

УДК 676.02/05

## АНАЛИЗ ДВИЖЕНИЯ ПОТОКА ВОЛОКНИСТОЙ СУСПЕНЗИИ В РАЗМАЛЫВАЮЩЕЙ УСТАНОВКЕ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ МЕЛКОДИСПЕРСНОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

© *Л.В. Юртаева\**, *Ю.Д. Алашкевич*, *Е.В. Каплев*, *Д.Ю. Васильева*, *Е.А. Слизикова*

*Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева, пр. им. Газеты «Красноярский рабочий», 31, Красноярск, 660037 (Россия), e-mail: 2052727@mail.ru*

Из различных способов получения микрокристаллической целлюлозы (механический, химический, термомеханический, высаживание целлюлозы в виде порошка из ее растворов) наиболее распространенным является кислотный гидролиз целлюлозы. Трудность получения МКЦ из растительного сырья состоит в том, что кроме целлюлозы оно содержит в своем составе такие соединения, как лигнин, гемицеллюлозы, различные экстрактивные вещества и незначительный процент минеральных веществ. При размолу растительных волокон в водной среде происходит как чисто механический процесс изменения размеров и формы волокон, так и коллоидно-химический процесс, называемый гидратацией волокон. Явления механического характера выражаются в укорачивании волокон, их продольном расщеплении на фибриллы, увеличении наружной поверхности и числа свободных гидроксильных групп на их поверхности. Под термином «гидратация» понимаются коллоидно-химические явления, начинающиеся с набухания гидрофильных растительных волокон. Набухание волокон, их внешняя и внутренняя фибрилляция оказывают положительное влияние на процесс получения микрокристаллической целлюлозы. В работе рассмотрены способы получения микрокристаллической целлюлозы и факторы, оказывающие влияние на разработку волокнистой суспензии, выделенной из хвойных пород древесины, в размалывающей установке с инерционными телами. Построены мультифизические модели течения волокнистой суспензии в установке. Проведено исследование влияния размолу волокнистой суспензии на процесс получения мелкодисперсной целлюлозы. Приведены показатели готового продукта. Проанализировано изменение величины степени полимеризации целлюлозы, предварительно прошедшей стадию размолу, при разной степени помола по Шоппер-Риглеру. Приводятся данные по снижению затрат и экономии ресурсов (концентрации кислоты, температуры и времени обработки) в процессе получения мелкодисперсной целлюлозы.

*Ключевые слова:* хвойные породы биоповрежденной древесины, размол волокнистых материалов, микрокристаллическая целлюлоза, степень полимеризации.

### **Введение**

Основным строительным материалом в растительном мире является целлюлоза. Она содержится в тканях деревьев и растений, получают ее в основном из хлопка и из древесины. Традиционно целлюлозу в качестве сырья используют в целлюлозно-бумажной промышленности. Модифицированное целлюлозное волокно имеет универсальные свойства и его используют в качестве наполнителя, загустителя, стабилизатора, как абразивный материал, абсорбер, оно позволяет получать материалы с улучшенными или заданными свойствами. К нему относятся микрокристаллическая, порошковая, нанокристаллическая, микро- и нанофибриллярная целлюлоза.

---

*Юртаева Лариса Владимировна* – кандидат технических наук, доцент, e-mail: 2052727@mail.ru

*Алашкевич Юрий Давыдович* – доктор технических наук, профессор, e-mail: alashkevichud@mail.sibsau.ru

*Каплев Евгений Вячеславович* – магистрант, e-mail: kaplyov2017@mail.ru

*Васильева Дарья Юрьевна* – магистрант, e-mail: qwertyuiofghzxcvbnm@mail.ru

*Слизикова Елена Александровна* – аспирант, e-mail: 905426521lena@mail.ru

Микрокристаллическая целлюлоза – это мелкодисперсный продукт гидролитической деградации целлюлозы, наиболее полно выделенный из клеточной стенки сосудистых растений. МКЦ используется во многих отраслях промышленности, например, таких как химическая (получают взрывчатое вещество пироксилин, делают добавку

---

\* Автор, с которым следует вести переписку.

к лакам, пластические материалы), пищевая (в виде добавки в продукты питания), фармацевтической (в виде таблеток), целлюлозно-бумажная (изготавливают бумагу). Существуют различные способы получения МКЦ [1–14], например:

– традиционный – гидролиз, является наиболее распространенным способом получения целлюлозы и лигноцеллюлозных материалов с использованием в качестве катализаторов водных растворов различных кислот (серной, соляной, азотной и их смесей). Недостатком данного способа получения является неудовлетворительная химическая чистота, использование агрессивных растворов неорганических кислот и низкие экологические показатели готового продукта;

– нетрадиционные, с использованием парового взрыва (автогидролиза-взрыва), ионизирующего излучения и ультразвуковой обработки, кавитационно-гидродинамического способа и др.

Трудность получения МКЦ из растительного сырья состоит в том, что кроме целлюлозы оно содержит в своем составе такие соединения, как лигнин, гемицеллюлозы, различные экстрактивные вещества и незначительный процент минеральных веществ. Независимо от отрасли, в которой используется МКЦ, она характеризуется комплексом параметров, которые характеризуют вид порошкового целлюлозного материала и в дальнейшем определяют реакцию готовой продукции на различные воздействия. В ряде работ, связанных с получением МКЦ, основное внимание уделяется химическому воздействию кислоты на волокнистую массу [1–14]. Анализ этих работ показал, что при получении МКЦ с использованием неорганических кислот не всегда удается минимизировать концентрацию кислоты или выбрать оптимальный технологический режим получения МКЦ. На наш взгляд, снизить вредное воздействие неорганических кислот на окружающую среду и энергозатраты на получение МКЦ можно за счет использования предварительной обработки волокнистой массы в процессе размола (безножевым или ножевым способом).

Основное назначение процесса размола волокнистой массы заключается в изменении свойств волокон (увеличение гибкости, эластичности, появление жирности на ощупь). В процессе размола различают несколько стадий. Вначале происходит разрушение и удаление наружных оболочек волокна Р и S<sub>1</sub>, которые сдерживают его набухание и фибрилляцию [15, 16]. С разрушением этих оболочек обнажается фибриллярная структура вторичной стенки, облегчается проникновение воды. Вода сначала заполняет все пустоты в волокне, при этом его размеры не увеличиваются. Когда вода проникает в субмикроскопические поры, начинается процесс набухания. Набухшие волокна пластичны, что предохраняет их от разрушения при размоле. Набухание способствует фибриллированию, которое осуществляется под действием напряжения сдвига, возникающего при перемещении ножей размалывающего оборудования. На поверхности волокна образуется «начёс» из отдельных микрофибрилл, в результате поверхность волокон увеличивается в 2–10 раз, что способствует лучшему контакту их между собой в листе бумаги. Кроме «наружного» фибриллирования происходит так называемое «внутреннее» фибриллирование – разрыхление упаковки микрофибрилл. Это приводит к увеличению гибкости волокна в 3–15 раз, так как за счет разрыва внутренних связей увеличивается количество воды, впитываемое волокном. Прочность единичного волокна в процессе размола понижается примерно на 10–25%.

В настоящее время с целью улучшения свойств готовой продукции все чаще в состав готовых изделий включают модифицированную целлюлозу, обладающую нетипичными для целлюлозных волокон свойствами [17, 18]. Например, включение в композицию волокнистой массы порошковых целлюлозных материалов приводит к повышению не только прочностных связей между волокнами, но и оказывает дополнительное армирующее действие на бумажные материалы и выступает дополнительным барьером для жиронепроницаемой бумаги. В мире на сегодня производится свыше 200 тыс. тонн разных видов порошковых целлюлозных материалов [8, 19, 20]. Порошковые целлюлозные материалы можно получить различными способами: химическим (гидролиз целлюлозы различными концентрированными кислотами), механическим (сухой размол на специальном оборудовании) способами или их сочетанием.

К параметрам, характеризующим вид порошкового целлюлозного материала относят: способ обработки целлюлозы, степень полимеризации, структуру целлюлозы, размер частиц [17]. Анализ литературных данных показал, что исследования влияния факторов размола волокнистой суспензии на процесс получения мелкодисперсной целлюлозы практически отсутствуют.

В связи с этим в Сибирском государственном университете имени академика М.Ф. Решетнева, в лаборатории кафедры машин и аппаратов промышленных технологий ведутся исследования в области получения мелкодисперсной целлюлозы с предварительным размолем волокнистых полуфабрикатов как ножевым, так и безножевым способами размола [21–23].

Цель работы – исследование влияния размола волокнистой суспензии на процесс получения мелкодисперсной целлюлозы.

Объект исследования – процесс получения мелкодисперсной целлюлозы.

Предметом исследования является размол волокнистой массы в размалывающей установке с инерционными телами.

### Экспериментальная часть

В качестве сырья выступала целлюлоза, выделенная из древесины хвойной породы, поврежденной уссурийским полиграфом. Содержание лигнина – 2.14%, альфа-целлюлозы – 56%, степень повреждения древесины полиграфом – 22%.

На данном этапе в задачи исследования входило:

- размол волокнистой массы с использованием установки с инерционными телами (рис. 1) [24];
- анализ факторов, оказывающих влияние на движение потока волокнистой суспензии при ее размоле в размалывающей установке с инерционными телами;
- сравнение степени полимеризации макромолекул целлюлозы при разной степени помола по шкале Шоппер-Риглера.

Для контроля процесса размола волокнистой массы, полученной из биоповрежденной древесины использовались следующие лабораторные методы:

- содержание лигнина определялось по [25];
- массовая доля альфа-целлюлозы определялась по ГОСТ 595-79 [26];
- измерение степени помола по °ШП проводились в соответствии с ISO 5267-1 (1999) [27];
- получение отливок в соответствии с ISO 5269-1 (2005) [28];
- определение физико-механических характеристик, среди которых разрывная длина, сопротивление продавливанию в соответствии со стандартами ISO 5270 (2012), ISO1974 (2012) и ISO 1924-2 (2008) [29];
- определение степени полимеризации проводилось в соответствии с ГОСТ 9105-74 [30, 31].

Для получения отливок с заданными механическими прочностными характеристиками необходимо развить в природном волокне комплекс свойств, таких как гибкость, эластичность, прочность, что возможно осуществить только в процессе его размола.

Размол волокнистой массы проводили в установке с инерционными телами (техническая характеристика представлена в таблице 1) концентрацией 1%, от 15 °ШП до 75 °ШП, при частоте вращения инерционных тел 228 об./мин, угол установки ножей на инерционном теле относительно оси 35°, угол наклона ножей в размольном барабане 35° (рис. 2).

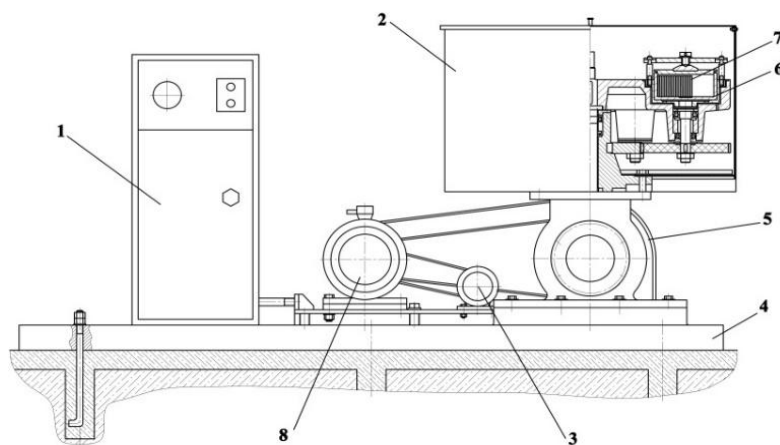


Рис. 1. Общий вид экспериментальной установки с инерционными телами:  
1 – электрощит управления;  
2 – корпус; 3 – тахогенератор;  
4 – станина; 5 – вариатор;  
6 – стакан размольный;  
7 – инерционное тело;  
8 – механизм натяжения ремня

Таблица 1. Техническая характеристика установки с инерционными телами

Показатель	Единица измерения	Значение показателя
Габаритные размеры	мм	992×740×832
Масса не более	кг	518
Барабан размольный:		
– диаметр внутренний	мм	145 <sup>+1.0</sup> <sub>-0.2</sub>
– высота внутренняя	мм	67 <sup>+0.2</sup> <sub>-0.4</sub>
– объем полезный	см <sup>3</sup>	650
– угол наклона насечки относительно оси вращения	град	35
Цилиндр размалывающий:		
– диаметр	мм	89.15 <sup>+0.1</sup> <sub>-1.2</sub>
– высота	мм	60 <sup>+0.1</sup> <sub>-0.4</sub>
– углы наклона ножей относительно оси вращения	град	0, 35, 45, 55
– масса	кг	2 <sup>+0.005</sup> <sub>-0.015</sub>

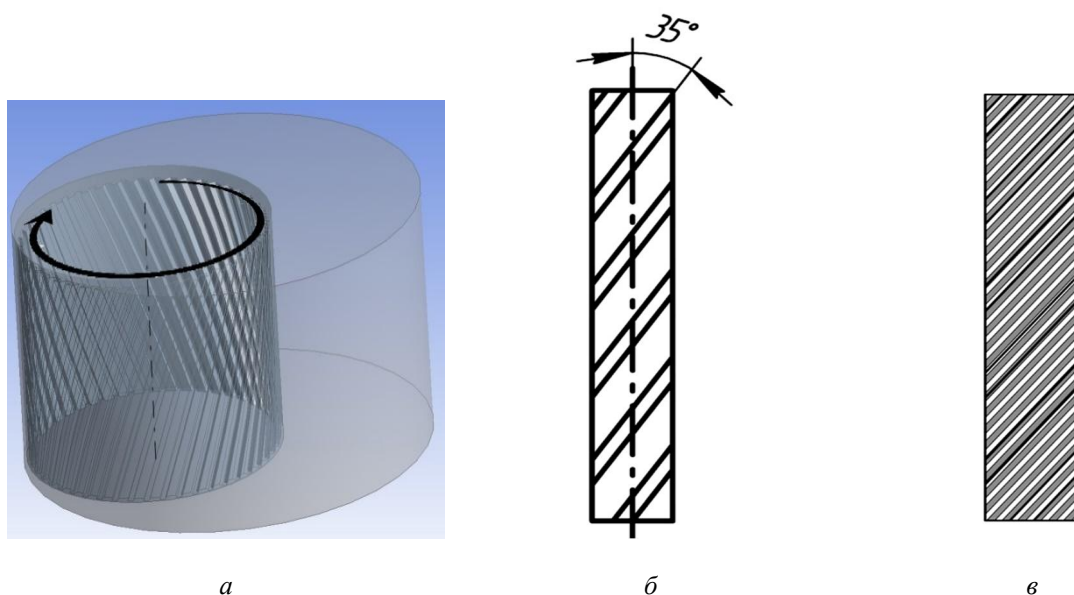


Рис. 2. Схемы расположения рабочих органов в установке с инерционными телами: *a* – схема движения инерционного тела в барабане; *б* – схема отпечатков ножей инерционных тел при контакте с поверхностью барабана; *в* – схема перекрытия ножей барабана ножами инерционного тела

Это связано с тем, что при угле установки ножей  $35^\circ$  образуется минимальный угол скрещивания, равный  $0^\circ$ , то есть наблюдается зеркальное расположение ножей. При этом угле скрещивания образуется минимальное количество точек пересечения (контактов) кромок ножей инерционного тела с кромками ножей барабана. Так как на волокна при таком расположении ножей действует в большей степени эффект фибрилляции волокна [32], то мы ожидаем, что в дальнейшем это приведет к снижению степени полимеризации макромолекул целлюлозы во время процесса гидролиза и повышению ее растворимости. Инерционное тело в установке выполняет тройную функцию: перемещает волокнистую суспензию, разрезает волокна, создает турбулентное движение потока суспензии.

Для анализа движения потока волокнистой суспензии в размалывающей установке с инерционными телами были построены мультифизические модели. Компьютерное моделирование ножевой размольной установки с инерционными телами проходило в несколько стадий: создание твердотельной 3D-модели; создание расчетной сетки (рис. 3); задание граничных условий; моделирование потока внутри установки; анализ полученных результатов.

Модель основана на решении уравнений Рейнольдса для моделирования течений внутри установки. Учитывает реальную геометрию размольной установки с инерционными телами. Волокнистая масса, которая подвергалась размолу на данной установке, приравнивалась по свойствам и характеристикам к воде, так как ее концентрация составляла  $1 \text{ г/м}^3$ .

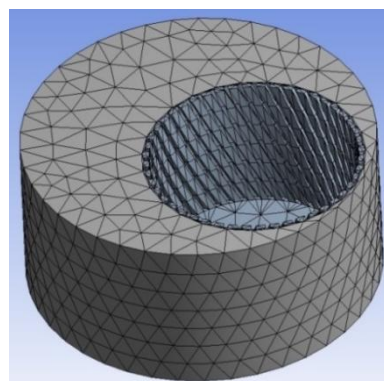


Рис. 3. Расчетная сетка 3D-модели установки с инерционными телами

Так как одной из наиболее важных характеристик целлюлозы является размер макромолекулы, от которой зависят такие свойства целлюлозных материалов, как, например, вязкость растворов целлюлозы и ее производных, механические свойства волокон [33], то с целью усиления разрушения структуры размолотой целлюлозы и получения из нее микрокристаллической после размола в установке с инерционными телами ее подвергали гидролизу.

Гидролиз (химическая обработка) образцов целлюлозы после размола проводился в зависимости от степени помола волокнистой массы при условиях: температура  $t=85-100$  °С, в присутствии 1.5–2 N соляной кислоты HCl, на установке для гидролиза продолжительностью 75–120 мин [34]. Для определения характеристической вязкости и степени полимеризации целлюлозы после гидролиза применяли комплексное соединение гексанатрий тристарtrat железа, или так называемый железовиннонатриевый комплекс (ЖВНК), представляющий собой комплекс железа с тартратом натрия в растворе гидроксида натрия [31].

### Обсуждение результатов

Как видно на рисунках 3, 4, волокнистая суспензия в размольной установке с инерционными телами подвергается разработке за счет:

1. *Механического воздействия на волокна.* Механическое воздействие производится при перекачивании инерционного тела по внутренней стенке размольного барабана под действием центробежной силы, возникающей при вращении размольного барабана вокруг центрального вала и собственной оси, сил трения скольжения в месте контакта инерционного тела с внутренней боковой поверхностью размольного барабана и сил трения качения. Авторами [23, 32] установлено, что сила трения качения оказывает незначительное действие.

При этом происходит рубка волокон, их раздавливание, расчесывание с отделением пучков фибрилл и образованием на поверхности волокон своеобразного ворса из отдельных фибрилл (внешняя фибрилляция).

Условие разрушения волокна [35] может быть записано в следующем виде:

$$J > T_{ск}^{тп} \quad (1)$$

Сила инерции  $J$ ,  $H$  определяется по формуле

$$J = m \cdot \omega^2 \cdot R, \quad (2)$$

где  $m$  – масса инерционного тела, кг;  $\omega$  – угловая скорость,  $c^{-1}$ ;  $R$  – радиус барабана, м.

Угловая скорость  $\omega$ ,  $c^{-1}$ , определяется по формуле

$$\omega = \frac{v_0}{R}, \quad (3)$$

где  $v_0$  – окружная скорость барабана, м/с;

$$v_0 = \frac{2 \cdot p \cdot R \cdot n}{60}, \quad (4)$$

где  $n$  – частота вращения барабана вокруг собственной оси, об./мин.

Сила трения  $T_{ск}^{тп}$  о дно барабана препятствует движению инерционного тела к внутренней боковой поверхности барабана и, соответственно, снижает эффект воздействия на волокно инерционных сил  $J$ .

Сила трения  $T_{ск}^{тп}$ , Н, рассчитывалась по формуле

$$T_{ск}^{тп} = f_{ск} \times P = f_{ск} \times m \times g, \quad (5)$$

где  $f_{ск}$  – коэффициент трения скольжения металла по металлу равен 0.2 [31];  $P$  – нормальная сила от массы инерционного тела, Н;  $g$  – ускорение свободного падения, м/с<sup>2</sup>.

Модуль силы трения качения о стенку барабана  $T_{к}^{тп}$  рассчитывался по формуле

$$T_{к}^{тп} = \frac{f_{к} \times P_1}{r}, \quad (6)$$

где  $f_{к}$  – коэффициент трения качения равен 0.0005 [31];  $r$  – радиус инерционного тела равен 0.045 м.

То есть при частоте вращения инерционных тел 228 об./мин преобладающими силами воздействия на волокно при размоле являются сила инерции  $J=82.58$  Н и сила трения скольжения 16.52 Н, сила трения качения составила 0.93 Н.

2. *Гидродинамического воздействия, которое выражается в виде эффекта кавитации* [21].

Для оценки интенсивности перемешивания волокнистой суспензии инерционным телом в установке центробежный критерий Рейнольдса определялся по формуле [36]

$$Re = \frac{n \times r \times d^2}{\mu}, \quad (7)$$

где  $\rho$  – плотность 1% волокнистой суспензии, кг/м<sup>3</sup>;  $d$  – диаметр инерционного тела, м;  $\mu$  – динамическая вязкость волокнистой суспензии, Па·с.

Данный критерий при расчете составил 1148190, что подтверждает наше предположение о хаотическом изменении давления и скорости потока в установке в процессе размола и возникновении кавитации (рис. 4). При угле скрещивания ножей инерционного тела и ножей барабана, равным 0°, поток жидкости останавливается, его давление повышается из-за возникновения гидроудара. После перекрытия ножей барабана и инерционных тел ячейки между ножами открываются, давление в жидкости падает и возникает псевдоакустическая волна с периодически следующими друг за другом сжатием и разрежением. Гидродинамическая кавитация возникает:

- при входе волокнистой суспензии в ячейки ножей инерционного тела или ножей барабана. Поток в ячейках меняет свое направление, при этом резко уменьшается проходное сечение, за счет перекрытия ячеек, что, в свою очередь, увеличивает скорость потока и уменьшает давление;

- при переходе с канавок инерционного тела в канавки ножей барабана. Поток меняет свое направление, т.е. возникает гидродинамическое сопротивление;

- во время движения инерционных тел внутри барабана создаются пространства с завихрениями вращающейся жидкости, которые образуются в пристеночном пространстве барабана (рис. 4), что приводит к образованию пузырьков. При взаимодействии вращающейся жидкости с подвижным инерционным телом на поверхности раздела двух сред возникают волны сжатия и образуются местные чередующиеся высокие ударные давления, воздействующие в очень короткий период, которые обуславливают возникновение кавитации.

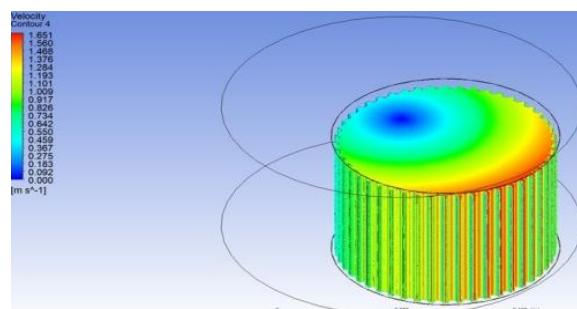
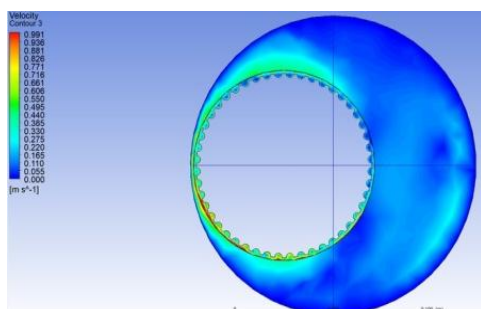
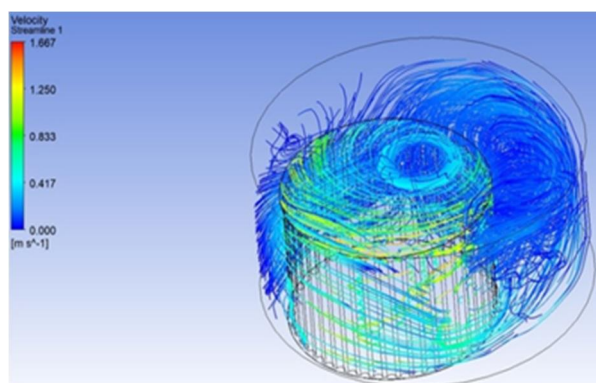
Последняя в свою очередь является одним из определяющих факторов в разработке волокна. За счет кавитационного воздействия волокна подвергаются преимущественному расщеплению (фибрилляции) вдоль их оси (так как прочность волокон в продольном направлении в 8–10 раз меньше, чем в поперечном), в результате чего в дальнейшем повышаются физико-механические характеристики готовых изделий [21, 22, 37].

Результатом расчета течения жидкости внутри ножевой размольной установки с инерционными телами являются полученное наглядное распределение потока внутри установки, в которой вектор скорости потока волокнистой суспензии относительно ножей барабана определяется скоростью набегающего потока. Распределение скорости движения инерционного тела по внутренней стенке размольного барабана показано

на рисунке 5. Как следует из рисунка, максимальная скорость инерционного тела достигается при взаимодействии его со стенкой барабана, что приводит к возрастанию сил трения скольжения (рис. 5).

МКЦ получали после размол волокнистой суспензии при степени помола 15, 30, 50, 75 °ШР, методом кислотного гетерогенного гидролиза по схеме, включающей приготовление гидролизующего раствора, гидролиз целлюлозы, промывку, сушку, диспергирование и сортирование полученного целлюлозного порошка. Показатели МКЦ: выход 94%; ситовой анализ по ГОСТ 3584-73 [38] показал, что частиц размером менее 100 мкм – 90.4%; индекс кристалличности по данным рентгенофазового анализа – 0.70; белизна – 83.2%; насыпная плотность – 308 кг/м<sup>3</sup>. Анализ полученных данных показал, что с повышением степени помола волокнистой массы с 15 до 75 °ШР время на проведение процесса гидролиза снижается со 120 мин до 75; температура проведения химической обработки – со 100 до 85 °С; концентрация кислоты – на 0.5 N; степень полимеризации микрокристаллической целлюлозы снижается, соответственно, с 350 до 82.1. Это объясняется тем, что при размоле волокнистой суспензии происходит не только увеличение наружной поверхности волокон и количества свободных гидроксильных групп на их поверхности, но и разрушение межмолекулярных связей внутри клеточной стенки волокна с образованием микротрещин. Все это приводит к увеличению скорости протекания реакции кислоты с волокнистой суспензией и значительному снижению степени полимеризации микрокристаллической целлюлозы.

Рис. 4. Распределение величины угловой скорости движения волокнистой суспензии по внешней поверхности инерционного тела



*a*

*б*

Рис. 5. Распределение скорости движения инерционного тела по внутренней стенке размольного барабана: *a* – вид сверху; *б* – вид сбоку

### Выводы

Таким образом, в результате проведенного исследования выявлено:

– разрушение волокон в размалывающей установке происходит за счет механического воздействия при перекачивании инерционного тела по внутренней стенке размольного барабана и гидродинамических сил, возникающих при течении волокнистой суспензии в рабочих органах установки;

– течение волокнистой суспензии в размалывающей установке представляет собой отрывное обтекание ножевой поверхности инерционных тел с образованием циркуляционных зон интенсивного смешения, что приводит к возникновению кавитации;

– снизить расходы (концентрацию кислоты, время обработки и температуру) в процессе получения мелкодисперсной целлюлозы возможно при использовании волокнистой суспензии, предварительно обработанной в размалывающей установке.

### Список литературы

1. Trache D., Hussin M.H., Chui C.T.H. et al. Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application – A review // *International Journal of Biological Macromolecules*. 2016. Vol. 93A. Pp. 789–804.
2. Ardizzone S. et al. Microcrystalline cellulose powders: structure, surface features and water sorption capability // *Cellulose*. 1999. Vol. 6. Pp. 57–69.
3. Battista O., Smith P. Microcrystalline cellulose // *Industrial and Engineering Chemistry*. 1962. Vol. 54. Pp. 20–29.
4. Vanhatalo K. A new manufacturing process for microcrystalline cellulose (MCC): A doctoral dissertation for the degree of Doctor of Science (Technology) 152/2017. Helsinki, 2017. 73 p.
5. Global Microcrystalline Cellulose Market 2017–2021. Dublin: PR Newswire, 2017. 76 p.
6. Patent 6392034 (US). Microcrystalline cellulose / S. Trusovs. – 21.05.2002.
7. Bondeson D., Mathew A., Oksman K. Optimization of the isolation of nanocrystals from microcrystalline cellulose by acid hydrolysis // *Cellulose*. 2006. Vol. 13. Pp. 171–180. DOI: 10.1007/s10570-006-9061-4.
8. Microcrystalline Cellulose (MCC) Market by Source Type and Application: Global Opportunity Analysis and Industry Forecast 2018–2025. Allied Market Research. Portland, 2018. 212 p.
9. Кушнир Е.Ю., Аутлов С.А., Базарнова Н.Г. Получение микрокристаллической целлюлозы непосредственно из древесины под воздействием микроволнового излучения // *Химия растительного сырья*. 2014. №2. С. 41–50. DOI: 10.14258/jcprm.1402041.
10. Ахметшин И.Р. Получение микрокристаллической целлюлозы из лигноцеллюлозного материала, активированного паровзрывной обработкой: дис. ... канд. техн. наук. Казань, 2003. 133 с.
11. Патент №2395636 (РФ). Способ получения микрокристаллической целлюлозы из автогидролизованной древесины / Б.Н. Кузнецов, В.Г. Данилов, О.В. Яценкова, Е.Ф. Ибрагимова. 27.07.2010.
12. Патент №2147057 (РФ). Способ получения микрокристаллической целлюлозы / А.П. Карманов, Л.С. Кочева, А.А. Киселева. 27.03.2000.
13. Патент №2178033 (РФ). Способ получения микрокристаллической целлюлозы / Л.С. Кочева, А.П. Карманов, Л.И. Данилова, М.Ф. Попова. 10.01.2002.
14. Патент №2155192 (РФ). Способ получения микрокристаллической целлюлозы / А.В. Тихомиров, Р.А. Буланов. 27.08. 2000.
15. Фляте Д.М. Технология бумаги: учебник для вузов. М., 1988. 440 с.
16. Иванов С.Н. Теория и практика размола // *Размол бумажной массы*. М., 1956. С. 5–21.
17. Топтунов Е.А., Севастьянова Ю.В. Порошковые целлюлозные материалы: обзор, классификация, характеристики и области применения // *Химия растительного сырья*. 2021. №4. С. 31–45.
18. Васильева Д.Ю., Юртаева Л.В. Роль процесса размола волокнистых полуфабрикатов в получении микрокристаллической целлюлозы // *Всероссийская научно-практическая конференция студентов и молодых ученых «Современные тенденции развития химической технологии, промышленной экологии и техносферной безопасности»*. СПб., 2020. Т. 1. С. 22–25.
19. Cellulose Powder Market – Global Industry Analysis, Size, Share, Growth, Trends and Forecast 2018–2025. Researchstore. biz. US, 2018. 99 p.
20. Miller J. Nanocellulose: Producers, Products and Applications – A Guide for End Users // TAPPI. 2017. P. 170.
21. Алашкевич Ю.Д. Основы теории гидродинамической обработки волокнистых материалов в размольных машинах: дис. ... докт. техн. наук. Л., 1980. 334 с.
22. Кутюва Л.В. Комплексный параметр процесса обработки волокнистых суспензий безножевым способом в установке типа «струя-преграда»: дис. ... канд. техн. наук. Красноярск, 1998. 150 с.
23. Каплев Е.В., Юртаева Л.В., Алашкевич Ю.Д., Таразеев Д.С. Исследование механических прочностных свойств целлюлозы, полученной из биоповрежденной древесины // *Материалы III Всероссийской научно-практической конференции с участием молодых ученых «Современные тенденции развития химической технологии, промышленной экологии и экологической безопасности»*. СПб., 2022. С. 23–26.
24. Патент №2314381 (РФ). Центробежно-размалывающий аппарат / Ю.Д. Алашкевич, В.И. Ковалев, И.А. Воронин, В.Г. Васютин. 20.09.2009.
25. Оболенская А.В., Ельницкая З.П., Леонович А.А. Лабораторные работы по химии древесины и целлюлозы: учебное пособие для вузов. М., 1991. 320 с.
26. ГОСТ 6840-78. Целлюлоза. Метод определения альфа-целлюлозы. М., 1978. 7 с.
27. ISO 5267-1:1999/Cor.1:2001. Целлюлоза. Определение способности к обезвоживанию. Часть 1. Метод Шоппер-Риглера. 2001. 8 с.
28. ISO 5269-1:2005. Целлюлоза. Приготовление лабораторных листов для физических испытаний. Часть 1. Метод с применением стандартного листоотливного аппарата. 2005. 12 с.



29. ISO 5270:2012. Целлюлоза. Лабораторные листы. Определение физических свойств. 2012. 20 с.; ISO 1974:2012. Бумага. Определение сопротивления раздиранию. Метод Эльмендорфа. 2012. 20 с.; ISO 1924-2:2008. Бумага и картон. Определение прочности при растяжении. 2008. 20 с.
30. ГОСТ 9105-74. Целлюлоза. Метод определения средней степени полимеризации. М., 1974. 7 с.
31. Оболенская А.В., Щеголев В.П., Аким Г.Л. и др. Практические работы по химии древесины и целлюлозы. М., 1985. 412 с.
32. Воронин И.А. Нетрадиционный способ обработки волокнистых суспензий с использованием инерционных тел в целлюлозно-бумажном производстве: дис. ... канд. техн. наук. Красноярск, 2011. 156 с.
33. Васютин В.Г. Интенсификация процесса комбинированного размола целлюлозных суспензий: дисс. ... канд. техн. наук. Красноярск, 1987. 166 с.
34. Азаров В.И., Буров А.В., Оболенская А.В. Микрокристаллическая целлюлоза // Химия древесины и синтетических полимеров: учеб. для вузов. СПб, 1999. С. 578–579.
35. Гончаров В.Н. Теоретические основы размола волокнистых материалов в ножевых машинах: дис. ... докт. техн. наук. Л., 1990. 433 с.
36. Ануриев В.И. Справочник конструктора-машиностроителя: В 3-х т. М., 2001. Т. 1. 920 с.
37. Карпушкин С.В., Краснянский М.Н., Борисенко А.Б. Расчёты и выбор механических перемешивающих устройств вертикальных емкостных аппаратов: учебное пособие. Тамбов, 2009. 168 с.
38. ГОСТ 3584-73. Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками контрольные и высокой точности. Технические условия. М., 1975. 8 с.

*Поступила в редакцию 17 октября 2022 г.*

*После переработки 25 января 2023 г.*

*Принята к публикации 31 марта 2023 г.*

**Для цитирования:** Юртаева Л.В., Алашкевич Ю.Д., Каплев Е.В., Васильева Д.Ю., Слизилова Е.А. Анализ движения потока волокнистой суспензии в размалывающей установке при получении мелкодисперсной целлюлозы // Химия растительного сырья. 2023. №3. С. 317–327. DOI: 10.14258/jcrpm.20230312008.

*Yurtayeva L.V.\**, *Alashkevich Y.D.*, *Kaplev E.V.*, *Vasilyeva D.Y.*, *Slizikova E.A.* ANALYSIS OF THE FLOW OF A FIBROUS SUSPENSION IN A GRINDING PLANT IN THE PRODUCTION OF FINE CELLULOSE

*Reshetnev Siberian State University of Science and Technology, av. Krasnoyarskii rabochii, 31, Krasnoyarsk, 660037 (Russia), e-mail: 2052727@mail.ru*

Of the various methods for obtaining microcrystalline cellulose (mechanical, chemical, thermomechanical, planting cellulose in powder form from its solutions), the most common is acid hydrolysis of cellulose. The difficulty of obtaining MCC from vegetable raw materials is that, in addition to cellulose, it contains in its composition such compounds as lignin, hemicelluloses, various extractive substances and an insignificant percentage of minerals. When grinding plant fibers in an aqueous medium, both a purely mechanical process of changing the size and shape of fibers and a colloidal chemical process called fiber hydration occurs. Mechanical phenomena are expressed in the shortening of fibers, their longitudinal splitting into fibrils, an increase in the outer surface and the number of free hydroxyl groups on their surface. The term hydration refers to colloidal chemical phenomena that begin with the swelling of hydrophilic plant fibers.

The paper considers methods for obtaining microcrystalline cellulose and factors influencing the development of a fibrous suspension isolated from coniferous wood species in a grinding plant with inertial bodies. Multiphysical models of the flow of fibrous suspension in the installation are constructed. A study of the effect of grinding a fibrous suspension on the process of obtaining fine cellulose was carried out. The indicators of the finished product are given. The change in the degree of polymerization of cellulose that has previously passed the grinding stage, with different degrees of grinding according to the Shopper-Rigler, is analyzed. Data on cost reduction and resource savings (acid concentration, temperature and processing time) in the process of obtaining fine cellulose are presented.

**Keywords:** softwood of bio-damaged wood, grinding of fibrous materials, microcrystalline cellulose, degree of polymerization.

---

\* Corresponding author.

## References

1. Trache D., Hussin M.H., Chuin C.T.H. et al. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2016, vol. 93A, pp. 789–804.
2. Ardizzone S. et al. *Cellulose*, 1999, vol. 6, pp. 57–69.
3. Battista O., Smith P. *Industrial and Engineering Chemistry*, 1962, vol. 54, pp. 20–29.
4. Vanhatalo K. *A new manufacturing process for microcrystalline cellulose (MCC): A doctoral dissertation for the degree of Doctor of Science (Technology) 152/2017*. Helsinki, 2017, 73 p.
5. *Global Microcrystalline Cellulose Market 2017–2021*. Dublin: PR Newswire, 2017, 76 p.
6. Patent 6392034 (US). 21.05.2002.
7. Bondeson D., Mathew A., Oksman K. *Cellulose*, 2006, vol. 13, pp. 171–180. DOI: 10.1007/s10570-006-9061-4.
8. *Microcrystalline Cellulose (MCC) Market by Source Type and Application: Global Opportunity Analysis and Industry Forecast 2018–2025*. Allied Market Research. Portland, 2018, 212 p.
9. Kushnir Ye.Yu., Autlov S.A., Bazarnova N.G. *Khimiya rastitel'nogo syr'ya*, 2014, no. 2, pp. 41–50. DOI: 10.14258/jcprm.1402041. (in Russ.).
10. Akhmetshin I.R. *Polucheniye mikrokristallicheskoj tsellyulozy iz lignotsellyuloznogo materiala, aktivirovannogo parovzryvnoy obrabotkoy: dis. ... kand. tekhn. nauk*. [Preparation of microcrystalline cellulose from lignocellulosic material activated by steam explosion treatment: dissertation thesis. ... cand. tech. Sci.]. Kazan', 2003, 133 p. (in Russ.).
11. Patent 2395636 (RU). 27.07.2010. (in Russ.).
12. Patent 2147057 (RU). 27.03.2000. (in Russ.).
13. Patent 2178033 (RU). 10.01.2002. (in Russ.).
14. Patent 2155192 (RU). 27.08. 2000. (in Russ.).
15. Flyate D.M. *Tekhnologiya bumagi: uchebnik dlya vuzov*. [Paper technology: textbook for universities]. Moscow, 1988, 440 p. (in Russ.).
16. Ivanov S.N. *Razmol bumazhnoy massy*. [Grinding of paper pulp]. Moscow, 1956, pp. 5–21. (in Russ.).
17. Toptunov Ye.A., Sevast'yanova Yu.V. *Khimiya rastitel'nogo syr'ya*, 2021, no. 4, pp. 31–45. (in Russ.).
18. Vasil'yeva D.Yu., Yurtayeva L.V. *Vserossiyskaya nauchno-prakticheskaya konferentsiya studentov i molodykh uchennykh «Sovremennyye tendentsii razvitiya khimicheskoy tekhnologii, promyshlennoy ekologii i tekhnosfernoy bezopasnosti»*. [All-Russian scientific and practical conference of students and young scientists “Modern trends in the development of chemical technology, industrial ecology and technosphere safety”]. St. Petersburg, 2020, vol. 1, pp. 22–25. (in Russ.).
19. *Cellulose Powder Market – Global Industry Analysis, Size, Share, Growth, Trends and Forecast 2018–2025*. Researchstore. biz. US, 2018, 99 p.
20. Miller J. *TAPPI*, 2017, p. 170.
21. Alashkevich Yu.D. *Osnovy teorii gidrodinamicheskoy obrabotki voloknistykh materialov v razmol'nykh ma-shinakh: dis. ... dokt. tekhn. nauk*. [Fundamentals of the theory of hydrodynamic processing of fibrous materials in grinding machines: dis. ... doc. tech. Sci.]. Leningrad, 1980, 334 p. (in Russ.).
22. Kutovaya L.V. *Kompleksnyy parametr protsessy obrabotki voloknistykh suspenziy beznozhevym sposobom v ustanovke tipa «struya-pregrada»: dis. ... kand. tekhn. nauk*. [Complex parameter of the process of processing fibrous suspensions using a knifeless method in a “jet-obstacle” type installation: dis. ...cand. tech. Sci.]. Krasnoyarsk, 1998, 150 p. (in Russ.).
23. Kaplev Ye.V., Yurtayeva L.V., Alashkevich Yu.D., Tarazeyev D.S. *Materialy III Vserossiyskoy nauchno-prakticheskoy konferentsii s uchastiyem molodykh uchennykh «Sovremennyye tendentsii razvitiya khimicheskoy tekhnologii, promyshlennoy ekologii i ekologicheskoy bezopasnosti»*. [Materials of the III All-Russian scientific and practical conference with the participation of young scientists “Modern trends in the development of chemical technology, industrial ecology and environmental safety”]. St. Petersburg, 2022, pp. 23–26. (in Russ.).
24. Patent 2314381 (RU). 20.09.2009. (in Russ.).
25. Obolenskaya A.V., Yel'nitskaya Z.P., Leonovich A.A. *Laboratornyye raboty po khimii drevesiny i tsellyulozy: uchebnoye posobiye dlya vuzov*. [Laboratory work on the chemistry of wood and cellulose: a textbook for universities]. Moscow, 1991, 320 p. (in Russ.).
26. GOST 6840-78. *Tsellyuloza. Metod opredeleniya al'fa-tsellyulozy*. [GOST 6840-78. Cellulose. Alpha cellulose determination method]. Moscow, 1978, 7 p. (in Russ.).
27. ISO 5267-1:1999/Cor.1:2001. *Tsellyuloza. Opredeleniye sposobnosti k obezvozhivaniyu. Chast' 1. Metod Shopper-Riglera*. [ISO 5267-1:1999/Cor.1:2001. Cellulose. Determination of dehydration capacity. Part 1. Schopper-Rigler method]. 2001, 8 p. (in Russ.).
28. ISO 5269-1:2005. *Tsellyuloza. Prigotovleniye laboratornykh listov dlya fizicheskikh ispytaniy. Chast' 1. Metod s primeneniym standartnogo listootlivnogo apparata*. [ISO 5269-1:2005. Cellulose. Preparation of laboratory sheets for physical tests. Part 1. Method using a standard sheet casting machine]. 2005, 12 p. (in Russ.).
29. ISO 5270:2012. *Tsellyuloza. Laboratornyye listy. Opredeleniye fizicheskikh svoystv*. [ISO 5270:2012. Cellulose. Laboratory sheets. Determination of physical properties]. 2012, 20 p.; ISO 1974:2012. *Bumaga. Opredeleniye soprotivleniya razdiraniyu. Metod El'mendorfa*. [ISO 1974:2012. Paper. Determination of tear resistance. Elmendorf method]. 2012, 20 p.; ISO 1924-2:2008. *Bumaga i karton. Opredeleniye prochnosti pri rastyazhenii*. [ISO 1924-2:2008. Paper and cardboard. Determination of tensile strength]. 2008, 20 p. (in Russ.).

30. GOST 9105-74. *Tsellyuloza. Metod opredeleniya sredney stepeni polimerizatsii*. [GOST 9105-74. Cellulose. Method for determining the average degree of polymerization]. Moscow, 1974, 7 p. (in Russ.).
31. Obolenskaya A.V., Shchegolev V.P., Akim G.L. i dr. *Prakticheskiye raboty po khimii drevesiny i tsellyulozy*. [Practical work on the chemistry of wood and cellulose]. Moscow, 1985, 412 p. (in Russ.).
32. Voronin I.A. *Netraditsionnyy sposob obrabotki voloknistykh suspenziy s ispol'zovaniyem inertionnykh tel v tsellyulozno-bumazhnom proizvodstve: dis. ... kand. tekhn. nauk*. [Unconventional method of processing fibrous suspensions using inertial bodies in pulp and paper production: dis. ...cand. tech. Sci.]. Krasnoyarsk, 2011, 156 p. (in Russ.).
33. Vasyutin V.G. *Intensifikatsiya protsessa kombinirovannogo razmola tsellyuloznykh suspenziy: diss. ... kand. tekhn. nauk*. [Intensification of the process of combined grinding of cellulose suspensions: dissertation. ...cand. tech. Sci.]. Krasnoyarsk, 1987, 166 p. (in Russ.).
34. Azarov V.I., Burov A.V., Obolenskaya A.V. *Khimiya drevesiny i sinteticheskikh polimerov: ucheb. dlya vuzov*. [Chemistry of wood and synthetic polymers: textbook. for universities]. St. Petersburg, 1999, pp. 578–579. (in Russ.).
35. Goncharov V.N. *Teoreticheskiye osnovy razmola voloknistykh materialov v nozhevykh mashinakh: dis. ... dokt. tekhn. nauk*. [Theoretical foundations of grinding fibrous materials in knife machines: thesis. ... doc. tech. Sci.]. Leningrad, 1990, 433 p. (in Russ.).
36. Anur'yev V.I. *Spravochnik konstruktora-mashinostroitel'ya: V 3-kh t.* [Handbook of mechanical engineering designer: In 3 volumes]. Moscow, 2001, vol. 1, 920 p. (in Russ.).
37. Karpushkin S.V., Krasnyanskiy M.N., Borisenko A.B. *Raschoty i vybor mekhanicheskikh peremeshivayushchikh ustroystv vertikal'nykh yemkostnykh apparatov: uchebnoye posobiye*. [Calculations and selection of mechanical mixing devices for vertical capacitive devices: a textbook]. Tambov, 2009, 168 p. (in Russ.).
38. GOST 3584-73. *Setki provolochnyye tkanyye s kvadratnymi yacheykami kontrol'nyye i vysokoy tochnosti. Tekhnicheskkiye usloviya*. [GOST 3584-73. Wire woven mesh with square cells for control and high precision. Technical conditions]. Moscow, 1975, 8 p. (in Russ.).

Received October 17, 2022

Revised January 25, 2023

Accepted March 31, 2023

**For citing:** Yurtayeva L.V., Alashkevich Y.D., Kaplev E.V., Vasilyeva D.Y., Slizikova E.A. *Khimiya Rastitel'nogo Syr'ya*, 2023, no. 3, pp. 317–327. (in Russ.). DOI: 10.14258/jcprm.20230312008.

