(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105064112 A
(43)申请公布日 2015.11.18

(21)申请号 201510560992.8

(22)申请日 2015.09.07

(71)申请人 海南金海浆纸业有限公司
地址 578101 海南省洋浦经济开发区 D12 区
(72)发明人 谢勤

(74)专利代理机构 广州三环专利代理有限公司 44202
代理人 郝传鑫

(51)Int.Cl.
D21C 11/04(2006.01)
C08H 7/00(2012.01)

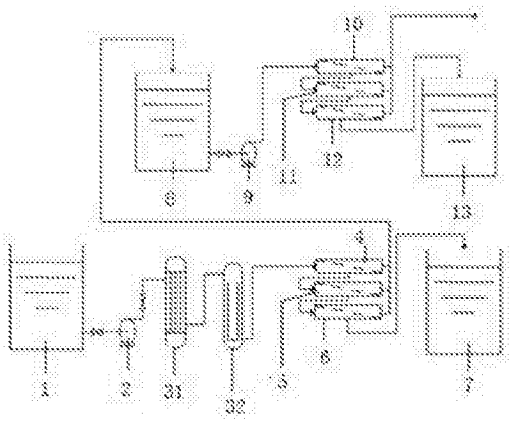
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54)发明名称

一种造纸黑液中木质素分级分离装置及其方法

(57)摘要

本发明公开了一种造纸黑液中木质素分级分离装置及其方法，其特征在于，此装置包括黑液储罐、第一转移泵、预处理装置、第一膜过滤器、第二膜过滤器、第三膜过滤器、高分子木质素储罐、膜过滤液储罐、第二转移泵、第四膜过滤器、第五膜过滤器、第六膜过滤器、连接管和低分子木质素储罐；此方法包括以下步骤：预处理、第一次膜过滤、第二次膜过滤；采用本发明所提供的一种造纸黑液中木质素分级分离装置及其方法，能够将黑液中的碱和木质素进行分离，碱可以送回制浆系统进行药液循环，还可分离出不同分子量级别的木质素，作为不同的副产品进行销售或作中间产品进行再加工，此方法操作简单，水耗、能耗低，具有良好的前景。



CN 105064112 A

1. 一种造纸黑液中木质素分级分离装置，其特征在于，包括黑液储罐、第一转移泵、预处理装置、第一膜过滤器、第二膜过滤器、第三膜过滤器、高分子木质素储罐、膜过滤液储罐、第二转移泵、第四膜过滤器、第五膜过滤器、第六膜过滤器、连接管和低分子木质素储罐；所述第一膜过滤器设有第一滤膜、第一滤液进口、第一滤液出口和第一浓缩液出口；所述第二膜过滤器设有第二滤膜、第二滤液进口、第二滤液出口和第二浓缩液出口；所述第三膜过滤器设有第三滤膜、第三滤液进口、第三滤液出口和第三浓缩液出口；所述第四膜过滤器设有第四滤膜、第四滤液进口、第四滤液出口和第四浓缩液出口；所述第五膜过滤器设有第五滤膜、第五滤液进口、第五滤液出口和第五浓缩液出口；所述第六膜过滤器设有第六滤膜、第六滤液进口、第六滤液出口和第六浓缩液出口；所述黑液储罐、第一转移泵、预处理装置和第一滤液进口依次连接；所述第一浓缩液出口与第二滤液进口通过连接管连接；所述第二浓缩液出口与第三滤液进口通过连接管连接；所述第三浓缩液出口与所述高分子木质素储罐连接；所述第一滤液出口、第二滤液出口、第三滤液出口分别与所述膜过滤液储罐连接；所述膜过滤液储罐、第二转移泵和第四滤液进口依次连接；所述第四浓缩液出口与第五滤液进口通过连接管连接；所述第五浓缩液出口与第六滤液进口通过连接管连接；所述第六浓缩液出口与所述低分子木质素储罐连接。所述预处理装置包括换热器和袋式过滤器。

2. 如权利要求 1 所述的一种造纸黑液中木质素分级分离装置，其特征在于，所述连接管设有通水孔。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的一种造纸黑液中木质素分级分离装置的一种造纸黑液中木质素分级分离的方法，其特征在于，包括以下步骤：

预处理：将造纸黑液加入水后通过所述预处理装置预处理制得混合物Ⅰ；

第一次膜过滤：将所述混合物Ⅰ通过所述第一膜过滤器、第二膜过滤器和第三膜过滤器进行第一次膜过滤处理，所述第一膜过滤器、第二膜过滤器和第三膜过滤器为同一型号，膜通量为 40Lhm ～ 50Lhm，制得木质素混合物Ⅰ和第一次膜过滤液；

第二次膜过滤：将所述一级膜过滤液通过所述第四膜过滤器、第五膜过滤器和第六膜过滤器进行第二次膜过滤处理，所述第四膜过滤器、第五膜过滤器和第六膜过滤器为同一型号，膜通量为 30Lhm ～ 39Lhm，制得木质素混合物Ⅱ和第一次膜过滤液。

4. 如权利要求 3 所述一种造纸黑液中木质素分级分离的方法，其特征在于，所述预处理中将造纸黑液加入水稀释至浓度为 4%～ 5%，再通入所述换热器，升温至 25℃～ 45℃，再通过所述袋式过滤器过滤制得混合物Ⅰ，所述浓度为总固形物占所述造纸黑液的质量比。

5. 如权利要求 4 所述一种造纸黑液中木质素分级分离的方法，其特征在于，所述第一次膜过滤处理的温度为 30℃～ 70℃，所述第二次膜过滤处理的温度为 30℃～ 70℃。

6. 如权利要求 5 所述一种造纸黑液中木质素分级分离的方法，其特征在于，所述第一次膜过滤处理中，所述第一膜过滤器、第二膜过滤器和第三膜过滤器之间通过连接管连接；所述第二次膜过滤处理中，所述第四膜过滤器、第五膜过滤器和第六膜过滤器之间通过连接管连接，所述连接管设有通水孔，从所述连接管的通水孔加入水。

一种造纸黑液中木质素分级分离装置及其方法

技术领域

[0001] 本发明涉及制浆造纸领域，尤其涉及一种造纸黑液中木质素分级分离装置及其方法。

背景技术

[0002] 木质素作为植物纤维原料的主要成分之一，主要存在于木质组织中，在木本植物占25%，是世界上含量丰富的有机物，仅次于纤维素。木质素，具有三维空间立体网状结构的酚类高分子化合物，由高度取代的苯基丙烷结构单元随机聚合而成，其与半纤维素、纤维素一起构成植物骨架的主要成分。

[0003] 现在，制浆造纸过程中产生的工业木质素，只有很少的一部分能得到有效的利用，如制成木质素吸附剂、土壤改良剂、农作物肥料、表面改性剂、聚氨酯泡沫、黏合剂等领域都有很好的应用和发展，但其余大部分都随着造纸废水直接排入江河中，而且极大地浪费了资源，又或者工业木质素被当作燃料直接烧掉用以提供热量和回收碱。据调查，目前由于技术和能力的限制，我国工业木质素的利用率仍然只有10%。其利用也还仅仅限于制浆废液中木素的利用，就是这样世界每年木素制品的量也仅占排出废液中木素的2%。所以，如何高效的对蒸煮废液进行有效地处理是一个十分迫切的环境保护问题。

发明内容

[0004] 有鉴于此，本发明提供了一种造纸黑液中木质素分离装置及其方法。

[0005] 本发明采用的技术手段如下：

[0006] 一种造纸黑液中木质素分级分离装置，包括黑液储罐、第一转移泵、预处理装置、第一膜过滤器、第二膜过滤器、第三膜过滤器、高分子木质素储罐、 膜过滤液储罐、第二转移泵、第四膜过滤器、第五膜过滤器、第六膜过滤器、连接管和低分子木质素储罐；

[0007] 所述第一膜过滤器设有第一滤膜、第一滤液进口、第一滤液出口和第一浓缩液出口；

[0008] 所述第二膜过滤器设有第二滤膜、第二滤液进口、第二滤液出口和第二浓缩液出口；

[0009] 所述第三膜过滤器设有第三滤膜、第三滤液进口、第三滤液出口和第三浓缩液出口；

[0010] 所述第四膜过滤器设有第四滤膜、第四滤液进口、第四滤液出口和第四浓缩液出口；

[0011] 所述第五膜过滤器设有第五滤膜、第五滤液进口、第五滤液出口和第五浓缩液出口；

[0012] 所述第六膜过滤器设有第六滤膜、第六滤液进口、第六滤液出口和第六浓缩液出口；

[0013] 所述黑液储罐、第一转移泵、预处理装置和第一滤液进口依次连接；

[0014] 所述第一浓缩液出口与第二滤液进口通过连接管连接；

[0015] 所述第二浓缩液出口与第三滤液进口通过连接管连接；

[0016] 所述第三浓缩液出口与所述高分子木质素储罐连接；

[0017] 所述第一滤液出口、第二滤液出口、第三滤液出口分别与所述膜过滤液储罐连接；

[0018] 所述膜过滤液储罐、第二转移泵和第四滤液进口依次连接；

[0019] 所述第四浓缩液出口与第五滤液进口通过连接管连接；

[0020] 所述第五浓缩液出口与第六滤液进口通过连接管连接；

[0021] 所述第六浓缩液出口与所述低分子木质素储罐连接。

[0022] 所述预处理装置包括换热器和袋式过滤器。

[0023] 优选地，所述连接管设有通水孔。

[0024] 本发明还提供一种造纸黑液中木质素分级分离的方法，包括以下步骤：

[0025] 预处理：将造纸黑液加入水后通过所述预处理装置预处理制得混合物Ⅰ；

[0026] 第一次膜过滤：将所述混合物Ⅰ通过所述第一膜过滤器、第二膜过滤器和第三膜过滤器进行第一次膜过滤处理，所述第一膜过滤器、第二膜过滤器和第三膜过滤器为同一型号，膜通量为 40Lhm ～ 50Lhm，制得木质素混合物Ⅰ和第一次膜过滤液；

[0027] 第二次膜过滤：将所述一级膜过滤液通过所述第四膜过滤器、第五膜过滤器和第六膜过滤器进行第二次膜过滤处理，所述第四膜过滤器、第五膜过滤器和第六膜过滤器为同一型号，膜通量为 30Lhm ～ 39Lhm，制得木质素混合物Ⅱ和第一次膜过滤液。

[0028] 优选地，所述预处理中将造纸黑液加入水稀释至浓度为 4％～ 5％，再通入所述换热器，升温至 25℃～ 45℃，再通过所述袋式过滤器过滤制得混合物Ⅰ，所述浓度为总固形物占所述造纸黑液的质量比。

[0029] 优选地，所述第一次膜过滤处理的温度为 30℃～ 70℃，所述第二次膜过滤处理的温度为 30℃～ 70℃。

[0030] 优选地，所述第一次膜过滤处理中，所述第一膜过滤器、第二膜过滤器和第三膜过滤器之间通过连接管连接；所述第二次膜过滤处理中，所述第四膜过滤器、第五膜过滤器和第六膜过滤器之间通过连接管连接，所述连接管设有通水孔，从所述连接管的通水孔加入水。

[0031] 采用本发明所提供的一种造纸黑液中木质素分离装置及其方法，所述造纸黑液中木质素分离装置能够将黑液中的碱和木质素进行分离，碱可以送回制浆系统进行药液循环，并且此装置通过分级分离的方法可分离出不同分子量级别的木质素，作为不同的副产品进行销售或作中间产品进行再加工，此方法操作简单，水耗、能耗低，具有良好的前景。

附图说明

[0032] 图 1 为本发明发明的一种造纸黑液中木质素分级分离装置的流程示意图；

[0033] 图 2 为本发明发明的一种造纸黑液中木质素分级分离装置的第一膜过滤器、第二膜过滤器和第三膜过滤器连接的结构示意图；

[0034] 图 3 为本发明发明的一种造纸黑液中木质素分级分离装置的第四膜过滤器、第五膜过滤器和第六膜过滤器连接的结构示意图；

[0035] 其中1为黑液储罐、2为第一转移泵、3为预处理装置、4为第一膜过滤器、5为第二膜过滤器、6为第三膜过滤器、7为高分子木质素储罐、8为膜过滤液储罐、9为第二转移泵、10为第四膜过滤器、11为第五膜过滤器、12为第六膜过滤器、13为连接管、14为低分子木质素储罐、41为第一滤膜、42为第一滤液进口、43为第一滤液出口、44为第一浓缩液出口、51为第二滤膜、52为第二滤液进口、53为第二滤液出口、54为第二浓缩液出口、61为第三滤膜、62为第三滤液进口、63为第三滤液出口、64为第三浓缩液出口、101为第四滤膜、102为第四滤液进口、103为第四滤液出口、104为第四浓缩液出口、111为第五滤膜、112为第五滤液进口、113为第五滤液出口、114第五浓缩液出口、121为第六滤膜、122为第六滤液进口、123为第六滤液出口、124为第六浓缩液出口、31为换热器、32为袋式过滤器、131为通水孔。

具体实施方式

[0036] 以下结合附图对本发明的原理和特征进行描述，所举实例只用于解释本发明，并非用于限定本发明发明的范围。

[0037] 实施例1

[0038] 一种造纸黑液中木质素分级分离装置，包括黑液储罐1、第一转移泵2、预处理装置3、第一膜过滤器4、第二膜过滤器5、第三膜过滤器6、高分子木质素储罐7、膜过滤液储罐8、第二转移泵9、第四膜过滤器10、第五膜过滤器11、第六膜过滤器12、连接管13和低分子木质素储罐14；所述第一膜过滤器4设有第一滤膜41、第一滤液进口42、第一滤液出口43和第一浓缩液出口44；所述第二膜过滤器5设有第二滤膜51、第二滤液进口52、第二滤液出口53和第二浓缩液出口54；所述第三膜过滤器6设有第三滤膜61、第三滤液进口62、第三滤液出口63和第三浓缩液出口64；所述第四膜过滤器10设有第四滤膜101、第四滤液进口102、第四滤液出口103和第四浓缩液出口104；所述第五膜过滤器11设有第五滤膜111、第五滤液进口112、第五滤液出口113和第五浓缩液出口114；所述第六膜过滤器12设有第六滤膜121、第六滤液进口122、第六滤液出口123和第六浓缩液出口124；所述黑液储罐1、第一转移泵2、预处理装置3和第一滤液进口42依次连接；所述第一浓缩液出口43与第二滤液进口52通过连接管13连接；所述第二浓缩液出口53与第三滤液进口62通过连接管13连接；所述第三浓缩液出口63与所述高分子木质素储罐7连接；所述第一滤液出口43、第二滤液出口53、第三滤液出口63分别与所述膜过滤液储罐8连接；所述膜过滤液储罐8、第二转移泵9和第四滤液进口102依次连接；所述第四浓缩液出口104与第五滤液进口112通过连接管13连接；所述第五浓缩液出口114与第六滤液进口122通过连接管13连接；所述第六浓缩液出口124与所述低分子木质素储罐14连接；所述预处理装置3包括换热器31和袋式过滤器32。

[0039] 在具体操作中，在黑液储槽1加入制浆底部经过闪蒸、纤维回收机处理后的黑液和水，将浓度为15％的造纸黑液稀释到4％，所述浓度为总固形物占所述造纸黑液的质量比，通过第一转移泵2将造纸黑液送至预处理装置3进行预处理，首先将造纸黑液通过换热器31，升温至25℃，再通过袋式过滤器32进行预处理，预处理主要目的是保证膜的运行条件，袋式过滤器32滤布规格为3μm，制得混合物Ⅰ，再将混合物Ⅰ进入第一膜过滤器4、第二膜过滤器5和第三膜过滤器6进行第一次膜过滤，第一膜过滤器4、第二膜过滤器5和第三膜过滤器6为同一型号，膜通量均为40Lhm，第一次膜过滤的温度为30℃，能够有效的分

离出造纸黑液中的大分子木素。分离后的木质素混合物Ⅰ将放置在高分子木素储罐7作为产品进行外售或进行蒸发浓缩后制作磺化木素产品。而第一次膜过滤液则存放在膜过滤液储罐8中等待下一步处理。

[0040] 将膜过滤液储罐8中主要成分为无机碱和小分子有机物的第一次膜过滤液，通过第二转移泵9送至第四膜过滤器10、第五膜过滤器11、第六膜过滤器12进行第二次膜过滤，第四膜过滤器10、第五膜过滤器11和第六膜过滤器12为 同一型号，膜通量为30Lhm，第二次膜过滤的温度为30℃。分离制得的木质素混合物Ⅱ存放在低分子木质素储槽14，主要成分为小分子木素混合物，可以作为水泥减水剂的生产原料；而分离后的第二次膜过滤液经蒸发工段浓缩后，送至RB碱回收锅炉进行燃烧，以回收黑液中的碱。

[0041] 实施例2

[0042] 基于实施例1的造纸黑液中木质素分级分离装置，进一步的，所述连接管13设有通水孔131。

[0043] 在具体操作中，在第一次膜过滤过程中，从连接管的通水孔加入水，来洗涤混合物Ⅰ中的无机物，以保证浓缩液中木素的品质。

[0044] 实施例3

[0045] 基于实施例1的造纸黑液中木质素分级分离装置，在具体操作中，在黑液储槽1加入制浆底部经过闪蒸、纤维回收机处理后的黑液和水，将浓度为15％的造纸黑液稀释到4.5％，所述浓度为总固形物占所述造纸黑液的质量比，通过第一转移泵2将造纸黑液送至预处理装置3进行预处理，首先将造纸黑液通过换热器31，升温至35℃，再通过袋式过滤器32进行预处理，预处理主要目的是保证膜的运行条件，袋式过滤器32滤布规格为7μm，制得混合物Ⅰ，再将混合物Ⅰ进入第一膜过滤器4、第二膜过滤器5和第三膜过滤器6进行第一次膜过滤，第一膜过滤器4、第二膜过滤器5和第三膜过滤器6为同一型号，膜通量均为45Lhm，第一次膜过滤的温度为50℃，能够有效的分离出造纸黑液中的大分子木素。分离后的木质素混合物Ⅰ将放置在高分子木素储罐7作为产品进行外售或进行蒸发浓缩后制作磺化木素产品。而第一次膜过滤液则存放在膜过滤液储罐8中等待下一步处理。

[0046] 将膜过滤液储罐8中主要成分为无机碱和小分子有机物的第一次膜过滤液，通过第二转移泵9送至第四膜过滤器10、第五膜过滤器11、第六膜过滤器12进行第二次膜过滤，第四膜过滤器10、第五膜过滤器11和第六膜过滤器12为同一型号，膜通量为35Lhm，第二次膜过滤的温度为50℃。分离制得的木质素混合物Ⅱ存放在低分子木质素储槽14，主要成分为小分子木素混合物，可以作 为水泥减水剂的生产原料；而分离后的第二次膜过滤液经蒸发工段浓缩后，送至RB碱回收锅炉进行燃烧，以回收黑液中的碱。

[0047] 实施例4

[0048] 基于实施例3的造纸黑液中木质素分级分离装置，进一步的，所述连接管13设有通水孔131。

[0049] 在具体操作中，在第一次膜过滤过程中，从连接管的通水孔加入水，来洗涤混合物Ⅰ中的无机物，以保证浓缩液中木素的品质。

[0050] 实施例5

[0051] 基于实施例1的造纸黑液中木质素分级分离装置，在具体操作中，在黑液储槽1加入制浆底部经过闪蒸、纤维回收机处理后的黑液和水，将浓度为15％的造纸黑液稀释到

5%，所述浓度为总固形物占所述造纸黑液的质量比，通过第一转移泵 2 将造纸黑液送至预处理装置 3 进行预处理，首先将造纸黑液通过换热器 31，升温至 45℃，再通过袋式过滤器 32 进行预处理，预处理主要目的是保证膜的运行条件，袋式过滤器 32 滤布规格为 10μm，制得混合物Ⅰ，再将混合物Ⅰ进入第一膜过滤器 4、第二膜过滤器 5 和第三膜过滤器 6 进行第一次膜过滤，第一膜过滤器 4、第二膜过滤器 5 和第三膜过滤器 6 为同一型号，膜通量均为 50Lhm，第一次膜过滤的温度为 70℃，能够有效的分离出造纸黑液中的大分子木素。分离后的木质素混合物Ⅰ将放置在高分子木素储罐 7 作为产品进行外售或进行蒸发浓缩后制作磺化木素产品。而第一次膜过滤液则存放在膜过滤液储罐 8 中等待下一步处理。

[0052] 将膜过滤液储罐 8 中主要成分为无机碱和小分子有机物的第一次膜过滤液，通过第二转移泵 9 送至第四膜过滤器 10、第五膜过滤器 11、第六膜过滤器 12 进行第二次膜过滤，第四膜过滤器 10、第五膜过滤器 11 和第六膜过滤器 12 为同一型号，膜通量为 39Lhm，第二次膜过滤的温度为 70℃。分离制得的木质素混合物Ⅱ存放在低分子木质素储槽 14，主要成分为小分子木素混合物，可以作为水泥减水剂的生产原料；而分离后的第二次膜过滤液经蒸发工段浓缩后，送至 RB 碱回收锅炉进行燃烧，以回收黑液中的碱。

[0053] 实施例 6

[0054] 基于实施例 5 的造纸黑液中木质素分级分离装置，进一步的，所述连接管 13 设有通水孔 131。

[0055] 在具体操作中，在第一次膜过滤过程中，从连接管的通水孔加入水，来洗涤混合物Ⅰ中的无机物，以保证浓缩液中木素的品质。

[0056] 实施例 7

[0057] 碱回收率＝1－（木质素混合物Ⅰ的总碱量＋第二次膜过滤液的总碱量）/造纸黑液的总碱量。

[0058] 表 1

[0059]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
碱回收率	88%	88.6%	88.1%	88.9%	88.25	88.71%

[0060] 表 2

[0061]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
木质素混合物Ⅰ中的木质素占造纸黑液中总固形物含量（%）	81.94%	83.17%	82.1%	82.96%	81.98	82.71%
木质素混合物Ⅱ中木质素占第一次膜过滤液总固形物含量（%）	64%	66%	64.8%	65.2%	65.7%	65.4%

[0062] 采用本发明所提供的一种造纸黑液中木质素分级分离装置及其方法，碱回收率可达 88％以上，木质素混合物Ⅰ中的木质素占造纸黑液中总固形物含量的百分比可达到 81.94％以上，可以直接作为产品出售或再次提纯、磺化得到价值较高的磺化木质素产品；

[0063] 其次，富含碱液的第二次膜过滤液可送至蒸发工段浓缩后回流至制浆系统，即环保又可重复利用资源，提高资源的利用率；

[0064] 再者，木质素混合物Ⅱ中木质素占第一次膜过滤液总固形物含量的百分比可达到 64％以上，故木质素混合物Ⅱ可以进行喷雾干燥后作为产品直接外售或制作低端产品。

[0065] 综上所述，采用本发明所提供的一种造纸黑液中木质素分级分离装置及其方法，所述造纸黑液中木质素分级分离装置能够将黑液中的碱和木质素进行分离，碱可以送回制浆系统进行药液循环，并且此装置通过分级分离的方法可分离出不同分子量级别的木质素，作为不同的副产品进行销售或作中间产品进行再加工，此方法操作简单，水耗、能耗低，具有良好的应用前景。

[0066] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已，并不用以限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所做的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明保护的范围之内。

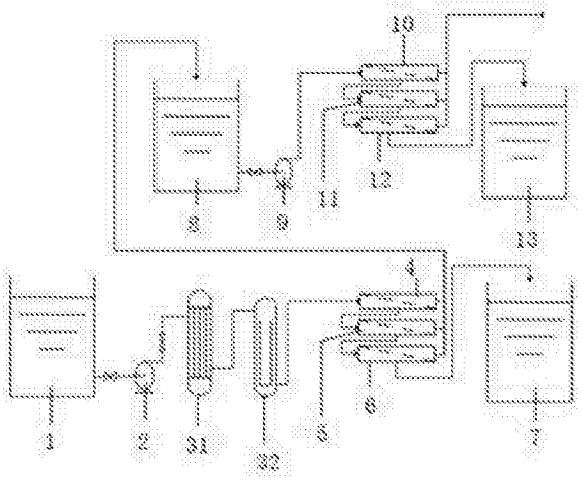

10
11
12
8
9
13
4
1
2
31
32
5
6
7

图 1

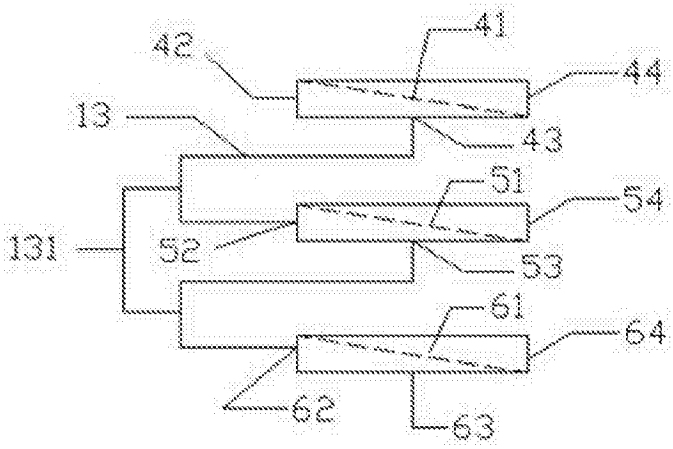

41
42
44
13
43
51
54
131
52
53
61
64
62
63

图 2

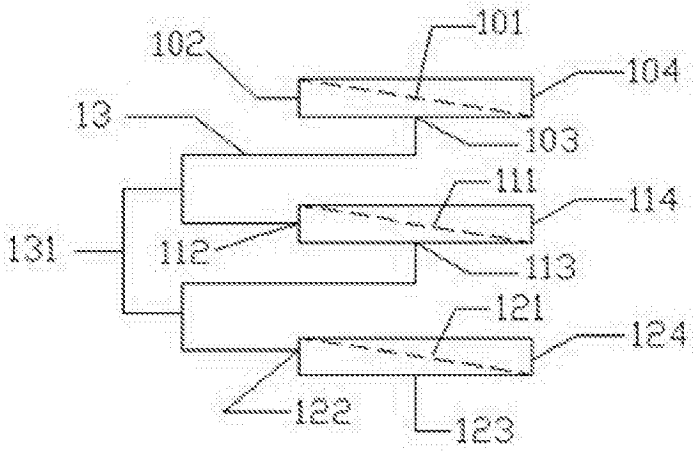

101
102
104
13
103
111
114
131
112
113
121
124
122
123

图 3