

УДК 547.992.3

А. А. Гордин, Л. Н. Пшеничникова, О. А. Наговицына

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ГИДРОЛИЗНОГО ЛИГНИНА КИРОВСКОГО БИОХИМИЧЕСКОГО ЗАВОДА

В статье рассматриваются методы исследования гидролизного лигнина с Кировского биохимического завода: атомно-абсорбционная спектрофотометрия и пиролитическая хромато-масс-спектрометрия. Гидролизный лигнин образуется на Кировском биохимическом заводе в результате гидролиза растительного сырья разбавленной серной кислотой. С помощью первого метода было определено наличие в гидролизном лигнине тяжелых металлов (их процентное соотношение). Исследование проводилось на атомно-абсорбционном спектрофотометре АА-630 «Shimadzu» (Япония), с использованием атомизации в пламени ацетилен-воздух. Достоинствами данного метода являются простота, высокая селективность и малое влияние состава пробы на результат анализа. Метод хромато-масс-спектрометрии позволил определить компонентный состав высокомолекулярных соединений в исследуемом лигнине. Хромато-масс-спектрометрия была выполнена на приборах HP 5890 GC и HP 5970, произведенных в США.

Ключевые слова: гидролизный лигнин, тяжелые металлы, высокомолекулярные соединения, атомно-абсорбционная спектрофотометрия, пиролитическая хромато-масс-спектрометрия.

В настоящее время Кировский биохимический завод ежегодно перерабатывает огромное количество древесины для получения таких готовых продуктов как этиловый спирт, фурфурол, кормовые дрожжи. Гидролиз растительного сырья протекает в присутствии разбавленной серной кислоты (0,3 – 0,5%). В качестве отхода образуется твердый осадок – лигнин. Гидролизный лигнин (ГЛ) относится к крупнотоннажным отходам, большая

часть которого либо сжигается с целью получения тепла, либо захоранивается на лигнохранилищах [2, 4].

ГЛ состоит из комплекса веществ, различных по химической природе. В него входят измельченный полимеризованный лигнин, остатки полисахаридов, не отмытые при гидролизе моносахара, минеральные и органические кислоты, смолы, воски, азотистые вещества, зольные элементы и металлы [3].

В статье представлены результаты исследования ГЛ с Кировского биохимического завода. С помощью методов атомно-абсорбционной спектрофотометрии (ААС) и пиролитической хромато-масс-спектрометрии были определены составные компоненты лигнина и содержание в нем тяжелых металлов.

ААС представляет собой элементный анализ вещества по атомным спектрам поглощения, которые наблюдаются при пропускании через атомный пар пробы видимого или УФ-излучения. В результате наблюдается переход электронов атомов с нижних энергетических уровней на возбужденные. Каждый переход в атомном спектре сопровождается резонансными линиями, характерными для того или иного элемента. Измерения в данном методе основаны на законе Бугера – Ламберта – Бера. Погрешность определения элементного состава с помощью ААС составляет около 2%, чувствительность не менее 1 мкг/см³, в отдельных случаях до 0,005 мкг/см³ [1].

Исследование состава ГЛ проводилось на атомно-абсорбционном спектрофотометре АА-630 «Shimadzu» (Япония), с использованием атомизации в пламени ацетилен-воздух. Обработка полученных данных осуществлялась с помощью программы Wizzard.

Подготовка пробы к анализу заключалась в сжигании лигнина в муфельной печи при 500 °С в течение 2 часов. Далее полученную золу растворяли в 58%-ой азотной кислоте и фильтровали. Полученный фильтрат вводили в инжектор атомно-абсорбционного спектрофотометра.

Данные по содержанию тяжелых металлов в ГЛ, полученные методом ААС, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Содержание тяжелых металлов в ГЛ

Элемент	Весовое содержание, %
Медь	0,008
Свинец	0,0005
Серебро	0,0000037
Кадмий	0,000003

Анализируя полученные данные с помощью метода ААС, которые представлены в таблице 1, можно сделать вывод, что наличие в лигнине тяжелых металлов незначительное.

Для определения высокомолекулярных соединений в лигнине применяется пиролитическая хромато-масс-спектрометрия. Данный метод используется для анализа, главным образом, смесей органических веществ, встречающихся в следовых количествах. Метод хромато-масс-спектрометрия является гибридным методом, сочетающим в себе жидкостную хроматографию и масс-спектрометрию. За счет хроматографии происходит разделение смеси на компоненты, а за счет масс-спектрометрии – их идентификация. Сам метод масс-спектрометрии основан на ионизации атомов и молекул, входящих в состав смеси, и регистрации спектра масс образовавшихся ионов [1].

Пиролиз ГЛ был выполнен при 650 °С на Pyroga 85 pyrolyzer (Швеция). Хромато-масс-спектрометрия была выполнена на приборах HP 5890 GC и HP 5970 (США).

Таблица 2

Относительное содержание компонентов

Название компонента	Относительное содержание идентифицированных компонентов, %
1	2
Метилгваякол	19,1
Гваякол	9,5
Крезол	5,8
Этилгваякол	5,3

Химические науки

Винилгваякол	5,2
Метилпиркатехин	4,0
1	2
Изоэвгенол	3,4
Диметилфенол	3,3
Метилпирокатехин	3,0
Пирокатехин	2,7
Диметилпирокатехин + сирингол	2,5
Фенол	2,2
Ванилин	1,9
Гваяцилэтанол	1,3
Эвгенол	1,5
Гомованилин	1,0
Гваяцилацетон	1,0
Метилфурфурол	0,8
Этилпирокатехин	0,5

На основании полученных результатов, представленных в таблице 2, в составе лигнина встречаются вещества ароматической структуры, содержащие алкильные и эфирные группы. Преобладающими компонентами являются метилгваякол и гваякол. Их относительное содержание составляет около 30 %. В два раза меньшем количестве встречаются крезол, этилгваякол и винилгваякол. В небольших количествах (менее 5 %) им соответствуют пирокатехин, фенол, эвгенол и их производные. Остальные компоненты наблюдаются всего лишь в следовых количествах.

Следует отметить, что в ГЛ практически отсутствуют соединения сирингильного ряда, что указывает на использование в технологическом процессе в основном сырья из хвойных пород древесины. Встречающиеся в составе лигнина соединения фуранового ряда (фурфурол, метилфурфурол), образуются в основном при дегидратации гексоз.

Список литературы

1. *Другов Ю. С.* Экологическая аналитическая химия. М., 2000. 432 с.
2. *Никитин И. И.* Химия древесины и целлюлозы. М. : Лесн. промышленность, 1962. 160 с.
3. *Холькин Ю. И.* Технология гидролизных производств. М. : Лесн. промышленность, 1989. 486 с.

4. *Чудаков М. И.* Промышленное использование лигнина. М. : ГОСЛЕСБУМИЗДАТ, 1962. 184 с.

ГОРДИН Андрей Андреевич – кандидат технических наук, доцент кафедры менеджмента и маркетинга, Вятский государственный университет. 610000, г. Киров, ул. Московская, 36.

E-mail: gordin-kirov@mail.ru

ПШЕНИЧНИКОВА Лариса Николаевна – магистрант II курса кафедры промышленной и прикладной экологии, Вятский государственный университет. 610000, г. Киров, ул. Московская, 36.

E-mail: ms.pshenichnikova@mail.ru

НАГОВИЦЫНА Ольга Алексеевна – магистрант II курса кафедры промышленной и прикладной экологии, Вятский государственный университет. 610000, г. Киров, ул. Московская, 36.

E-mail: noa1994@yandex.ru