

# Properties of Xylan-Alginate Composites Reinforced with Ultrasound-Activated Birch Cellulose

Natalya V. Garyntseva, Elena V. Gnidan,  
Svetlana A. Novikova, Sergey A. Vorob'ev,  
Valentina S. Borovkova, Boris N. Kuznetsov

## Свойства ксилан-альгинатных композитов, армированных целлюлозой березы, активированной ультразвуком

Н. В. Гарынцева, Е. В. Гнидан, С. А. Новикова,  
С. А. Воробьев, В. С. Боровкова, Б. Н. Кузнецов

### Дополнительные материалы к статье

#### *Пероксидная делигнификация древесины березы*

В стеклянный реактор объемом 250 мл, снабженный механической мешалкой и обратным холодильником, помещали навеску опилок массой 10,0 г (в пересчете на а.с.с). К навеске приливали реакционный раствор объемом 120 мл, состоящий из смеси ледяной уксусной кислоты (25 % мас.), пероксида водорода (5 % мас.) и дистиллированной воды. Добавляли катализатор – промышленный  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$  в количестве 1 % от массы древесины. Делигнификацию проводили в течение 4 ч при температуре 100 °С и гидромодуле 12.

После окончания процесса делигнификации твердый остаток – целлюлозный продукт – отделяли от щелока (отработанного варочного раствора) фильтрованием на воронке Бюхнера, промывали до нейтральной реакции промывных вод и высушивали до воздушно-сухого состояния. Полученный целлюлозный продукт использовали в дальнейшем для получения активированной ультразвуком целлюлозы.

#### *Активация целлюлозы методом ультразвуковой кавитации*

Сначала готовили 1%-ный раствор целлюлозы в воде. 2,0 г полученного целлюлозного продукта заливали 200 мл дистиллированной воды и оставляли на 12 ч при комнатной температуре для набухания. Ультразвуковую обработку суспензии целлюлозы в дистиллированной воде проводили с использованием ультразвукового технологического аппарата серии «Волна-М», модель УЗТА-1/22-ОПД при удельной мощности 70 Вт/см<sup>2</sup>; продолжительность воздействия 16 мин.

#### *Выделение ксилана*

Отработанный реакционный раствор, полученный после пероксидной делигнификации древесины березы, концентрировали на роторном испарителе. К кубовому остатку добавляли пятикратный объем этанола (95 %), при этом происходило осаждение ксилана в виде белого

творожистого осадка. Полученный осадок выдерживали в течение 12 ч при температуре 4 °С. Осадок ксилана отделяли от надосадочной жидкости центрифугированием (центрифуга лабораторная медицинская ОПн-8) при 6000 об/мин в течение 10 мин., затем промывали на фильтре этанолом и сушили на воздухе.

*Получение ксилан-альгинатных пленок, армированных целлюлозой березы, активированной ультразвуком*

Композиции для пленок получали смешением 75 мл 1,5 % раствора альгината натрия с 25 мл 1 % раствора ксилана древесины березы. К полученному раствору при перемешивании добавляли рассчитанное количество 1 % суспензии целлюлозы березы, активированной ультразвуком, получая композиции, содержащие соответственно 10, 20 и 30 % целлюлозы березы, активированной ультразвуком. В качестве пластификатора использовали глицерин в количестве 25 % от массы сухих веществ. Перемешивание смеси осуществляли с использованием магнитной мешалки с подогревом в течение 60 мин., при скорости перемешивания 500 об/мин и температуре 70 °С. Полученные растворы отливали на подложки размером 14x18 см и высушивали при комнатной температуре в течение 48–72 ч.

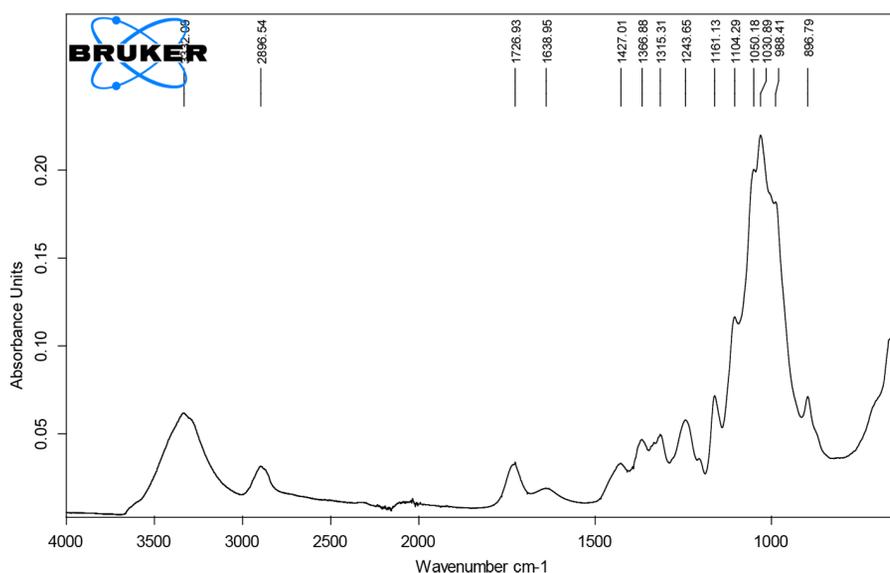


Рис. S 1. ИК-спектр образца целлюлозы, полученной пероксидной делигнификацией древесины березы в среде «уксусная кислота – вода» в присутствии катализатора  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ , активированной ультразвуком

Fig. S 1. FTIR spectrum of cellulose sample obtained by peroxide delignification of birch wood in "acetic acid – water" medium in the presence of catalyst  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$  activated by ultrasound



Рис. S 3. Фотографии суспензии целлюлозы в воде: а – исходная суспензия; б – после ультразвуковой активации

Fig. S 3. Photos of cellulose suspension in water: a – initial suspension; b – after ultrasonic activation

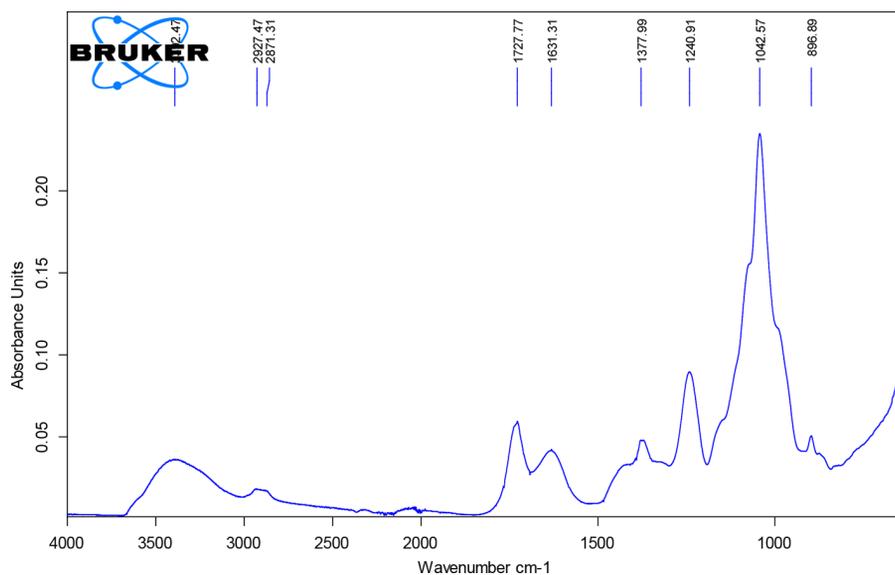


Рис. S 4. ИК-спектр ксилана древесины березы

Fig. S 4. FTIR spectrum of birch wood xylan

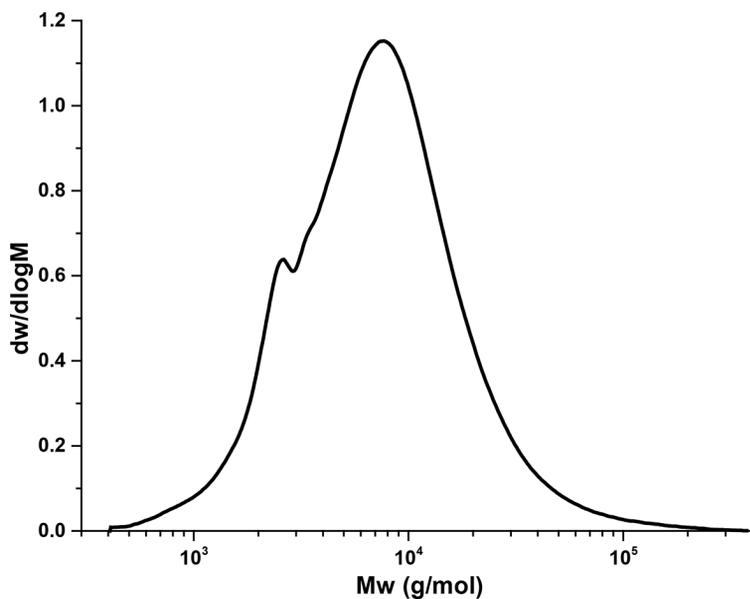


Рис. S 5. Кривая молекулярно-массового распределения ксилана древесины березы

Fig. S 5. Molecular mass distribution curve of birch wood xylan

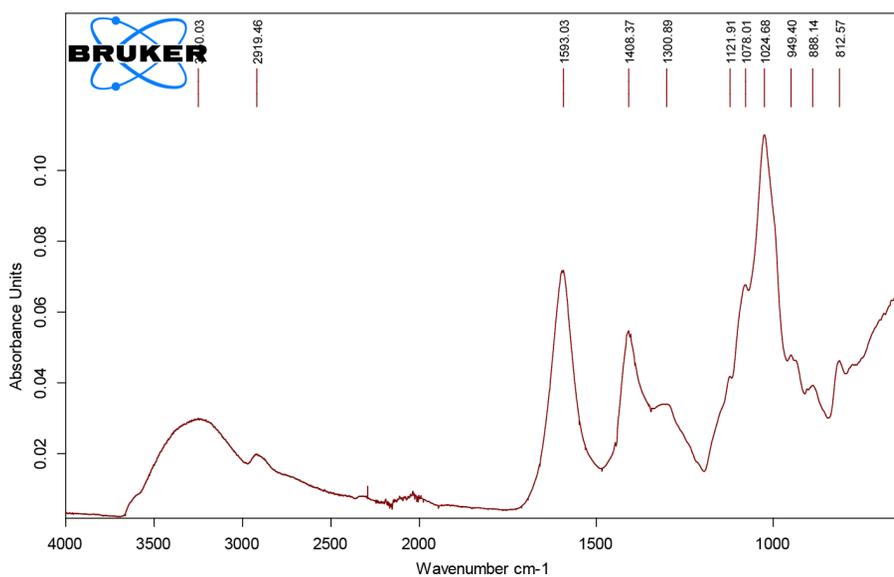


Рис. S 6. ИК-спектр альгината натрия

Fig. S 6. FTIR spectrum of sodium alginate

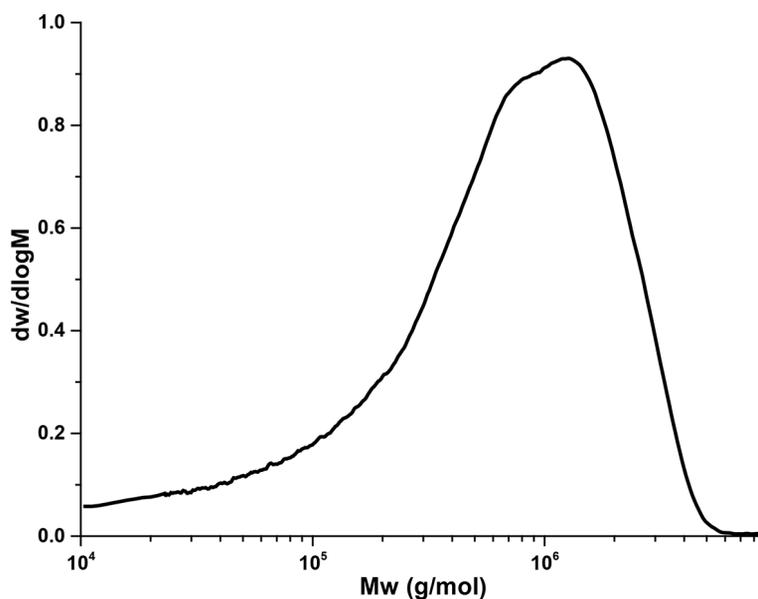


Рис. S 7. Кривая молекулярно-массового распределения промышленного альгината натрия

Fig. S 7. Molecular weight distribution curve of industrial sodium alginate

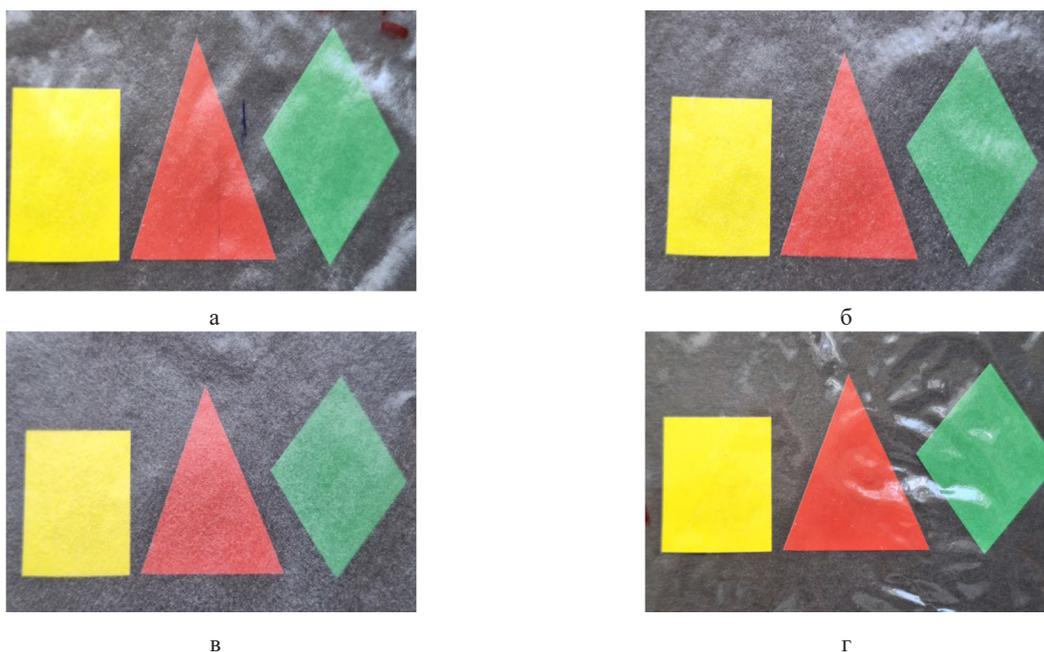


Рис. S 8. Фотографии ксилан-альгинатных пленок, армированных различным количеством целлюлозы березы, активированной ультразвуком: а – 10 %; б – 20 %; в – 30 %; г – ксилан-альгинатная пленка, не содержащая активированную целлюлозу

Fig. S 8. Photographs of xylan-alginate films reinforced with different amounts of ultrasound-activated birch cellulose: a – 10 %; b – 20 %; c – 30 %; d – xylan-alginate film containing no activated cellulose

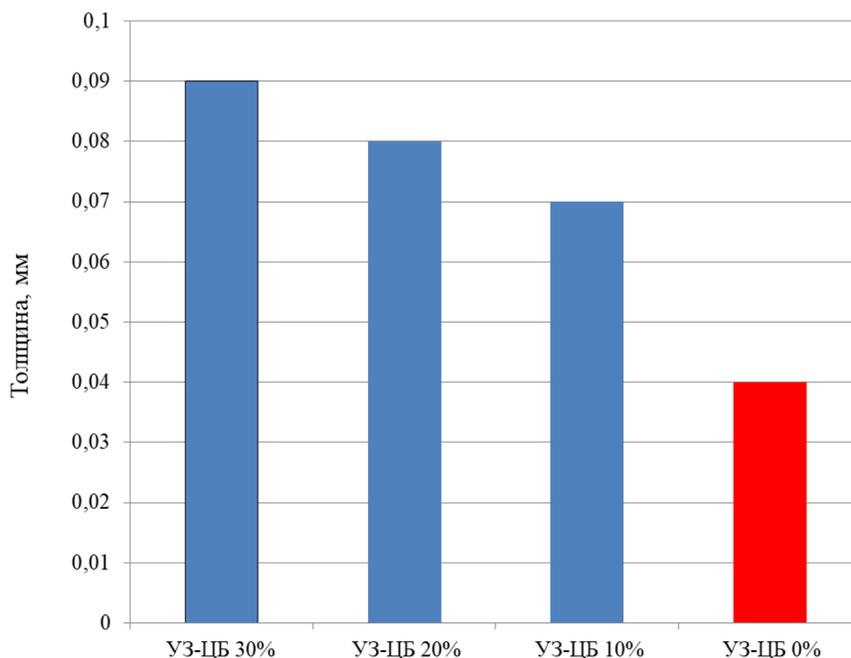


Рис. S 9. Толщина ксилан-альгинатных пленок, армированных различным количеством целлюлозы березы, активированной ультразвуком

Fig. S 9. Thickness of xylan-alginate films reinforced with different amounts of ultrasound-activated birch cellulose

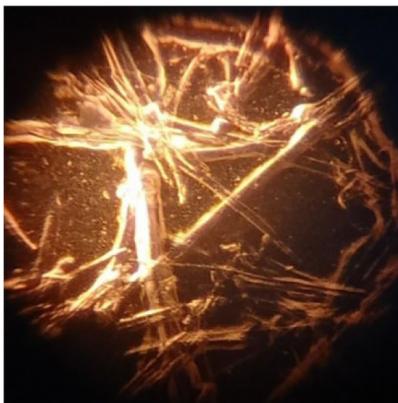


Рис. S 11. Фото ксилан-альгинатной пленки, содержащей 20 % целлюлозы березы, активированной ультразвуком. Увеличение в 15 000 раз (ИК-Фурье-микроскоп Hyperion 1000 (Bruker))

Fig. S 11. Photo of xylan-alginate film containing 20 % ultrasound- activated birch cellulose. 15,000 x magnification (FTIR-microscope Hyperion 1000 (Bruker))