



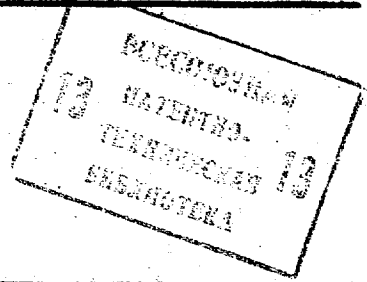
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1008315 A

3(5D) D 21 C 3/04; D 21 C 1/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3313985/28-12
(22) 10.07.81
(46) 30.03.83. Бюл. № 12
(72) И.И.Савина, А.Д.Алексеев,
В.М.Резников, Ж.Г.Дрожжа, Л.Ю.Малицкая и В.Л.Колесников
(71) Белорусский ордена Трудового
Красного Знамени технологический институт им. С.М.Кирова
(53) 676.1.022.1 (088.8)

(56) 1. Акцептованная заявка Японии
№ 52-6362, кл. 39 А 4, 1977.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 761647, кл. D 21 C 3/04, 1978
(прототип).

(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ путем варки целлюлозосодержащего сырья окислительным раствором, содержащим перекись водорода, уксусную и серную кислоты, отличающийся тем, что, с целью обеспечения возможности получения целевого продукта из льняной костры, перед варкой сырье пропитывают окислительным раствором при модуле 1:(3-5) в течение 1-2 ч при 18-20°C, при этом используют окислительный раствор с содержанием перекиси водорода 13,5 - 14%.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что варку осуществляют при 95-100°C в течение 1 ч.

(19) SU (11) 1008315 A

Изобретение относится к целлюлозно-бумажной промышленности и может быть использовано для производства целлюлозы из костры, предназначенной для изготовления бумаги и средних слоев картона.

Известен способ получения целлюлозы из злаковых растений, заключающийся в том, что растительное сырье (солому риса, пшеницы, эспарто, багассы, стеблей кукурузы) нарезают на кусочки длиной 3-4 см. Сечку равномерно обрызгивают 15-40%-ным раствором NaOH или KOH при гидромодуле 2:5 и тщательно перемешивают. Массу загружают в закрытый сосуд и обрабатывают сжатым воздухом ($P_{O_2} < 1$ атм). После водной промывки и сушки получают целлюлозу с выходом 46,2%, содержащей 1,7% непровара [1].

Недостатком этого способа является высокий расход реагентов, используемых на варку злаковых растений, низкий выход полуфабрикатов и выделение в процессе варки веществ, загрязняющих атмосферу воздуха и сточные воды.

Наиболее близким к предлагаемому является способ получения целлюлозы путем варки целлюлозосодержащего сырья окислительным раствором, содержащим перекись водорода, уксусную и серную кислоты [2].

Однако такой способ не позволяет получить целлюлозу из льняной костры, так как концентрация окислительного реагента в процессе варки является недостаточной для глубокой делигнификации костры.

Цель изобретения - обеспечение возможности получения целевого продукта из льняной костры.

Поставленная цель достигается тем, что в способе получения целлюлозы путем варки целлюлозосодержащего сырья окислительным раствором, содержащим перекись водорода, уксусную и серную кислоты, перед варкой сырье пропитывают окислительным раствором при модуле 1:(3-5) в течение 1-2 ч при 18-20°C, при этом используют окислительный раствор с содержанием перекиси водорода 13,5-14%.

Варку осуществляют при 95-100°C в течение 1 ч.

Введение стадии пропитки окислительным раствором, имеющим концентрацию 13,5-14%, позволяет в течение 1-1,2 ч окислить большую часть лигнина костры, чего не наблюдается при концентрации H_2O_2 ниже 13,5%. Использование H_2O_2 концентрацией выше 14% приводит к окислению не только ароматических компонентов сырья, но и углеводной ее части.

Последующее проведение парогазовой варки при 95-100°C способствует фрагментации макромолекулы лигнина

и окислению продуктов деструкции до низкомолекулярных веществ, растворимых в варочном растворе и горячей воде, используемой для промывки целлюлозы.

Снижение модуля варки до 1:5 позволяет уменьшить общий расход окислителя (H_2O_2), несмотря на использование его более концентрированных растворов. Дальнейшее снижение модуля до 1:3,0 нежелательно, так как ухудшается пропитка костры окислительным раствором, что приводит к возрастанию непровара.

Пример 1. Варку костры проводят в условиях прототипа. Обрабатывают 4 г абс. сухой костры в течение 1,33 ч при 80°C смесью, состоящей из 40 мл (77,4%) уксусной кислоты, 11 мл (6,7%) пергидроля и 0,1 мл (0,34%) серной кислоты (модуль 1:12,7). После промывки с выходом 66,7% получается непровар. Таким образом, глубоко делигнифицировать костру смесью органической кислоты и перекиси водорода при концентрации H_2O_2 в растворе 6,7% (или 85% от абс. сухой костры) в условиях прототипа невозможно.

Пример 2 (контрольный). Варку проводят в тех же условиях, что и в примере 1, но концентрацию H_2O_2 в варочном растворе увеличивают до 14 вес.%, а модуль варки снижают до 1:5. При этом получается целлюлоза (выход 40,4% от абс. сухой костры) и непровар (20,0%). Повышение концентрации H_2O_2 в окислительном растворе при одновременном снижении общего расхода перекиси водорода позволяет получить целлюлозу из костры.

Пример 3. Обрабатывают 5 г абс. сухой костры в течение 1 ч при 20°C 25 мл раствора (модуль 1:5), содержащего 14% H_2O_2 , 44% уксусной кислоты, 0,34% серной кислоты (остальное вода). Затем в течение 0,1 ч температуру повышают до 95°C и проводят варку при 95°C в течение 1 ч. После промывки горячей водой получается целлюлоза с выходом 48,5% и 2,2% непровара. Введение стадии низкотемпературной пропитки окислительным раствором при тех же расходах H_2O_2 , что и в примере 2, позволяет повысить выход целлюлозы и уменьшить непровар.

Пример 4. Условия те же, что и в примере 3. Отличие состоит в том, что для снижения расхода H_2O_2 модуль варки равен 1:3,5. При этом получается целлюлоза с выходом 54,1% содержащая 6,5% непровара.

Пример 5. Условия те же, что и в примере 4, но парогазовую варку осуществляют в автоклаве с тефлоновым вкладышем под давлением

6,0-6,1 атм. С выходом 50% без не-
провара получается не требующая от-
белки целлюлоза.

П р и м е р 6. Условия те же,
что и в примере 5. Отличие состоит
в том, что парогазовую варку про-
водят под давлением при гидромоду-
ле 1:3 и концентрации перекиси водо-
рода 13,5%. При этом получается цел-
люлоза с выходом 56%, содержащим 8%
непровара.

Таким образом, только при соблю-
дении условий проведения варки по
режиму примера 5 можно получить цел-
люлозу высокого выхода без непровара.
Дальнейшее снижение модуля варки
до 1:3 приводит к увеличению непровара.

Прочностные характеристики целлю-
лоз, полученные для отливок массой
75 г/м², приведены в таблице.

Примеры	Режим варки костры								Показатели целлюлозы						
	Условия пропитки				Условия варки				Общий выход целлюлозы, %	Жесткость б/б	Содержание целлюлозы	Разрывная длина, км	Сорт целлюлозы	Излом, число двойных перегибов	
	С _п О ₂ , %	мо-дуль	Т, °С	про-дол-жи-тель-ность, ч	С _п О ₂ , %	мо-дуль	Т, °С	продол-житель-ность, ч							
1 (по прого- типу)	-	-	-	-	6,7	1:12,7	80	1,33	-	67,0	-	-	-	-	-
2 (контроль- ный)	-	-	-	-	14,0	1:5	80	1,33	40,4	20,0	-	-	-	-	-
3*	14,0	1:5	20	1,0	-	-	95	1,0	48,5	2,2	60,0	-	-	-	-
4	14,0	1:3,5	20	1,0	-	-	95	1,0	54,1	6,5	65,0	-	-	-	-
5**	14,0	1:3,5	18	1,2	-	-	95	1,0	50,0	-	50,0	79,0	7,7	3,0	10
6**	13,5	1:3	20	1,0	-	-	100	1,0	56,0	8,0	72,0	-	-	-	-
7 (извест- ный [1])	-	-	-	-	-	-	-	-	46,2	1,7	-	-	6,2	6,2	-

* - в опытах 3-6 окислительный раствор после пропитки костры сливают.

** - варки проведены в замкнутом сосуде под давлением.

Из данных таблицы следует, что предлагаемый способ с предварительной пропиткой льняной костры растворами, имеющими более высокую концентрацию окислителя, но меньший модуль варки (1:3,5, вместо 1:12,7, как в прототипе), позволяет получить целлюлозу с выходом 50-54% и высокими физико-механическими показателями по сравнению с целлюлозой, полученной из злаковых растений в условиях аналога.

Таким образом, использование предлагаемого способа варки целлюлозы

из костры обеспечивает следующие преимущества:

5 снижение расхода перекиси водорода с 85 до 50% от абсолютно сухой костры при высоком выходе и качестве получаемого полуфабриката, утилизацию отходов льняного производства,

10 технологичность способа и возможность создания замкнутого цикла производства, исключающего загрязнение окружающей среды, за счет повторного использования окислительного раствора, удаляемого из костры после пропитки.

Составитель А. Моносов

Редактор П. Макаревич Техред С. Мигунова

Корректор А. Ференц

Заказ 2284/38

Тираж 382

Подписное

ВНИПИ 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