



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

195751
(11) (B1)

[51] Int. Cl.³.
D 21 C 3/00

[22] Přihlášeno 11 04 67
[21] (PV 2646-67)

[40] Zveřejněno 31 01 75

[45] Vydáno 15 05 82

[75]
Autor vynálezu

RICHTEROVÁ VĚRA ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby polobuničiny a ligninu

1

Vynález se týká způsobu výroby polobuničiny a ligninu z dřevné hmoty, sestávající zejména z hemicelulózy, celulózy a ligninu.

Polobuničina a lignin se vyrábějí alkoholýzou dřevné hmoty. Při alkoholýze se vaří štěpky ze dřeva v přítomnosti alkoholu, např. metanolu. V alkoholu mohou být přítomny v malém množství i další látky, které napomáhají průběhu procesu, jako je např. kysličník siřičitý (čs. patent číslo 97 098), kyselina metylsírová (čs. patent č. 126 812) nebo kyselina sírová. Při alkoholýze se lignin rozpustí v alkoholu a spolu s ním se odvede na další zpracování. Na lignin se působí vodíkem v prostředí organického nepolárního rozpouštědla za tlaku 350 až 450 at a při teplotě 400 až 500 °C (David W. Goheen: Hydrogenation of Lignin by the Noguchi Process; čas.: Lignin Structure and Reactions).

Při alkoholýze se štěpky přemění na polobuničinu, která se dále zpracovává na papír. Nevýhodou tohoto způsobu ale je to, že vyrobený papír je velmi nekvalitní, je hrubý, láme se, má tmavou barvu. I při sebelepší defibraci má vlastnosti původní hmoty, tj. dřeva.

Rozborem lze dojít k závěru, že tyto nedostatky jsou způsobeny tím, že výše uvedeným postupem nelze dokonale vyextrahovat

2

z dřevné hmoty lignin, neboť tomu brání určité látky ve dřevě obsažené. Z toho vyplývá, že pokud se má dosáhnout úplného vyextrahování ligninu, je nutno dřevnou hmotu před vlastním procesem předem upravit.

Nyní bylo překvapivě zjištěno, že takovou úpravou může být o sobě známá metoda, spočívající v působení tepla na dřevnou hmotu v přítomnosti nepolárního organického rozpouštědla, např. petroleje (N. J. Nikitin: Chemie dřeva, SNTL 1956, str. 414, příloha 1). Produkt tohoto postupu je výhodnější výchozí surovinou pro alkoholýzu, nežli neupravená přírodní dřevná hmota.

Způsob výroby polobuničiny a ligninu podle vynálezu tedy spočívá v tom, že se na dřevnou hmotu nejprve působí teplem při teplotě 250 až 275 °C v přítomnosti organického nepolárního rozpouštědla, načež se po odstranění tohoto rozpouštědla na takto zpracovanou dřevnou hmotu působí organickým polárním varným roztokem při tlaku 1,17 až 1,96 MPa a při teplotě 130 až 145 °C, načež se organický polární varný roztok, obsahující lignin, vyextrahovaný z dřevné hmoty, odstraní.

Výhodou tohoto způsobu je, že se získá kvalitní surovina pro výrobu papíru. Její kvalita je srovnatelná se surovinou, která

se získá při zpracování dřevné hmoty sulfátovým nebo sulfitovým způsobem. Přitom se způsobem podle vynálezu získá lignin ve vhodnější a zpracovatelnější formě, než jak je tomu u těchto dvou způsobů. Výhody způsobu podle vynálezu lze charakterizovat také tak, že se proti známým způsobům zpracování dřevné hmoty získává na jedné straně kvalitní surovina pro výrobu papíru a na druhé straně lignin v takové formě, která umožňuje jeho snazší další zpracování a tím odstraňování z odpadních vod. Dochází tak ke komplexnímu využití dřevné hmoty.

Výhody způsobu podle vynálezu jsou dále vysvětleny v příkladu, který popisuje jedno provedení způsobu podle vynálezu, vycházející z použití zařízení, které je schematicky znázorněno na přiloženém výkresu.

Na přiloženém výkresu je blíže objasněn uvedený způsob komplexního zpracování dřevné hmoty. Dřevné štěpky 1 vstupují zespodu do pyrolýzního reaktoru 50 spolu s petrolejem 2. Pyrolýzní reaktor 50 je vyhříván párou 44 na teplotu 250 až 275 °C, takže dochází k destrukci dřevné hmoty a páry petroleje spolu s párami kyseliny octové, furfuralu a podobných látek jako při suché destilaci dřeva vystupují z reaktoru 50 jako proud 3 a vstupují do rektifikačních kolon 51, kde se oddělují produkty destrukce 41, 42 a vodní pára 49 od nosných par petroleje 43. Z reaktoru 50 vystupují štěpky 4, procházejí chladičem 61, ochlazovaným proudem 62. Ochlazené štěpky 5 vstupují do vařáku 52, kde se podrobují působení varného roztoku 6, kterým je metanol s 0,2 až 0,5 % kyseliny sírové. Vařák 52 je ohříván párou 45, aby teplota extrakce ligninu byla 130 až 145 °C při tlaku 12 až 20 at. Do dna vařáku 52 vstupuje extrakční metanol 7. Ligninový výluh 8 postupuje do odparkové stanice 54, vytápěné párou 48. Páry metanolu a petroleje 21 vstupují do rektifikační kolony 55, vyhříváné párou 46, kde se oddělí páry metanolu 22 od petroleje 23. Ze dna vařáku 52 se odebírají štěpky 9, které se v desorbéru 53 působením vodní páry 10 zbaví absorbovaného metanolu, takže směs par metanolu a vodní páry 11 vstupuje do rektifikační kolony 56, vytápěné párou 47. V koloně 56 se oddělí páry metanolu 12 od vody 13.

Štěpky 14 z desorbéru 53 vstupují do defibrotoru 57. Defibrované štěpky 15 postupují do pracího filtru 58, kde se promývají nejprve již použitým roztokem 16, horkou vodou 13 z kolony 56 a čerstvou vodou 17, takže z výrobního cechu 69 vystupuje papírovina 18 a vodný roztok sacharidů 19. Spojený proud par metanolu 12 a 22 vstupuje jako proud 24 do chladiče 63, chlazeného proudem 64. Ochlazený metanol 25 se rozděluje na proud extrakčního metanolu 7 a zbytek 34 se mísí s kyselinou sírovou 26 na proud varného roztoku 6. Zahuštěný výluh 20 se rozděluje na proud 27 a 28, který vstupuje do hydrogenační aparatury 59, kde se působením vodíku 29 za tlaku 350 až 450 at při teplotě 400 až 500 °C rozkládá lignin na nízkomolekulární složky, jejichž směs 30 se rozdělí na lehké uhlovodíky 35, vodní páru 36, těžký zbytek 37, jednomocné a dvoumocné fenoly 38 a petrolejovou frakci 31, která se dělí na produkt 32, recykus 33, který se spojuje s proudem 23, 43, 68 na proud 2. V aparatuře se zahuštěný výluh 27 — v podstatě lignin v petroleji — kondenzuje s fenoly 38, takže se získají fenol-ligninové pryskyřice 39 a kondenzát 40, který se v rektifikační koloně 65, vytápěné párou 66, rozdělí na petrolej 68 a kondenzační vodu 67. Hydrogenačně je možno zpracovávat celé množství zahuštěného výluhu na žádané a možné produkty. Přidružená výroba pryskyřic je příkladem možné kombinace.

Příklad

Dřevná hmota sestává např. z 15 % hemi-celulózy, z 25 % ligninu a z 60 % celulózy. Nejprve se odbourávají hemicelulózy a získá se 1 až 2 % furfuralu, 2 až 5 % kyseliny octové, 3 až 5 % acetonu. Do druhého stupně přechází v průměru 90 % prvotní dřevné hmoty. Do výluhu přechází lignin, takže se získá 62 až 65 % surové polobuničiny. Polobuničina se vypírá vodou, takže se obdrží 60 až 62 % polobuničiny a 2 až 5 % sacharidů jako vodný roztok. Hydrogenací ligninových výluhů se získá např. 26 % plynů, 21 % jednomocných fenolů, 28 % neutrálních olejů, 16 % dvoumocných fenolů a zbytek se rovná 9 % původní ligninové hmoty.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby polobuničiny a ligninu, vynalezený tím, že se na dřevnou hmotu působí nejprve teplem při teplotě 250 až 275 °C v přítomnosti organického nepolárního rozpouštědla, načež se po odstranění tohoto rozpouštědla na takto zpracovanou dřevnou

hmotu působí organickým polárním varným roztokem při tlaku 1,17 až 1,96 MPa a při teplotě 130 až 145 °C, načež se organický polární varný roztok obsahující lignin, vyextrahovaný z dřevné hmoty, odstraní.

