



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
D21C 3/00 (2018.08)

(21)(22) Заявка: 2018135723, 08.10.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
08.10.2018

Дата регистрации:
26.03.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 08.10.2018

(45) Опубликовано: 26.03.2019 Бюл. № 9

Адрес для переписки:
420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68, ФГБОУ
ВО "КНИТУ", отдел патентно-
изобретательской деятельности

(72) Автор(ы):

Дебердеев Тимур Рустамович (RU),
Гараева Миляуша Радиковна (RU),
Фадеева Ксения Сергеевна (RU),
Яковлев Игорь Дмитриевич (RU),
Дербедеев Рустам Якубович (RU),
Косточко Анатолий Владимирович (RU),
Вершинин Максим Сергеевич (RU),
Валишина Зимфира Талгатовна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Казанский национальный
исследовательский технологический
университет" (ФГБОУ ВО "КНИТУ") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2343241 C1, 10.01.2009. RU
2287035 C1, 09.03.2005. Н.П.Григорьева и др.
"Технология получения целлюлозы из
травянистых растений и ее свойства",
Вестник Казанского технологического
университета, 2011, с.165-168. WO 2001032375
A1, 10.05.2001.

(54) Способ получения целлюлозы

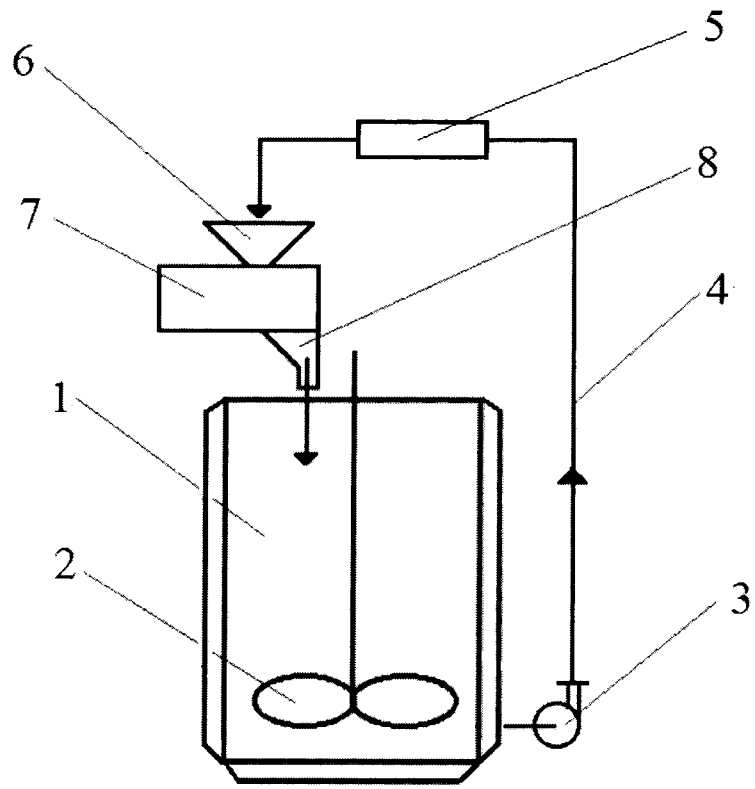
(57) Реферат:

Изобретение относится к области целлюлозно-
бумажного производства, может быть
использовано при получении целлюлозы из
недревесного однолетнего растительного сырья.
Способ получения целлюлозы включает
дробление и очистку целлюлозосодержащего
материала, варку в щелочном растворе,
термомеханохимическую активацию

целлюлозосодержащего материала, промывку,
отбелку, промывку и сушку.
Термомеханохимическую активацию проводят
вне емкости варки непрерывно в возвратном
потоке. Использование способа позволяет
сократить время процесса за счет уменьшения
времени щелочной варки. 1 з.п. ф-лы, 2 ил, 1 табл.,
5 пр.

RU 2 683 179 C1

RU 2 683 179 C1



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
D21C 3/00 (2018.08)

(21)(22) Application: **2018135723, 08.10.2018**

(24) Effective date for property rights:
08.10.2018

Registration date:
26.03.2019

Priority:

(22) Date of filing: **08.10.2018**

(45) Date of publication: **26.03.2019** Bull. № 9

Mail address:
**420015, g. Kazan, ul. K. Marksa, 68, FGBOU VO
"KNITU", otdel patentno-izobretatelskoj
deyatelnosti**

(72) Inventor(s):

**Deberdeev Timur Rustamovich (RU),
Garaeva Milyausha Radikovna (RU),
Fadeeva Kseniya Sergeevna (RU),
Yakovlev Igor Dmitrievich (RU),
Derbedeev Rustam Yakubovich (RU),
Kostochko Anatolij Vladimirovich (RU),
Vershinin Maksim Sergeevich (RU),
Valishina Zimfira Talgatovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Kazanskij natsionalnyj
issledovatel'skij tekhnologicheskij universitet"
(FGBOU VO "KNITU") (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING CELLULOSE**

(57) Abstract:

FIELD: pulp industry.

SUBSTANCE: invention relates to the field of pulp and paper production, can be used to obtain cellulose from non-wood annual plant material. Method of producing cellulose includes crushing and cleaning of cellulose-containing material, alkaline boiling, thermo-mechanochemical activation of cellulose-containing

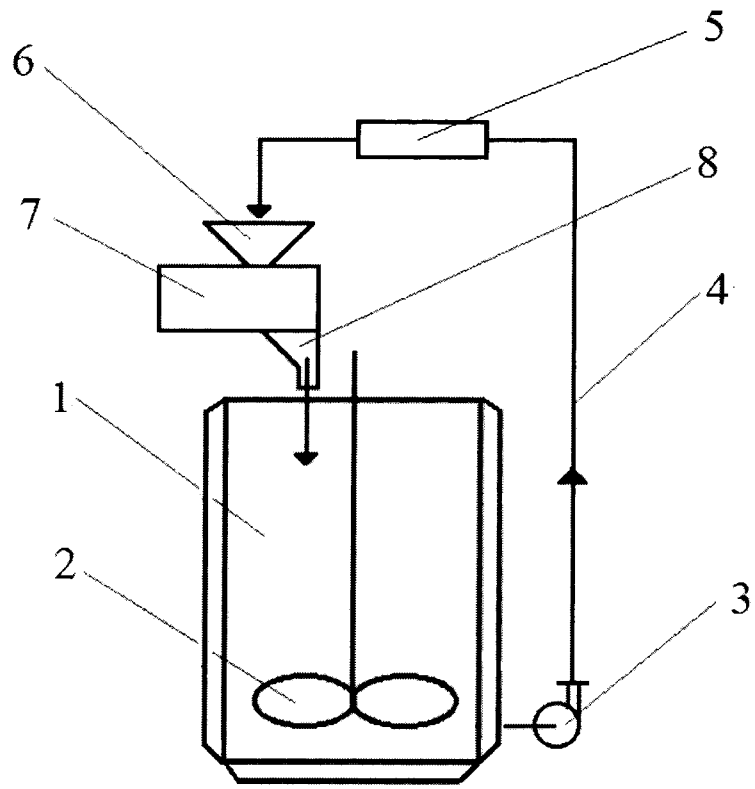
material, washing, bleaching, washing and drying. Thermomechanical activation is carried out outside the cooking vessel continuously in the return flow.

EFFECT: using the method allows to reduce the process time by reducing the alkafide process time.

1 cl, 2 dwg, 1 tbl, 5 ex

C 1
6 1 7 9
2 6 8 3 1 7 9
R U

R U
2 6 8 3 1 7 9
C 1



Фиг. 1

Изобретение относится к области целлюлозно-бумажного производства, может быть использовано при получении целлюлозы из недревесного однолетнего растительного сырья.

Известен способ получения целлюлозы, включающий механическую обработку целлюлозосодержащего материала (ЦСМ) путем одновременного его рыхления и очистки, варку в щелочном растворе при температуре 130-140°C под давлением 3-4 атм. в течение 180-210 мин, промывку, отбелку в кислом растворе гипохлоритом натрия, отжим, рыхление и сушку (патент RU 2078163, кл. D04H 1/02, оп. 27.04.1997).

Недостатками способа являются проведение процесса щелочной варки в жестких условиях и использование для отбелки канцерогенного гипохлорита натрия.

Известен способ получения целлюлозы путем одновременного рыхления и очистки ЦСМ, измельчения, замочки в растворе NaOH и очистки, щелочной варки в течение 1,5-3 часов при гидромодуле 1:(5-20), содержащем дополнительно ПАВ, промывки, отбелки в растворе H₂O₂, промывки, отжима и сушки (патент RU 2304647, кл. D21C 5/00, D21C 1/06, D21C 3/02, D01C 1/02, оп. 20.08.2007).

Недостатками известного способа является невозможность получения целлюлозы из ЦСМ с высокой степенью заостренности и большим содержанием лигнина в полупродукте.

Известны способы активации ферментативного гидролиза ЦСМ и выделения лигнина и других спутников целлюлозы с помощью ультразвуковой обработки (УЗО). Обработка проводится в ультразвуковых ваннах в течение от 5 минут до нескольких часов (см., например, Донцов А.Г. Влияние ультразвуковой кавитации на реакционную способность лигноцеллюлозных субстратов при биоконверсии растительной биомассы / А.Г. Донцов, А.П. Карманов, Л.С. Кочева и др. / Бултеровские сообщения 2014, Т. 39, №9. - с 52-57).

Недостатком является длительность процесса и его периодичность. Такой способ применим только для ЦСМ с высоким содержанием целлюлозы.

Наиболее близким, выбранным в качестве прототипа, является способ получения целлюлозы из льняного сырья, включающий рыхление и очистку ЦСМ, дополнительную промывку и резку, замочку (варку) измельченного сырья в щелочном растворе в течение 15-60 минут, термомеханохимическую активацию (ТМХА) подготовленной пульпы в течение 15-30 минут, промывку, отбелку, промывку, отжим и сушку. При необходимости после ТМХА добавляется стадия дозревания (дополнительной варки) в течение 30-60 минут (RU кл. 2343241, D21C 5/00, D21C 1/06, D21C 9/12, D21B 1/16, D01C 1/02, оп. 10.01.2009).

Недостатком способа является длительность операции замочки (варки) ЦСМ.

Технической проблемой является уменьшение времени щелочной варки ЦСМ при одновременном сохранении качества получаемой целлюлозы.

Техническая проблема решается способом, включающим дробление и очистку целлюлозосодержащего материала (ЦСМ), варку в щелочном растворе, термомеханохимическую активацию (ТМХА) целлюлозосодержащего материала, промывку, отбелку, промывку и сушку, при этом щелочную варку целлюлозосодержащего материала совмещают с термомеханохимической активацией, которую осуществляют вне емкости варки непрерывно в возвратном потоке с использованием различных устройств.

В качестве устройства ТМХА используют вальцовую плющилку или ножевая, или молотковую или дисковую дробилку, а также аппарат ультразвуковой обработки и аппарат с непрерывно вращающимися под действием электромагнитного поля ферромагнитными частицами.

Объем раствора ЦСМ, перемешаемого из емкости варки, за время операции щелочной варки может превышать объем материала, находящегося в емкости варки.

Термомеханохимическая активация может быть выполнена с использованием одного или нескольких устройств, установленных последовательно.

5 Техническим результатом предлагаемого изобретения является уменьшение времени щелочной варки ЦСМ при сохранении качества получаемой целлюлозы.

Операция варки состоит из нескольких стадий: диффузии варочного раствора к поверхности ЦСМ, проникновении внутрь, реакции гидролиза и диффузии продуктов реакции в раствор. В процессе варки важнейшим химическим процессом является гидролиз макромолекул лигнина, которое приводит к его выделению и переходу в растворимую форму. Под воздействием активных реагентов и температуры связанный лигнин расщепляется и накапливается в варочном растворе.

Скорость реакции может быть увеличена с помощью активации ЦСМ, в результате которой происходит разупорядочение и разрушение клеточного строения ЦСМ. Это может достигаться воздействием, связанным со сжатием, деформацией и дезинтеграцией сечки ЦСМ в варочном растворе, многими известными приемами, например, с помощью устройств механической обработки: вальцовой плющилки, в дробилках ножевых, молотковых и дисковых, а также с использованием ультразвукового воздействия (УЗ) или силового воздействия в потоке анизотропных ферромагнитных тел.

20 В отличие от прототипа в предлагаемом способе ТМХА проводят непосредственно в процессе варки в обогреваемом наружном контуре непрерывно в возвратном потоке. При этом ЦСМ после активации опять подается в варочную емкость с щелочным раствором. В этом случае быстрее происходит диффузия раствора в ЦСМ и извлечение из него лигнина и других спутников. За счет этого можно добиться сокращения времени варки.

Изобретение поясняется чертежами, на которых изображены: на Фиг. 1 - общая схема установки для получения целлюлозы заявляемым способом, где 1 - емкость для варки, 2 - перемешивающее устройство, 3 - масса-насос, 4 - трубопровод, 5 - ультразвуковое устройство или устройство с непрерывно вращающимися под действием электромагнитного поля ферромагнитными частицами, 6 - приемный бункер устройства механической обработки, 7 - устройство механической обработки, 8 - выгрузной бункер устройства механической обработки; на Фиг. 2 - схема устройства непрерывно вращающихся под действием электромагнитного поля ферромагнитных тел, где 9 - немагнитная цилиндрическая труба, встроенная в наружный контур, 10 - корпус с катушками электромагнитного поля, 11 - блок управления скоростью вращения, 12 - ферромагнитные частицы, непрерывно вращающиеся под действием электромагнитного поля; на Фиг. 3 - схема устройства ультразвуковой обработки, где 13 - корпуса, 14 - ультразвуковой генератор, 15 - блок управления.

40 В качестве сырья возможно использовать любой ЦСМ из однолетних растений не зависимо от его природы (лен, конопля, рапс, люцерна, амарант, солома пшеницы, ржи и др.).

Процесс по формуле изобретения осуществляют следующим образом.

Предварительно подготовленную сечку однолетнего растительного сырья, измельченную до 10-15 мм, загружают в емкость 1 со щелочным раствором, где ее разогревают при перемешивании. Варку ЦСМ проводят в растворе щелочи с концентрацией 0,7 масс. % с гидромодулем 1:15, с добавлением перекиси водорода с концентрацией 0,25 масс. % и ПАВ с концентрацией 0,1 масс. %. Температура варочного раствора 100°C, время варки не более 60 минут.

Для увеличения интенсивности процесса варочный раствор подвергают ТМХА, прокачивая его масса-насосом 3 из варочной емкости 1 по наружному обогреваемому контуру 4 в ультразвуковое устройство или устройство с непрерывно вращающимися под действием электромагнитного поля ферромагнитными частицами 5, а затем в приемный бункер 6 устройства механической обработки 7 и возвращают его через выгрузной бункер 8 в емкость варки 1. Объем раствора, проходящего через наружный контур, регулируется производительностью масса-насоса 3.

По окончании процесса варки выполняют стандартные операции дезинтеграции целлюлозного полуфабриката до необходимых размеров, промывки, отбели, промывки и сушки.

Все вышесказанное подтверждается следующими примерами, в которых в качестве ЦСМ использовали коноплю и люцерну.

Пример 1.

Подготовленную сечку однолетнего растительного сырья загружают в емкость со щелочным раствором, где полученную массу разогревают до 100°C при перемешивании. Через 10 мин после начала щелочной варки раствор ЦСМ начинают перекачивать масса-насосом АЕ.Н-ZD (производительность 3,4 м³/ч) по обогреваемому наружному контуру (диаметр трубопровода 25 мм) в котором установлено проточное ультразвуковое устройство «Молот» (производительность до 3 м³/ч, мощность 5,5 кВт/ч), после чего раствор подается в приемный бункер молотковой дробилки МПС-150 (производительность 4000 кг/ч, мощность 2,2 кВт/ч), где происходит термомеханохимическая активация. И через выгрузной бункер снова попадает в емкость варки. Перекачиваемый объем в течение времени операции варки равен объему емкости варки. Общее время варки 35 минут.

Затем выполняют стандартные операции дезинтеграции целлюлозного полуфабриката до необходимых размеров, промывку, отбели, промывку и сушку. Показатели полученной целлюлозы представлены в таблице (опыты 1, 2).

Пример 2 (аналогичен примеру 1).

Варочный раствор при движении по наружному контуру подвергается ультразвуковому воздействию в двух последовательно установленных аппаратах и механическому воздействию в одной молотковой дробилке. Показатели полученной целлюлозы представлены в таблице (опыт 3).

Пример 3 (аналогичен примеру 1).

Объем варочного раствора, перекачиваемого по наружному контуру за время операции варки в два раза больше объема емкости варки. Показатели полученной целлюлозы представлены в таблице (опыт 4).

Пример 4 (аналогичен примеру 1).

Варочный раствор во время операции варки при перекачке по наружному контуру проходит через механическое воздействие на дисковой мельнице РМ 300 (производительность 4000 кг/ч, мощность 20 кВт/ч) и устройстве силового воздействия непрерывно вращающимися под действием электромагнитного поля ферромагнитными телами диаметром 2 мм. и длиной 15 мм. (диаметр внутренней полости устройства 70 мм., длина 100 мм.). Скорость вращения электромагнитного поля 3000 об/мин. Показатели полученной целлюлозы представлены в таблице (опыт 5, 6).

Пример 5 (аналогичен примеру 4).

Объем варочного раствора, перекаченного по наружному контуру в два раза больше объема емкости варки. Показатели полученной целлюлозы представлены в таблице (опыт 7).

Анализ табличных данных показывает, что предложенный способ позволяет получить целлюлозу из соломы однолетнего растительного сырья при меньшем времени варки ЦСМ, но при этом сохранить качество, соответствующее прототипу. Это достигается тем, что операцию варки совмещают с термомеханохимической активацией, которая
5 осуществляется непосредственно во время щелочной варки ЦСМ непрерывно при перекачивании варочного раствора по наружному контуру емкости варки, в котором установлено ультразвуковое устройство или устройство с непрерывно вращающимися под действием электромагнитного поля ферромагнитными частицами и устройство механической обработки. Показатели α -целлюлозы остаются на уровне прототипа при
10 значительном уменьшении общего времени процесса варки. При этом данный метод позволяет получать целлюлозу из обедненного сырья. Сочетания того или иного воздействия, количество этих воздействий, порядка их осуществления не меняют общую картину полученного результата.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет получить целлюлозу из недревесного
15 однолетнего растительного сырья с показателями качества сравнимыми с прототипом, но при значительном уменьшении времени щелочной варки, а, следовательно, и всего процесса в целом.

20

25

30

35

40

45

Таблица 1. – Показатели целлюлозы.

№ примера	№ опыта	Способ силового воздействия	Время варки, мин	ЦСМ	Содержание целлюлозы в исходной сечке, масс. %	Содержание α -целлюлозы после варки, масс. %	Количество извлечённых лигнина и др. спутников целлюлозы, масс. %	Остаточное содержание лигнина и др. спутников целлюлоз, масс. %
1	1	УЗ, 20 кГц, 1 Вт/см ² +	35	конопля	62	93,2	31,2	6,8
	2	молотковая дробилка		люцерна	44	88,7	44,7	11,3
2	3	УЗ, 20 кГц, 1 Вт/см ² + молотковая дробилка	35	конопля	62	93,4	31,4	6,6
3	4	УЗ, 20 кГц, 1 Вт/см ² + молотковая дробилка	35	люцерна	44	89,8	45,8	10,2
4	5	Ферромагнитные частицы, 3000 об/мин + дисковая мельница	35	конопля	62	94,7	32,7	5,3
	6	люцерна		44	90,8	46,8	9,2	
5	7	Ферромагнитные частицы, 3000 об/мин + дисковая мельница	35	люцерна	44	91,5	47,5	8,5
Прототип			45	Лён-зеленец	78,1	95,8	17,7	4,2
			150	Солома льна-кудряша	63,8	92,5	28,7	7,5

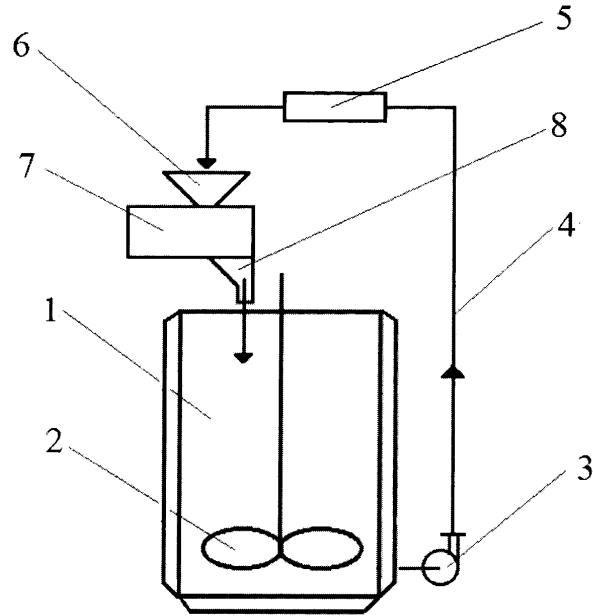
(57) Формула изобретения

1. Способ получения целлюлозы, включающий дробление и очистку целлюлозосодержащего материала, варку в щелочном растворе, термомеханохимическую активацию целлюлозосодержащего материала, промывку, отбелку, промывку и сушку, отличающийся тем, что щелочную варку целлюлозосодержащего материала совмещают с термомеханохимической активацией, которую осуществляют вне емкости варки непрерывно в возвратном потоке с помощью сочетания различных аппаратов в определенной последовательности: ультразвуковое устройство или аппарат с потоком анизотропных ферромагнитных тел и вальцовая плющилка или ножевая, молотковая, дисковая дробилки.

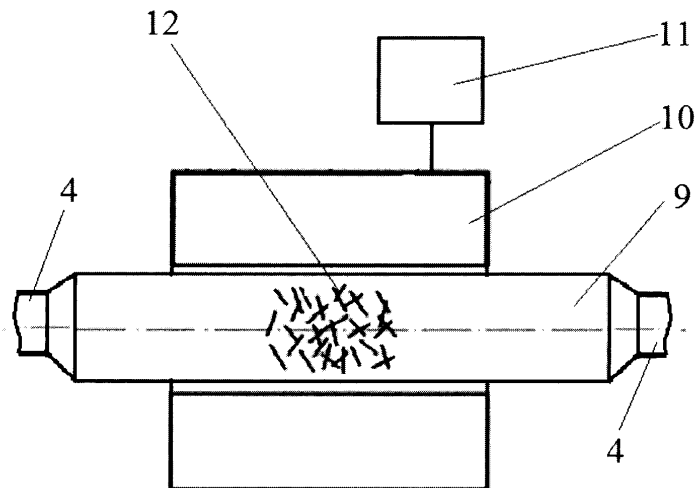
2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что объем целлюлозосодержащего материала, перемещаемого из емкости варки, за время операции щелочной варки превышает объем материала, находящегося в емкости варки.

1

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ



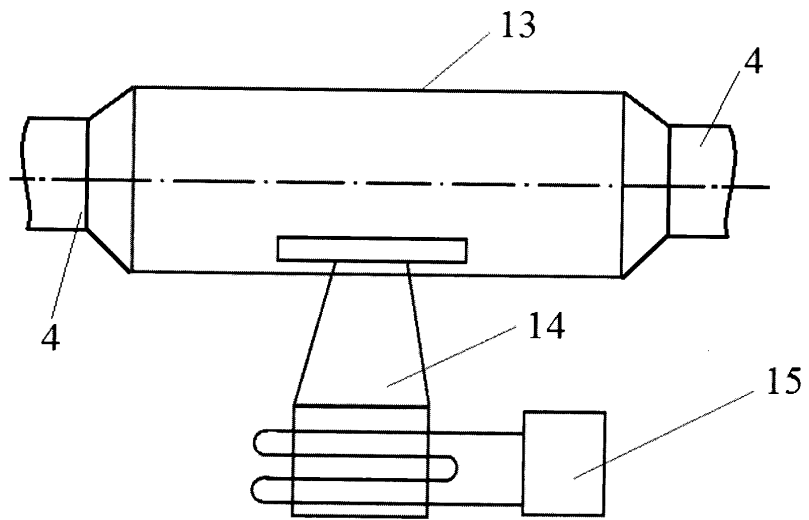
Фиг. 1



Фиг. 2

2

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ



Фиг. 3