



ERAF projekts Nr.1.1.1.1/19/A/089

“Bērza miza kā vērtīga, atjaunojama izejviela bez-formaldehīda skaidu plātņu un suberīnskābju poliolu iegūšanai poliuretānu izstrādei”

Projektā laika posmā no **01.12.2020. līdz 28.02.2021.** partneri strādāja pie 1.1., 1.2., 2.1., 2.2., 2.3., 3.1., 3.2. un 3.3. aktivitātēm. Paveikti šādi darbi:

1.1. Sākotnējo presēšanas parametru izvēle, izmantojot instrumentālās termogravimetrijas metodes

Nofiltrētā lignocelulozes frakcija kopā ar suberīnskābju atlikumiem, kas atlikuši 2.D.P. pēc depolimerizācijas ar KOH etanola vidē, tika testēta kā saistviela ekoloģiskām skaidu plātnēm, kur kā pildviela izmantotas bērza koka skaidas (0,4-2,0 mm). Veicot priekšmēģinājumus, ir sameklētas robežas saistvielas saturam (20-40%), kā arī veiktas DSC un TGA analīzes, lai noteiktu sākotnējās presēšanas temperatūras robežas (200-250°C), kas tiks izmantotas 1.2. D.P. Mehāniskās īpašības uzrāda pozitīvus rezultātus, ka šāda saistvielai ir potenciāls, lai iegūtu ekoloģiskas skaidu plātnes. Lai iegūtu augstākas lieces pretestības vērtības, turpmākajos eksperimentos būtu jāmeklē iespēja samazināt presēšanas temperatūru, palielinot presēšanas laiku, jo pie augstākām temperatūrām presēšanas laiks veicināja defektu rašanos plātnēs. Ir sagatavotas specifikācijas un pasūtīti nepieciešamie reaģenti un materiāli aktivitātes realizācijai.

1.2. Kokskaidu presēšanas tehnoloģijas izstrāde no lignocelulozes frakcijas

Pēc 1.1. D.P. rezultātu apkopošanas tiks realizēts pilnā faktoru eksperimentu plānošanas metode, kurā tiks izvēlēti optimālie parametri biokompozītu presēšanas tehnoloģiskajam procesam (temperatūra, spiediens un ilgums) un labākais sastāvs (saistvielas/pildvielas attiecība un mitruma saturs). Tāpat jā sagaida rezultāti no 2.D.P. un 3.D.P., kas noteiks optimālāko depolimerizācijas šķīdinātāju, kas arī var ietekmēt skaidu plātņu saistvielas īpašības. Ir izmēģinātas saistvielas raksturošanas metodes, lai noteiktu presēšanas temperatūras robežas, kā arī skaidu plātņu fizikāli-mehānisko īpašību testēšanas metodes, lai noteiktu robežas saistvielas saturam. Paralēli tiek noteikts arī presēšanas režīms, kas tiks izmantots pilnās faktoru eksperimentu plānošanas metodes realizācijai. Ir sagatavotas specifikācijas un pasūtīti nepieciešamie reaģenti un materiāli aktivitātes realizācijai.

2.1. Depolimerizācijas un izdalīšanas parametru optimizācija

Lai varētu veikt suberīnskābju īpašību optimizāciju, piemērojot tās poliolu ražošanai, izmantojot pilno faktoru eksperimentālās plānošanas metodi, ir jāsamazina mainīgo lielumu daudzums. Tādēļ pirmie depolimerizācijas eksperimenti tika veikti etanola vidē, mainot suberīnskābju paskābināšanas un skalošanas pH, kā arī žāvēšanas temperatūru. Pēc šo parametru pārbaudes tiks eksperimentēts ar depolimerizācijas vidi. 3.D.P. rezultāti parādīs, kādi parametri ietekmē poliolu īpašības un tos izvēlēsies pilno faktoru eksperimentiem. Ir sagatavotas specifikācijas un pasūtīti nepieciešamie reaģenti un materiāli aktivitātes realizācijai.

2.2. Suberīnskābju pielāgošana poliola sintēzei, izmantojot modifikāciju un frakcionēšanu

Suberīnskābes, kas iegūtas 2.1. sadaļā, tika frakcionētas, mainot pH un žāvēšanas temperatūru. Pašreiz ir iegūtas suberīnskābes, kas iedalās divās grupās: 1) ar paaugstinātu epoksigrupu saturu poliola sintēzes metodei, pielietojot oksirāna gredzena atvēršanās reakciju 3.2. sadaļā un 2) ar paaugstinātu hidroksilgrupu saturu poliola sintēzes metodei, pielietojot karboksilgrupu esterifikāciju 3.1. sadaļā. Atkarībā no sākotnējiem rezultātiem 3.D.P. izvēlēsies piemērotākos apstākļus turpmākiem pētījumiem. Ir sagatavotas specififikācijas un pasūtīti nepieciešamie reaģenti un materiāli aktivitātes realizācijai.

2.3. Suberīnskābju identifikācija un raksturošana

Lai noteiktu dažādu funkcionālo grupu satura izmaiņas, 2.2. un 2.1. sadaļā iegūto suberīnskābju identifikāciju un raksturošanu, tika izmantotas tādas analītiskas metodes kā šķīdība dimetilsulfoksīdā, kopējo fenolisko savienojumu un cukuru noteikšana. Tika salīdzinātas dažādas metodes, lai noteiktu epoksigrupu saturu un skābes skaitli, izmantojot potenciometrisko, kā arī krāsu titrimetrisko metodi. Pagaidām vēl nav izvēlēta optimālā metode, jo abas uzrādīja atšķirīgus rezultātus. Šīs metodes tiks optimizētas turpmākajā pārskata periodā. Tika izstrādāta GC-MS metodika, lai noteiktu suberīnskābju sastāvu. Lai pārveidotu suberīnskābes metilesteru formā, tika veikta reakcija ar nātrija metoksīda šķīdumu. Savukārt iegūto suberīnskābju fizikālo īpašību izmaiņas tika pētītas ar DSC un TGA termoanalītiskajām metodēm. Tika analizētas pieejamās taukskābju standartvielas – oleīnskābe, linolēnskābe un miristīnskābe. Visas šīs taukskābes tika detektētas, līdz ar to var spriest, ka izmantotā paraugu sagatavošanas metode (apstrāde ar metoksīdu un sililēšana) ir derīga taukskābju un tām līdzīgu savienojumu noteikšanai. Rezultātā tika secināts, ka skābināšanas pH un žāvēšanas temperatūra ietekmē iegūto suberīnskābju sastāvu un fizikālās īpašības. Atliek vēl pārbaudīt, kā tas ietekmēs 3.D.P. rezultātus, kur tiks sintezēti polioli. Ir sagatavotas specififikācijas un pasūtīti nepieciešamie reaģenti un materiāli aktivitātes realizācijai.

3.1. Poliola sintēzes metodes izstrāde, izmantojot karboksilgrupu esterifikāciju

Suberīnskābju frakcija, kas satur paaugstinātu karboksilgrupu daudzumu, tiks izmantota kā izejviela poliola sintēzei. Tādēļ tika izstrādātas potenciometriskās un krāsu titrimetriskās salīdzināšanas metodes, analizējot dažādas suberīnskābju frakcijas. 2. DP iegūtie dati par paaugstinātu karboksilgrupu daudzumu apstiprina, ka tālāka suberīnskābju frakcijas ķīmiskā apstrāde būs iespējama. Suberīnskābju ķīmiskā struktūra tālāk tiks funkcionalizēta ar papildu OH grupām, izmantojot esterifikācijas reakciju ar dažādiem polifunkcionāliem spirtiem, kā arī lai iegūtu poliolus ar dažādu funkcionalitāti un molekulārajām masām. Ir sagatavotas specififikācijas un pasūtīti nepieciešamie reaģenti un materiāli aktivitātes realizācijai.

3.2. Poliola sintēzes metodes izstrāde, izmantojot oksirāna gredzena atvēršanās reakciju

Suberīnskābju frakcija, kas satur epoksigrupas, tiks izmantota, lai iegūtu poliolus ar augstāku OH grupu funkcionalitāti. Tādēļ tika izstrādātas potenciometriskās un krāsu titrimetriskās salīdzināšanas metodes, analizējot dažādas suberīnskābju frakcijas. 2. DP iegūtie dati apliecina, ka suberīnskābju frakcijās ir vērā ņemams epoksigrupas saturs, lai tās varētu izmantot tālākai ķīmiskai apstrādei, ievadot tajās papildu OH grupas, tādējādi paaugstinot iegūtā produkta funkcionalitāti. Epoksīda gredzeni tiks atvērti, izmantojot DEG, EG un BD reaģentus. Tāpat arī epoksīda gredzena atvēršana tiks pārbaudīta ar tādiem reaģentiem, kā TMP, TEOA un DEOA. Ir sagatavotas specififikācijas un pasūtīti nepieciešamie reaģenti un materiāli aktivitātes realizācijai.

3.3. Uz suberīnskābēm bāzēta poliola struktūras analīze

Ir sagatavotas suberīnskābju frakcijas, kurās ir gan paaugstināts karbonilgrupu daudzums, gan epoksigrupu daudzums. Tās tiks izmantotas poliolu iegūšanai, raksturojot ar OH skaitļa, skābes skaitļa, mitruma satura, joda skaitļa, epoksigrupu satura, viskozitātes un blīvuma vērtībām. Iegūto poliolu ķīmisko struktūru apstiprinās, izmantojot FTIR un MALDI TOF spektroskopijas. Lai iegūtu izstrādātā procesa kinētiskās līknes, poliola sintēzes laikā tiks kontrolēta skābes skaitļa un epoksigrupu satura maiņa pēc iepriekš 2. DP izstrādātām titrimetriskām metodēm. Turklāt poliolu ķīmiskās struktūras maiņa sintēzes laikā tiks uzraudzīta, izmantojot FTIR spektroskopiju. Atkarībā no iegūto poliolu struktūras un īpašībām, tiks izvēlēti tālākie parametri suberīnskābju depolimerizācijai un fracionēšanai. Ir sagatavotas specifikācijas un pasūtīti nepieciešamie reaģenti un materiāli aktivitātes realizācijai.

Projekta gaita norit saskaņā ar plānoto.