



(51) МПК
D21C 5/00 (2006.01)
D21C 3/04 (2006.01)
D21C 1/04 (2006.01)
C08B 37/00 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

D21C 5/00 (2021.08); D21C 1/04 (2021.08); D21C 3/04 (2021.08); C08B 37/00 (2021.08)

(21)(22) Заявка: 2021117882, 21.06.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 21.06.2021

Дата регистрации:
 06.12.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.06.2021

(45) Опубликовано: 06.12.2021 Бюл. № 34

Адрес для переписки:

197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр.,
 49, лит. А, Университет ИТМО, ОИС,
 Васильев Владимир Николаевич

(72) Автор(ы):

Токбаева Асемгуль Амамбаевна (RU),
 Баракова Надежда Васильевна (RU),
 Добринов Александр Владимирович (RU),
 Романов Всеволод Алексеевич (RU),
 Пронин Александр Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего
 образования «Национальный
 исследовательский университет ИТМО»
 (Университет ИТМО) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: RU 2487206 C1, 10.07.2013. EP
 2148000 A3, 01.02.2012. WO 2016077405 A1,
 19.05.2016. WO 2014147393 A1, 25.09.2014.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения целлюлозы из растительного сырья. В качестве растительного сырья используется борщевик. Способ включает: измельчение борщевика; тепловую обработку при температурой 50°C с внесением ферментного препарата в количестве 0,05% относительно сырой массы в течение 1,5 ч; отделение жома и добавление в него 1,4% раствора соляной кислоты с гидромодулем 1:6; выдержку при температуре 90°C в течение 3 ч; промывку водой в двадцатикратном объеме от массы остатка жома борщевика; обработку сырья

1% раствором гидроксида натрия с гидромодулем 1:5; выдержку полученного остатка при температуре 60°C в течение 1,5 ч; промывку препарата водой в двадцатикратном объеме; добавление к грубому препарату целлюлозы 0,3% раствора соляной кислоты с гидромодулем 1:2; выдержку при температуре 60°C в течение 1 ч; отделение, промывку и сушку целлюлозы. Технический результат заключается в уменьшении энергозатрат, времени получения целлюлозы и полезном использовании вредного борщевика. 1 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
D21C 5/00 (2006.01)
D21C 3/04 (2006.01)
D21C 1/04 (2006.01)
C08B 37/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC

D21C 5/00 (2021.08); D21C 1/04 (2021.08); D21C 3/04 (2021.08); C08B 37/00 (2021.08)(21)(22) Application: **2021117882, 21.06.2021**(24) Effective date for property rights:
21.06.2021Registration date:
06.12.2021

Priority:

(22) Date of filing: **21.06.2021**(45) Date of publication: **06.12.2021** Bull. № 34

Mail address:

**197101, Sankt-Peterburg, Kronverkskij pr., 49, lit.
A, Universitet ITMO, OIS, Vasilev Vladimir
Nikolaevich**

(72) Inventor(s):

**Tokbaeva Asemgul Amambaevna (RU),
Barakova Nadezhda Vasilevna (RU),
Dobrinov Aleksandr Vladimirovich (RU),
Romanov Vsevolod Alekseevich (RU),
Pronin Aleksandr Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Natsionalnyi issledovatel'skii
universitet ITMO» (Universitet ITMO) (RU)**

(54) METHOD FOR PRODUCING CELLULOSE

(57) Abstract:

FIELD: cellulose production.

SUBSTANCE: invention relates to a method for producing cellulose from vegetable raw materials. Hogweed is used as a plant material. The method includes: grinding the hogweed; heat treatment at a temperature of 50°C with the introduction of an enzyme preparation in an amount of 0.05% relative to the wet weight for 1.5 hours; separating the pulp and adding to it a 1.4% solution of hydrochloric acid with a hydromodule of 1:6; holding at a temperature of 90°C for 3 hours; rinsing with water in a twenty-fold volume of the mass of the remainder of the hogweed pulp;

processing of raw materials with 1% sodium hydroxide solution with a hydromodule of 1: 5; holding the resulting residue at a temperature of 60°C for 1.5 hours; rinsing the drug with water in a twentyfold volume; adding a 0.3% hydrochloric acid solution with a 1: 2 hydromodule to the coarse cellulose preparation; holding at a temperature of 60°C for 1 hour; separation, washing and drying of cellulose.

EFFECT: reduction of energy consumption, time of obtaining cellulose and beneficial use of harmful hogweed.

1 cl, 1 ex

Изобретение относится к химической промышленности, а именно – получению целлюлозы из растительного сырья.

Известен способ получения целлюлозы из льна-межеумка (патент РФ №2566275, МПК D21C 5/00, опубл. 20.10.2015), который включает стадию предварительной

5 обработки с использованием азотной кислоты при 92–98°C, двухстадийный гидролиз водными растворами гидроксида натрия и азотной кислоты, двойную промывку полученного продукта водным раствором гидроксида натрия различной концентрации и окончательную обработку водным раствором азотной кислоты.

10 Недостатком данного способа являются большие энергозатраты вследствие использования высокого гидромодуля для выделения целлюлозы.

Известен способ получения целлюлозы (патент РФ №2487206, МПК D21C 1/06, D21C 3/02, D21C 9/00, опубл.10.07.2013), в котором предварительно проводят замочку целлюлозосодержащего сырья в варочном растворе гидроксида натрия (10–60 г/л) и ПАВ (0,2–0,8 г/л) в течение 15–60 минут при температуре 90–100°C. Сырье 15 термомеханохимически обрабатывают шнековым аппаратом АШ-200 при температуре 80–100°C, двукратно промывают водой при температуре 70–90°C и 30–40°C, отбеливают промытую массу раствором перекиси водорода (5–10 г/л) при 85–95°C в течение 90 минут, обрабатывают в СВЧ установке с частотой 915 и 2450 МГц.

20 К недостаткам данного способа относится сложная многостадийная термомеханическая обработка исходного сырья, кроме того, для реализации процесса необходимо использовать дополнительное оборудование в виде шнекового аппарата АШ-200, СВЧ установки, требующих при работе значительных затрат электроэнергии.

Известен способ получения целлюлозы (патент РФ №2304647, МПК D21C 5/00, D21C 1/06, D21C 3/02, D01C 1/02, опубл. 27.02.2007) из льняного сырья путем рыхления и 25 очистки целлюлозосодержащего материала, при котором проводят измельчение, замочку измельченного сырья в растворе щелочи с концентрацией до 0,3–1,0 г/л до 0,25–2 ч при температуре 20–80°C с гидромодулем 1:(5–20), варку очищенного сырья в растворе, содержащем 10–30 г/л NaOH и 0,5–2,0 ПАВ, с гидромодулем 1:(5–20) при температуре 95–105°C в течение 1,5–3 ч, затем промывают в 2 ступени с выдерживанием сначала 30 при температуре 80–90°C в течение 0,3–0,5 ч, затем при температуре 40–50°C в течение 0,3–0,5 ч, при этом гидравлический модуль на каждой ступени составляет 1:(5–20). Далее проводят отбелку в растворе перекиси водорода с концентрацией 2–10 г/л при температуре 75–95°C в течение 1–2 ч с гидромодулем 1:(5–20). После отбеливания целлюлозу промывают, отжимают до влажности 60–80% и сушат.

35 Недостатком данного способа является длительность процесса, а также дополнительные стадии промывки при различных температурных режимах.

Ближайшим аналогом заявляемого способа является способ получения целлюлозы из свекловичного жома (патент РФ №2580884, МПК C08B 37/00, опубл. 10.04.2016).

40 Этот способ включает подготовку измельченного до однородного состояния на ножевой мельнице свекловичного жома, гидролиз измельченного жома свеклы в присутствии соляной кислоты при нагревании в два этапа, обработка жома раствором гидроксида натрия, отжим твердой фазы, многоступенчатую экстракцию твердой фазы, осаждение пектина из жидких фаз с последующей его очисткой, обезвоживанием и 45 сушкой пектина и целлюлозы. Причем из сырого свекловичного жома на первом этапе выделяют пектиновые вещества путем проведения первой кислотной экстракции 0,3% раствором соляной кислоты в течение 1 ч при 90°C с использованием гидромодуля 1:200. Полученный остаток свекловичного жома промывают водой с использованием гидромодуля 1:50. Остаток свекловичного жома, полученный после первой кислотной

экстракции, отправляют на вторую кислотную экстракцию. На втором этапе проводят вторую кислотную экстракцию 1,2% раствором соляной кислоты при 90°C с использованием гидромодуля 1:200 в течение 4 ч. Осадок с остатками свекловичного жома отделяют от раствора фильтрованием или центрифугированием. Полученный остаток после второй кислотной экстракции промывают водой с использованием гидромодуля 1:50. Полученный промытый грубый препарат целлюлозы свекловичного жома после второй кислотной экстракции подвергают одноэтапной щелочной экстракции 0,5% раствором гидроксида натрия при 90°C в течение 1 ч с использованием гидромодуля 1:100 для дальнейшей очистки целлюлозы от остатков пектиновых веществ, гемицеллюлозы, остаточного лигнина и липидов. Целлюлозу свекловичного жома отделяют центрифугированием или фильтрованием. Осадок целлюлозы промывают водой и направляют на сушку. Изобретение позволяет последовательно получить пектин и целлюлозу из сырого свекловичного жома при полной его переработке.

Недостатками данного способа являются чрезмерный расход воды в связи с высоким гидромодулем и использование термической обработки с повышенным расходом тепла.

Задачей, решение которой осуществляется при реализации предлагаемого способа получения целлюлозы, является удешевление производства в сочетании с возможностью переработки инвазивного растения.

Данная задача решается достижением технического результата, заключающегося в уменьшении энергозатрат, времени получения целлюлозы и полезном использовании вредного борщевика.

Данный технический результат достигается тем, что способ получения целлюлозы, включающий двухэтапный гидролиз раствором соляной кислоты измельченного растительного материала, его обработку раствором гидроксида натрия с нагреванием, отделением и промывкой водой грубого препарата целлюлозы, а также сушку полученной целлюлозы, причем на первом этапе гидролиз проводят при температуре 90°C, а на втором этапе с использованием тепловой обработки в течение 1ч, отличается тем, что в качестве растительного материала используют борщевик. Перед первым гидролизом проводят обработку ферментным препаратом в количестве 0,05% относительно сырой массы при температуре 50°C в течение 1,5 ч, далее отделяют жом, гидролиз которого на первом этапе проводят 1,4% раствором соляной кислоты в течение 3 ч с использованием гидромодуля 1:6, затем отделяют остаток жома фильтрованием или центрифугированием, промывают его водой с гидромодулем 1:20. После этого проводят обработку 1% раствором гидроксида натрия при температуре 60°C в течение 1,5 ч с использованием гидромодуля 1:5 и промывку грубого препарата целлюлозы проводят с использованием гидромодуля 1:20. После чего проводят второй этап гидролиза 0,3% раствором соляной кислоты при температуре 60°C с использованием гидромодуля 1:2 с последующим отделением и промыванием препарата целлюлозы водой с гидромодулем 1:20.

Способ реализуется следующим образом. В качестве сырья используют борщевик любого вида. Борщевик измельчают до размеров частиц не крупнее, чем 10 мм, обрабатывают ферментным препаратом в количестве 0,05% от сырой растительной массы и выдерживают при температуре 50°C в течение 1,5 часа в аппарате с перемешивающим устройством.

Затем массу прессуют на пакетном прессе и от нее отделяют сок и жом. В полученный жом вливают 1,4% раствор соляной кислоты с гидромодулем 1:6 и выдерживают его при температуре 90°C в течение 3 ч. Этот кислотный гидролиз проводят в аппарате с мешалкой из кислотоустойчивого материала. Остаток жома отделяют от раствора

фильтрованием или центрифугированием. Кислоту сливают и собирают в специальную емкость для повторного использования, при необходимости концентрацию кислоты доводят до нужного значения. Полученный остаток жома борщевика промывают водой с использованием гидромодуля 1:20.

5 Далее полученный остаток подвергают обработке 1% раствором гидроксида натрия с гидромодулем 1:5 при температуре 60°C в течение 1,5 ч, во время которого происходит отделение пектиновых веществ, жиров, лигнина от целлюлозы.

По окончании обработки проводят промывку грубого препарата целлюлозы водой с использованием гидромодуля 1:20.

10 После этого полученный грубый препарат целлюлозы борщевика обрабатывают 0,3% раствором соляной кислоты с гидромодулем 1:2 и выдерживают при температуре 60°C в течение 1 ч. Раствор удаляют из емкости и собирают в специальную емкость для повторного использования, при необходимости концентрацию кислоты доводят до нужного значения. Остаток грубого препарата целлюлозы промывают водой с
15 использованием гидромодуля 1:20.

Целлюлозу борщевика отделяют центрифугированием или фильтрованием. Полученный препарат высушивают в сушильном шкафу. Выход целлюлозы из борщевика составил примерно 7%. Анализ полученной целлюлозы показал высокое содержание α -целлюлозы.

20 Пример

620 г борщевика влажностью 85,5% измельчили до размера частиц не более 10 мм и обработали ферментным препаратом Фруктоцим УФ в количестве 0,05% от сырой массы борщевика. Ферментативную обработку провели при температуре 50°C в течение 1,5 ч в аппарате, оборудованном мешалкой. По окончании обработки измельченный
25 борщевик спрессовали и отделили жом в количестве 200 г с влажностью 71,2% и выходом 32,3% относительно массы сырья. В полученный жом внесли 1,4% раствор соляной кислоты в количестве 1200 г и выдержали при температуре 90°C в течение 3 ч. Остаток жома отделили от раствора фильтрованием через пакетный пресс. По окончании операции соляную кислоту слили в специальную емкость для повторного использования.
30 В 400 г полученного остатка жома борщевика добавили воду в количестве 8000 г. По окончании промывки получили 102,5 г остатка влажностью 56,9%.

Далее 102,5 г полученного остатка подвергли обработке 1% раствором гидроксида натрия в количестве 512,5 г и при температуре 60°C в течение 1,5 ч. По окончании обработки раствор щелочи слили. 200 г полученного грубого препарата целлюлозы
35 промыли 4000 г воды.

К 123,6 г полученного грубого препарата целлюлозы влажностью 92,6% добавили 247,2 г 0,3% раствора соляной кислоты и выдержали при температуре 60°C в течение 1 ч. По окончании операции соляную кислоту слили в специальную емкость для повторного использования. 120 г полученной целлюлозы промыли 2400 г воды, по
40 окончании промывки воду слили, целлюлозу борщевика отделили фильтрованием через пакетный пресс, полученные 65,5 г целлюлозы высушили в сушильном шкафу до влажности 20%.

В заявленном способе выход целлюлозы составил 6,75% от массы жома борщевика. Содержание альфа-целлюлозы в полученной целлюлозе составило 90,2%.

45 Таким образом, была получена целлюлоза из инвазивного растения борщевика, качество которой было высоким.

(57) Формула изобретения

Способ получения целлюлозы, включающий двухэтапный гидролиз раствором соляной кислоты измельченного растительного материала, его обработку раствором гидроксида натрия с нагреванием, отделением и промывкой водой грубого препарата целлюлозы, а также сушку полученной целлюлозы, причем на первом этапе гидролиз
5 проводят при температуре 90°C, а на втором этапе с использованием тепловой обработки в течение 1 ч, отличающийся тем, что в качестве растительного материала используют борщевик, перед первым гидролизом проводят обработку ферментным препаратом в количестве 0,05% относительно сырой массы при температуре 50°C в течение 1,5 ч, далее отделяют жом, гидролиз которого на первом этапе проводят 1,4%
10 раствором соляной кислоты в течение 3 ч с использованием гидромодуля 1:6, затем отделяют остаток жома фильтрованием или центрифугированием, промывают его водой с гидромодулем 1:20, после этого проводят обработку 1% раствором гидроксида натрия при температуре 60°C в течение 1,5 ч с использованием гидромодуля 1:5, промывку грубого препарата целлюлозы проводят с использованием гидромодуля 1:
15 20, после чего проводят второй этап гидролиза 0,3% раствором соляной кислоты при температуре 60°C с использованием гидромодуля 1:2 с последующим отделением и промыванием препарата целлюлозы водой с гидромодулем 1:20.

20

25

30

35

40

45