



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 926125

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 08.10.80 (21) 2990257/29-12

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 07.05.82. Бюллетень № 17

Дата опубликования описания 09.05.82

(51) М. Кл.³

D 21 C 3/02

(53) УДК 676.

.1.022.12

(088.8)

(72) Авторы
изобретения

М. В. Латош, А. С. Воложинская, И. И. Савица,
А. Д. Алексеев и В. М. Резников

(71) Заявитель

Белорусский технологический институт им. С. М. Кирова

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗНОГО ПОЛУФАБРИКАТА

Изобретение относится к целлюлозно-бумажной промышленности и может быть использовано в производстве целлюлозы. Известен способ окислительной делигнификации растительного сырья, заключающийся в обработке его перекисью водорода концентрацией 20 - 30% при 100°С [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].

Недостатки способа заключаются в том, что окислитель находится в газообразном состоянии, а это существенно

ухудшает массоперенос, использование высокого давления, наличие в реакционной смеси кислорода и аммиака усложняет аппаратное оформление процесса.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому эффекту является способ получения целлюлозного полуфабриката путем варки растительного сырья в растворе перекиси водорода и катализатора - неорганической кислоты или ее соли, координирующим атомом которой является металл переменной валентности [3].

Однако целлюлоза, полученная по этому способу, имеет пониженные физико-механические показатели, особенно сопротивление излому.

Целью изобретения является повышение физико-механических показателей целлюлозного полуфабриката, полученного окислительным способом.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения целлюлозного полуфабриката путем варки рас-

тительного сырья в растворе перекиси водорода и катализатора — неорганической кислоты или ее соли, координирующим атомом которой является металл переменной валентности, варку проводят в присутствии ингибитора радикально — цепных реакций — антрахинона или смеси гидрохинона и (N-фенил-N'-изопропил)-N-фенилендиамин в количестве 0,38 — 0,76% от массы сырья.

Радикально-цепной механизм окисления компонентов древесины приводит к сшивке целлюлозы, вследствие чего понижается ее сопротивление изгибу. Введение ингибиторов позволяет блокировать эту реакцию.

Измельченное растительное сырье помещают в варочный аппарат, затем добавляют 0,5—30%-ную перекись водорода, в которой растворено 0,1 — 10% катализатора и 0,38 — 0,76% ингибитора от веса сырья. Ингибиторы можно вводить периодически по мере их расходования при варке целлюлозы. Варку проводят при гидромодуле 1:3 — 1:15 и температуре 30 — 160°C 2 — 6 ч.

Пример 1. В автоклав, снабженный тефлоновым вкладышем, емкостью 300 мл помещают 37,4 г щепы березы, приливают 187 мл 6,5% H_2O_2 , в которой растворено 0,14 г (0,38% от веса сырья) катализатора — вольфрамовой кислоты и смесь ингибиторов: 0,094 г (0,25% от веса сырья) гидрохинона + 0,048 г (0,13% от веса сырья) (N-фенил-N'-изопропил)-N-фенилен-

диамина. Автоклав помещают в термостат при 124°C. Продолжительность варки 2 ч 20 мин. Параллельно в этих же условиях проводят сравнительную варку целлюлозы без ингибиторов.

Пример 2. В автоклав, снабженный тефлоновым вкладышем, помещают 37,4 г щепы березы, приливают 187 мл 6,5% H_2O_2 , в которой растворено 0,37 г (10%) от веса сырья) катализатора — вольфрамовой кислоты и смесь ингибиторов 0,094 г (0,25% от веса сырья) гидрохинона + 0,048 г (0,13% от веса сырья) (N-фенил-N'-изопропил)-N-фенилендиамина. Автоклав помещают в термостат при 80°C. После двух часов варки в содержимое автоклава вводят повторно вышеуказанное количество смеси ингибиторов. Таким образом, общее количество ингибиторов в варочном растворе 0,28 г (0,76% от веса сырья). Общая продолжительность варки 4 ч. Параллельно в этих же условиях проводят сравнительную варку целлюлозы без ингибиторов.

Пример 3. Условия те же, что и в примере 2, однако окислительный раствор вместо смеси ингибиторов (гидрохинона и амина) содержит 0,19 г (0,5% от веса сырья) антрахинона, который вводится единожды в начале варки.

В таблице приведены физико-механические показатели полученных целлюлоз.

Показатель	t = 124°C		t = 80°C		
	Без ингибитора	В присутствии смеси ингибиторов фенола и амина	Без ингибитора	В присутствии ингибиторов	
				смесь фенола и амина	антрахинона
Выход целлюлозы, %	53,6	53,2	40	47,9	55,8
Содержание лигнина в целлюлозе, %	4,0	4,0	2,6	3,1	2,5
Сопротивление излому, ч.д.п.	2	164	1400	2100	1670
продавливанию, МПа	0,29	0,31	0,56	0,57	-

Показатель	t = 124 C				t = 80 C	
	Без ингибитора	В присутствии смеси ингибиторов фенола и амина	Без ингибитора	В присутствии ингибиторов		
				смесь фенола и амина	антрахинона	
раздиранию, Н	0,36	0,67	-	-	1,7	
Разрывная длина, м	8680	9020	10000	10000	10000	

Как видно из таблицы, физико-механические показатели целлюлоз, полученных варкой древесины в присутствии ингибиторов, значительно выше. Особенно отчетливо это проявляется в таком показателе, как число двойных перегибов.

Использование предлагаемого способа получения целлюлозного полуфабриката обеспечивает по сравнению с известными окислительными способами увеличение физико-механических показателей целлюлоз (при $t = 124^{\circ}\text{C}$ ч.д.п. увеличивается в 80 раз, сопротивление раздиранию в 1,9 раза, разрывная длина в 1,04 раза при $t = 80^{\circ}\text{C}$ ч.д.п. увеличивается в 1,5 раза), технологичность применяемых компонентов, возможность создания экономически безопасной 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

Способ получения целлюлозного полуфабриката путем варки растительного

сырья в растворе перекиси водорода и катализатора - неорганической кислоты или ее соли, координирующим атомом которой является металл переменной валентности, отличающийся тем, что, с целью повышения физико-механических показателей полуфабриката, варку проводят в присутствии ингибитора радикально-цепных реакций - антрахинона или смеси гидрохинона и (N-фенил-N'-изопропил)- η -фенилендиамин в количестве 0,38 - 0,76% от массы сырья.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Химия древесины, 1968, № 2, с. 43-45.
2. Авторское свидетельство СССР № 344054, кл. D 21 C 3/02, 1970.
3. Авторское свидетельство СССР № 699064, кл. D 21 C 3/02, 1979 (прототип).

Составитель М. Латош

Редактор Н. Горват Техред А. Бабинец Корректор А. Ференц

Заказ 2905/15 Тираж 401 Подписоне

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4