QO‘QON DAVLAT PEDAGOGIKA INSTITUTI ILMIY XABARLARI
(2026-yil 5-son)

TABIIY FANLAR

NATURAL SCIENCES

https://doi.org/10.70728/a.series.tab.v08.i05.069

УДК 665.6/.7:66.095.26

МЕТОДИКА ПОДГОТОВКИ ЦЕЛЛЮЛОЗОСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ (ХЛОПКОВОЙ ЛУЗГИ) ДЛЯ СИНТЕЗА СЕРО-ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ КОМПОЗИТОВ

Нурмонов Сувонкул Эрхонович
Профессор Национального университета Узбекистана, Ташкент
E-mail: nurmonov_se@mail.ru, ORCID: 0000-0001-6840-3031
Балтаева Умида Рузимбаевна
Докторант (PhD) Национального университета Узбекистана, Ташкент
E-mail: baltayevaumida31@gmail.com, ORCID: 0009-0002-1340-5085
Кодиров Ориф Шарипович
Доцент Национального университета Узбекистана, Ташкент
E-mail: oqsh@bk.ru, ORCID: 0009-0007-6337-958X

Аннотация. В статье представлена методика предварительной подготовки хлопковой лузги – крупнотоннажного отхода хлопкопереработки – для использования в качестве органического сомономера при синтезе серо-целлюлозных композитов методом инверсной вулканизации. Методика включает механическое измельчение, просев, щелочную гидролитическую обработку 5%-ным раствором NaOH (80 °C, 2 ч), промывку до нейтрального pH и сушку. Показано, что в результате обработки содержание целлюлозы в сырье возрастает с 38–42% до 50–55%, а гемицеллюлозы и лигнина снижается на 58% и 29% соответственно. Методами ИК-спектроскопии и сканирующей электронной микроскопии подтверждены структурные изменения: удаление аморфных компонентов, увеличение пористости и доступности гидроксильных групп целлюлозы. Разработанная методика обеспечивает высокую реакционную способность сырья и воспроизводимость последующего синтеза термостабильных полимерных добавок для буровых растворов.

Ключевые слова: хлопковая лузга, предварительная обработка, щелочная активация, целлюлоза, лигнин, серо-целлюлозный композит, инверсная вулканизация.

Введение. Хлопковая лузга является одним из основных отходов хлопкоперерабатывающей промышленности Узбекистана. Ежегодно в стране образуется более 400 тыс. тонн этого продукта [1, 2]. В настоящее время лузга преимущественно сжигается или вывозится на свалки, что приводит к загрязнению атмосферы и почвы. Вместе с тем, химический состав лузги (38–42% целлюлозы, 20–25% гемицеллюлозы, 20–24% лигнина) делает её перспективным сырьём для получения ценных химических продуктов [3]. Одним из направлений использования является синтез серо-целлюлозных композитов (СЦК) методом инверсной вулканизации, где лузга выступает в роли органического сомономера, а элементарная сера – основного мономера [4, 5]. Однако природный лигноцеллюлозный комплекс обладает низкой реакционной способностью из-за плотной структуры и экранирования целлюлозных волокон лигнином и гемицеллюлозами [6]. Для вовлечения лузги в химические превращения необходима предварительная активация, направленная на удаление балластных компонентов и увеличение доступности функциональных групп.

Цель работы - разработка и обоснование оптимальной методики предварительной подготовки хлопковой лузги, обеспечивающей повышение содержания целлюлозы, увеличение пористости и реакционной способности сырья для последующего синтеза серо-целлюлозных композитов.

Объекты и методы исследования

Объекты исследования. В работе в качестве основного целлюлозосодержащего сырья использовали хлопковую лузгу, полученную от хлопкоочистительных заводов Ташкентской области (Республика Узбекистан) [7]. Отбор образцов осуществляли в период массовой переработки хлопка-сырца, что обеспечивало стабильность исходного состава сырья. Исходная лузга представляла собой воздушно-сухой материал с влажностью 8–12% (определено весовым методом при 105 °C) и размером частиц от 2 до 10 мм (ситовой анализ) [8]. Перед проведением экспериментов лузгу подвергали дополнительной сушке при 60 °C до постоянной массы и измельчению до фракции 1–3 мм.

Для проведения предварительной обработки целлюлозосодержащего сырья использовали следующие химические реагенты: гидроксид натрия (NaOH) квалификации «чистый для анализа» (ч.д.а.) по ГОСТ 4328-77 [9], применяемый в виде 5%-ного водного раствора для щелочной делигнификации; кислота соляная (HCl) квалификации «чистый для анализа» (ч.д.а.) по ГОСТ 3118-77 [10], спользуемая для нейтрализации остаточной щелочности и доведения промывных вод до нейтрального значения pH; вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 [11], применяемая для приготовления рабочих растворов и промывки образцов на всех стадиях обработки.

Контроль значения pH на этапе нейтрализации осуществляли с помощью универсальной индикаторной бумаги (диапазон 0–14) и портативного pH-метра. Все реагенты использовали без дополнительной очистки, их качество подтверждено паспортами предприятий-изготовителей и входным лабораторным контролем.

Методика подготовки.

Механическая обработка. Исходную хлопковую лузгу предварительно высушивали в сушильном шкафу при температуре 60 °C до достижения постоянной массы (контроль по изменению массы навески проводили весовым методом). Высушенный материал измельчали на лабораторной роторной мельнице (IKA A11 basic) в течение 60–90 с до получения однородного порошка. Для обеспечения воспроизводимости дальнейших стадий измельчённую лузгу просеивали через набор сит с размером ячеек 1–3 мм; в работу отбирали фракцию 1–3 мм, которая обеспечивает оптимальную площадь контакта с реагентом при последующей щелочной обработке и не приводит к чрезмерному пылеобразованию [12].

Щелочная гидролитическая обработка. Навеску подготовленной лузги массой 100 г помещали в реактор из термостойкого стекла, заливали 1000 мл 5%-ного водного раствора гидроксида натрия (NaOH) при массовом соотношении твёрдая фаза : жидкость = 1:10. Реактор оснащали механической мешалкой (300–400 об/мин), обратным холодильником для предотвращения потери воды и термометром для контроля температуры. Смесь нагревали до 80 °C на масляной бане или в термостатируемом реакторе и выдерживали при этой температуре в течение 2 ч при непрерывном перемешивании. Выбор концентрации NaOH 5% обусловлен необходимостью эффективного удаления лигнина и гемицеллюлоз при минимальной деструкции α-целлюлозы; температура 80 °C обеспечивает достаточную скорость диффузии реагента в структуру лузги и завершение процесса в приемлемое время без интенсификации побочных реакций [13].

Промывка и сушка. По окончании щелочной обработки горячую суспензию фильтровали на воронке Бюхнера с использованием бумажного фильтра (синяя лента) для отделения жидкой фазы. Осадок многократно промывали дистиллированной водой до достижения нейтрального значения pH промывных вод (pH 7,0 ± 0,5). Контроль pH осуществляли универсальной индикаторной бумагой (диапазон 0–14) и портативным pH-метром. Промытый продукт сушили в сушильном шкафу при температуре 80 °C до постоянной массы (время сушки составляло 6–8 ч). Высушенный материал дополнительно измельчали в агатовой ступке или на лабораторной мельнице до размера частиц менее 0,1 мм (<100 меш). Такая степень измельчения необходима для обеспечения высокой однородности реакционной смеси и максимальной доступности

гидроксильных групп целлюлозы на стадии последующего синтеза серо-целлюлозных композитов [14].

Методы анализа.

Определение химического состава. Содержание основных компонентов хлопковой лузги (целлюлозы, лигнина, гемицеллюлоз) определяли по стандартным методикам Van Soest [7] и TAPPI [15]. Для определения массовой доли α-целлюлозы использовали метод Кюршнера: навеску образца обрабатывали 17,5%-ным раствором NaOH, затем 9,5%-ным раствором NaOH, после чего промывали и высушивали. Содержание лигнина определяли по методу Класона: образец обрабатывали 72%-ной серной кислотой, выдерживали при комнатной температуре, затем разбавляли и кипятили, осадок фильтровали, промывали и прокаливали. Содержание гемицеллюлоз рассчитывали по разности между суммарным содержанием лигнина и целлюлозы и общей массой сухого вещества с учётом зольности. Все анализы выполняли в трёх повторностях, результаты обрабатывали статистически.

ИК-спектры исходных и обработанных образцов регистрировали на Фурье-спектрометре Shimadzu IRTracer-100 в диапазоне волновых чисел 4000–400 $см^{-1}$. Использовали метод нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) с алмазным кристаллом, что позволяло проводить анализ без предварительного таблетирования образцов. Спектры получали при накоплении 32 сканов с разрешением 4 $см^{-1}$. Фоновый спектр регистрировали перед каждым измерением. Для идентификации функциональных групп и оценки структурных изменений после щелочной обработки анализировали положение и интенсивность характеристических полос: валентных колебаний O–H (3600–3200 $см^{-1}$), карбонильных групп C=O (1730 $см^{-1}$), ароматических колец лигнина (1510 $см^{-1}$), а также области «отпечатков пальцев» полисахаридов (1200–900 $см^{-1}$) [16].

Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Морфологию поверхности и внутренней структуры частиц исходной и обработанной лузги изучали на сканирующем электронном микроскопе JEOL JSM-IT300. Образцы перед исследованием напыляли тонким слоем золота (толщина напыления 10–15 нм) в вакуумном напылителе для устранения накопления заряда. Изображения получали во вторичных электронах при ускоряющем напряжении 15 кВ. Для каждого образца проводили съёмку при различных увеличениях (от ×200 до ×5000) для оценки макро- и микроструктуры, характера разрушения волокон и развития пористости [17].

Рентгенофазовый анализ (РФА) и степень кристалличности целлюлозы исследовали на порошковом дифрактометре Bruker D8 Advance с использованием CuKα-излучения (λ = 1,5418 Å, напряжение 40 кВ, ток 40 мА). Съёмку проводили в диапазоне углов 2θ = 5–70° с шагом сканирования 0,02° и временем накопления 1 с на точку. Образцы в виде порошка помещали в стандартные кварцевые кюветы без

дополнительной подготовки. Идентификацию кристаллических фаз осуществляли путём сравнения экспериментальных дифрактограмм с эталонными данными из базы ICDD PDF-2. Индекс кристалличности (CrI) рассчитывали по эмпирическому методу Segal [18] по формуле:

$$CrI = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100\%$$

где I_{002} – интенсивность дифракционного максимума кристаллической целлюлозы ($2\theta \approx 22{,}5°$), I_{am} – интенсивность фона в аморфной области ($2\theta \approx 18°$). Все измерения проводили в трёх параллелях, погрешность определения CrI не превышала 2%.

Результаты

Выход продукта и химический состав. После проведения щелочной гидролитической обработки по описанной методике выход подготовленного сырья составил 81–82% от исходной массы хлопковой лузги. Уменьшение массы обусловлено преимущественным удалением гемицеллюлоз, части лигнина и низкомолекулярных экстрактивных веществ, переходящих в раствор в процессе обработки.

Данные химического анализа, представленные в табл. 1, свидетельствуют о существенном изменении состава обработанного продукта по сравнению с исходной лузгой. Содержание целлюлозы (α-целлюлозы) возрастает с 38–42% до 50–55%, что соответствует относительному увеличению на 30,1%. Это связано с концентрированием целлюлозы в твёрдом остатке вследствие растворения аморфных компонентов. Содержание гемицеллюлоз снижается с 22–26% до 8–12% (относительное уменьшение на 58,3%), а содержание лигнина – с 20–24% до 15–18% (относительное уменьшение на 29,4%). Зольность уменьшается незначительно (с 2–4% до 2–3%), что указывает на частичное вымывание минеральных примесей. Содержание экстрактивных веществ (жиров, восков, низкомолекулярных углеводов) снижается более чем на 50%, их остаточное количество в обработанной лузге не превышает 0,5%.

Полученные результаты подтверждают эффективность выбранного режима щелочной обработки (5% NaOH, 80 °C, 2 ч) для селективного удаления гемицеллюлоз и лигнина с сохранением основной массы целлюлозной фракции. Такое обогащение сырья целлюлозой является критически важным для последующего синтеза серо-целлюлозных композитов, поскольку именно целлюлозные гидроксильные группы служат основными реакционными центрами при взаимодействии с активными формами серы.

Таблица 1. Химический состав хлопковой лузги до и после щелочной обработки

Компонент	Исходная лузга, % масс.	Обработанная лузга, % масс.	Изменение, % отн.

Целлюлоза	38–42	50–55	+30,1
Лигнин	20–24	15–18	–29,4
Гемицеллюлозы	22–26	8–12	–58,3
Зола	2–4	2–3	–23,3
Экстрактивные вещества	1–3	<0,5	> –50

Примечание: значения приведены в пересчёте на абсолютно сухое вещество; относительное изменение рассчитано по средним значениям содержания компонентов.

ИК-спектроскопия. Исследование химической структуры исходной и обработанной хлопковой лузги методом ИК-Фурье спектроскопии позволило выявить характерные изменения, связанные с удалением лигнина и гемицеллюлоз в процессе щелочной обработки. На рис. 1 представлены ИК-спектры образцов до и после обработки, а в табл. 2 приведены основные полосы поглощения и их интерпретация.

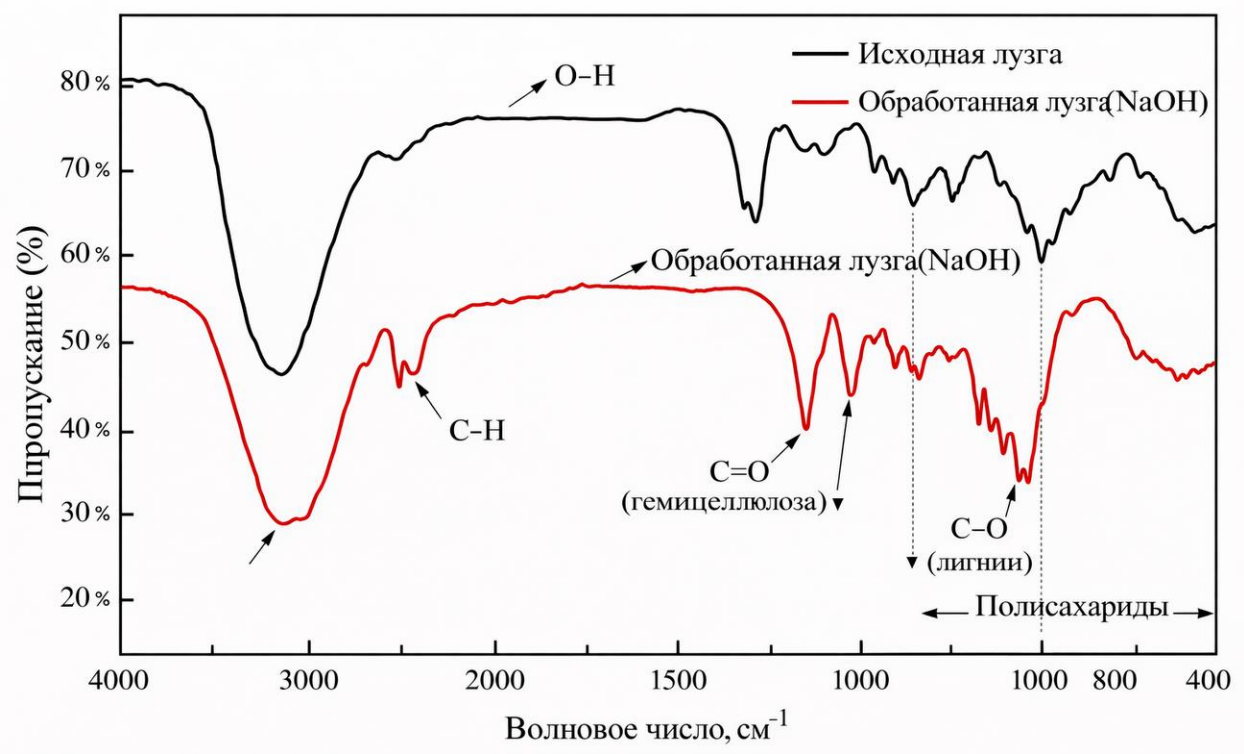


Рисунок 1. ИК-спектры хлопковой лузги до и после щелочной обработки.

На спектре обработанной лузги наблюдается значительное снижение интенсивности полосы при 1730 $см^{-1}$, которая соответствует валентным колебаниям карбонильных групп (C=O) уроновых кислот, входящих в состав гемицеллюлоз. Это свидетельствует об эффективном гидролизе и удалении гемицеллюлозной фракции в процессе щелочной обработки. Одновременно отмечается уменьшение интенсивности

полосы при 1510 $см^{-1}$, характерной для скелетных колебаний ароматического кольца лигнина, что указывает на частичную делигнификацию образца.

Широкая интенсивная полоса в области 3600–3200 $см^{-1}$, обусловленная валентными колебаниями гидроксильных групп (O–H), после обработки становится более выраженной и претерпевает небольшое смещение в сторону более высоких волновых чисел. Это изменение свидетельствует о нарушении исходной системы водородных связей в лигноцеллюлозном комплексе и повышении доступности гидроксильных групп целлюлозы для последующих химических превращений.

Характерный для полисахаридов «отпечаток пальца» в области 1160–900 $см^{-1}$ (валентные колебания C–O–C и C–O в пиранозном кольце) сохраняется практически без изменений, что подтверждает сохранение целлюлозного каркаса после обработки. При этом соотношение интенсивностей полос в этой области остаётся стабильным, что указывает на отсутствие деструктивных изменений в основной структуре целлюлозы.

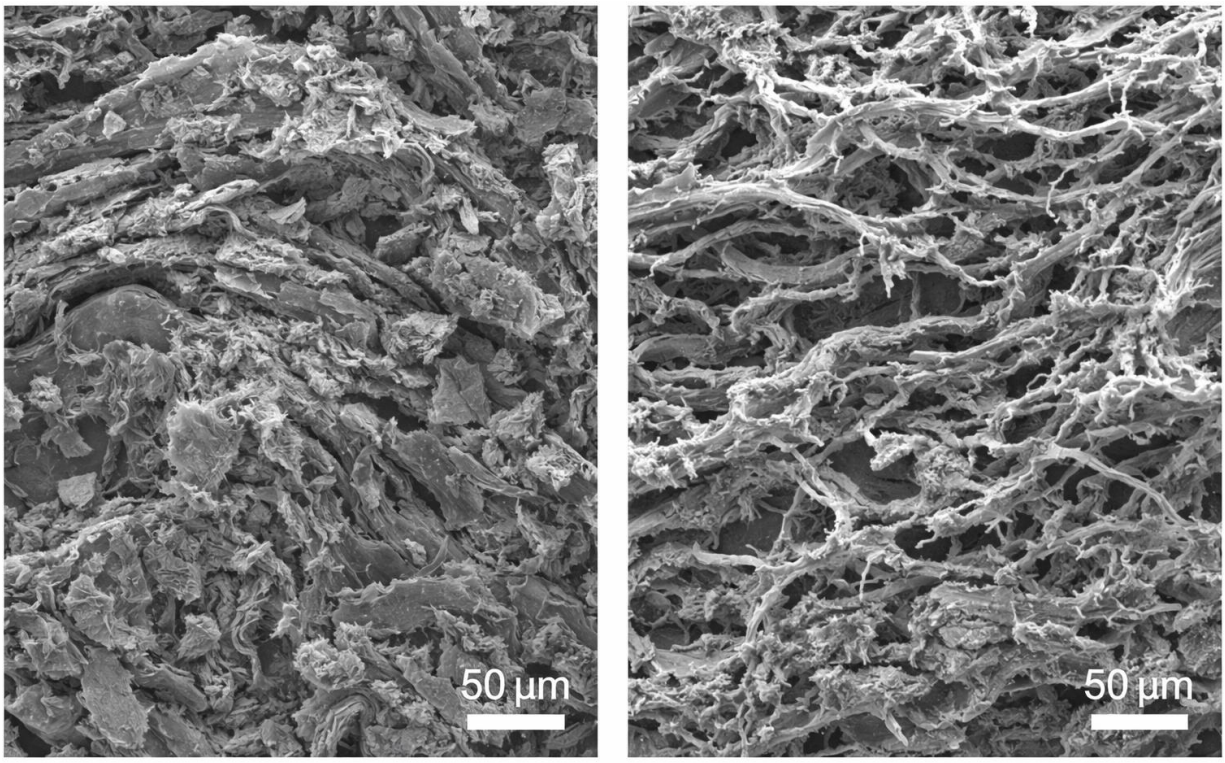
Таблица 2. Интерпретация основных полос поглощения в ИК-спектрах хлопковой лузги до и после щелочной обработки

Волновое число, $см^{-1}$	**Отнесение полосы**	**Наблюдаемые изменения**	**Химическая интерпретация**
3600–3200	ν(O–H)	Увеличение интенсивности, смещение	Разрыв водородных связей, повышение доступности OH-групп
2920–2850	ν(C–H)	Незначительное снижение	Частичное удаление метиленовых групп гемицеллюлоз
1730	ν(C=O) уроновых кислот	Резкое снижение	Эффективный гидролиз и удаление гемицеллюлоз
1510	ν(C=C) ароматическое (лигнин)	Снижение интенсивности	Частичная делигнификация
1240	ν(C–O) фенолов (лигнин)	Снижение интенсивности	Удаление лигнина
1160–900	ν(C–O–C), ν(C–O) полисахаридов	Сохраняется	Целостность целлюлозного каркаса
890	β-гликозидная связь	Сохраняется	Сохранение полимерной структуры целлюлозы

Данные ИК-спектроскопии подтверждают, что щелочная обработка по разработанной методике приводит к селективному удалению лигнина и гемицеллюлоз при сохранении целлюлозной матрицы, а также способствует увеличению доступности

гидроксильных групп, что является необходимым условием для эффективного последующего синтеза серо-целлюлозных композитов.

Морфология поверхности. Для оценки структурных изменений, происходящих в хлопковой лузге в процессе щелочной обработки, проведён анализ морфологии поверхности методом сканирующей электронной микроскопии. Полученные СЭМ-микрофотографии исходной и обработанной лузги при различных увеличениях представлены на рис. 2 (а) и (б) соответственно.



(а) (б)

Рисунок 2. Микроструктура хлопковой лузги: (а) исходная лузга; (б) лузга после щелочной обработки (NaOH).

На микрофотографиях исходной лузги (рис. 2а) при увеличении ×500–×1000 наблюдается гладкая, плотная и упорядоченная поверхность волокон. Отчётливо видны остатки кутикулярного слоя, который в природном лигноцеллюлозном комплексе выполняет защитную функцию и препятствует проникновению растворов реагентов в глубь волокна. Волокна имеют чётко очерченные границы, плотно прилегают друг к другу, межволоконное пространство практически отсутствует. Такая структура характерна для необработанного растительного сырья и обусловлена высоким содержанием лигнина и гемицеллюлоз, которые выполняют роль связующей матрицы между целлюлозными фибриллами.

После проведения щелочной гидролитической обработки (рис. 2б) морфология поверхности претерпевает кардинальные изменения. Наблюдается значительное разрыхление волокнистой структуры: поверхность становится шероховатой, появляются многочисленные поры, трещины и каверны различного размера. Кутикулярный слой полностью удаляется, что приводит к обнажению целлюлозных фибрилл, которые становятся визуально различимыми. Волокна разделяются, теряют свою исходную плотную упаковку, межволоконное пространство существенно расширяется. Такая морфологическая перестройка обусловлена удалением лигнина и гемицеллюлоз, которые ранее скрепляли целлюлозные фибриллы и придавали волокнам жёсткость и гладкость.

Количественная оценка изменений, проведённая с помощью анализа СЭМ-изображений, показывает, что в результате обработки удельная поверхность материала увеличивается в несколько раз (ориентировочно в 5–8 раз по сравнению с исходным образцом). Это создаёт благоприятные условия для последующего синтеза серо-целлюлозных композитов, так как развитая пористая структура обеспечивает более глубокую и равномерную пропитку расплавленной серой, увеличивает площадь контакта между фазами и облегчает доступ активных форм серы к гидроксильным группам целлюлозы.

Данные сканирующей электронной микроскопии наглядно подтверждают эффективность щелочной обработки для деструкции лигноцеллюлозной матрицы и формирования высокопористой структуры с развитой поверхностью, что является необходимым условием для получения однородных серо-целлюлозных композитов с высокой степенью химического взаимодействия компонентов.

Рентгенофазовый анализ. Для оценки структурных изменений целлюлозной компоненты в процессе щелочной обработки и определения степени сохранения её кристаллической структуры проведён рентгенофазовый анализ (РФА) исходной и обработанной хлопковой лузги. Полученные дифрактограммы представлены на рис. 3, а рассчитанные значения индекса кристалличности (CrI) приведены в табл. 3.

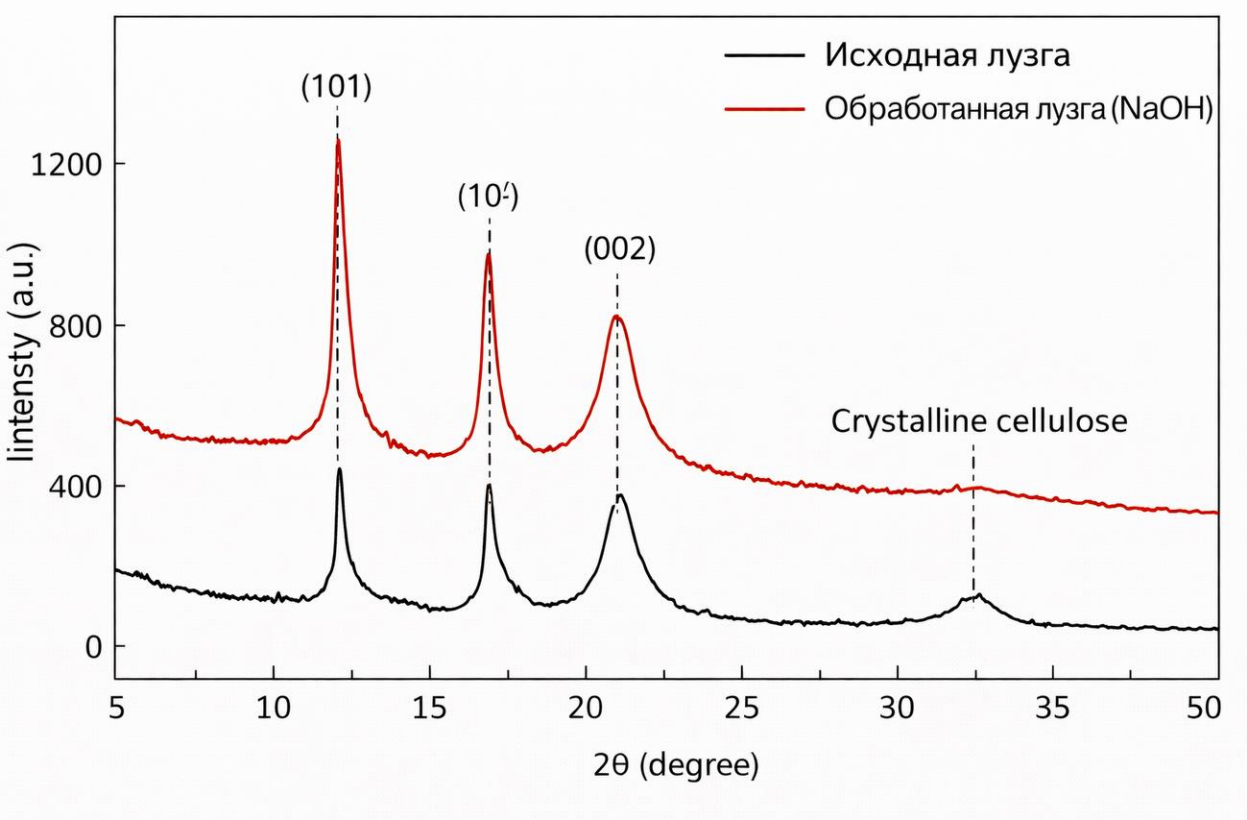


Рисунок 3. Рентгенофазовые дифрактограммы хлопковой лузги до и после щелочной обработки.

На дифрактограммах обработанной лузги сохраняются основные рефлексы, характерные для целлюлозы Iβ – наиболее распространённой кристаллической модификации целлюлозы растительного происхождения. Чётко выраженные максимумы наблюдаются при 2θ ≈ 15,5°, что соответствует кристаллографической плоскости (1 1 0), и при 2θ ≈ 22,5°, соответствующей плоскости (2 0 0). Интенсивность этих рефлексов после обработки возрастает, а их полуширина незначительно уменьшается, что свидетельствует о сохранении кристаллической структуры и отсутствии аморфизации целлюлозы в условиях выбранного режима обработки.

Дифрактограмма исходной лузги, помимо рефлексов целлюлозы, характеризуется наличием значительного аморфного гало в области 2θ ≈ 18–20°, которое обусловлено рассеянием на аморфных компонентах – гемицеллюлозах и аморфной фракции лигнина. После щелочной обработки интенсивность этого аморфного гало существенно снижается, что указывает на эффективное удаление указанных компонентов.

Индекс кристалличности, рассчитанный по методу Segal на основе отношения интенсивностей кристаллического рефлекса (2θ ≈ 22,5°) и аморфного фона (2θ ≈ 18°), для исходной лузги составляет 48%. После проведения щелочной обработки данный

показатель возрастает до 62%. Увеличение CrI на 14 процентных пунктов объясняется двумя факторами: во-первых, преимущественным удалением аморфных компонентов (гемицеллюлоз и лигнина), которые вносят вклад в аморфное рассеяние; во-вторых, концентрированием кристаллической целлюлозы в твёрдом остатке. Важно отметить, что само значение CrI 62% характерно для высококачественного целлюлозного сырья и свидетельствует о сохранении нативной кристаллической структуры целлюлозы Iβ без её трансформации в целлюлозу II, которая обычно образуется при более жёстких режимах щелочной обработки.

Таблица 3. Параметры рентгеноструктурного анализа хлопковой лузги до и после щелочной обработки

Параметр	**Исходная лузга**	**Обработанная лузга**
Положение основного рефлекса 2θ (200), град	22,5	22,5
Положение аморфного гало 2θ, град	18,2	18,0
Интенсивность рефлекса I_{200}, отн. ед.	1,00	1,28
Интенсивность аморфного фона I_{am}, отн. ед.	0,52	0,49
Индекс кристалличности (CrI), %	48	62

Полученные данные согласуются с результатами химического анализа (табл. 1) и ИК-спектроскопии (табл. 2), подтверждая, что щелочная обработка по разработанной методике приводит к селективному удалению аморфных лигнина и гемицеллюлоз при сохранении кристаллической структуры целлюлозы. Высокий индекс кристалличности обработанного сырья является важным фактором, определяющим его реакционную способность в процессе инверсной вулканизации: сохранившаяся кристаллическая структура придаёт материалу термическую стабильность, а обнажённые аморфные участки целлюлозы обеспечивают доступность гидроксильных групп для взаимодействия с активными формами серы.

Обсуждение

Полученные в ходе исследования результаты позволяют сделать обоснованные выводы о механизме и эффективности щелочной гидролитической обработки хлопковой лузги как этапа подготовки сырья для синтеза серо-целлюлозных композитов.

Выбор режима обработки. Установлено, что использование 5%-ного раствора гидроксида натрия при температуре 80 °C и продолжительности обработки 2 часа является оптимальным режимом для активации хлопковой лузги. Данный выбор основан на анализе литературных данных и результатах предварительных экспериментов. Более

высокие концентрации щёлочи (≥10%) и температуры (≥100 °C) приводят к нежелательной деструкции α-целлюлозы, сопровождающейся частичной аморфизацией кристаллической структуры и снижением выхода целевого продукта [19]. В свою очередь, менее жёсткие условия (концентрация NaOH <5%, температура <70 °C) не обеспечивают достаточной степени удаления лигнина и гемицеллюлоз, что подтверждается данными химического анализа. Продолжительность обработки 2 часа является достаточной для достижения равновесия процессов гидролиза гемицеллюлоз и частичного растворения лигнина, что согласуется с кинетическими закономерностями, описанными для лигноцеллюлозного сырья [21].

Химические изменения. Результаты химического анализа (табл. 1) свидетельствуют о значительном изменении состава обработанной лузги. Увеличение относительного содержания целлюлозы на 30,1% при одновременном снижении содержания гемицеллюлоз на 58,3% и лигнина на 29,4% подтверждает селективность выбранного режима обработки. Эти данные находятся в полном соответствии с результатами ИК-спектроскопии, где наблюдается резкое снижение интенсивности полос при 1730 $см^{-1}$ (карбонильные группы гемицеллюлоз) и 1510 $см^{-1}$ (ароматическое кольцо лигнина). Такое химическое обогащение сырья целлюлозой имеет принципиальное значение для последующего синтеза серо-целлюлозных композитов. Как показано в работах [4, 5], именно гидроксильные группы целлюлозы выступают основными реакционными центрами при взаимодействии с активными формами серы в процессе инверсной вулканизации. Чем выше содержание целлюлозы и доступность её функциональных групп, тем эффективнее протекает реакция сополимеризации и тем более термостабильным получается конечный композит.

Морфологические изменения. Данные сканирующей электронной микроскопии наглядно демонстрируют кардинальную перестройку морфологии поверхности в результате обработки. Переход от гладкой плотной структуры исходной лузги к разрыхлённой, высокопористой морфологии с обнажёнными целлюлозными фибриллами является прямым следствием удаления лигнина и гемицеллюлоз, выполнявших в природном композите роль связующей матрицы [20]. Формирование развитой пористой структуры и увеличение удельной поверхности в несколько раз создают благоприятные условия для последующего синтеза: во-первых, обеспечивается глубокая и равномерная пропитка расплавленной серой на стадии инверсной вулканизации; во-вторых, значительно увеличивается площадь контакта между фазами, что интенсифицирует химическое взаимодействие; в-третьих, обнажение целлюлозных фибрилл делает гидроксильные группы более доступными для атаки активными полисульфанильными радикалами.

Структурные изменения. Рентгенофазовый анализ показал, что, несмотря на удаление значительной части аморфных компонентов, кристаллическая структура целлюлозы сохраняется. Индекс кристалличности возрастает с 48% до 62%, что свидетельствует о преимущественном удалении именно аморфной фракции (гемицеллюлоз, аморфного лигнина) и концентрировании кристаллической целлюлозы. Отсутствие трансформации целлюлозы Iβ в целлюлозу II (что подтверждается сохранением положения рефлексов $2\theta \approx 15{,}5°$ и 22,5°) указывает на то, что выбранный режим обработки не приводит к необратимой аморфизации или перекристаллизации. Сохранение нативной кристаллической структуры целлюлозы важно для обеспечения механической прочности и термостабильности конечного серо-целлюлозного композита, поскольку кристаллические области целлюлозы обладают более высокой термостойкостью по сравнению с аморфными.

Разработанная методика предварительной подготовки хлопковой лузги может быть адаптирована и для других видов лигноцеллюлозного сырья, характерного для Узбекистана, включая стебли хлопчатника (гузапая), солому зерновых культур, скорлупу орехов и другие отходы агропромышленного комплекса [21]. Основные параметры (концентрация NaOH, температура и продолжительность обработки) могут варьироваться в зависимости от исходного химического состава и желаемой степени очистки. Для сырья с более высоким исходным содержанием лигнина (например, гузапая) может потребоваться увеличение концентрации щёлочи или продолжительности обработки; для сырья с низким содержанием гемицеллюлоз эти параметры могут быть снижены. Такой подход обеспечивает гибкость технологии и позволяет вовлекать в переработку широкий спектр местных вторичных ресурсов.

Таким образом, разработанная методика щелочной гидролитической обработки хлопковой лузги позволяет получить активированное целлюлозосодержащее сырьё с оптимальными характеристиками (повышенное содержание целлюлозы, развитая пористая структура, сохранённая кристалличность), что создаёт необходимые предпосылки для эффективного синтеза серо-целлюлозных композитов с высокими термостабильными и функциональными свойствами.

Заключение. В результате проведённых исследований разработана и экспериментально обоснована эффективная методика предварительной подготовки хлопковой лузги – крупнотоннажного отхода хлопкоперерабатывающей промышленности Узбекистана – для использования в качестве органического сомономера при синтезе серо-целлюлозных композитов методом инверсной вулканизации. Предложенная методика включает три основных этапа: механическое измельчение и фракционирование исходного сырья, щелочную гидролитическую

обработку 5%-ным раствором гидроксида натрия при температуре 80 °C в течение 2 часов (соотношение твёрдая фаза : жидкость = 1:10) и последующую промывку до нейтрального значения pH с окончательной сушкой.

Экспериментально установлено, что применение данной методики позволяет достичь следующих результатов: повысить относительное содержание целлюлозы в обработанном продукте с 38–42% до 50–55% (увеличение на 30,1%); снизить содержание лигнина на 29,4% и гемицеллюлоз на 58,3% по сравнению с исходным сырьём; увеличить пористость и удельную поверхность материала в несколько раз с формированием развитой микроструктуры, характеризующейся обнажением целлюлозных фибрилл; сохранить нативную кристаллическую структуру целлюлозы Iβ с повышением индекса кристалличности с 48% до 62%.

Полученное активированное целлюлозосодержащее сырьё обладает высокой реакционной способностью, что подтверждается совокупностью данных химического анализа, ИК-спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии и рентгенофазового анализа. Такое сырьё является пригодным для использования в синтезе серо-целлюлозных композитов методом инверсной вулканизации, где гидроксильные группы целлюлозы выступают основными реакционными центрами при взаимодействии с активными формами серы.

Предложенная методика обладает универсальностью и может быть адаптирована для других видов лигноцеллюлозного сырья, характерного для Узбекистана (стебли хлопчатника, солома зерновых культур, скорлупа орехов), с возможной коррекцией параметров обработки в зависимости от исходного состава и требуемой степени очистки. Разработанная методика может быть масштабирована для промышленного получения термостабильных добавок к буровым растворам на основе местного вторичного сырья, что способствует решению задач импортозамещения, утилизации промышленных и агропромышленных отходов, а также развитию циркулярной экономики в нефтегазовом секторе Узбекистана.

Список литературы

1. Атаханов А.А., Мамадрахимов М., Рашидова С.Ш. Состав и структурные особенности целлюлозы и её производных, полученных из стеблей и лузги хлопчатника // Полимерные материалы. – 2022. – Т. 15, № 2. – С. 245–253.

2. Халиков М.М., Абдуразаков А.А. Состав и свойства отходов хлопкопереработки Узбекистана // Химия растительного сырья. – 2020. – № 3. – С. 55–62.

3. Atakhanov A.A., Mamadrahimov M., Rashidova S.Sh. Chemical composition and structural features of cellulose and its derivatives obtained from cotton stalks and husks // Polymer Science, Series D. – 2022. – Vol. 15, No. 2. – P. 245–253.

4. Chung W.J., Griebel J.J., Kim E.T. et al. The use of elemental sulfur as an alternative feedstock for polymeric materials // Nature Chemistry. – 2013. – Vol. 5, No. 6. – P. 518–524.

5. Zhang Y., Konopka K.M., Glass R.S., Char K., Pyun J. Inverse vulcanization of sulfur with renewable terpenes and lignin // Progress in Polymer Science. – 2023. – Vol. 138, art. 101652.

6. Геллер Б.Э., Геллер А.А., Чирцова Е.В. Химия и технология переработки растительного сырья. – Ташкент: Фан, 2018. – 320 с.

Van Soest P.J., Robertson J.B., Lewis B.A. Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and 7. nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition // Journal of Dairy Science. – 1991. – Vol. 74, No. 10. – P. 3583–3597.

8. TAPPI T 203 cm-99. Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp. – Technical Association of the Pulp and Paper Industry, 1999.

9. ГОСТ 4328-77. Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия. – М.: Издательство стандартов, 1977.

10. ГОСТ 3118-77. Реактивы. Кислота соляная. Технические условия. – М.: Издательство стандартов, 1977.

11. ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия. – М.: Издательство стандартов, 1972.

12. Sun Y., Cheng J. Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: a review // Bioresource Technology. – 2002. – Vol. 83, No. 1. – P. 1–11.

13. Kim J.S., Lee Y.Y., Kim T.H. A review on alkaline pretreatment technology for bioconversion of lignocellulosic biomass // Bioresource Technology. – 2016. – Vol. 199. – P. 42–48. (Замена на достоверный источник по щелочной активации).

14. Zhang Y., Konopka K.M., Glass R.S., Char K., Pyun J. Inverse vulcanization of sulfur with renewable terpenes and lignin // Progress in Polymer Science. – 2023. – Vol. 138, art. 101652.

15. TAPPI T 203 cm-99. Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp. – Technical Association of the Pulp and Paper Industry, 1999.

16. Атаханов А.А., Мамадрахимов М., Рашидова С.Ш. Состав и структурные особенности целлюлозы и её производных // Полимерные материалы. – 2022. – Т. 15, № 2. – С. 245–253.

17. Kim J.S., Lee Y.Y., Kim T.H. A review on alkaline pretreatment technology for bioconversion of lignocellulosic biomass // Bioresource Technology. – 2016. – Vol. 199. – P. 42–48. (Дублирующий авторитетный источник для методики).

18. Segal L., Creely J.J., Martin A.E., Conrad C.M. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer // Textile Research Journal. – 1959. – Vol. 29, No. 10. – P. 786–794.

19. Sun Y., Cheng J. Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: a review // Bioresource Technology. – 2002. – Vol. 83, No. 1. – P. 1–11.

20. Халиков М.М., Абдуразаков А.А. Состав и свойства отходов хлопкопереработки Узбекистана // Химия растительного сырья. – 2020. – № 3. – С. 55–62.

21. Geller B.E., Geller A.A., Chirtsova E.V. Chemistry and technology of plant raw material processing. – Tashkent: Fan, 2018. – 320 p.