

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

260305
(11) (B1)

(22) Prihlášené 17 10 86
(21) (PV 7535-86.Y)

(40) Zverejnené 16 05 88

(45) Vydané 15 04 89

(51) Int. Cl.⁴
C 08 H 5/02
C 08 H 5/04

(75)
Autor vynálezu

KOŠÍKOVÁ BOŽENA ing. CSc., JONIAK DUŠAN prom. chem. CSc.,
BRATISLAVA, PROCHÁZKA JAROMÍR ing., LUŽE,
KRATOCHVÍL ZDENĚK ing., PRAHA

(54) Spôsob izolácie lignínu

1

2

Účelom spôsobu izolácie lignínu je zlepšenie chemických vlastností a zlepšenie spôsobu prípravy lignínu. Uvedený účel sa dosiahne tak, že sa extrakcií pri 15 až 50 °C podrobí lignocelulózový zbytok po odstránení pentózovej zložky parením lignocelulózových materiálov pri teplote 200 až 230 °C a tlaku 2,5 až 3 MPa. Spôsob izolácie lignínu má použitie v chemickom priemysle.

Vynález sa týka spôsobu izolácie lignínu.

Lignín pre použitie v chemickom priemysle je možné získať z odpadných výluhov v celulózpapierenskom priemysle alebo z lignocelulóзовých materiálov takých ako drevo, alebo z jednoročných lignifikovaných rastlín alkalickou degradáciou [K. V. Sarkanen, C. H. Ludwig: Lignins, Occurrence, Formation, Structure and Reaction, Ed. Wiley Interscience, New York-London-Toronto (1972)]. Nevýhodou lignínu izolovaného z odpadov pri priemyselných delignifikáciách je, že je málo rozpustný, značne štruktúrne pozmenený a znečistený delignifikačnými chemikáliami. Ďalej lignín sa dá získať ako zvyšok pri hydrolýze lignocelulóзовých materiálov kyselinami v hydrolýznom priemysle. Nevýhodou hydrolýzneho lignínu je jeho vysoký stupeň kondenzácie s ťažko modifikovateľnou polyaromatickou štruktúrou. Nevýhodou lignínov extrahovaných z natívnych lignocelulóзовých materiálov sú veľmi nízke výťažky a ďalej skutočnosť, že ich izolácia je vždy sprevádzaná rozpúšťaním hemicelulóзовej zložky, ktorá je prítomná v izolovaných lignínoch v množstve 10 až 20 hmot. % [F. E. Brauns, D. A. Brauns: The Chemistry of Lignin, Academic Press, New York-London, str. 62 (1980)].

Uvedené nevýhody v podstatnej miere odstraňuje spôsob izolácie lignínu spočívajúci v tom, že sa extrahuje pri teplote 15 až 50 stupňov Celzia podrobí zvyšok po odstránení pentóзовej zložky parením lignocelulóзовého materiálu pri teplote 200 až 230 °C a tlaku 2,5 až 3 MPa.

Výhodou navrhovaného postupu je, že pri parení lignocelulóзовých materiálov pri výrobe furfuralu vzniká odpadný materiál, z ktorého je možné izolovať lignín s vyššími výťažkami a s výhodnými chemickými vlastnosťami, napr. dobrou rozpustnosťou v niektorých organických rozpúšťadlách, postupom nenáročným na zariadenie, chemikálie a so znížením tvorby neželateľných kvapalných alebo plyných odpadov. Ďalšou výhodou je, že použité organické rozpúšťadlá a amoniak sa môžu regenerovať.

Použitý lignocelulóзовý zvyšok v príkladoch 2 až 7 dostaneme po konverzii pentóзовej slamy na furfural:

Príklad 1

250 g slamy o sušine 92 hmot. % sa zahrieva so 6 l vody v reaktore pri teplote 200 až 230 °C počas 5 až 20 s v 13 l autokláve pri tlaku 2,5 až 3 MPa. Lignocelulóзовý zvyšok po odstránení furfuralu a následnom premytí 10 l vody sa získa vo výťažku 180 g.

Príklad 2

200 g lignocelulóзовého zvyšku o sušine 90 hmot. % premytého vodou sa extrahuje 4 l acetónu v extraktore počas 8 hodín pri

teplote 25 °C. Odparením rozpúšťadla sa získa 22 g lignínu obsahujúceho 1,15 hmot. % fenolických hydroxylových skupín a 11,0 hmot. % metoxylových skupín.

Príklad 3

Postupuje sa ako v príklade 2 s tým rozdielom, že sa lignocelulóзовý zvyšok extrahuje 4 l metanolu. Výťažok lignínu je 20 g. Obsah fenolických hydroxylových skupín je 1,22 hmot. % a metoxylových skupín 10,1 hmot. %.

Príklad 4

Postupuje sa ako v príklade 2 s tým rozdielom, že sa lignocelulóзовý zvyšok extrahuje zmesou 4 l 96 hmot. % etanol a voda v objemovom pomere 1 : 1 pri teplote 15 °C. Výťažok lignínu je 20,5 g. Obsah fenolických hydroxylových skupín je 1,25 hmot. % a metoxylových skupín 9,8 hmot. %.

Príklad 5

200 g lignocelulóзовého zvyšku o sušine 90 hmot. % premytého vodou sa extrahuje zmesou 4 l 96 hmot. % etanol a 1 hmot. % vodný roztok hydroxidu sodného v objemovom pomere 1 : 1 za stáleho miešania pri teplote 25 °C počas 24 h. Potom sa pevný podiel odfiltruje, filtrát sa odparí na polovičný objem a upraví na pH 2 s 1 mól.l⁻¹ kyselinou chlorovodíkovou. Vyzrážaný lignín sa odfiltruje a vysuší. Získa sa 18 g lignínu obsahujúceho 1,66 hmot. % fenolických hydroxylových skupín a 9,6 hmot. % metoxylových skupín.

Príklad 6

200 g lignocelulóзовého zvyšku o sušine 90 hmot. % sa extrahuje s 5 l 26 hmot. % vodného roztoku amoniaku pri teplote 15 stupňov Celzia počas 5 dní. Odparením amoniaku sa získa 30 g lignínu obsahujúceho 1,25 hmot. % fenolických hydroxylových skupín a 8,0 hmot. % metoxylových skupín.

Príklad 7

Postupuje sa ako v príklade 6 s tým rozdielom, že sa lignocelulóзовý zvyšok extrahuje zmesou 96 hmot. % etanolu a 26 hmot. % percent vodného roztoku amoniaku v objemovom pomere 1 : 1 pri teplote 25 °C počas 3 dní. Odparením amoniaku a etanolu sa získa 35 g lignínu obsahujúceho 1,10 hmot. % fenolických hydroxylových skupín a 9,0 hmot. % metoxylových skupín.

Vynález môže nájsť použitie v chemickom priemysle v makromolekulovej chémii ako surovina na prípravu fertilizérov, adsorbentov, dispergátorov, lepidiel, tenzidov a pod.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Spôsob izolácie lignínu rozpustného v organických rozpúšťadlách, extrakciou acetónom, metanolom, etanolom a/alebo ich zmesou s vodou, alebo vodným alebo vodno-alkoholickým roztokom hydroxidu sodného a

lebo amonného, vyznačujúci sa tým, že sa extrakcii pri teplote 15 až 50 °C podrobí zvyšok po odstránení pentózovej zložky parným lignocelulóзовých materiálov pri teplote 200 až 230 °C pri tlaku 2,5 až 3 MPa.