. %	9,5	9,0	9,0	9,8
2.	Остаток на сите №2, %	1,0	3,8	1,9	1,3
3.	Средняя степень замещения	0,80	0,78	79,9	80,4
4.	Средняя степень полимеризации	800	890	750	660
5.	Содержание свободной NaOH, %	1,0	0,5	2,4	0,9
6.	Содержание основного вещества в пересчете на абсол.сух.навеску. %	49,8	41,6	48,9	46,2
7.	Содержание Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , %	-	-	-	0,9
8.	Растворимость в воде в пересчете на абсол. сух. навеску. %	97,3	91,0	89,8	87,8
9.	pH-1 % водного раствора.	10,9	8,12	10,1	9,21

Как видно из таблицы 3, физико-химические свойства полученных образцов КМЦ существенно отличаются по СЗ, СП и растворимости. Наиболее приемлемыми для карбоксиметилирования оказались образцы небеленой целлюлозы, полученные под давлением.

Степень полимеризации полученных образцов КМЦ и вязкость их 2 % водных растворов оказались выше, чем у промышленных марок КМЦ, полученных из древесной целлюлозы. Это объясняется высокими значениями СП исходной хлопковой целлюлозы (СП=1200-1800) по сравнению с древесной целлюлозой (СП=900-1000).

В процессе получения КМЦ из полупродуктов процесса производства хлопковой целлюлозы приготовлены пульпы щелочной целлюлозы с последующим отжимом до 3<sup>х</sup>-кратного веса и измельчением щелочной целлюлозы в присутствии Na - МХУК.

Для установления оптимального соотношения реагирующих компонентов при получении КМЦ были исследованы влияние расхода гидроксида натрия и этерифицирующего агента на физико-химические показатели КМЦ.

Таблица 4. Изменение показателей КМЦ от концентрации гидроксида натрия и мольного расхода Na - МХУК в процессе этерификации целлюлозы

Расход компонентов		Показатели КМЦ			
Концентрация NaOH, г/л	Na - МХУК, на 1 моль целлюлозы	Содержание основного вещества, %	Степень замещения (СЗ)	Степень полимеризации (СП)	Растворимость в воде, %
200	1,1	40,0	0,61	970	Не фильт.
	1,4	41,6	0,66	880	Не фильт.
	1,6	42,0	0,74	830	75,3
220	1,1	41,3	0,68	982	89,0
	1,4	43,2	0,75	850	91,3
	1,6	46,3	0,80	610	96,5
250	1,1	46,8	0,77	800	96,8
	1,4	48,4	0,79	770	97,5
	1,6	50,8	0,84	700	99,6
300	1,1	50,5	0,80	720	97,8
	1,4	52,1	0,83	780	98,0
	1,6	55,7	0,86	750	99,5

Увеличение расхода Na - МХУК при этерификации щелочной целлюлозы способствует росту показателей содержания основного вещества до 55,7 %, СЗ до 0,85-0,86 и растворимости в воде до 99,5 %. КМЦ с указанными физико-химическими показателями получены при концентрации гидроксида натрия 250-300 г/л в процессе получения щелочной целлюлозы с добавлением 1,5-1,6 молей этерифицирующего реагента после отжима,

созревания и измельчения образца А. Выбор небеленой целлюлозы, полученной под давлением, обусловлен тем, что только образец А по показателям качества наиболее близок к хлопковой целлюлозе.

#### **Исследование процесса карбоксиметилирования хлопкового линта.**

Проведены исследования процесса карбоксиметилирования хлопкового линта с различной длиной элементарных волоконцев и засоренностью.

С целью улучшения качественных показателей  $\text{Na} - \text{KMЦ}$ , полученных из образцов линта, проведены исследования усиления их реакционной активности посредством частичного карбоксиметилирования на стадии щелочной обработки.

В качестве целлюлозосодержащего сырья использовали линт с засоренностью 2,0 %, зрелостью более 80 % и средней длиной волоконцев не более 5 мм.

Образцы линта, активированные как низкомолекулярным, так и высокомолекулярным способом, посредством щелочной обработки и частичного карбоксиметилирования, подвергнуты реакции карбоксиметилирования твердофазным способом.

Активацию линта осуществляли при различных режимах: низкомолекулярная обработка (целлюлоза:раствор  $\text{NaOH}$  1:2, без отжима), высокомолекулярная обработка (целлюлоза:раствор  $\text{NaOH}$  1:10 с последующим отжимом до 3-кратного веса), с последующим их частичным карбоксиметилированием во время измельчения щелочного линта. На полученных образцах проведены исследования их сорбционных свойств.

Хлопковый линт, обработанный раствором щелочи низкомолекулярным способом, имеет значения сорбции паров воды (сорбционная способность при 65 % относительной влажности) равной 3,40 %, что подтверждается низкими значениями емкости монослоя (0,0188), удельной поверхностью (66,048), суммарного объема пор (0,121) и среднего радиуса субмикроскопических капилляров (37).

При высокомолекулярном способе, как щелочная обработка, так и частичное карбоксиметилирование, способствуют увеличению сорбционных характеристик (емкость монослоя (0,0368), удельная поверхность (129,353), суммарный объем пор (0,250) и средний радиус субмикроскопических капилляров (38,6)) полученных образцов (8,50 %), по сравнению с образцами, подвергнутыми низкомолекулярной обработке. Это объясняется равномерностью набухания целлюлозы при высокомолекулярной щелочной обработке перед карбоксиметилированием.

На основании результатов реакции карбоксиметилирования активированных образцов хлопкового линта установлено, что при низкомолекулярной активации степень замещения  $\text{KMЦ}$  меняется в пределах 0,75-0,81 при их растворимости в воде 70,3-80,0 %, а при высокомолекулярной активации степень замещения остается в пределах 0,80-0,83, однако, растворимость этих образцов достигает 97,3-99,0 %, видимо за счет разрыхления и набухания структурных элементов при частичном карбоксиметилировании, способствующем повышению доступности гидроксильных групп по отношению к алкилирующему агенту.

В таблице 5 представлены сравнительные физико-химические характеристики образцов  $\text{KMЦ}$ , полученных из частично карбоксиметилированного линта полунепрерывным и моноаппаратным методом.

Как видно из таблицы 5, образцы  $\text{KMЦ}$ , полученные указанными методами, отличаются друг от друга по физико-химическим показателям.

Растворимость в воде образцов, полученных полунепрерывным методом выше, чем растворимость в воде образцов, полученных моноаппаратным методом. Это объясняется тем, что при получении  $\text{KMЦ}$  полунепрерывным способом линт во время щелочной обработки обрабатывается раствором щелочи при модуле целлюлоза: раствор  $\text{NaOH}$  1:10, что способствует равномерному набуханию, вследствие чего разрушаются водородные связи, приводящие к повышению её реакционной активности.

Таблица 5. Физико-химические показатели КМЦ, полученной из частично карбоксиметилированного хлопкового линта полунепрерывным и моноаппаратным методом

№	Показатели КМЦ	Полунепре-рывный метод	Моноаппаратный метод
1.	Влажность в пересчете на абсол.сух.навеску, %	10	9
2.	Остаток на сите №2, %	1,1	1,4
3.	Средняя степень замещения	0,85	0,83
4.	Средняя степень полимеризации	780	650
5.	Содержание свободной NaOH, %	1,0	1,3
6.	Содержание основного вещества в пересчете на абсол. сух. навеску, %	53,1	52,0
7.	Содержание Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , %	0,5	0,9
8.	Растворимость в воде в пересчете на абсол. сух. навеску, %	98,0	95,5
9.	pH-1 % водного раствора.	8,88	8,34

Таким образом, показаны возможности способа активации хлопкового линта, позволяющие получать КМЦ с высокими значениями растворимости в воде.

#### **Исследование влияния условий сушки ХЦ на свойства КМЦ.**

Проведена оценка влияния различных условий сушки ХЦ на физико-химические свойства КМЦ, получаемой на её основе.

Высушенную ХЦ классическим методом при 120 °С и под воздействием СВЧ поля подвергали щелочной обработке раствором NaOH с концентрацией 220-225 г/л, при модуле 1:10 и температуре щелочной обработки 25 °С, продолжительностью 60-минут с последующим отжимом до 3<sup>x</sup> - кратного привеса.

Измельчение и карбоксиметилирование проводили в аппарате Вернера-Пфлейдера. Качественные показатели КМЦ, полученных традиционной и нетрадиционной (СВЧ) сушкой ХЦ, представлены в таблице 6.

Как видно из таблицы 6, образцы КМЦ, полученные из целлюлозы, высушенной под воздействием СВЧ поля, имеют более высокие значения СЗ и растворимости в воде. Это объясняется тем, что в процессе сушки целлюлозы в СВЧ поле за счет быстрого нагрева элементарных волокон происходит их реструктуризация.

Таблица 6. Влияние условий сушки ХЦ на физико-химические показатели КМЦ.

№	Показатели КМЦ	Свойства КМЦ	
		Из ХЦ, высушенной традиционным способом (120 °С)	Из ХЦ, высушенной под воздействием СВЧ поля
1.	Внешний вид	Волокнистая масса белого цвета	Порошковая масса белого цвета
2.	Влажность в пересчете на абсол.сух.навеску, %	11	9
3.	Остаток на сите №2, %	1,2	-
4.	Средняя степень замещения	0,73	0,85
5.	Средняя степень полимеризации	780	840
6.	Содержание свободной NaOH, %	1,0	1,0
7.	Содержание основного вещества в пересчете на абсол. сух. навеску, %	50,1	51,2
8.	Содержание Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , %	0,5	0,35
9.	Растворимость в воде в пересчете на абсол. сух. навеску, %	93,1	99,2
10.	pH-1 % водного раствора.	7,88	8,6

На основании полученных результатов можно предположить, что сушка влажной хлопковой целлюлозы в СВЧ поле способствует повышению её реакционной активности за счет увеличения внутренней поверхности, видимо, впоследствии "взрывного" механизма удаления воды из внутренних частей волокон целлюлозы.

#### Физико-химические свойства и структурные особенности КМЦ из различного сырья.

Рентгенографическими исследованиями установлено (рис.1), что, если для ХЦ характерны дифрактограммы с интенсивным пиком при  $2\theta=22,6^\circ$ , то для КМЦ наблюдается дифрактограммы с незначительным подъемом в области  $2\theta=20^\circ-22^\circ$ , что указывает на аморфность образцов КМЦ независимо от исследуемых типов исходного сырья.

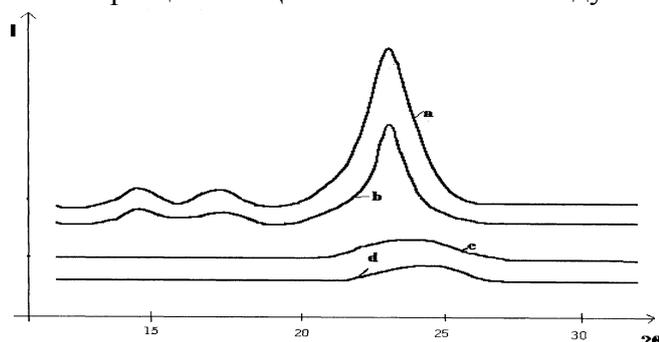


Рис.1.

Рентгенографические дифрактограммы образцов:

- a. ХЦ.                      c. КМЦ из ХЦ.  
b. ДЦ.                      d. КМЦ из ДЦ.

При микроскопических исследованиях для ХЦ выявлены очень неоднородные по толщине и извитости волоконца, обладающие разной степенью свечения в поляризованном свете (рис.2).

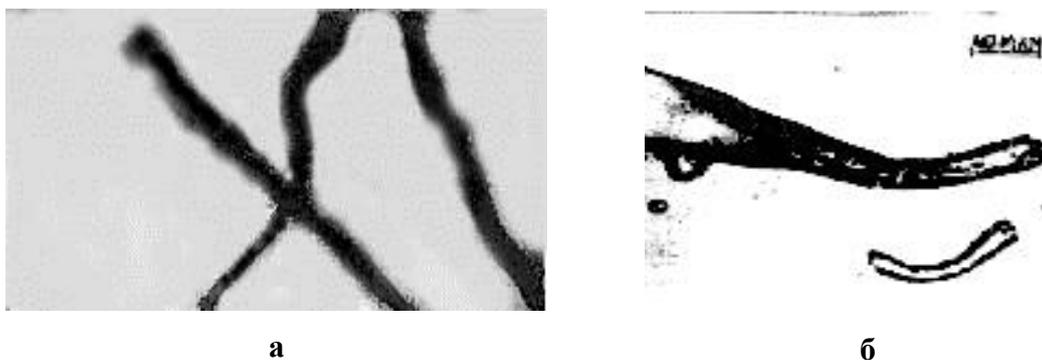


Рис. 2.

Оптические снимки : а. ХЦ; б. КМЦ из ХЦ, после обработки медно-аммиачным (МА) раствором в проходящем свете.

Волоконца становятся короче и меньше по толщине, особенно для КМЦ из ХЦ. В последних появляются дефекты в виде продольных трещин разных размеров. Волоконца хорошо светятся в поляризованном свете, очевидно, за счет сохранения анизотропности.



Рис. 3.

Электронно-микроскопические снимки КМЦ из ХЦ в растровом режиме (РЭМ).

Для КМЦ из ХЦ РЭМ снимки свидетельствуют о сглаживании волоконца, появлении дефектов в виде продольных трещин (рис.3). Наблюдается также исчезновение фибриллярности, характерной для ХЦ, и появление гранулярной структуры, что указывает на глубокие изменения структуры целлюлозы в процессе этерификации.

Проведены исследования влияния условий сушки на структуру и физико-химические свойства КМЦ. Процесс сушки осуществляли при 120 °С и под воздействием СВЧ облучения в поле электромагнитного излучения частотой 2450 М Гц, на микроволновой установке MS-283 TD.

Микроскопические исследования показали, что для КМЦ с высокой степенью замещения существенно меняется структура исходного хлопкового волокна: пропадает извитость, волокна становятся круглыми с поперечными складками в результате усадки.

Сорбционные свойства КМЦ также существенно зависят от условий сушки. Более высокие значения сорбционных характеристик показаны для образца, высушенного под воздействием СВЧ поля (сорбционная способность при 65 % относительной влажности =8 %;  $S_{уд}= 126,17 \text{ м}^2/\text{г}$ ;  $W_0 \text{ см}^3/\text{г}=0,260 \text{ см}^3/\text{г}$ ;  $r_k=41,0 \text{ \AA}$ ) по сравнению с образцами, высушенными при 120 °С (сорбционная способность при 65 % относительной влажности =4 %;  $S_{уд}= 85,998 \text{ м}^2/\text{г}$ ;  $W_0=0,152 \text{ см}^3/\text{г}$ ;  $r_k=35,0 \text{ \AA}$ ). Это, очевидно, связано с особенностями СВЧ облучения, что предполагает более эффективную и быструю сушку, позволяющую избежать ороговения образца, которое характерно для традиционных условий сушки.

По данным микроскопических исследований установлено, что для образцов КМЦ, высушенных в СВЧ поле, наблюдаются заметно набухшие дефектные волокна с расплюснутыми концами, частицами и трещинами, что обуславливает более высокую сорбционную способность образцов. У образцов КМЦ, высушенных при 120 °С, волокна также набухшие, но менее дефектные и имеют меньшую сорбционную способность.

Таким образом, установлено влияние разных способов сушки на структурные особенности образцов ХЦ и физико-химические свойства КМЦ. Показано, что при воздей-

ствии СВЧ за более короткое время сушки можно получить образцы ХЦ с высокими значениями сорбционных показателей. При сушке под воздействием СВЧ поля аморфизированная КМЦ приобретает высокую сорбционную способность, очевидно, за счет более эффективного и равномерного нагревания образца во всем объеме, что в свою очередь приводит к получению быстрорастворимой порошковой КМЦ.

#### **Разработка технологии получения Na - КМЦ из различных видов целлюлозосодержащего сырья.**

Проведены комплексные исследования возможности получения водорастворимой Na - КМЦ на основе местного сырья - хлопкового линта и продуктов его переработки.

Проведен подбор условий получения водорастворимой Na - КМЦ на основе хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства хлопковой целлюлозы и линта. Сделана попытка максимального сохранения технологических операций, проводимых на предприятиях по выпуску Na - КМЦ на основе древесной целлюлозы. На основании анализа известных и результатов собственных исследований установлено, что для повышения эффективности реакции О-алкилирования целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта необходимо:

- повысить реакционную активность целлюлозосодержащего сырья;
- увеличить концентрацию целлюлозосодержащего сырья в реакционной смеси;
- увеличить доступность (реакционную поверхность целлюлозы) целлюлозосодержащего сырья по отношению к алкилирующему агенту.

На основании результатов лабораторных исследований с учетом вышеперечисленных факторов разработаны технологии получения и технологические схемы производства КМЦ:

-из хлопковой целлюлозы, получаемой в условиях Ферганского химического завода фурановых соединений (ФХЗФС);

-из хлопковой целлюлозы, получаемой по совмещенному способу варки и отбели, и из небеленой целлюлозы;

-из очищенного хлопкового линта;

-из хлопковой целлюлозы, высушенной под воздействием сверхвысокочастотного излучения.

На рис.4 представлена принципиальная технологическая схема производства КМЦ.

Принципиальная технологическая схема производства КМЦ из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта

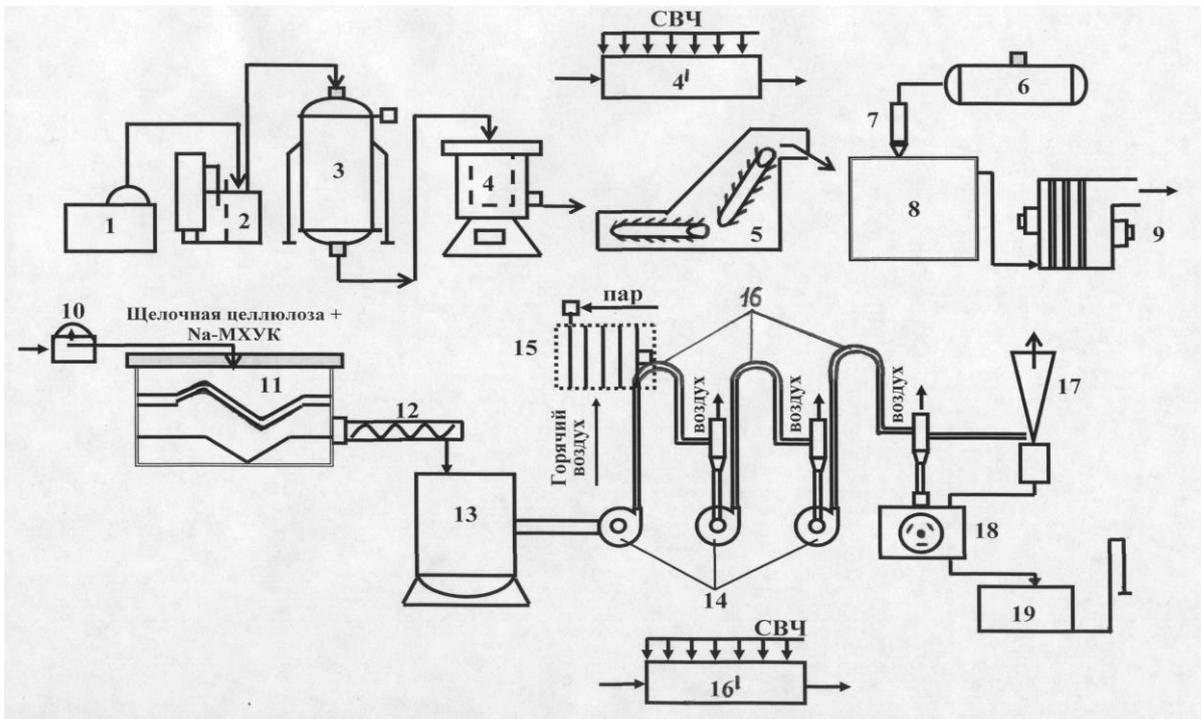


Рис.4. 1-предварительная механическая очистка; 2-отжимной пресс; 3-варочный котел; 4-центрифуга; 5-разрыхлитель; 8-аппарат бак-мерсеризатор; 6-ёмкость для раствора NaOH; 7-мерник; 10-весы, 11-измельчитель-смеситель; 12-шнек; 13-дозревател; 14-вентиляторы; 15-калориферы; 16-сушилка; 17-циклон; 18-дробилка; 19-упаковка.

На рис 4 представлена разработанная нами принципиальная обобщенная технологическая схема производства КМЦ из хлопковой целлюлозы (схема- I), из хлопковой целлюлозы, получаемой по совмещенному способу варки и отбели линта (с частичным карбоксиметилированием), и из небеленой целлюлозы (схема- II), КМЦ из очищенного хлопкового линта (схема- III), КМЦ из хлопковой целлюлозы, высушенной под воздействием СВЧ поля (схема- IV).

При производстве КМЦ по схеме I последовательность технологических стадий: 5→6→7→8→9→10→11→12→13→14→15→16→17→18→19.

При производстве КМЦ по схеме II последовательность технологических стадий: 1→2→3→4→5→6→7→8→9→10→11→12→13→14→15→16→17→18→19.

При производстве КМЦ по схеме III последовательность технологических стадий: 1→2→4→5→6→7→8→9→10→11→12→13→14→15→16→17→18→19.

При производстве КМЦ по схеме IV последовательность технологических стадий: 1→2→3→4→4'→5→6→7→8→9→10→11→12→13→16'→17→18→19.

**Примечание:** По схеме IV, 4' и 16' -сушка под воздействием СВЧ поля.

На основании результатов опытно-промышленных наработок партий КМЦ из хлопковой целлюлозы разработаны и зарегистрированы в агентстве Узстандарт технические условия TSh-88.2-12:2005 на Карбоцелл (КМЦ) двух марок (А и Б) и трех типов (Н-низковязкая; С-средневязкая и В-высоковязкая).

#### **Опытно-промышленная наработка КМЦ на базе ОАО "Карбонам".**

Опытно-промышленная наработка партий КМЦ проведена на базе ОАО "Карбонам", в качестве сырья использована хлопковая целлюлоза ФХЗФС.

КМЦ получали по принципиальной технологической схеме I. Полученные партии КМЦ по показателям качества соответствовали требованиям, предъявляемым к КМЦ технического назначения (СЗ=0,65-0,85 и СП=600-750, растворимость-97-98.8 %).

#### **Глава 4. Расчет экономической эффективности производства КМЦ из целлюлозосодержащего сырья.**

В настоящее время на ОАО "Карбонам" внедрена технология производства "Карбоцелл" (КМЦ) из хлопковой целлюлозы, и к концу 2005 года будет выпущено более 1000 т. водорастворимой КМЦ из хлопковой целлюлозы ФХЗФС.

На основании технико-экономических расчетов установлено, что ожидаемый экономический эффект от внедрения разработанной технологии производства Na - КМЦ из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта составляет на каждую тонну конечного продукта при замене древесной целлюлозы на хлопковую целлюлозу ФХЗФС - 86121 сум; хлопковую целлюлозу, полученную по совмещенной технологии варки и отбелки - 276404 сум; небеленую целлюлозу - 490728 сум; хлопковой линт - 569011 сум.

#### **ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

1. Показана возможность получения водорастворимых образцов КМЦ из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта путем их предварительной активации химическим и физическим методами.

Проведен комплекс физико-химических, структурных, технологических исследований и разработана технология производства водорастворимой КМЦ различного назначения из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта.

2. Путем подбора условий щелочной обработки и этерификации хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта монохлорацетатом натрия в гетерогенной среде показана возможность получения водорастворимой Na - КМЦ в широком диапазоне степени замещения и степени полимеризации.

3. Впервые показана возможность повышения реакционной активности хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта посредством частичного карбоксиметилирования в процессе их щелочной обработки. Установлено, что предварительное частичное карбоксиметилирование способствует повышению степени набухания полученных полупродуктов, что в свою очередь приводит к повышению их реакционной активности.

4. Впервые показана возможность повышения реакционной активности хлопковой целлюлозы путем сушки влажной целлюлозы в СВЧ поле. Высказано предположение, что в процессе СВЧ - сушки удаление воды из набухших элементарных волокон сопровождается большой скоростью с образованием микротрещин, которые способствуют увеличению удельной поверхности, степени набухания и доступу алкилирующего агента к гидроксильным группам элементарных звеньев макромолекулы целлюлозы.

5. Изучены физико-химические свойства и структурные особенности целлюлозы и Na-КМЦ. Проведены сравнительные ИК-спектроскопические, рентгенографические, электронно-микроскопические, оптико-микроскопические, сорбционные исследования образцов ХЦ и КМЦ, полученных в различных режимах и выявлены их структурные особенности. Установлено, что, несмотря на высокие значения неоднородности исходных образцов хлопковой целлюлозы, в найденных условиях карбоксиметилирования возможно получение образцов аморфизированной КМЦ с высокими значениями водорастворимости.

6. Разработана принципиальная технологическая схема производства водорастворимой Na - КМЦ в широком диапазоне СЗ и СП из различных видов целлюлозосодержащего сырья. Показано, что полученные образцы Na-КМЦ имеют высокие значения относительной вязкости по сравнению с образцами КМЦ с аналогичной СЗ и СП, полученных из древесной целлюлозы. Высокие значения вязкости растворов КМЦ, полученных из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта объяснены высокими значениями СП исходной целлюлозы.

7. В промышленных условиях ОАО "Карбонам" на основе хлопковой целлюлозы ФХЗФС наработаны опытные партии водорастворимой КМЦ с  $СЗ=0,65-0,85$  и  $СП=600-750$ . Проведенные испытания показали их соответствие требованиям, предъявляемым к образцам технической Na-КМЦ, используемой в различных отраслях народного хозяйства.

8. Разработаны технические условия TSh-88.2-12:2005 на водорастворимую КМЦ "Карбоцелл" двух типов и трех марок из хлопковой целлюлозы. Разработанная технология производства водорастворимой КМЦ из хлопковой целлюлозы внедрена на ОАО "Карбонам".

9. Технико-экономическими расчетами установлено, что экономический эффект от внедрения разработанной технологии производства Na-КМЦ из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта составляет на каждую тонну конечного продукта при замене древесной целлюлозы на хлопковую целлюлозу ФХЗФС - 86121 сум; хлопковую целлюлозу, полученную по совмещенной технологии варки и отбелики - 276404 сум; небеленую целлюлозу - 490728 сум; хлопковой линт - 569011 сум.

**Основное содержание диссертации отражено  
в следующих опубликованных работах:**

**-статьи:**

1. Sarimsakov A., Saypiev T.S., Nikonovich G.V., Yugai S.M., Burkhanova N.D., Rashidova S.Sh. Synthesis and properties of Na-CMC from cotton cellulose produced by different methods. // Cellulose Chemistry and Technology. International Journal for Physics Chemistry and Technology of cellulose and lignin. Romania. 2002. №5-6 (36). P. 423-433.

2. Сарымсаков А.А., Сайпиев Т.С., Рашидова С.Ш., Никонович Г.В., Бурханова Н.Дж., Югай С.М., Юнусов М.Ю. Изменение структуры хлопковой целлюлозы и карбоксиметилцеллюлозы при сушке под воздействием сверхвысокочастотного излучения. // Химические волокна. Москва. 2003. №5-6 С. 21-24.

3. Сайпиев Т.С., Тихоновецкая А.Д., Сарымсаков А.А., Рашидова С.Ш. Определение источников сырья для производства хлопковой целлюлозы, пригодной для карбоксиметилирования и ацетилирования. // Конф.молод.учен. ИХРВ АН РУз. ХПС. спец.вып. 2001. С.18-20.

4. Сайпиев Т.С., Юнусов М.Ю., Сарымсаков А.А., Рашидова С.Ш. Изменение гидрофильных свойств целлюлозосодержащего сырья в процессе его активации. // Конф.молод.учен. ИХРВ АН РУз. ХПС. спец.вып. 2002. С.123-125.

**-тезисы:**

1. Сайпиев Т.С., Абдуллаев О.Г. Баъзи бир маҳаллий ишлаб чиқариш чикитлари ва иккиламчи хом-ашёлардан карбоксиметилцеллюлоза олиш. // Илмий мақолалар тўплами. Наманган. 1998. 64-67 б.

2. Сайпиев Т.С., Хасанова С.Б., Абдуллаев О.Г. Таркибида целлюлоза тутган саноат чикиндиларини тозалаш ва уларни реакцион активлигини ошириш. // II-ёш кимёгарлар анжумани 1998 йил 23-24 ноябрь. Наманган. 1998. 115-119 б.

3. Сайпиев Т.С., Абдуллаев О.Г., Сарымсаков А.А., Рашидова С.Ш. Совмещенный способ получения целлюлозы и Na-карбоксиметилцеллюлозы из линта. // Междунар. симпозиум «Наука о полимерах на пороге XXI века» 20-22 октября 1999 г. Ташкент. 1999. С.76-77.

4. Сайпиев Т.С., Абдуллаев О.Г., Дехканов Р.С., Тошматов Й.Р. Маҳаллий чиқиндиларни қайта ишлаш борасида экологик тоза технологиялар яратиш муаммолари. // Фарғона водийсининг ўсимлик, ҳайвонот дунёси ва улардан оқилон фойдаланиш муаммолари, Регионал анжуман материаллари. Андижон. 1999. 129-131 б.

5. Сайпиев Т., Рашидова С.Ш., Саримсоков А.А. Наманган вилоятидаги пахта линти манбалари ва уларни қайта ишлаш истиқболлари. // ЎЗР ФА ПКФИ, юқори молекулали

бирикмалар кимёси, физикаси ва технологияси ёш олимлар илмий анжумани, тезислар тўплами. Тошкент. 2000. 107-109 б.

6. Сайпиев Т.С., Абдуллаев О.Г. Саримсоқов А.А., Рашидова С.Ш. Узаков П.Т., Нуридинов Х.Н. Пахта целлюлозасидан моноаппарат усулида сувда эрувчан натрий карбоксиметилцеллюлоза (Na - КМЦ) олиш. // Илмий мақолалар тўплами. Наманган. 2000. 39-41 б.

7. Сарымсаков А.А., Сайпиев Т.С., Рашидова С.Ш. Получение и исследование свойств средне- и низкозамещенной карбоксиметилцеллюлозы повышенной растворимости. // ЎзР ФА ПКФИнинг 20-йиллигига бағишланган илмий ишлар тўплами. Тошкент. 2001. 164-179 б.

8. Sarimsakov A.A., Saipiev T.S., Rashidova S.Sh. Synthesis and properties of water soluble Na - CMC samples from cotton cellulose. // International conference "Biodegradable polymers: New approaches to synthesis" Tashkent. 17-19 October 2001. Book of abstracts. P. 45.

9. Сайпиев Т.С., Сарымсаков А.А., Рашидова С.Ш. Получение и свойства Na - КМЦ из целлюлозосодержащего сырья. // Респ. конф. молод. химиков, посвящ. памяти акад. Садыкова А.С. Наманган. 2001. С. 109-111.

10. Сайпиев Т.С., Бурханова Н.Д., Югай С.М., Пулатова Х.П., Сарымсаков А.А., Рашидова С.Ш. О структурных особенностях КМЦ, полученной из разного целлюлозного сырья. // Тез. докл. конф. молодых ученых по химии и физике ВМС. ИХФП АН РУз. Ташкент. 2001. С. 53-54.

11. Сайпиев Т.С., Набиев Д.С., Сарымсаков А.А., Рашидова С.Ш. Пахта момиғидан такомиллаштирилган усулда натрий карбоксиметилцеллюлоза олиш. // ЎзР ФА ПКФИ, юқори молекулали бирикмалар кимёси, физикаси ёш олимлар илмий анжумани тезислар тўплами. Тошкент 2001. 50-51 б.

12. Сайпиев Т.С., Бурханова Н.Д., Югай С.М., Юнусов М.Ю., Сарымсаков А.А., Никонович Г.В., Рашидова С.Ш. Изменение структуры хлопковой целлюлозы после карбоксиметилирования и сушки под воздействием СВЧ. // Тез. докл. конф. молодых ученых по химии и физике ВМС. ИХФП АН РУз. Ташкент. 2001. С. 49-50.

13. Сайпиев Т.С., Сарымсаков А.А., Рашидова С.Ш. Способ получения водорастворимой очищенной карбоксиметилцеллюлозы медицинского назначения. // Тез. докл. конф. молод. учен. ИХФП АН РУз. Ташкент. 2003. С. 36.

14. Сайпиев Т.С., Сарымсаков А.А., Рашидова С.Ш. Таркибида целлюлоза тутган маҳаллий хом-ашёлардан сувда эрувчан Na – карбоксиметилцеллюлоза олиш. // Полимерлар ҳақидаги фаннинг долзарб муаммолари, ёш олимлар илмий анжумани тезислар тўплами. Тошкент 2004. 28-29 б.

*Выражаю искреннюю признательность и благодарность научному руководителю, заслуженному деятелю науки Республики Узбекистан, академику АН РУз Рашидовой С.Ш. за постоянную заботу, внимание и ценные советы при выполнении работы и обсуждении полученных результатов, а также д.т.н. Сарымсакову А.А. за оказанную помощь и содействие при проведении экспериментальных исследований данной диссертационной работы.*

## РЕЗЮМЕ

Диссертации Сайпиева Т.С. на тему «Разработка технологии получения водорастворимой карбоксиметилцеллюлозы из хлопкового линта и продуктов его переработки» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.21.03- Технология и оборудование химической переработки древесины, химия древесины.

**Ключевые слова:** карбоксиметилирование, хлопковая целлюлоза, небеленая целлюлоза, хлопковый линт, технология, степень замещения, степень полимеризации, растворимость.

**Объекты исследования:** хлопковая целлюлоза, полупродукты производства хлопковой целлюлозы, хлопковый линт, КМЦ.

**Цель работы:** Разработка технологии получения водорастворимой Na - КМЦ из местного целлюлозосодержащего сырья - хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта посредством исследования процессов синтеза и изучения физико-химических, структурных особенностей Na - КМЦ с установлением зависимости между типом исходного сырья и свойствами конечного продукта.

**Метод исследования:** Определение степени замещения, степени полимеризации, растворимости, содержания основного вещества, ИК-спектроскопический, рентгеноструктурный анализ, электронно-микроскопические и сорбционные исследования образцов КМЦ.

**Полученные результаты и их новизна** заключается в установлении особенностей процесса карбоксиметилирования хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта, подвергнутых предварительной активации, и выявлении зависимости "тип сырья-способ активации-свойства КМЦ".

Разработаны предварительные химические и физические методы активации хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта при их карбоксиметилировании. Разработана технология получения водорастворимой Na-КМЦ из хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта, отвечающие требованиям, предъявляемым к Na-КМЦ различного назначения.

**Практическая значимость:** Разработаны технологии производства водорастворимой, высоковязкой и порошковой быстрорастворимой Na-КМЦ различной СЗ и СП на основе хлопковой целлюлозы, полупродуктов процесса производства целлюлозы и линта. Разработаны технические условия TSh 88.2-12:2005 Карбоцелл (карбоксиметилцеллюлоза-КМЦ).

**Степень внедрения и экономическая эффективность:** Показана возможность внедрения разработанных технологий на действующем предприятии по производству КМЦ. Ожидаемый экономический эффект от внедрения разработанной технологии производства Na-КМЦ из целлюлозосодержащего сырья составляет на каждую тонну конечного продукта при замене древесной целлюлозы от 86121,2 до 569011 сум. К концу 2005 г. технология водорастворимой КМЦ из хлопковой целлюлозы будет внедрена на ОАО "Карбонам".

**Область применения:** Полученные образцы водорастворимой Na-КМЦ могут быть использованы в качестве стабилизаторов глинистых суспензий при бурении нефтегазовых скважин и технического назначения в других отраслях промышленности.

Техника фанлари номзоди илмий даражасига талабгор Сайпиев Турсунпулот Собитовичнинг 05.21.03. "Ёғоч кимёси, ёғочни кимёвий қайта ишлаш технологияси ва ускуналари" ихтисослиги бўйича "Пахта линти ва уни қайта ишлаш маҳсулотларидан сувда эрувчан карбоксиметилцеллюлоза олиш технологиясини ишлаб чиқиш" мавзусидаги диссертациянинг

### **ҚИСҚАЧА МАЗМУНИ.**

**Калитли сўзлар:** карбоксиметиллаш, пахта целлюлозаси, оқартирилмаган целлюлоза, пахта момиғи, технология, полимерланиш даражаси, алмашиниш даражаси, эрувчанлик.

**Тадқиқот объектлари:** пахта целлюлозаси, целлюлозани олиш жараёнидаги ярим маҳсулотлар, пахта момиғи, КМЦ.

**Ишнинг мақсади:** Таркибида целлюлоза тутган маҳаллий хом-ашёлар: пахта целлюлозаси ва уни олиш жараёнида ҳосил бўладиган ярим маҳсулотлар ҳамда линтидан сувда эрувчан Na-КМЦ олиш технологиясини ишлаб чиқиш ва дастлабки хом-ашёларни тури ҳамда охириги маҳсулот хоссалари орасидаги ўзаро боғлиқликни аниқлаш орқали олинган Na-КМЦни физик-кимёвий, структуравий ўзига хослигини ўрганиш.

**Тадқиқот услуби:** КМЦ намуналарини эрувчанлик, полимерланиш даражаси, алмашиниш даражаси ва асосий модда миқдорини аниқлаш услублари, ИК-спектроскопия, рентгеноструктуравий таҳлил, электрон ва оптик микроскопия, сорбциявий таҳлил услублари.

**Олинган натижалар ва уларнинг янгилиги:** Дастлабки активлашга йўналтирилган пахта целлюлозаси, уни олиш жараёнида ҳосил бўладиган ярим маҳсулотлар ва пахта линти намуналарида- "хом-ашё тури –активлаш услуби- КМЦ хоссаси" ўртасидаги ўзаро боғлиқлик карбоксиметиллаш жараёнини ўзига хослиги орқали тушунтирилган.

Карбоксиметиллаш учун йўналтирилган пахта целлюлозаси, уни олиш жараёнида ҳосил бўладиган ярим маҳсулотлар ва пахта линтини дастлабки физик-кимёвий активлаш усуллари ишлаб чиқилди.

Пахта целлюлозаси, уни олиш жараёнида ҳосил бўладиган ярим маҳсулотлар ва пахта линти каби намуналардан турли мақсадлар учун қўлланиладиган сувда эрувчан Na-КМЦга қўйиладиган талабларга жавоб берадиган Na-КМЦни олиш технологияси ишлаб чиқилди.

**Амалий аҳамияти:** Пахта целлюлозаси ва уни олиш жараёнида ҳосил бўладиган ярим маҳсулотлар ва пахта линтидан турли алмашиниш ва полимерланиш даражаларига, юқори қовушқоқликка эга бўлган сувда тез эрувчан Na-КМЦ олиш технологиялари ишлаб чиқилди. TSh 88.2-12:2005 Карбоцелл (карбоксиметилцеллюлоза-КМЦ) техникавий шартлар ишлаб чиқилди.

**Тадбиқ этиш даражаси ва иқтисодий самарадорлиги:** Ишлаб чиқилган технологияларни КМЦ ишлаб чиқариш бўйича мавжуд корхонада амалиётга қўллаш имкониятлари кўрсатилди, пахта целлюлозаси ва уни олиш жараёнида ҳосил бўладиган ярим маҳсулотлар ҳамда линтни ёғоч целлюлозаси ўрнига алмаштириш орқали Na-КМЦ олинганда кутиладиган иқтисодий самарадорлик, охириги маҳсулотни хар бир тоннасида 86121,2 дан 569011 сўмгача бўлади. Пахта целлюлозасидан сувда эрувчан КМЦ ишлаб чиқариш технологияси 2005 йил охирига қадар "Карбонам ОАЖ" да амалиётга тадбиқ этилади.

**Қўлланиш соҳаси:** Олинган сувда эрувчан Na-КМЦ намуналари нефть ва газни қазишда ишлатиладиган тупроқли суспензияларни барқарорлаштирувчиси сифатида ва саноатнинг бошқа соҳаларида техник мақсадларда қўлланилиши мумкин.

### **Resume:**

The dissertation paper of Saypiev T.S on the theme "Development of water soluble carboxymethylcellulose from cotton lint and its processing product obtaining technology" presented on

the search of technical scientific degree on specialty 05.21.03-Technology and equipment of wood chemical processing. Wood chemistry.

**Key words:** carboxymethylation, cotton cellulose, unbleached cellulose, cotton lint, technology, degree of polymerization (DP), degree of substitution (DS), solubility.

**Investigation objects:** cotton cellulose, half products of cotton cellulose, cotton lint, CMC.

**Aim of the inquiry:** Development of water soluble Na-CMC obtaining processes from local cellulose containing raw materials-cotton cellulose, half products of cotton cellulose and lint production process by investigation of technologies and of Na-CMC synthesis process, physico-chemical and structural features to establish the dependency between initial raw material kind and end product properties.

**Investigation methods:** Determination of substitution degree, polymerization degree, solubility, main substance content, IR-spectroscopy, X-ray analysis, electron-microscopical and sorption investigations of CMC samples.

**Results obtained and their novelty:** Establishing of cotton cellulose carboxymethylation process peculiarities half products of cellulose and lint subjected to previous activation and elucidation of dependency between raw material type activation method, CMC properties.

The previous chemical and physical methods of cotton cellulose activation half products of cellulose and lint production at their carboxymethylation are developed as well as technology or water soluble Na-CMC obtaining from cotton cellulose, half products of cellulose and lint obtaining, corresponding to demands to Na-CMC of various use.

**Practical significance:** The technologies of production of water soluble, high viscous and powdered fast-soluble Na-CMC of various DS and DP on the base of cotton cellulose, half products and lint are developed. Technical conditions TSh 88.2-12:2005 Carbocell (carboxymethylcellulose-CMC) are developed.

**Degree of introducing and economical effectivity:** The possibility of the introducing of technologies developed introducing on the plant of CMC is shown. Economical effect of such introducing of CMC production technology from cellulose containing raw material is from 86121,2 to 569011 sum per 1 t. on end product by the substitution of wood cellulose. To the end of 2005 technology of water-soluble CMC from cotton cellulose will be introduced on OAO "Karbonam".

**Sphere of usage:** The samples of water-soluble Na-CMC can be used as clay suspensions stabilizer at oil-gas chunk boring and technical use in other industrial branches.

**СОИСКАТЕЛЪ:**