

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 699064

(61) Дополнительное к авт. свид-ву --

(22) Заявлено 08.04.77 (21) 2471163/29-12

с присоединением заявки № --

(23) Приоритет --

Опубликовано 25.11.79 Бюллетень № 43

Дата опубликования описания 28.11.79

(51) М. Кл.

Б 21 С 3/02

(53) УДК

676.1.022.12

(088.8)

(72) Авторы
изобретения

М. В. Латош, В. М. Резников и А. Д. Алексеев

(71) Заявители

Белорусский технологический институт имени С. М. Кирова
и Всесоюзное научно-производственное объединение
целлюлозно-бумажной промышленности

(54) СПОСОБ ОКИСЛИТЕЛЬНОЙ ДЕЛИГНИФИКАЦИИ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

1

Изобретение относится к целлюлозно-бумажной промышленности и может быть использовано в производстве целлюлозы и целлюлозных полуфабрикатов для получения бумаги, картона и для химической переработки.

Известен способ окислительной делигнификации растительного сырья, заключающийся в обработке его перекисью водорода концентрацией 20–30% при температуре 100°C [1].

Однако по этому способу требуется высокая концентрация перекиси водорода, что не позволяет лигнин окислить селективно, не затрагивая полисахариды. Кроме того, при названных выше концентрациях окислителя переработка растительного сырья становится экономически нецелесообразной.

Известен способ делигнификации растительного сырья путем обработки кислородом в водно-аммиачной среде в присутствии катализатора — соединения металла переменной валентности [2].

Недостатком этого способа является, во-первых, то, что окислитель находится в газообразном состоянии, а это существенно ухудшает

2

массоперенос, во-вторых, используется высокое давление, в третьих, наличие в реакционной системе взрывоопасной смеси кислорода и аммиака. Последние два обстоятельства усложняют аппаратное оформление процесса.

5 Целью настоящего изобретения является интенсификация и повышение селективности процесса окисления.

10 Поставленная цель достигается тем, что обработку растительного сырья перекисью водорода осуществляют в присутствии катализатора-неорганической кислоты или ее кислой соли, координирующим атомом которой является металл переменной валентности, преимущественно W, Mo, V, Cr, Ti, Nb в количестве 0,1–10,0% от веса сырья.

15 Другое отличие состоит в том, что делигнификацию осуществляют при pH от 1 до 7. Последнее обусловлено тем, что вышеназванные катализаторы интенсифицируют электрофильное окисление лигнина только в кислой среде.

20 Измельченное растительное сырье помещают в варочный аппарат, затем добавляют 0,5–

30%-ную перекись водорода, в которой растворен 0,1–10% от веса сырья катализатора. Варку проводят при гидромодуле 1:3–1:15 и температуре 30–160°C в течение 0,2–4 ч.

Пример 1. В стакан из стекла пирекс емкостью 100 мл помещают 2,5 г предварительно проэкстрагированных спирто-бензольной смесью в течение 48 ч опилок древесины тополя размером 0,5–0,2 мм, в которых содержится 23% лигнина. Далее приливают 12,5 мл 10%-ной H_2O_2 . Стакан помещают в автоклав, предварительно нагретый до температуры варки.

а). При температуре 150°C и продолжительности варки 1 ч получают продукт с выходом 48,3% от веса древесины в котором содержится 15% лигнина.

б) При температуре 95°C и продолжительности варки 1 ч выход продукта из древесины 98,5% т.е. делигнификации не происходит.

Из примера 1 видно, что без катализатора получить целлюлозу из опилок окислением лигнина 10%-ной перекисью водорода невозможно, так как при температуре выше 100°C происходит деструкция, в основном, полисахаридов, а при 100°C и ниже опилки практически не делигнифицируются.

Пример 2. К 2,5 г опилок приливают 12,5 мл 10%-ной перекиси водорода, в которой растворено 0,1% вольфрамовой кислоты к весу абсолютно сухой древесины. Варочный раствор имеет pH 4.

При температуре 150°C и продолжительности варки 1 ч получают целлюлозу с выходом 54,2%, содержащую 7% лигнина.

Пример 3. К 2,5 г опилок приливают 12,5 мл 10%-ной перекиси водорода, в которой растворено 10% молибденовой кислоты к весу абсолютно сухой древесины. Варочный раствор имеет pH 1,3.

При температуре 95°C и продолжительности варки 1 ч получают целлюлозу с выходом 63% и содержанием лигнина 1,1%.

Пример 4. Условия те же, что и в примере 3.

В варочный раствор добавляют 10% к весу абсолютно сухой древесины паравольфрамата аммония. Варочный раствор имеет pH 3.

При температуре 95°C и продолжительности варки 1 ч получают целлюлозу с выходом 80,6% и содержанием лигнина 7%.

Пример 5. Условия те же, что и в примере 3.

В варочный раствор добавляют 10% от веса абсолютно сухого сырья натрия фосфорноволь-

фрамвокислого. Варочный раствор имеет pH 1,4.

При температуре 95°C и продолжительности варки 1 час получают целлюлозу с выходом 66,6% и содержанием лигнина 3,5%.

Пример 6. Условия те же, что и в примере 3.

В варочный раствор добавляют 10% от абсолютного сухого веса сырья фосфорновольфрамовой кислоты. Варочный раствор имеет pH 1,3.

При температуре 95°C и продолжительности варки 1 ч получают целлюлозу с выходом 67,4% и содержанием лигнина 2,4%.

Пример 7. Условия те же, что в примере 3.

В варочный раствор добавляют 10% от абсолютно сухого веса сырья фосфорномолибденовой кислоты. Варочный раствор имеет pH 1,3.

При температуре 95°C и продолжительности варки 1 ч получают целлюлозу с выходом 72% и содержанием лигнина 4,5%.

Использование предлагаемого способа делигнификации растительного сырья обеспечивает по сравнению с существенными окислительными способами следующие преимущества: технологичность применяемых компонентов; снижение концентрации перекиси водорода при сохранении высокой степени делигнификации; увеличение скорости делигнификации; повышение селективности процесса окисления; возможность создания технологии получения целлюлозы по замкнутому циклу с последующей регенерацией катализатора.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ окислительной делигнификации растительного сырья путем обработки ее перекисью водорода, отличающийся тем, что, с целью интенсификации и повышения селективности процесса окисления, обработку растительного сырья осуществляют в присутствии катализатора — неорганической кислоты или ее кислой соли, координирующим атомом которой является металл переменной валентности, преимущественно W, Mo, V, Cr, Ti, Nb в количестве 0,1–10% от веса сырья.

2. Способ по п. 1 отличающийся тем, что делигнификацию осуществляют при pH от 1 до 7.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Журнал "Химия древесины" 1968. № 2, с. 43–45.

2. Авторское свидетельство СССР № 344054, кл. D 21 C 1/02, 1970.