

УДК 676.054.6

DOI: 10.18698/2542-1468-2019-1-84-93

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЛАБОРАТОРНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО МОДИФИЦИРОВАНИЯ ДРЕВЕСНОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

К.И. Ковалева¹, В.В. Горшков², Г.Г. Политенкова¹, М.Г. Михалева¹,
В.П. Мельников¹, Д.С. Герасимов³, С.Н. Никольский¹, С.В. Стывбун¹

¹Институт химической физики им. Н.Н. Семенова Российской академии наук, 119991, г. Москва, ул. Косыгина, д. 4

²ООО «НПО АСУ ТП», 141730, Московская область, г. Лобня, ул. Текстильная, д. 1, корп. а

³ФКП «Алексинский химический комбинат», 301361, Тульская область, г. Алексин, пл. Победы, д. 21

nikolskij56@mail.ru

Рассматривается экспериментальная установка, предназначенная для физико-химического модифицирования товарной древесной целлюлозы до уровня, указанного в требованиях государственных стандартов, предъявляемых к волокнистым полуфабрикатам для глубокой химической переработки. Необходимость создания подобной системы связана с отсутствием в России и странах СНГ промышленного производства указанного вида сырья для выработки продукции двойного назначения. К этой группе относятся различные функциональные производные и искусственные материалы на целлюлозной основе (NaKMЦ, коллоксилин, пироксилин, вискозные и кордные волокна). Основными элементами установки являются: узел роспуска и диспергирования; химического модифицирования, промывки и обезвоживания; двухступенчатой сушки конечного продукта. Аппаратурное оформление экспериментальной установки обеспечивает полную независимость от вида и марки волокнистого полуфабриката. В качестве сырья может быть использована в первую очередь товарная целлюлоза из хвойных или лиственных пород древесины, так и целлюлоза из однолетних растений (льняное волокно). В случае применения волокнистых полуфабрикатов, отобранных с жидкого потока, роспуск и подготовка массы выполняются на сетке нутч-фильтра. Экспериментальная установка представляет собой современный модульный инженерный комплекс, включающий три взаимосвязанных потока: 1) массный поток (волокнистое сырье); 2) поток химикатов; 3) поток промывных растворов, включая воду, и максимально полного возврата химических реагентов. Созданная установка позволяет получать волокнистый полуфабрикат как в виде рыхлой массы (аналог промышленной марки ЦА), так и в виде плоских бумагоподобных образцов (аналог промышленной марки РБ). Также на установке могут быть получены аналоги наиболее перспективного для применения в промышленности материала марки КБ. По показателям качества модифицированной целлюлозы соответствует требованиям ГОСТ 595–79 «Целлюлоза хлопковая. Технические условия» и полностью пригодна для дальнейшей химической переработки.

Ключевые слова: экспериментальная лабораторная установка, инженерные и технологические решения, товарная древесная целлюлоза для производства бумаги и картона, целлюлоза для химической переработки, хлопковая целлюлоза

Ссылка для цитирования: Ковалева К.И., Горшков В.В., Политенкова Г.Г., Михалева М.Г., Мельников В.П., Герасимов Д.С., Никольский С.Н., Стывбун С.В. Экспериментальная лабораторная установка для физико-химического модифицирования древесной целлюлозы // Лесной вестник / Forestry Bulletin, 2019. Т. 23. № 1. С. 84–93. DOI: 10.18698/2542-1468-2019-1-84-93

В настоящее время вся товарная целлюлоза, выпускаемая действующими целлюлозно-бумажными предприятиями России, полностью предназначена для изготовления массовых видов бумаги и картона. В первую очередь к ним относятся упаковочные материалы (картон коробочный, картон гофрированный, бумага мешочная), бумага и картон для полиграфии, бумага санитарно-гигиенического назначения. Объемы выпуска целлюлозы для картонно-бумажного производства превышают производство целлюлозы для химической переработки более чем в 15 раз [1].

Тем не менее целлюлоза для химической переработки нужна для изготовления как товаров широкого потребления, так и продукции двойного назначения. С начала 2000-х гг. ежегодный мировой прирост объемов производства целлюлозы для

химической переработки составляет не менее 5%. При этом увеличение выпуска массовых видов бумаги и картона не превышает 2–2,5% [1].

Волокнистое сырье для изготовления массовых видов бумаги и картона характеризуется целым комплексом параметров, которые практически полностью исключают его использование в процессах глубокой химической переработки.

В первую очередь к ним относятся следующие характеристики:

1) низкое содержание альфа-целлюлозы, которое в волокнистых полуфабрикатах не превышает уровня 82–86%. Это обусловлено тем, что основной целью современной технологии целлюлозного производства является максимально полное сохранение углеводной части древесинного вещества (целлюлоза, гемицеллюлозы);

2) низкая химическая однородность и чистота волокнистых материалов. Главными требованиями к качеству таких полуфабрикатов являются высокие показатели механической прочности [2, 3].

Цель работы

Цель работы — рассмотреть работу экспериментальной установки, предназначенной для физико-химического модифицирования товарной древесной целлюлозы до уровня, указанного в требованиях государственных стандартов, предъявляемых к волокнистым полуфабрикатам для глубокой химической переработки.

Материалы и методы

Качество волокнистых полуфабрикатов для производства бумаги и картона определяют не по химической чистоте и свойствам целевого продукта — целлюлозы, а по физико-механическим показателям специально подготовленных тестовых образцов технической целлюлозы [2, 3]:

- разрывная длина;
- прочность на излом при многократных перегибах;
- белизна;
- сорность;
- рН водной вытяжки;
- влажность.

В отличие от целлюлозы, предназначенной для выпуска массовых видов бумаги и картона, целлюлоза для химической переработки характеризуется следующими базовыми критериями [4, 5]:

- массовая доля альфа-целлюлозы;
- динамическая вязкость;
- массовая доля лигнина;
- массовая доля золы;
- смачиваемость;
- набухание;
- белизна;
- влажность.

В зависимости от способа производства (сульфатный, сульфитный) и применяемой схемы отбеливания целлюлоза для производства бумаги и картона может содержать большое количество примесей нецеллюлозного характера — смолы и жиры (сульфитная хвойная небеленая целлюлоза), минеральные вещества (характеризуются показателем «массовая доля золы»), сор и костра.

Определенный вклад в химическое загрязнение волокнистого материала вносит и производственная вода, используемая предприятиями.

В качестве сырья на ЦБК применяется смесь древесных пород. В технологических процессах используют как смеси лиственных породы древесины (береза, осина), так и смеси хвойных

пород (сосна, ель, пихта, лиственница). Наличие в составе волокнистых полуфабрикатов волокон различной длины, грубости и т. п. может привести к неравномерности протекания химических реакций по толщине клеточной стенки и в дальнейшем к получению конечной продукции, не соответствующей требованиям нормативных документов.

Таким образом, для получения волокнистых полуфабрикатов, полностью пригодных для последующей химической переработки, требуется направленное физико-химическое модифицирование товарной целлюлозы.

В ИХФ им. Н.Н. Семенова РАН создана и пущена в опытную эксплуатацию экспериментальная установка по физико-химическому модифицированию товарной древесной целлюлозы. Внедренные технологические приемы позволяют получать волокнистый полуфабрикат с содержанием альфа-целлюлозы 92,0–99,5 %. Показатели качества модифицированной целлюлозы подтверждены испытаниями в независимых лабораториях предприятий ОПК РФ (результаты испытаний даны в табл. 3).

Блок-схема экспериментальной установки представлена на рис. 1, характеристики аппаратов и вспомогательных узлов установки — в табл. 1.

Созданная установка позволяет получать волокнистый полуфабрикат как в виде рыхлой массы (аналог промышленной марки ЦА), так и в виде плоских бумагоподобных образцов (аналог промышленной марки РБ) [6]. Также на установке могут быть получены аналоги наиболее перспективного для применения в промышленности материала марки КБ [6].

Бумагоподобные материалы в дальнейшем могут быть получены в виде элементов ромбовидной формы заданных размеров с целью оптимизации процессов нитрования. В промышленных условиях резку целлюлозы марки РБ выполняют на станке СРЦК конструкции В.В. Кузьмина [6].

Технологические и инженерные решения, использованные при разработке экспериментальной установки

В процессе практической отработки теоретически обоснованного процесса физико-химического модифицирования различных видов и марок товарной целлюлозы, выпускаемых целлюлозно-бумажными комбинатами России, были предложены и экспериментальным путем подтверждены следующие оригинальные технологические и инженерные решения [7–15].

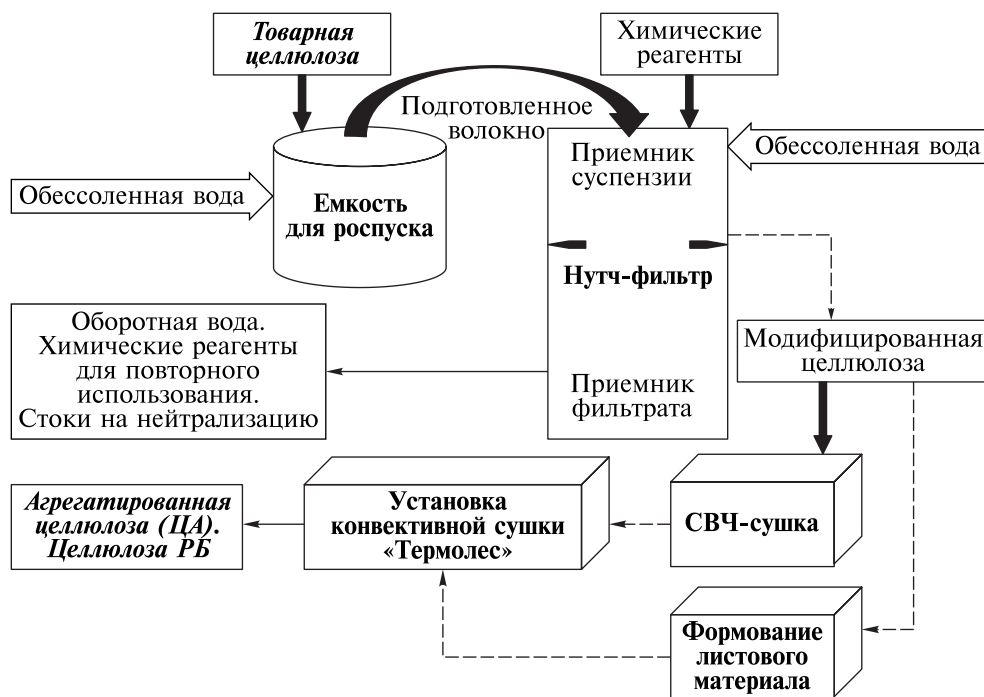


Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки
Fig. 1. Block diagram of the pilot unit

Т а б л и ц а 1

Основное и вспомогательное оборудование экспериментальной установки

The main and auxiliary equipment of the pilot unit

| № п/п | Наименование оборудования или технических устройств | Количество | Материал, способ защиты | Технические характеристики |
|-------------------------------------|---|------------|-------------------------|---|
| <i>Основное оборудование</i> | | | | |
| 1 | Емкость для роспуска, диспергирования и термической обработки сырья. Разработка ИХФ РАН | 1 | Полипропилен | Номинальный объем – 13 л. Рабочий объем – 10 л. Рабочая температура – 20–100 °С. Мощность ТЭН – 0,7 кВт. Рабочее давление — налив. Концентрация массы при роспуске 0,5–3,0 % |
| 2 | Нутч-фильтр. НФЛ 0,035-225 ПП. Разработка ИХФ РАН | 1 | Полипропилен | Приемник суспензии – 5 л. Приемник фильтрата – 8 л. Перемешивающее устройство с регулятором частоты оборотов мешалки |
| 3 | Установка СВЧ-сушки. Разработка ИХФ РАН | 1 | Металл, полипропилен | Мощность СВЧ-устройства – 1 кВт. Система удаления испаренной влаги. Контроль массы удаленной влаги |
| 4 | Установка «Термолес». Модификация ИХФ РАН | 1 | Полипропилен | Объем сушильной камеры – 20 л. Система конвективной сушки и вентиляции |
| 5 | Нутч-фильтр. НФЛ 0,015-160 ПП. Модификация ИХФ РАН | 1 | Полипропилен | Приемник суспензии – 1,5 л. Приемник фильтрата – 3 л |
| <i>Вспомогательное оборудование</i> | | | | |
| 6 | Насос вакуумный водоструйный SHB-ША | 1 | Металл, полипропилен | Остаточное давление в системе – не более 190 Па |
| 7 | Весы технические | 1 | – | Марка AND GR-200 |
| 8 | Весы аналитические | 1 | – | Марка AND EK-1200i |
| 9 | Аквадистиллятор электрический | 1 | – | Марка ДЭ-М. Производительность – 12 л/ч |



Рис. 2. Конструкция и блок-схема работы нутч-фильтра
 Fig. 2. Design and block diagram of the operation of the Nutsche filter

Технологические решения

Товарная целлюлоза на всех отечественных и зарубежных целлюлозно-бумажных комбинатах и целлюлозных заводах производится в виде папки, сформованной в мокрой части пресспата (агрегат для обезвоживания и сушки волокнистых материалов). Поверхностная плотность папки составляет от 500 до 850 г/м². При этом толщина листа составляет от 0,7 до 1,2 мм при расчетной плотности 700 кг/м³. Высокая толщина и, соответственно, объемная плотность листа не позволяют эффективно и равномерно проводить процесс физико-химической обработки волокнистого полуфабриката из-за затруднений, прежде всего, диффузионного характера. Поэтому, товарный полуфабрикат (беленая целлюлоза из хвойных и лиственных пород древесины; сырье из однолетних растений, например льняное волокно) должен быть предварительно подготовлен.

Подготовка сырья начинается с роспуска волокнистого материала в обессоленной воде при жидкостном модуле 30 кг/кг. Роспуск производится в специальном аппарате, оборудованном пропеллерной мешалкой с электроприводом.

Далее следует этап диспергирования полученной массы с целью повышения однородности массы, а также удаления сгустков и комочков.

Технологический режим диспергирования устанавливается с таким расчетом, чтобы в ходе процесса практически полностью исключалась возможность механического повреждения волокон полуфабриката. Это достигается подбором концентрации суспензии, температуры массы, параметров работы перемешивающего устройства и продолжительности процесса.

Контроль завершения процесса диспергирования проводят следующим образом. Выполняют отбор пробы массы объемом 50–100 мл. Отобранную пробу разбавляют 10–15 раз в стеклянном мерном цилиндре, снабженном плотно закрывающейся крышкой. Далее цилиндр с массой тщательно встряхивают и в проходящем свете выполняют визуальную оценку степени роспуска. Должным образом подготовленная суспензия является однородной и не имеет нераспустившихся сгустков и комков.

Этап подготовки сырья завершается сгущением диспергированной волокнистой суспензии на емкостном фильтре (нутч-фильтр, рис. 2), функциональные возможности которого рассмотрены ниже. Сгущение с применением формирующих сеток бумагоделательного производства (№ 8, полотняное плетение; № 30, саржевое плетение) позволяет не только повысить концентрацию

массы, но и удалить мелкие частицы (коротковолокнистая фракция, обрывки волокон, морфологические элементы древесины неволокнутого характера), которые идентифицируются при анализе полуфабриката как «волокнустая пыль» [4, 16–20]. Дополнительно происходит удаление водорастворимых компонентов технической целлюлозы, которые образуются в процессах делигнификации и отбеливания. Волокнистая масса после сгущения направляется на основной узел — узел физико-химического модифицирования сырья.

Фильтрат после сгущения суспензии направляется на роспуск новой порции товарной целлюлозы.

Одновременно с роспуском и диспергированием волокнистой суспензии узел подготовки сырья выполняет вторую не менее важную функцию — термическая обработка водных суспензий волокнистых материалов. В первую очередь это горячее облагораживание технической целлюлозы при температуре не ниже 95–100 °С и концентрации едкого натра 3,5–5 %.

Соответственно, роспуск, диспергирование и термическая обработка суспензии химическими реагентами проводятся в одном аппарате.

На этапе химического модифицирования сырья проводится химическая обработка волокнистого сырья с целью достижения требуемых показателей качества полуфабриката, предназначенного для последующей химической переработки.

Процесс проводится в сильнощелочной среде при нормальной температуре. Рабочая концентрация едкого натра — 17,5 %. Обработка волокнистой массы при высоких значениях рН обеспечивает достижение массовой доли альфа-целлюлозы от 82–86 % до 99,0–99,5 %, увеличение впитывающей способности, снижение полидисперсности древесной целлюлозы.

По окончании процесса модификации полученный продукт проходит следующие стадии процесса:

- удаление избытка щелочных реагентов;
- промывка;
- сушка.

Основным агрегатом ступени химической обработки целлюлозы является нутч-фильтр (см. рис. 2), с применением которого выполняются следующие технологические операции:

- обезвоживание и сгущение целлюлозы после подготовки;
- проведение холодного облагораживания при постоянном или периодическом перемешивании массы;
- многоступенчатая промывка массы растворами едкого натра понижающейся концентрации, и обессоленной водой;
- роспуск товарной целлюлозы при высокой концентрации от 10 до 20 %; данная операция является дополнительной и применяется в тех

случаях, когда отсутствует необходимость полного удаления сгустков и комков в суспензии.

Полуфабрикат после модифицирования представляет собой влажную рыхлую массу с содержанием абсолютно сухого волокна 10–13 %.

Далее следуют этапы:

- процесс сушки (2 ступени) агрегатированной целлюлозы (аналог промышленной марки ЦА);
- процесс формования, прессования и последующей сушки бумагоподобных образцов целлюлозы (аналог промышленной марки РБ).

Процесс сушки агрегатированной целлюлозы выполняется в два этапа.

Стадия предварительной сушки проводится в установке СВЧ-сушки до относительной влажности материала не ниже 45–50 %. Этот этап предназначен для удаления свободной воды из целлюлозной массы с максимальной эффективностью.

Окончательное удаление воды до относительной влажности 5–9 % проводится в установке конвективной сушки «Термолес» теплым воздухом 80–90 °С.

Бумагоподобные тестовые образцы модифицированной целлюлозы поверхностной плотностью 120–150 г/м² изготавливаются с применением нутч-фильтра НФЛ 0,015-160 ПП, снабженного синтетической сеткой № 30 (плетение саржевое). Влажный образец после формования прессуют между двумя сетками для удаления избыточной влаги. Окончательную сушку материала выполняют в установке «Термолес».

Инженерные решения

1. Аппаратурное оформление экспериментальной установки обеспечивает полную независимость от вида и марки волокнистого полуфабриката. В качестве сырья может быть использована в первую очередь товарная целлюлоза из хвойных или лиственных пород древесины, так и целлюлоза из однолетних растений (льняное волокно). В случае применения волокнистых полуфабрикатов, отобранных с жидкого потока (целлюлоза, не прошедшая сушку на цилиндрах пресспата целлюлозного завода), роспуск и подготовка массы выполняются на сетке нутч-фильтра.

2. Экспериментальная установка представляет собой современный модульный инженерный комплекс, включающий три взаимосвязанных потока: 1) массный поток (волокнутое сырье); 2) поток химикатов; 3) поток промывных растворов, включая воду, и максимально полного возврата химических реагентов.

3. Установка позволяет смоделировать режимы работы указанных выше потоков таким образом, чтобы обеспечивалась максимальная загрузка всего технологического оборудования.

4. Отдельные технологические единицы экспериментальной установки выполняют не менее двух функций.

Параметры работы экспериментальной установки
The parameters of the pilot unit

| Параметр | | | Комментарии, расчеты |
|--|-----------------|-------------------|---|
| Наименование | Обозначение | Размерность | |
| <i>Исходные параметры</i> | | | |
| Жидкостный модуль процесса холодного облагораживания (ХО) | ГМ | кг/кг | Определяется условиями обработки сырья |
| Единичная масса реагентов в системе (сырье, химикаты, вода и пр.) | M_{Σ} | кг | $M_{\Sigma} = (1 + \text{ГМ})$. Исходная концентрация волокна в жидкой фазе составит $100 / M_{\Sigma}$ |
| Массовая концентрация абсолютно сухого волокна (а.с.в.) после промывки и удаления избытка воды на сетке нутч-фильтра | $C_{\text{в}}$ | % а.с.в. | Определяется конструктивными особенностями оборудования и условиями обезвоживания массы на фильтре |
| Рабочая концентрация NaOH | C_0 | % | Определяется условиями обработки сырья |
| Выход волокнистой массы после ступени ХО | Y | % | В величине выхода учитываются механические и химические потери волокна |
| Коэффициент сухости волокнистой массы на сетке нутч-фильтра после промывки и обезвоживания | $k_{\text{нф}}$ | отн. ед. | $k_{\text{нф}} = C_{\text{в}} / 100$ |
| Относительная влажность модифицированной целлюлозы после стадии СВЧ-сушки | w_1 | % | — |
| Относительная влажность модифицированной целлюлозы после стадии конвективной сушки | w_2 | % | — |
| Коэффициент сухости целлюлозы после соответствующей стадии сушки | k_1, k_2 | отн. ед. | $k_1 = (100 - w_1) / 100$, $k_2 = (100 - w_2) / 100$ |
| <i>Критерии оценки работы установки</i> | | | |
| Массовая доля потерь исходной целлюлозы | a | отн. ед. | $a = 1 - Y / 100$ |
| Масса жидкой фазы после ступени ХО | $M_{\text{хо}}$ | кг | $M_{\text{хо}} = (100M_{\Sigma} - Y) / 100$ |
| Масса фильтрата | $M_{\text{ф}}$ | кг | Определяется работой нутч-фильтра |
| Интегральная характеристика работы нутч-фильтра | K_s | отн. ед. | Характеризует массовую долю фильтрата в общей массе жидкой фазы после ступени ХО: $K_s = M_{\text{ф}} / M_{\text{хо}}$ |
| Масса органической части в фильтрате | $M_{\text{оф}}$ | кг | Величина определяется технологией химического модифицирования целлюлозы. В первую очередь, это наличие или отсутствие циркуляции отработанного щелочного раствора |
| Максимальный отбор конденсата в процессе сушки модифицированной целлюлозы | Q | м ³ /т | $Q = (1 / k_{\text{нф}} - 1 / k_{1,2})Y$ |

Основные параметры функционирования экспериментальной установки

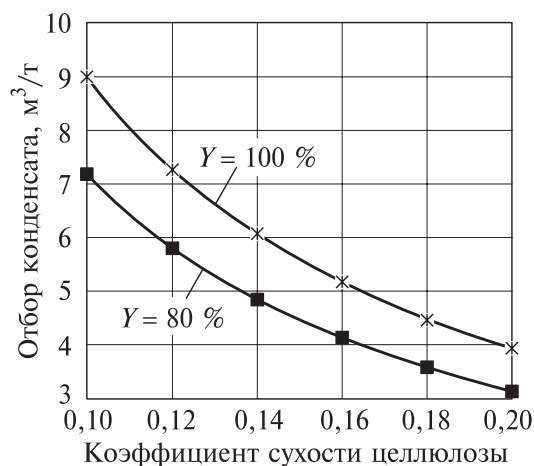
Среди исходных данных наиболее важными факторами являются:

- условия проведения модифицирования целлюлозы (концентрация раствора едкого натра, продолжительность и температура обработки сырья, жидкостный модуль процесса модифицирования);
- концентрация волокнистой массы на сетке нутч-фильтра;
- выход конечного продукта.

Остальные параметры определяются заданными условиями проведения процесса и на общие закономерности модифицирования влияния не оказывают, т. е. представляют собой только количественные характеристики.

Жидкостный модуль — один из важнейших факторов процесса химического модифицирования и является количественной характеристикой массы жидкой фазы в системе (табл. 2).

Далее по значимости следуют сухость массы на сетке нутч-фильтра и выход конечного продукта (см. табл. 2).



после обезвоживания на фильтре, отн. ед.

Рис. 3. Зависимость отбора конденсата от выхода целлюлозы после модифицирования и от эффективности удаления воды на сетке нутч-фильтра

Fig. 3. Dependence of condensate selection on the yield of cellulose after modification and on the efficiency of water removal on the Nutche filter screen

Выход конечного продукта — модифицированной целлюлозы включает как механические (удаление мелкого волокна и примесей неволокнистого характера на сетке нутч-фильтра), так и химические потери массы полуфабриката в процессе облагораживания.

При максимально замкнутом потоке раствора едкого натра в системе первоначально происходит накопление органической фракции (растворенная часть). Однако уже после пятого цикла массовая доля выходит практически на постоянную величину в связи с удалением из системы растворенных веществ, содержащихся в волокнистой массе на сетке нутч-фильтра.

Несложно установить, что доля органической фракции в системе является суммой бесконечно убывающей геометрической прогрессии (обозначения параметров см. в табл. 2):

$$M_{\text{оф}} = aK_s / (1 - K_s).$$

Таким образом, основными факторами, определяющими массу растворенной органической фракции, являются выход конечного продукта и работа нутч-фильтра.

Не менее важным параметром, характеризующим работу установки, является отбор конденсата в процессе сушки. Максимально полное улавливание конденсата в условиях действующего производства обеспечивает значительное сокращение технологических затрат на процесс водоподготовки.

В соответствии с выполненными расчетами (рис. 3) правомерно сделать следующие выводы.

1. Основным фактором, определяющим отбор (возврат) конденсата в систему промывки мо-

дифицированной целлюлозы, является степень удаления воды из волокнистой массы на сетке нутч-фильтра.

2. Вторым по значимости фактором следует считать выход технически модифицированной целлюлозы после процесса модифицирования.

3. Величина влажности конечного продукта — агрегатированной целлюлозы существенного влияния на объем отбираемого конденсата практически не оказывает.

4. Аккумулируемый в процессе сушки конденсат направляется обратно на промывку модифицированной целлюлозы.

Выводы

1. Созданная в ИХФ РАН экспериментальная лабораторная установка позволяет путем физико-химического модифицирования белой товарной целлюлозы, предназначенной для производства массовых видов бумаги и картона, получить волокнистый полуфабрикат, полностью отвечающий требованиям, предъявляемым нормативными документами к целлюлозе для химической переработки.

2. Полученные результаты подтверждены межлабораторными испытаниями, выполненными в ИХФ РАН и на предприятиях ОПК РФ (см. табл. 3). Необходимо отметить, что содержание примесей (массовая доля лигнина, смолы и жиры) в конечном продукте находится на очень низком уровне $\approx 0,1\%$.

3. По сравнению с применявшейся на Байкальском ЦБК технологией кордной целлюлозы [7], которая включала в себя водный предгидролиз перед варкой и 11 ступеней отбеливания, в том числе горячее и холодное облагораживание. Разработанная в ИХФ РАН схема имеет всего четыре технологических стадии — подготовка сырья, химическое модифицирование, промывка и сушка. Принципиальное значение при этом имеет лишь стадия химического модифицирования. В 2015 г. в условиях действующего производства (ОАО «Сясьский ЦБК», Ленинградская область) была предпринята попытка выпуска хвойной целлюлозы для химической переработки с использованием ступени горячего облагораживания. Однако полученный полуфабрикат имел показатель «массовая доля альфа-целлюлозы» — 93,0–93,5 %. При этом в процессе отбеливания были применены ступени с использованием молекулярного хлора и гипохлорита натрия [8–15].

4. По показателям качества модифицированная целлюлоза полностью соответствует требованиям ГОСТ 595–79 «Целлюлоза хлопковая. Технические условия» и полностью пригодна для дальнейшей химической переработки.

Т а б л и ц а 3

Результаты межлабораторных испытаний агрегатированной целлюлозы*)
The results of interlaboratory testing of aggregated pulp

| Наименование показателя | Результат испытаний | | | Норма по ГОСТ 595–79 | | |
|---|---------------------|-----------------------|-----------------------|---|-------------|-------------|
| | ИХФ РАН | ФКП «АХК», г. Алексин | ОАО «НИИПМ», г. Пермь | Высший сорт | Первый сорт | Второй сорт |
| Внешний вид | Соответствует | Соответствует | Соответствует | Рыхлая масса белого цвета, не содержащая посторонних включений в виде щепы, песка, кусочков резины, механических включений и других примесей нецеллюлозного характера | | |
| Массовая доля альфа-целлюлозы, не менее, % | 98,1–98,8 | 98,8 | 99,6 | 99,0 | 98,0 | 97,5 |
| Смачиваемость (для производства нитроцеллюлозы), не менее, г | 153 | 132 | 134 | 150 | 140 | 130 |
| Массовая доля воды, не более, % | 7,5 | 9,6 | 7,3 | 8,0 | 10,0 | 10,0 |
| Массовая доля золы, не более, % | 0,1 | 0,1 | 0,09 | 0,1 | 0,2 | 0,3 |
| Массовая доля смол и жиров, не более, % | – | 0,11 | 0,1 | Не нормируется | | |
| Массовая доля лигнина, не более, % | – | – | 0,1 | Не нормируется | | |
| Массовая доля остатка, не растворимого в серной кислоте, не более, % | – | 0,3 | 0,06 | 0,1 | 0,3 | 0,5 |
| Динамическая вязкость, сПа×с (СП) | – | 4,6 (46) | 5,7 (57) | 4,6–8,5 (46–85) | | |
| <i>Примечание. *)</i> — исходное сырье — товарная целлюлоза марки ЛС-0 (ГОСТ 28172–89), изготовитель — ОАО «Архангельский ЦБК». | | | | | | |

Список литературы

[1] Целлюлоза растворяется, а перспективы остаются // Pulp & Paper Industry, 2016. № 1 (1). С. 39–41.
 [2] ГОСТ 9571–89. Целлюлоза сульфатная беленая из хвойной древесины. Технические условия. М.: Издательство стандартов, 1990. 5 с.
 [3] ГОСТ 28172–89. Целлюлоза сульфатная беленая из смеси лиственных пород древесины. Технические условия (с Изменением № 1). М.: Издательство стандартов, 1989. 6 с.
 [4] ГОСТ 595–79. Целлюлоза хлопковая. Технические условия (с Изменениями № 1–4). М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 5 с.
 [5] ГОСТ 5982–84. Целлюлоза сульфитная вискозная. Технические условия (с Изменением № 1). М.: ИПК Издательство стандартов, 1998. 6 с.
 [6] Дементьева Д.И., Кононов И.С., Мамашев Р.Г., Харитонов В.А. Введение в технологию энергонасыщенных материалов. Барнаул: Алтайский гос. техн. Университет, 2009. 254 с.
 [7] Целлюлозно-бумажная промышленность СССР (материалы о развитии отрасли). М.: Минлесбумпром СССР, 1983. 634 с.
 [8] Кларк Дж. Технология целлюлозы / пер. с англ. А.В. Оболенской, Г.А. Пазухиной. М.: Лесная пром-сть, 1983. 456 с.
 [9] Никольский С.Н., Гугнин М.Ю., Майлова А.А., Шалимова Т.В. Определение выхода сульфатной целлюлозы при варке в котлах непрерывного и периодического действия // Бумажная пром-сть, 1990. № 8. С. 10–11.
 [10] Никольский С.Н. Определение переводных коэффициентов полуфабрикатов щелочных и кислородно-щелочных способов варки // Бумажная пром-сть, 1989. № 6. С. 9–10.
 [11] Никольский С.Н., Гугнин М.Ю., Майлова А.А. Влияние выхода щелочной целлюлозы на переводной коэффициент // Химия древесины, 1987. № 5. С. 115–116.

[12] Никольский С.Н., Гугнин М.Ю. Оценка линейной плотности волокон технической целлюлозы // Химия древесины, 1988. № 3. С. 38–40.
 [13] Никольский С.Н., Жалина В.А., Кокконен И.В., Ольшевская Н.Е. Определение переводных коэффициентов целлюлозо окислительных способов варки // Сб. тр. ЛТА «Технология бумаги и картона». Л.: ЛТА, 1989. С. 10–13.
 [14] ГОСТ 7500–85. Бумага и картон. Методы определения состава по волокну. М.: Изд-во стандартов, 1987. 50 с.
 [15] Ковалева К.И., Горшков В.В., Никольский С.Н., Стовбун С.В. Технологическая автоматизированная линия физико-химической модификации товарной целлюлозы // Материалы XVIII Междунар. науч.-техн. конф. «Год экологии в России и на предприятиях ЦБП. Качество макулатурного сырья. Производство бумаги и картона для гофротары и упаковки». Караваево, 25–26 мая 2017 г. Караваево: ОАО «Караваево», 2017. С. 45–50.
 [16] Технология целлюлозно-бумажного производства: в 3 т. СПб.: Политехника, 2005.
 [17] Оболенская А.В., Ельницкая З.П., Леонова А.А. Лабораторные работы по химии древесины и целлюлозы: учеб. пособие для вузов. М.: Экология, 1991. 320 с.
 [18] Gorbacheva G.A., Ivankin A.N., Sanaev V.G., Ageev A.K., Kiryukhin D.P., Kichigina G.A., Kushch P.P., Badamshina E.R. Surface Modification of Cellulose-Containing Materials with Solutions of Tetrafluoroethylene Telomers // Russian J. Applied Chemistry, 2017, v. 90, no. 8, pp. 1104–1110.
 [19] Азаров В.И., Винославский В.А., Кононов Г.Н. Практикум по химии древесины и синтетических полимеров: учеб. пособие. М.: МГУЛ, 2006. 248 с.
 [20] Пашкевич М.Ф., Жолобов А.А., Мрочек Ж.А., Кожуро Л.М., Пашкевич В.М. Исследования и изобретательство в машиностроении / под общ. ред. М.Ф. Пашкевича. Минск: Адукацыя і выхаванне, 2005. 287 с.

Сведения об авторах

Ковалева Ксения Игоревна — ведущий инженер ИФХ РАН, kovaleva_kseniya@bk.ru

Горшков Виталий Валерьевич — директор ООО «НПО АСУ ТП», v.gorshkov@npoasutp.ru

Политенкова Галина Григорьевна — научный сотрудник ИФХ РАН, g.politenkova@mail.ru

Михалева Мария Геннадьевна — научный сотрудник ИХФ РАН, канд. физ.-мат. наук, wawe@bk.ru

Мельников Валерий Павлович — зав. лабораторией ИХФ РАН, канд. хим. наук, melnikov@chph.ras.ru

Герасимов Дмитрий Сергеевич — зам. директора ФКП «Алексинский химический комбинат», зам. генерального директора по управлению проектами ПАО «Ил», info@ilyushin.net

Никольский Сергей Николаевич — старший научный сотрудник ИХФ РАН, канд. хим. наук, nikolskij56@mail.ru

Стовбун Сергей Витальевич — зав. лабораторией ИХФ РАН, д-р физ.-мат. наук, s.stovbun@chph.ras.ru

Поступила в редакцию 09.02.2018.

Принята к публикации 08.11.2018.

EXPERIMENTAL LABORATORY EQUIPMENT FOR PHYSICAL-CHEMICAL MODIFICATION OF WOOD PULP

K.I. Kovaleva¹, V.V. Gorshkov², G.G. Politenkova¹, M.G. Mikhaleva¹,
V.P. Melnikov¹, D.S. Gerasimov³, S.N. Nikolsky¹, S.V. Stovbun¹

¹Semenov Institute of Chemical Physics of Russian Academy of Sciences, 4, Kosygina st., 119991, Moscow, Russia

²«НПО АСУ ТП», 1, А, Текстильная ст., Лобня, 141730, Moscow reg., Russia

³Aleksinsky Chemical Combine, 21, pl. Victory, Aleksin, 301361, Tula reg., Russia

nikolskij56@mail.ru

A pilot unit designed for physico-chemical modification of marketable wood pulp to the level specified in the requirements of state standards for fibrous semi-finished products for deep chemical processing is considered. The need to create such a system is associated with the absence in Russia and the CIS of industrial production of this type of raw material for the production of dual-use products. This group includes various functional derivatives and cellulosic-based artificial materials (NaCMC, colloxylin, pyroxylin, viscose and cord fibers). The main elements of the unit are node dissolution and dispersion; chemical modification, washing and dehydration; two-stage drying of the final product. The instrumentation of the pilot unit ensures complete independence from the type and brand of the semi-finished fibrous material. The raw material can be used primarily commodity cellulose from softwood or hardwood, as well as cellulose from annual plants (flax fiber). In the case of the use of fibrous semi-finished products selected from the liquid flow, the dissolution and preparation of the mass are performed on the suction filter mesh. The experimental setup is a modern modular engineering complex that includes three interconnected streams: 1) a mass flow (fibrous raw materials); 2) flow of chemicals; 3) the flow of washing solutions, including water, and the most complete return of chemical reagents. The created installation allows to obtain a semi-finished fibrous product in the form of a loose mass (analogue of the industrial brand CA), and in the form of flat paper-like samples (analogue of the industrial brand RB). Also at the facility there can be obtained analogues of the most promising for use in the industry material brand KB. In terms of quality, modified cellulose meets the requirements of GOST 595–79 “Cotton cellulose. Technical conditions” and fully suitable for further chemical processing.

Keywords: pilot unit, engineering and technological solutions, commercial wood pulp for the production of paper and cardboard, chemical pulp for processing, cotton pulp

Suggested citation: Kovaleva K.I., Gorshkov V.V., Politenkova G.G., Mikhaleva M.G., Melnikov V.P., Gerasimov D.S., Nikolsky S.N., Stovbun S.V. *Экспериментальная лабораторная установка для физико-химической модификации древесины целлюлозы* [Experimental laboratory equipment for physical-chemical modification of wood pulp]. *Lesnoy vestnik / Forestry Bulletin*, 2019, vol. 23, no. 1, pp. 84–93. DOI: 10.18698/2542-1468-2019-1-84-93

References

- [1] *Tsellyuloza rastvoryaetsya, a perspektivy ostayutsya* [Cellulose dissolves, and prospects remain] *Pulp & Paper Industry*, 2016, no. 1 (1), pp. 39–41.
- [2] *GOST 9571–89 Tsellyuloza sul'fatnaya belenaya iz khvoynoy drevesiny. Tekhnicheskie usloviya* [GOST 9571–89 Bleached sulphate pulp from coniferous wood. Technical conditions]. Moscow: Publishing house of standards, 1990, 5 с.
- [3] *GOST 28172–89 Tsellyuloza sul'fatnaya belenaya iz smesi listvennykh porod drevesiny. Tekhnicheskie usloviya (s Izmeneniem № 1)* [GOST 28172–89 Bleached sulphate pulp from a mixture of hardwood. Technical conditions (as amended by № 1)]. Moscow: Publishing house of standards, 1989, 6 p.

- [4] GOST 595–79 *Tsellyuloza khlopkovaya. Tekhnicheskie usloviya (s Izmeneniyami № 1–4)* [GOST 595–79 Cotton cellulose. Technical conditions (with Changes №1–4)]. Moscow: IPK Publishing house of standards, 2002, 5 c.
- [5] GOST 5982–84 *Tsellyuloza sul'fatnaya viskoznyaya. Tekhnicheskie usloviya (s Izmeneniyami № 1)* [GOST 5982–84 Sulfite Viscose Cellulose. Technical conditions (as amended by № 1)]. Moscow: IPK Publishing house of standards, 1998, 6 p.
- [6] Dement'eva D.I., Kononov I.S., Mamashev R.G., Kharitonov V.A. *Vvedenie v tekhnologiyu energonasyshchennykh materialov* [Introduction to the technology of energy-saturated materials]. Barnaul: Altai State Tech. University, 2009, 254 p.
- [7] *Tsellyulozno-bumazhnaya promyshlennost' SSSR (materialy o razvitiy otрасli)* [Pulp and paper industry of the USSR (materials on the development of the industry)]. Moscow: Minlesbumprom USSR, 1983, 634 p.
- [8] Clark J. *Tekhnologiya tsellyulozy* [Cellulose technology]. Translated from English by A.V. Obolenskoe, G.A. Pazukhinoi. Moscow: Lesnaya prom-st', 1983, 456 p.
- [9] Nikol'skiy S.N., Gugin M.Yu., Maylova A.A., Shalimova T.V. *Opreделение vykhoda sul'fatnoy tsellyulozy pri varke v kotlakh nepreryvnogo i periodicheskogo deystviya* [Determination of the yield of sulfate pulp during cooking in continuous and periodic boilers]. *Bumazhnaya prom-st'* [Paper Industry], 1990, no. 8, pp. 10–11.
- [10] Nikol'skiy S.N. *Opreделение perevodnykh koefitsientov polufabrikatov shchelochnykh i kislorodno-shchelochnykh sposobov varki* [Determination of the transfer coefficients of semi-finished products of alkaline and oxygen-alkaline methods of cooking]. *Bumazhnaya prom-st'* [Paper Industry], 1989, no. 6, pp. 9–10.
- [11] Nikol'skiy S.N., Gugin M.Yu., Maylova A.A. *Vliyaniye vykhoda shchelochnykh tsellyuloz na perevodnoy koefitsient* [Influence of the yield of alkaline celluloses on the translated coefficient] *Khimiya drevesiny* [Chemistry of Wood], 1987, no. 5, pp. 115–116.
- [12] Nikol'skiy S.N., Gugin M.Yu. *Otsenka lineynoy plotnosti volokon tekhnicheskoy tsellyulozy* [Estimating the Linear density of technical cellulose fibers]. *Khimiya drevesiny* [Timber Chemistry], 1988, no. 3, pp. 38–40.
- [13] Nikol'skiy S.N., Zhalina V.A., Kokkonen I.V., Ol'shevskaya N.E. *Opreделение perevodnykh koefitsientov tsellyuloz oksislitel'nykh sposobov varki* [Determination of conversion factors of celluloses of oxidative cooking methods]. *Collected works of LTA «Paper and cardboard technology»*. Leningrad: LTA, 1989, pp. 10–13.
- [14] GOST 7500–85. *Bumaga i karton. Metody opredeleniya sostava po voloknu* [GOST 7500–85. Paper and paperboard. Methods for determining the composition of the fiber]. Moscow: Publishing House of Standards, 1987, 50 p.
- [15] Kovaleva K.I., Gorshkov V.V., Nikol'skiy S.N., Stovbun S.V. *Tekhnologicheskaya avtomatizirovannaya liniya fiziko-khimicheskoy modifikatsii tovarnoy tsellyulozy* [Technological automated line of physical and chemical modification of commodity pulp]. *Materials of the 18th International Scientific and Technical Conference The Year of Ecology in Russia and at the pulp and paper industry. Quality of recycled raw materials. Manufacture of paper and cardboard for corrugated packaging and packaging, «Karavaevo» 25–26 May 2017*, pp. 45–50.
- [16] *Tekhnologiya tsellyulozno-bumazhnogo proizvodstva* [Technology of pulp and paper production]. In 3 t. St. Petersburg: Politechnica, 2005.
- [17] Obolenskaya A.V., El' nitskaya Z.P., Leonova A.A. *Laboratornye raboty po khimii drevesiny i tsellyulozy* [Laboratory work on the chemistry of wood and cellulose]. Moscow: Ecology, 1991, 320 p.
- [18] Gorbacheva G.A., Ivankin A.N., Sanaev V.G., Ageev A.K., Kiryukhin D.P., Kichigina G.A., Kushch P.P., Badamshina E.R. *Surface Modification of Cellulose-Containing Materials with Solutions of Tetrafluoroethylene Telomers*. *Russian J. Applied Chemistry*, 2017, v. 90, no. 8, pp. 1104–1110.
- [19] Azarov V.I., Vinoslavskiy V.A., Kononov G.N. *Praktikum po khimii drevesiny i sinteticheskikh polimerov* [Workshop on chemistry of wood and synthetic polymers]. Moscow: MGUL Publ., 2006, 248 p.
- [20] Pashkevich M.F., Zholobov A.A., Mrochek Zh.A., Kozhuro L.M., Pashkevich V.M. *Issledovaniya i izobretatel'stvo v mashinostroeni. Pod obshch. red. M.F. Pashkevicha* [Research and invention in engineering]. Minsk: Adukacyiya i Vykhanne, 2005, 287 p.

Authors' information

Kovaleva Kseniya Igorevna — leading engineer of Semenov Institute of Chemical Physics of Russian Academy of Sciences, kovaleva_kseniya@bk.ru

Gorshkov Vitaliy Valer'evich — Director of NPO ASU TP LLC, V.Gorshkov@npoasutt.pr

Politenkova Galina Grigor'evna — scientist, Semenov Institute of Chemical Physics of Russian Academy of Sciences, g_politenkova@mail.ru

Mikhaleva Mariya Gennad'evna — Cand. Sci. (Phys.-Math.), research engineer, Semenov Institute of Chemical Physics of Russian Academy of Sciences, wawe@bk.ru

Mel'nikov Valeriy Pavlovich — Cand. Sci. (Chem.), Head laboratories of the Institute of Chemical Physics RAS, Melnikov@chph.ras.ru

Gerasimov Dmitriy Sergeevich — deputy Director of Aleksinsky Chemical Combine, deputy General Director for Project Management of IL PJSC, info@ilushin.net

Nicol'skiy Sergey Nikolaevich — Cand. Sci. (Chem.), senior scientist, Semenov Institute of Chemical Physics of Russian Academy of Sciences, nikolskij56@mail.ru

Stovbun Sergey Vital'evich — Dr. Sci. (Phys.-Math.), Head of laboratory of Semenov Institute of Chemical Physics of Russian Academy of Sciences, s.stovbun@chph.ras.ru

Received 09.02.2018.

Accepted for publication 08.11.2018.