

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ
ЦЕНТРАЛЬНЫЙ БОТАНИЧЕСКИЙ САД
ОТДЕЛ БИОХИМИИ И БИОТЕХНОЛОГИИ РАСТЕНИЙ

**КЛЕТОЧНЫЕ ЯДРА И ПЛАСТИДЫ
РАСТЕНИЙ:
БИОХИМИЯ И БИОТЕХНОЛОГИЯ**

Сборник материалов Международной конференции,
г. Минск,
26-28 мая 2004 г.

Минск
УП «ТЕХНОПРИНТ»
2004

**Клеточные
ядра
и пластиды
растений:**

биохимия и биотехнология

26-28
Май 2004 МИНСК



ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ЛЬНОВОЛОКНА

Титок В.В.¹, Шостак Л.М.², Лайковская И.В.², Леонтьев В.Н.²,
Хотылева Л.В.¹

¹Институт генетики и цитологии НАН Беларуси,
220072, Беларусь, г. Минск, ул. Академическая, 27,
e-mail: V.Titok@igc.bas-net.by

²Белорусский государственный технологический университет,
220050, Беларусь, г. Минск, ул. Свердлова, 13а,
e-mail: lab@bgtu.net

В селекции льна-долгунца (*Linum usitatissimum* L.) – ценной технической культуры – содержание и качество лубяного волокна является главным критерием оценки вновь полученного генетического материала. Наиболее распространенным методом анализа качества льнопродукции является органолептическая оценка, которая представляется высоко субъективной. Среди технологических приемов следует отметить определение качества льноволокна методом воздушного потока, оценку динамических разрывных характеристик лубяных волокон, исследование поперечных сечений волокна при помощи сканирующей электронной микроскопии, использование инфракрасной спектроскопии для характеристики полисахаридных составляющих волокна [1,2]. Однако существует острая необходимость в разработке метода, позволяющего проводить скрининг селекционных и промышленных образцов, содержащих растительные волокна, для идентификации высококачественных объектов и выявления соответствующих структурно-функциональных характеристик волокна [3].

Цель данного исследования состояла в разработке быстрой и воспроизводимой биотехнологической процедуры анализа лубяного волокна, основанной на определении кинетических параметров термической деструкции полисахаридных компонентов.

Лубяное волокно, подвергнутое различным способам обработки, было получено из Института текстиля Франции – КН; БелНИИ льна (Устье) – ГОСТ №11 и №12; районированные сорта льна-долгунца Вита, Ariane [4] после вымачивания методом

автоклавирования, а также образец Е-1, обработанный методом твердофазной ферментации.

Термогравиметрический (ТГ) анализ микрообразцов волокна (5,0-5,1 мг) проводили на термоанализаторе ТА-400 (модуль ТГ-50) (Mettler Toledo STAR^с System, Швейцария). ТГ-анализ образцов волокна проводили в интервале 25-500 °С при скорости нагревания 5 °С/мин и расходе воздуха 200 мл/мин. Кривые потери массы были рассчитаны при помощи программного обеспечения STAR^с. Экспериментально получаемая кривая зависимости изменения массы от температуры (ТГ) позволяет судить о термостабильности и составе образца в начальном состоянии, о термостабильности промежуточных продуктов деградации и остаточной зольности (рис. 1А). Дифференциально-термогравиметрическая кривая (ДТГ) позволяет более полно определить температуры начала и окончания реакции и по ее пику судить о температуре максимальной скорости реакции (рис. 1Б). Анализ кривой ДТГ показал, что после удаления из образца воды первичный пик распада находился в диапазоне температур 185-385 °С (максимум при 334 °С), что соответствует термической деструкции целлюлозных компонентов. Следующий за ним пик располагается в диапазоне 385-455 °С с максимумом пика при t=431 °С, что соответствует максимальной скорости термической деструкции лигнина. Вместе с тем, анализ ТГ и ДТГ-кривых не полностью отражает процессы термической деструкции образцов. Для более полного описания процессов термодеструкции полезно знать тепловые эффекты реакций [4]. Для этого универсальным методом является дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Кривая ДСК представлена на рис. 1А и свидетельствует об экзотермических процессах термодеструкции льноволокна. В связи с тем, что потеря массы вещества при горении подчиняется уравнению кинетики первого порядка и соблюдаются линейные зависимости $\ln 100/100-\Delta m$ от $T(K^\circ)$ может быть произведен расчет энергии активации (E_a) по методу А. Вroido [5], основанному на математической обработке кривой ТГ: $\ln(\ln 100/100-\Delta m) = E_a/R + 1/T + C$; где $-\Delta m$ – потеря массы в %, R – универсальная газовая постоянная, C – const.

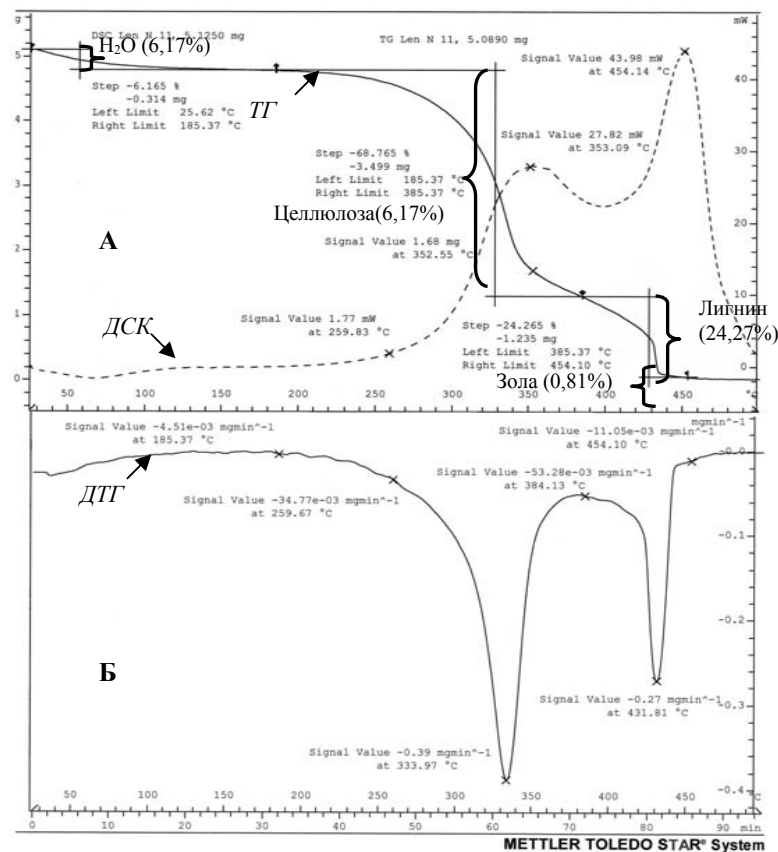


Рис. 1. Кривые термогравиметрического анализа (ТГ, потеря массы – сплошная линия), дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК, выделение энергии – прерывистая линия) (А) и дифференциальной термогравиметрии (ДТГ) (Б) образца лубяного волокна № 11.

В зависимости от способа обработки и качества льноволокна оно будет содержать различные соотношения целлюлозы, лигнина, гемицеллюлозы и пектиновых веществ, которые влияют на данные термогравиметрического анализа. Анализ образцов льноволокна выявил различия в компонентном составе и

энергии активации реакции термодеструкции целлюлозы (таблица 1). По относительному содержанию целлюлозы выделяется льноволокно КН, превосходящее по этому показателю большинство исследуемых образцов и обладающее максимальной величиной энергии активации (112 кДж/моль). E_a равна разности энергий переходного и исходного состояний реакции горения, поэтому такая ее величина у образца КН свидетельствует о высокой структурной гомогенности целлюлозы и незначительном количестве примесей. Остальные образцы по убыванию качественных показателей лубяного волокна располагались в следующей последовательности: № 11, № 12, E-1, Вита и Ariane.

Таблица 1

Компонентный состав (%) и энергия активации (E_a) образцов лубяного волокна

Образцы	Навеска, мг	Вода (25-185 °C)	Целлюлоза (260-350 °C)	Лигнин (385-455 °C)	Зола (455-600 °C)	E_a кДж/моль
КН	5,0198	6,05	68,43	25,15	0,37	112
E-1	5,0975	6,35	67,94	25,08	0,63	95
Ariane	5,0909	6,59	62,57	29,22	1,62	89
Вита	5,0913	6,14	67,65	25,15	1,06	94
№ 11	5,0890	6,18	68,74	24,27	0,81	106
№ 12	5,0843	6,87	66,97	25,04	1,12	102

Результаты проведенного нами исследования показали высокую корреляцию между параметрами качества волокна при термогравиметрическом анализе и данными, полученными методом сканирующей электронной микроскопии [6]. В настоящее время ведется работа по расширению баз данных с использованием стандартных по ГОСТам цветности и прочности образцов льноволокна, полученных в стандартных условиях обработки, что позволит повысить возможности метода и точность оценки качества льнопродукции. Таким образом, термогравиметрический анализ, по нашему мнению, может

служить надежным и воспроизводимым методом оценки качества волокна и пряжи и позволяет количественно охарактеризовать особенности термической дегградации целлюлозы. Он может быть положен в основу создания единых ГОСТов для определения качества льнопродукции. Сочетание таких современных инструментальных методов, как термогравиметрический анализ, сканирующая электронная микроскопия и инфракрасная спектроскопия позволит осуществлять контроль химического состава и структурных характеристик льноволокна на различных стадиях селекционной программы при получении новых конкурентноспособных сортообразцов льна-долгунца.

ЛИТЕРАТУРА

1. Barton F.E., Akin D.E., Morrison W.H. et al. // Analysis of fiber content in flax stems by near-infrared spectroscopy // J. Agric. Food Chem. 2002. Vol. 50. Iss. 26. P. 7576-7580.
2. Baley C. Influence of kink bands on the tensile strength of flax fibers // J. Mater. Sci. 2004. Vol. 39. N 1. P. 331-334.
3. Faughey G.J., Sharma H.S.S., McCall D. Determining fiber fineness in flax using derivative thermogravimetric analysis, scanning electron microscopy, and airflow methods // J. Appl. Polym. Sci. 2000. Vol. 75. N 4. P. 508-514.
4. Oëver M.J.A., Bas N., Soëst L.J.M. Improved method for fibre content and quality analysis and their application to flax genetic diversity investigations // Ind. Crops and Prod. 2003. Vol. 18. N 2. P. 231-243.
5. Velde K. van De, Kiekens P. Thermal degradation of flax: the determination of kinetic parameters with thermogravimetric analysis // J. Appl. Polym. Sci. 2002. V. 83. N 12. P. 2634-2643.
6. Жарский И.М., Титок В.В., Кубрак С.В. и др. Анализ продуктивности и качества льна-долгунца с применением электронной микроскопии // Труды БГТУ. Сер. химии и технологии орган. в-в. 2004. Вып. XII. С. 83-89.