



I E G U L D Ī J U M S T A V Ā N Ā K O T N Ē

## ERAF projekta Nr. 1.1.1.1/16/A/042 “Bērza mizas pārstrāde ekoloģiskos šķiedru bio-kompozītos un produktos ar augstu pievienoto vērtību”

### Atskaite par veiktajām darbībām pārskata periodā 01.11.2017.-31.01.2018.

Pārskata periodā pēc laika grafika tika īstenotas sekojošas aktivitātes:

- Beidzās 1.1. aktivitāte “Priekšapstrādes procesa sākotnējo tehnoloģisko parametru izvēle” un rezultātā izstrādāts “Testēšanas pārskats par priekšapstrādes procesa sākotnējo parametru izvēli”;
- Turpinās iepriekš uzsāktā 1.2. aktivitāte “Pildvielas ķīmiskā sastāva izpēte atkarībā no priekšapstrādes parametriem”;
- Ir uzsākta 1.3. aktivitāte “Pildvielas lignocelulozes un furfuroļa iegūšanas optimālo parametru izpēte”;
- Turpinās 2. aktivitāte “Ekoloģiskas saistvielas iegūšana no depolimerizētas izejvielas”;
- Beidzās 3.1. aktivitāte “Šķiedru biokompozītu iegūšanas sākotnējo tehnoloģisko parametru izvēle” un rezultātā izstrādāts:
  - “Testēšanas pārskats par šķiedru biokompozītu iegūšanas sākotnējo tehnoloģisko parametru izvēli”
  - “Jauna produkta “Bērza lēveru šķiedru biokompozīts” prototips”,
- Turpinās 3.2. aktivitāte “Šķiedru biokompozītu iegūšanas optimālo parametru izvēle atkarībā no izejvielas”.
- Turpinās 5.1. aktivitāte „Publikāciju izstrāde iesniegšanai Web of Science vai SCOPUS datubāzēs”

Dotā laika perioda **mērķis** bija pārbaudīt sākotnēji izvēlētos pildvielas priekšapstrādes procesa (1.1.akt.) un bio-kompozītu iegūšanas (3.1.akt.) tehnoloģiskos parametrus, izmantojot pilno 3 faktoru eksperimentu plānu, kas noslēdzās šajā etapā. Turpinās iepriekšējā periodā uzsāktā 1.2. aktivitāte, kas ietver sevī 1.1. aktivitātes rezultātā iegūtās pildvielas (lignocelulozes) ķīmiskā sastāva izpēti. Turpinās ekoloģiskas saistvielas iegūšanu (2.akt.), lai varētu realizētu izstrādāt sākotnējos tehnoloģiskos parametrus un iegūt bio-kompozīta prototipu kā pildvielu izmantojot bērza skaidas (3.1. aktivitāte). Iesākta ir izejvielas sagatavošana 3.2. aktivitātes ietvaros, lai varētu veikt eksperimentus, lai iegūtu bio-kompozītu, kā pildvielu izmantojot 1.1. aktivitātē iegūto lignocelulozi un lūksnes-koksnes maisījumu.

### 1. aktivitāte “Pildvielas priekšapstrāde ar hemiceluložu konversiju furfurolā”

Dotās aktivitātes **mērķis** ir iegūt piemērotu lignocelulozi kā pildvielu no bērza lūksnes-koksnes maisījuma pēc tā hemiceluložu konversijas furfurolā priekš projekta 3. aktivitātes.

**1.1. un 1.2. aktivitātes** ietvaros šajā ERAF 1.1.1.1/16/A/042 projekta pārskata periodā, balstoties uz iepriekšējā pārskata perioda novērojumiem un secinājumiem, izveidots un izstrādāts pilnais faktoru eksperimentālais darba plāns, kas sevī ietver sešu hidrolīzes parametru (sk. 1. tabulu) savstarpējās mijiedarbības ietekmes izpēti gan uz furfuroļa iznākuma, gan uz lignocelulozes ķīmiskā sastāva izmaiņām. Parametru robežas nospraustas, ņemot vērā iepriekšējos pārskata periodos iegūtos datus un izdarītos secinājumus. Jaunais eksperimentālais darba plāns kā arī pēc tam iegūtie dati par iepriekš minēto parametru savstarpējās mijiedarbības ietekmi uz furfuroļa iznākumu un ķīmiskā sastāva izmaiņām pāri palikušajā lignocelulozē apstrādi datorprogrammā MODDE 7.0.

**1. Tabula**

Nospraustās mainīgo hidrolīzes parametru robežas

Mitrums	Temperatūra	Katalizatora koncentrācija	Katalizatora daudzums	Apstrādes laiks	Tvaika ātrums
X1	X2	X3	X4	X5	X6
20 ± 5%	170 ± 10°C	16 ± 4%	6 ± 2%	50 ± 20 min	150 ± 50 mL/min

**2. Tabula**

Bērza koksnes-iekšējās mizas ķīmiskais sastāvs

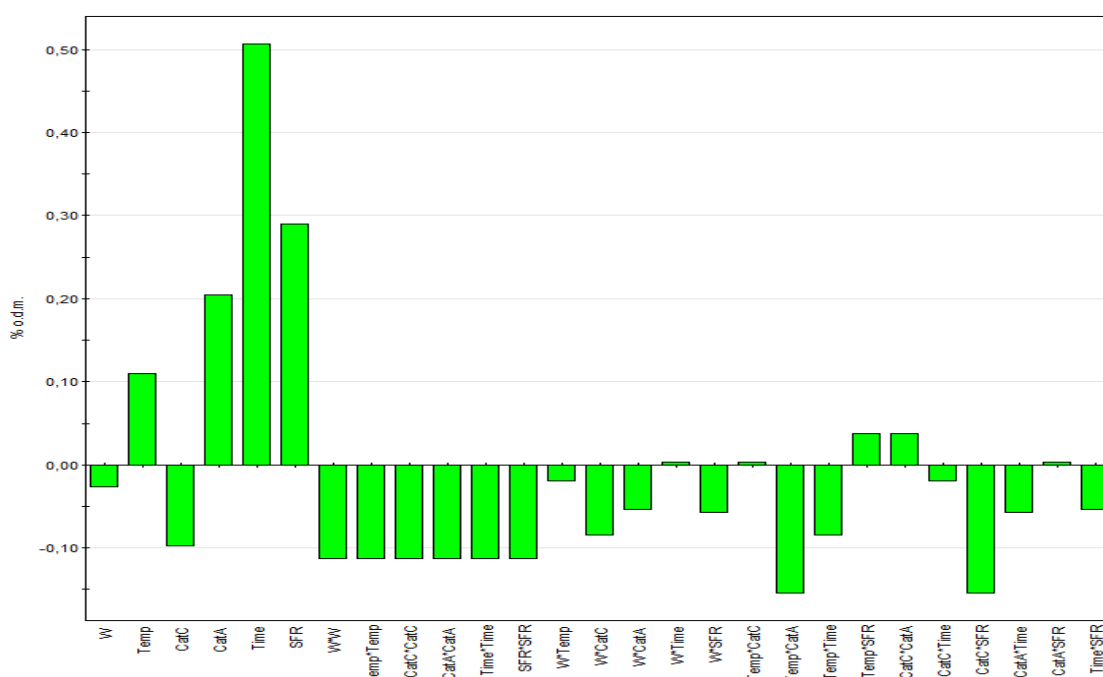
Frakcija	Daudzums %, rēķinot uz absolūti sausu izejvielu						
	<0,5 mm	0,5 - 1,0 mm	1,0 - 2,0 mm	2,0 - 4,0 mm	4,0 - 6,3 mm	6,3 - 10,0 mm	0,5 - 10,0 mm
Ekstraktvielas (Etanols-Benzols)	<b>9,44</b>	5,18	5,15	6,12	6,07	6,31	<b>5,64 ± 0,23</b>
Monosaharīdi:							
<i>Glikoze*</i>	<b>18,61 ± 0,25</b>	18,82 ± 0,16	19,12 ± 0,18	20,34 ± 0,06	20,77 ± 0,04	20,73 ± 0,36	<b>21,35 ± 0,13</b>
<i>Ksiloze*</i>	<b>13,32 ± 0,25</b>	18,39 ± 0,17	16,63 ± 0,05	16,80 ± 0,43	17,73 ± 0,00	16,78 ± 0,47	<b>18,80 ± 0,01</b>
<i>Galaktoze**</i>	<b>3,78 ± 1,40</b>	1,11 ± 0,12	1,48 ± 0,44	1,59 ± 0,50	1,09 ± 0,02	1,35 ± 0,03	<b>1,30 ± 0,06</b>
<i>Arabinoze**</i>	<b>4,15 ± 0,08</b>	3,83 ± 0,14	3,47 ± 0,36	3,06 ± 0,21	4,35 ± 0,06	4,03 ± 0,14	<b>3,33 ± 0,21</b>
<i>Mannoze**</i>	<b>0,89 ± 0,06</b>	0,99 ± 0,00	1,10 ± 0,14	0,82 ± 0,05	0,11 ± 0,11	1,35 ± 0,03	<b>1,17 ± 0,08</b>
Klāsona lignīns	<b>37,77 ± 0,20</b>	37,38 ± 0,02	38,04 ± 0,02	37,38 ± 0,13	36,95 ± 0,15	36,08 ± 0,03	<b>35,96 ± 0,45</b>
Pelni	<b>4,16 ± 0,05</b>	2,76 ± 0,02	2,79 ± 0,02	2,62 ± 0,00	2,53 ± 0,01	2,72 ± 0,01	<b>2,67 ± 0,04</b>
Acetilgrupas	<b>2,55 ± 0,02</b>	3,46 ± 0,10	3,56 ± 0,14	3,43 ± 0,01	3,51 ± 0,03	3,46 ± 0,01	<b>3,55 ± 0,03</b>
Citi identif. komp.***	<b>0,96 ± 0,05</b>	0,81 ± 0,03	0,89 ± 0,03	0,92 ± 0,08	0,91 ± 0,05	1,24 ± 0,09	<b>0,85 ± 0,03</b>

Ņemot vērā iepriekšējā pārskata periodā konstatēto, ka no sasmalcināta bērza iekšējās mizas-koksnes maisījuma (lūksnes) var panākt lielāku furfuroļa iznākumu, tad pirms eksperimentu uzsākšanas lūksne sasmalcināta līdz daļiņu izmēram ≤ 10 mm ar āmura tipa dzirnavām „Retsch GmbH SM100”. Pēc tam šī samaltā lūksne safrakcionēta, izmantojot sijātāju „Retsch GmbH AS 200 Basic”, kas aprīkots ar 5 sietiem, kuru acu izmērs bija attiecīgi 6.3, 4.0, 2.0, 1.0 un 0.5 mm. Visām iegūtajām frakcijām noteikts ķīmiskais sastāvs, balstoties uz NREL/TP-510-42618 analītiskās procedūras vadlīnijām. Šī metode ietver biomasā esošo strukturālo ogļhidrātu, to destrukcijas produktu un

acetilgrupu noteikšanu un kvantificēšanu, izmantojot augstas izšķirtspējas šķidrums hromatogrāfijas metodi (HPLC). Ņemot vērā iegūtos datus par visu frakciju ķīmisko sastāvu (2. tabula), lūksnes daļiņu izmērs no 0.5 līdz 10.0 mm izvēlēts kā konstants lielums. Šāda izvēle izdarīta, jo frakcija <0.5 mm satur par 21.1% mazāk pentožu (arabinoze un ksiloze) un 12.9% mazāk glikozes, bet par 55.8% vairāk neorganiskos komponentus, kas attiecīgi ir svarīgi lielumi priekš furfurola un mehāniski noturīgāku plātņu iegūšanas.

Hidrolīzes eksperimentu laikā iegūtais kondensāts analizēts ar iepriekšējos periodos izstrādāto un minēto HPLC metodi. Savukārt pāri palikušais lignocelulozes atlikums (3. aktivitātes pildviela) analizēts, balstoties uz iepriekš minēto standartu pie izejvielas ķīmiskā sastāva noteikšanas. Lai noskaidrotu hidrolīzes procesa optimālo parametru izvēles robežas, tālāka uzmanība tiks veltīta sākotnēji nosprausto hidrolīzes parametru ietekmei (sk. 1. tabulu) tieši uz iegūto furfurola daudzumu un lignocelulozē palikušajai celulozes daļai, kas šajā reizē izteikta kā glikoze (sk. 1. un 2. att.).

Kā redzams 1. att. un 3. Tabulā, tad vislielākā ietekme uz furfurola veidošanos no sākotnēji nospraustajiem hidrolīzes procesa parametriem ir laikam (1. att. **Time**). Līdz ar to var apgalvot - jo ilgāks hidrolīzes laiks, jo lielāks furfurola iznākums. Nākamais furfurola iznākuma ietekmējošais lielums ir tvaika plūsmas ātrums (1. att. **SFR**). Tas parāda, ka furfurola iznākumu var palielināt, ja tam ir īsāks uzturēšanās laiks reakcijas zonā. Proti, palielinot tvaika plūsmas ātrumu, samazinās furfurola sadalīšanās risks. Furfurola iznākuma pieaugumu dod arī katalizatora daudzuma (1. att. **CatA**) un apstrādes temperatūras (1. att. **Temp**) celšana. Savukārt negatīvs efekts ir novērojams, ja tiek paaugstināts izejvielas sākotnējais mitrums (1. att. **W**) un katalizatora koncentrācija (1. att. **CatC**).



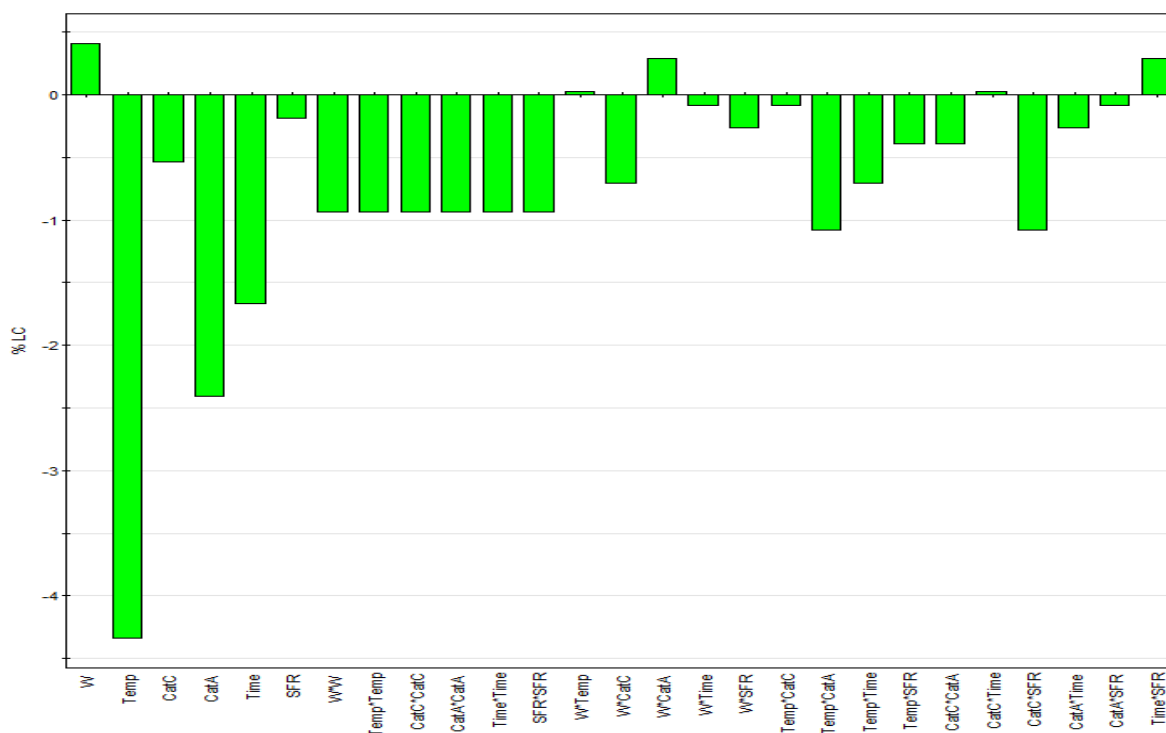
1. att. Mainīgo hidrolīzes faktoru ietekmes salīdzinājums uz furfurola iznākumu % no abs.s.izejv.

### 3. Tabula

Mainīgo hidrolīzes parametru ietekme uz furfurola veidošanos no bērza lūksnes-koksnes maisījumu.

Parametri								Hidrolizāts, % a.s.m.					Atlikums, % a.s.m.
Exp No	Exp Name	Mitrums, %	Temperatūra, °C	Katalizatora konc., %	Katalizatora daudz., %	Apstrādes laiks, min	Tvaika plūsmas ātr., mL/min	Skudrskābe	Etiķskābe	Levulīnskābe	5-HMF	Furfurols	Lignoceluloze
1	E-26	15	160	12	4	30	100	0,36	3,03	0,00	0,03	3,61	86,83
2	E-32	25	160	12	4	70	100	0,72	4,06	0,00	0,03	5,65	80,83
3	E-30	15	180	12	4	70	200	1,22	4,36	0,20	0,14	6,34	72,37
4	E-35	25	180	12	4	30	200	0,96	4,35	0,04	0,04	5,60	78,03
5	E-27	15	160	20	4	70	200	0,79	3,46	0,00	0,08	5,76	82,20
6	E-39	25	160	20	4	30	200	0,50	3,09	0,00	0,03	4,07	85,84
7	E-31	15	180	20	4	30	100	0,72	3,97	0,00	0,02	4,65	80,49
8	E-41	25	180	20	4	70	100	1,17	4,53	0,05	0,05	5,51	75,62
9	E-34	15	160	12	8	30	200	0,71	4,23	0,00	0,02	5,85	83,40
10	E-38	25	160	12	8	70	200	1,02	4,31	0,17	0,06	6,70	77,97
11	E-37	15	180	12	8	70	100	1,98	4,95	0,21	0,08	5,68	58,19
12	E-42	25	180	12	8	30	100	0,78	4,50	0,00	0,02	4,69	72,00
13	E-33	15	160	20	8	70	100	0,93	4,61	0,06	0,04	6,12	79,83
14	E-40	25	160	20	8	30	100	0,47	3,74	0,00	0,01	5,12	81,84
15	E-36	15	180	20	8	30	200	1,47	4,72	0,13	0,09	5,65	90,07
16	E-43	25	180	20	8	70	200	1,85	3,46	0,42	0,13	5,42	67,05
17	E-28	20	170	16	6	50	150	1,04	4,46	0,00	0,03	6,19	75,33
18	E-29	20	170	16	6	50	150	1,06	4,53	0,00	0,05	6,11	76,97

Apskatot sākotnēji nosprausto hidrolīzes procesa parametru ietekmi uz glikozes daudzuma izmaiņām pāri palikušajā lignocelulozē (sk. 2. att. un 3.Tabula), var skaidri redzēt ka to efekts ir teju pilnībā pretējs to efektam uz furfurola iznākumu. Proti, tikai izejvielas sākotnējā mitruma celšana dod iespēju saglabāt vairāk celulozes lignocelulozes atlikumā. Zīmīgs ir arī fakts, ka, ceļot pārējo hidrolīzes parametru vērtības, negatīvā ietekme ir daudz lielāka nekā to devums pie furfurola iznākuma palielināšanas. Līdz ar to hidrolīzes procesa optimālo parametru izvēles robežas ir jānosaka vadoties pēc to ietekmes uz celulozes sadalīšanos.



## 2. att. Mainīgo hidrolīzes faktoru ietekmes salīdzinājums uz glikozes atlikumu lignocelulozē

Lai šīs robežas varētu precīzāk nospraust, kā arī izvērtētu sākotnēji nosprausto hidrolīzes parametru savstarpējās mijiedarbības ietekmi, izmantojot datorprogrammā MODDE 7.0 ģenerēto pirmās kārtas regresijas vienādojumu, ir veikta šo parametru ietekmes simulācija tieši uz furfurola un glikozes iznākumiem. Vispirms gan ir jāsaņem, ka iegūtie pirmās kārtas regresijas vienādojumi nav statistiski adekvāti, jo aprēķinātās F-kritērija vērtības abos gadījumos ir lielākas salīdzinājumā ar tabulētajām vērtībām. Līdz ar to var teikt, ka pirmās kārtas matemātiskais vienādojums neapraksta precīzi izpētīto faktortelpu un ir nepieciešama tā optimizācija jeb visa procesa optimālo parametru noteikšana. Tādēļ, tālāk minētie programmas ģenerētie rezultāti dod tikai aptuvenu sagaidāmo produkta vērtību.

Ir uzsākta **1.3. aktivitāte “Pildvielas lignocelulozes un furfurola iegūšanas optimālo parametru izpēte**, uzdodot programmai aprēķināt maksimāli iegūstamo furfurola daudzumu (6.7% no abs.s. izejvielas), izvairoties no jebkādiem glikozes zudumiem, iegūti sekojoši hidrolīzes procesa parametri: izejvielas sākotnējam mitrumam jābūt  $19 \pm 1\%$  robežās, procesa temperatūrai  $161 \pm 1^\circ\text{C}$ , katalizatora koncentrācijai 12-13%, katalizatora daudzumam 6.8-7.0%, apstrādes laiks 65-70 min, tvaika ātrumam  $183 \pm 1$  mL/min. Turpretim šāds furfurola daudzums praktiski tika iegūts pie izejvielas sākotnējā mitruma 25%, temperatūrai  $160^\circ\text{C}$ , katalizatora koncentrācijai 12%, katalizatora daudzumam 8%, apstrādes laiks 70 min, tvaika ātrumam 200 mL/min. Līdz ar to, meklējot optimālos hidrolīzes parametrus šāda veida priekšapstrādes procesam, vispirms būtu jāizpēta 3. tabulā dotās faktortelpas robežas. Ņemot vērā faktu, ka lielākais furfurola iznākums sasniegts pie 70 min, tad, ceļot temperatūru un katalizatora daudzumu, varētu

panākt straujāku tā veidošanos. Tādēļ papildus tam ir biežāk nepieciešams paņemt hidrolizātu paraugus, lai noskaidrotu precīzāku hidrolīzes procesa ilguma ietekmi.

#### 4. Tabula

Hidrolīzes procesa optimālo parametru izvēles robežas

Izejvielas daļiņu izmērs (const.)	0.5 – 10.0 mm
Izejvielas sākotnējais mitrums	20 – 25%
Hidrolīzes temperatūra	165 – 175 °C
Katalizatora koncentrācija	12 – 16%
Katalizatora daudzums	6 – 8%
Hidrolīzes procesa ilgums	10 – 40 min
Tvaika plūsmas ātrums	150 – 200 mL/min

### 2. aktivitāte “Ekoloģiskas saistvielas iegūšana no depolimerizētas izekstraģētas tāss”

Dotās aktivitātes **mērķis** ir bērza tāss suberīna hidrolītiskā depolimerizācija un tās primāro produktu analīze. Tiks pētīts bio-kompozītu saistvielas sastāvs, lai varētu pilnvērtīgi veikt pētījumu par saistvielas izmaiņām atkarībā no izekstraģētas bērza tāss frakcionālā sastāva un no depolimerizācijas vides. Rezultātā tiks izstrādāti optimālie parametri ekoloģiskas saistvielas iegūšanai no depolimerizētas izekstraģētas tāss. Iegūtā saistviela tiks izmantota lai izstrādātu 3 šķiedru bio-kompozītu prototipus, un lai pārbaudītu, vai tie kvalificējas kā mitrumizturīgas plātnes pēc EN 1087-1.

Paralēli tam, ka tiek gatavota saistviela ūdens vidē pie jau zināmiem parametriem 3.1. un 3.2. aktivitātes nepieciešamībai. Šī pārskata perioda pētniecisko eksperimentu uzmanība bija vērsta arī uz suberīnskābes saturošās saistvielas iegūšanu etanola vidē, saistvielas iegūšanas metodikas pilnveidošanu, kā arī saistvielas īpašību raksturošanu, ņemot vērā iepriekšējos eksperimentos iegūto pieredzi ar saistvielas iegūšanu ūdens vidē.

#### Etanola vidē suberīnskābes saturošās saistvielas iegūšana un raksturošana

Šajā pārskata periodā tika turpināti iesāktie pētījumi par suberīnskābju saturošās saistvielas iegūšanu etanola vidē. Eksperimentu gaitā noskaidrojās, ka līdz 12. depolimerizācijai izmantotā slāpekļskābe bija ar zemāku koncentrāciju par 60%, taču noteiktais pH līmenis pie skābināšanas tika ievērots. No 13. līdz 16. depolimerizācijai (izņemot 13. depolimerizāciju) suberīnskābes, izmantojot slāpekļskābi ar precīzu 60% koncentrāciju, bija pārskābinātas tāpēc epoksigrupas suberīnskābēs netika identificētas jeb skābes ietekmē bija noārdījušās. To pierāda 18. un 19. depolimerizācija, kurās bija precīzi ievērots pH līmenis un epoksigrupu klātbūtne uzrādās (skatīt 5. tabulu).

Tika arī izmēģināta un pilnveidota depolimerizācija atšķaidītā (kā izejviela ņemta ar etanolu mitra, ekstraģēta bērza tāss no ekstrakcijas reaktora) etanola šķīdumā. Tā bija veikta 15. un 19. depolimerizācijā, taču tā kā 15. depolimerizācija bija pārskābināta, tad par izdevušos eksperimentu var uzskatīt 19. depolimerizāciju, kuras iznākums sasniedza 94,7%. Epoksigrupu saturs saistvielā, kuras pagatavošanai izmantota ar etanolu mitra izejviela, salīdzinot ar sauso izejvielu (18.D.P.) ir gandrīz uz pusi lielāks (3,7% un 6,4%), taču tas nekādu uzlabojumu plātņu īpašību sakarā nedevis. Tieši otrādi, redzams, ka ūdenī

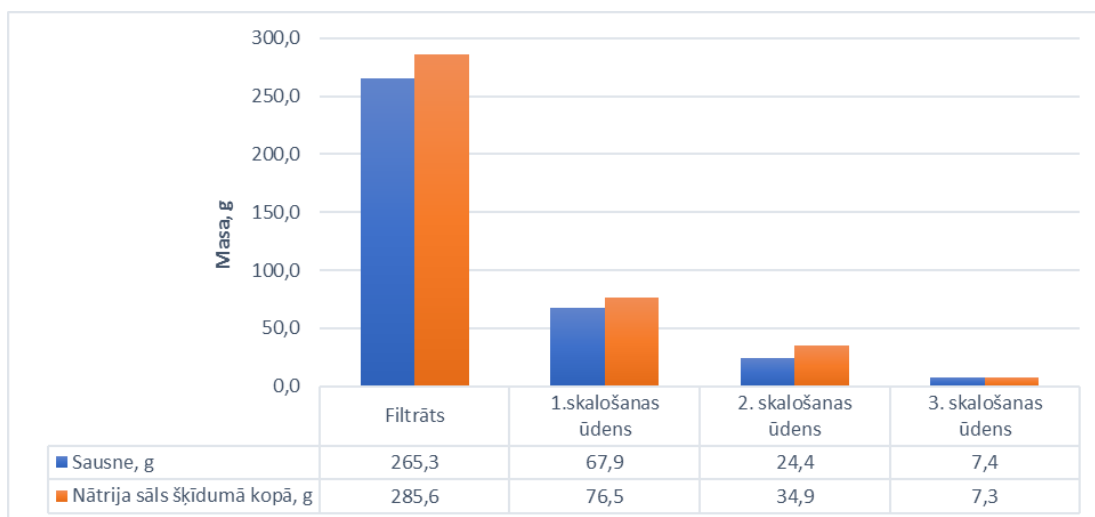
iegūtās saistviela uz iegūto plātņu īpašībām atstāj vispozitīvāko iespaidu. Ja tīra spirta gadījumā plātnēm lieces pretestība bija 4,2-6,6 MPa, spirta-ūdens vidē attiecīgi 9,6-9,7 MPa, bet ūdens vidē – 17,1-17,8MPa. Tas liecina, ka līdz šim izvēlētais saistvielas iegūšanas paņēmiens, izmantojot ūdeni kā reakcijas vidi, ir bijis pareizais. Tādēļ turpināsim iegūt saistvielu ūdens vidē, mainot iegūšanas parametrus – sārma koncentrāciju, apstrādes laiku, paskābināšanas un skalošanas beigu pH. Iespējams, ūdens vides gadījumā uzrādīsies epoksigrupu un skābes skaitļa ietekme uz iegūto plātņu īpašībām, kas tiks izpētīta nākamajā atskaites periodā. Lielākais pārsteigums bija par saistvielas šķīdības dimetilsulfoksīdā palielināšanos 15., 16., 18. un 19. depolimerizācijā par 10-15% salīdzinot ar iepriekšējām depolimerizācijām. Tas iespējams saistīts ar ekstrakcijai ņemtās izejvielas izekstraģēšanas pakāpi vai izejvielas bērza tāss saturu.

## 5. Tabula

Etanola vides suberīnskābes saturošo saistvielu raksturlielumi

Saistvielas paraugs	Depolimerizācija					Plātnes (20% saistv, T=220°C)		
	Reakcijas vide	Iznākums, % a.s.m.	Šķīdība dimetilsulfoksīdā, %	Epoksi-grupu saturs, %	Skābes skaitlis, mg KOH/g	Blīvums kg/m <sup>3</sup>	Uzbr. biežumā, %	MOR, MPa
13. D.p.	<i>Et-OH</i>	83,0	57,2	31,1	112,4	764	46,0	4,2
14. D.p.	<i>Et-OH</i>	73,5	61,4	0	117,1	780	27,0	6,6
15. D.p.	<i>Et-OH + tāss</i>	81,6	70,3	0	118,5	837	23,0	9,7
19. D.p.	<i>Et-OH + tāss</i>	94,7	73,8	6,4	102,3	837	...	9,6
16. D.p.	<i>Ūdens</i>	98,1	73,0	0	69,5	836	13,5	17,8
18. D.p.	<i>Ūdens</i>	100,0	75,2	3,7	85,4	867	...	17,1

Šajā pārskata periodā tika arī eksperimentēts ar jauno nitrātjonu noteikšanas mērierīci "LAQUAtwin-NO3-11". Eksperimentiem izmantoja 16. depolimerizācijas filtrātu pēc skābināšanas un trīs saistvielas skalošanas ūdeņu filtrātus. Tā kā šķīdums bija pārskābināts tajā, izņemot nātrija nitrātu, vēl bija slāpekļskābe, kas atsevišķi bija jānosaka ar potenciometriskās titrēšanas iekārtu. Noskaidrojās, ka visu filtrātu kopējais sausnes saturs bija 365 g (to pamatā veido nātrija nitrāta sāļi un nedaudz suberīnskābju koloīdās daļiņas, kas iziet cauri filtram), taču ar nitrātjonu mērierīci noskaidrojās, ka filtrāti kopā saturēja 404 g nātrija nitrāta, kas tuvāk atbilda teorētiski aprēķinātajam nitrāta daudzumam jeb 395 g nātrija nitrāta sāls. No tā var secināt, ka nātrija nitrāts no saistvielas izskalojās ļoti labi un tāpēc saistvielas adhēzijas īpašības ievērojami ietekmēt nevarētu. Lielākā daļa (70,1%) nātrija nitrāta izskalojās jau kopā ar suberīnskābju filtrātu, 1.skalošanas reizē – 19,7%, 2.skalošanas reizē – 8,6%, bet 3.skalošanas reizē vairs tikai 1,8% no visa izskalojās nātrija nitrāta (3.Att.). Tas nozīmē, ka nākotnē varētu pietikt tikai ar 2 skalošanas reizēm, bet tas būs atkarīgs, kādas tendences uzrādīs paskābināšanas un skalošanas beigu pH vērtība uz iegūto plātņu īpašībām.



**3.Att.** Saistvielas iegūšanas filtrāta un skalošanas ūdeņu nātrija nitrāta saturs



### 3. aktivitāte “Mitrumizturīgo šķiedru bio-kompozītu iegūšana”.

Dotās aktivitātes **mērķis** ir izstrādāt optimālos parametrus šķiedru bio-kompozītu iegūšanai, kur kā saistviela tiek izmantotas depolimerizētas un izgulsnētas Suberīnskābes, bet kā pildvielas – bērza skaidas, bērza mizas lūksne un tās lignoceluloze. Rezultātā ar katru no pildvielām tiks izstrādāti 3 šķiedru bio-kompozītu prototipi, lai pārbaudītu, vai tie kvalificējas kā mitrumizturīgas plātnes pēc standarta EN 1087-1. Ar šķiedru bio-kompozītiem tiek domāts kokskaidu plātnes, kuru iegūšanai izejvielas nāk no pirmajām divām projekta aktivitātēm (saistviela no WP2 un pildvielas no WP1).

Šajā pārskata periodā pēc laika grafika tika īstenotas sekojošas aktivitātes:

- Noslēgta **3.1. aktivitāte “Šķiedru biokompozītu iegūšanas sākotnējo tehnoloģisko parametru izvēle”**;
- Turpināta iepriekšējā etapā uzsāktā **3.2. aktivitāte “Šķiedru biokompozītu iegūšanas optimālo parametru izvēle atkarībā no izejvielas”**.

Noslēdzot 3.1.aktivitāti, šajā periodā tika veikta pilnā faktoru eksperimenta (3 faktoru eksperimentu 2<sup>3</sup> tipa plāna) ceturtā kārtā (PFE4). Plātņu iegūšanas mainīgie parametri bija (6.Tabula): saistvielas daudzums (S) 20-30%, presēšanas temperatūra (T) 220-230°C un laiks (t) 2-5 min. Maksimālais presēšanas spiediens bija 2 MPa pirmajā presēšanas ciklā, spiedienu samazinot līdz 0,1 MPa uz 30 s pēc 2 presēšanas min, bet otrajā presēšanas ciklā spiedienu turot 1 MPa. Katrs eksperiments tika atkārtots divreiz.

### 6. Tabula

Plātņu iegūšanas PFE4 mainīgie parametri.

<b>Eksperimenta Nr.</b>	<b>Saistvielas daudzums (S), %</b>	<b>Temperatūra (T), °C</b>	<b>Laiks (t), min</b>
1	20	220	2
2	20	220	5
3	20	230	2
4	20	230	5
5	30	220	2
6	30	220	5
7	30	230	2
8	30	230	5
9*	25	225	3,5

\*PFE nulles līmenis.

PFE4 iegūto plātņu rezultāti ir uzrādīti 7.Tabulā, bet to matemātiskai novērtēšanai tika izmantota datorprogramma Umetrics MODDE 7.0. PFE4 īstenošanas gaitā atklājās nepiemēroti apstākļi, kas noveda pie plātņu iegūšanas brāķiem. Presējot plātnes ar 30% suberīna saistvielas, virsmas kļuva lipīgas, kas nozīmē, ka saistvielas ir par daudz un tā tika izspiesta ārā. Dažas plātnes (Eksperiments Nr.5., 7. un 8.) pēc presēšanas sanāca ar pūšļiem, kas nozīmē, ka pie šiem apstākļiem veidojas iekšējie spriegumi, kas ir lielāki par atmosfēras spiedienu, tādējādi saistvielai nespējot noturēt kopā sapresēto plātņi. Plātnes eksperimentā Nr.6, kas saturēja arī 30% saistvielu, izdevās bez pūšļiem, kas norāda uz to,

ka 5 presēšanas minūtes pie T 220 °C ir pietiekams laiks, lai saistviela “sašūtu” presmasas komponentus noturīgā plātnē. Savukārt, pie T 230 °C, 30% saistvielas ir par daudz, tādēļ plātnēs veidojas pūšļi.

Izmantojot datorprogrammu Umetrics MODDE 7.0, tika iegūti būtiski vienādojumi, pēc kuriem var prognozēt plātņu īpašības atkarībā no mainīgajiem presēšanas parametriem. Iegūto plātņu blīvuma izmaiņas atspoguļo 1.att., kur redzams, ka blīvums pieaug pieaugot visiem presēšanas parametriem. No 4.att. redzams, ka plātņi ar mērķa blīvumu 0,850 g cm<sup>-3</sup> var iegūt presējot 2 min pie T 220-230 °C un S ≤ 21,5%.

## 7. tabula

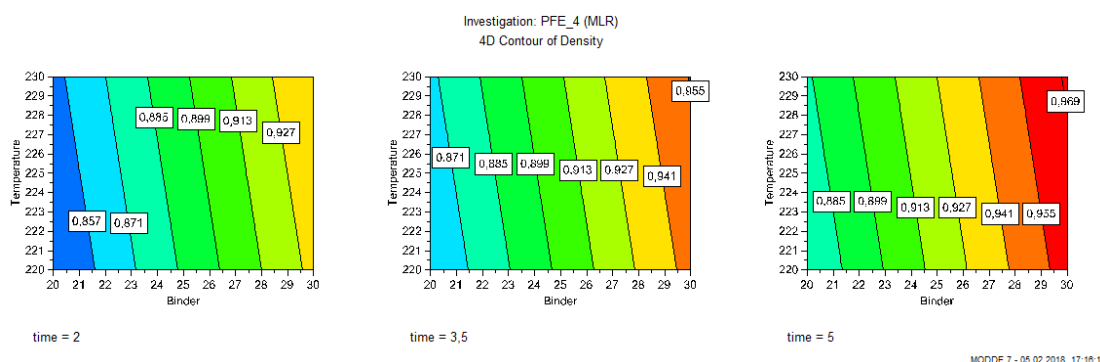
### PFE4 iegūtie plātņu rādītāji.

PFE Nr.	Blīvums, g cm <sup>-3</sup>	WA, %	TS, %	MOR, N mm <sup>-2</sup>	MOE, N mm <sup>-2</sup>
1	0,843	52	23	9,2	1739
2	0,854	42	16	12,9	2000
3	0,852	49	21	10,5	2020
4	0,890	<b>36</b>	<b>13</b>	<b>16,5</b>	<b>2675</b>
5	0,937	34	18	10,5	<b>2065</b>
6	0,961	<b>24</b>	<b>11</b>	<b>15,9</b>	<b>2172</b>
7	0,922	36	<b>16</b>	12,1	<b>2228</b>
8	0,970	<b>25</b>	<b>9</b>	13,2	<b>2672</b>
9	0,934	35	<b>14</b>	12,0	<b>2520</b>
<b>EN 312 P3*</b>	<b>≤0,850</b>	-	<b>17</b>	<b>15</b>	<b>2050</b>

WA/TS – attiecīgi, ūdens uzsūkšana un uzbriešana biežumā, paraugus iegremdējot ūdenī uz 24h, kas noteikts pēc standarta EN 317.

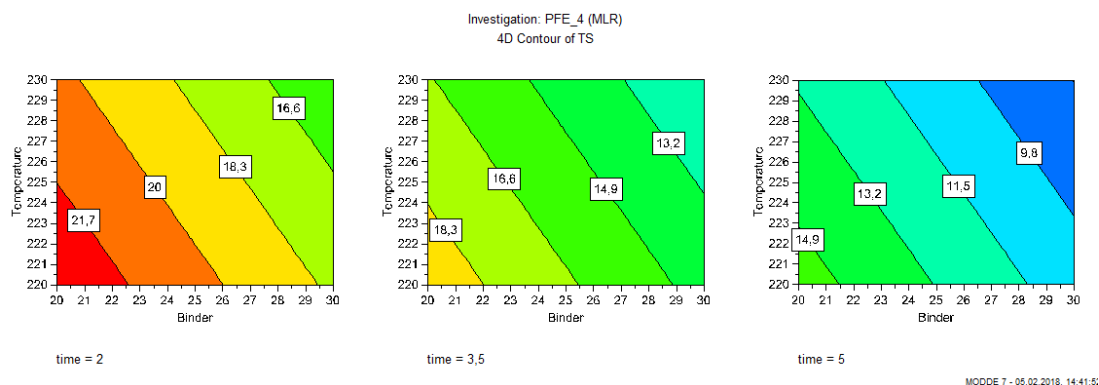
MOR/MOE – attiecīgi, pretestība un elastības modulis liecē, kas noteikts pēc standarta EN 310.

\*Standarta prasības kokskaidu plātnēm ar biežumu 6-13 mm, paredzētām lietošanai mitrajās apstākļos.



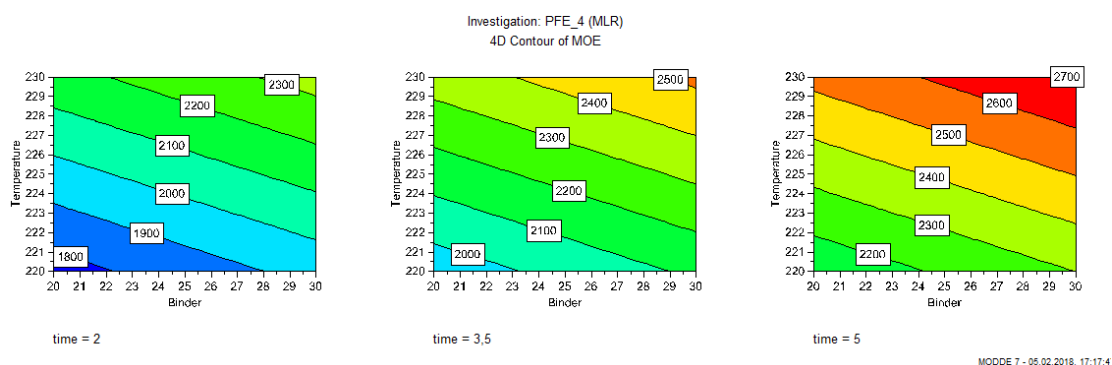
### 4.att. Blīvuma izmaiņas atkarībā no presēšanas laika, temperatūras un saistvielas daudzuma.

Iegūto plātņu uzbriešanas biežumā (TS) izmaiņas atkarībā no presēšanas parametriem ir atspoguļotas 5.att. No tā var redzēt, ka TS mērķa vērtība 17% tiek sasniegta pēc 3,5 min presēšanas pie T 228 °C un S 20%. Palielinot S un t ir iespējams iegūt mērķa vērtību pie zemākas presēšanas temperatūras. Piemēram, plātņu TS atbilstība standarta vērtībai tiks sasniegta presējot 5 min ar S 20% un T 220 °C.

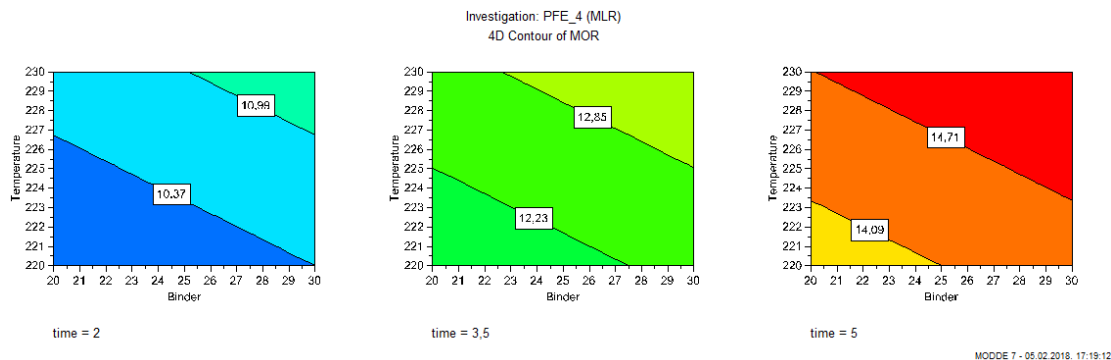


**5.att.** Plātņu uzbriešanas biežumā izmaiņas atkarībā no presēšanas laika, temperatūras un saistvielas daudzuma.

Iegūto plātņu elastības modulis (MOE) un pretestība statiskajā liecē (MOR) atkarībā no presēšanas parametriem ir atspoguļotas, attiecīgi, 6. un 7.att. Ja iegūto plātņu MOE standarta vērtība ( $2050 \text{ N mm}^{-2}$ ) tiek sasniegta jau pēc 2 presēšanas min pie  $T \text{ 224-227 } ^\circ\text{C}$ , tad MOR standarta vērtības ( $15 \text{ N mm}^{-2}$ ) sasniegšanai ir nepieciešamas 5 min,  $T > 225 \text{ } ^\circ\text{C}$  un  $S > 22\%$ . Līdz ar to, PFE4, neskatoties uz dažiem neveiksmīgiem eksperimentiem, atklāj optimālos plātņu no bērza skaidām un suberīnskābēm iegūšanas parametrus:  $S \text{ 20-25}\%$ ,  $T \text{ 225-230 } ^\circ\text{C}$  un  $t \text{ 5 min}$ .



**6. att.** Elastības moduļa izmaiņas atkarībā no presēšanas laika, temperatūras un saistvielas daudzuma.



**7. att.** Pretestības liecē izmaiņas atkarībā no presēšanas laika, temperatūras un saistvielas daudzuma.

### Secinājumi:

- Pamatojoties uz veiktajiem eksperimentālajiem un modelēšanas pētījumiem, optimālie plātņu no bērza skaidām un suberīnskābju saistvielas iegūšanas parametri ir sekojošie: saistvielas daudzums 20-25%, presēšanas temperatūra 225-230 °C, presēšanas ilgums 5 min un maksimālais presēšanas spiediens pirmajās 2 min ir 2 MPa, pēc tam obligāti veicot spiediena atbrīvošanu uz 30 s radušos spriegumu novēršanai, un noslēdzot presēšanu spiedienu uzturot  $\leq 1$  MPa.
- Sakarā ar to, 3.1 aktivitāte ir veiksmīgi īstenota, kas dod eksperimentālo pamatu 3.2 aktivitātes turpināšanai, pārbaudot iegūtās sakarības, izmantojot stāvā kāpuma metodi.

### 5.1. aktivitāte „Publikāciju izstrāde iesniegšanai Web of Science vai SCOPUS datubāzēs”.

2. un 3.1. aktivitātes ietvaros ir pabeigta rezultātu izplatība starptautiskajā vidē, jo pēc konferences kas norisinājās Rēzeknē, 15.-17. jūnijā, konferences „11th International Scientific and Practical Conference. Environment. Technology. Resources.” ietvaros, kurā piedalījās Pētnieks Aigars Pāže ar stenda referātu „Processing possibilities of birch outer bark into green bio-composites”, kurā prezentēti pirmējie rezultāti par ekoloģisku skaidu plākšņu iegūšanu un to zinātnisko un praktisko potenciālu. Kā arī Vadošais pētnieks Jānis Rižikovs ar stenda referātu “A novel method for birch outer bark quality control using higher heating value”, kurā prezentēta jauna bērza tāss kvalitātes kontroles metode, lai noteiktu tīrību, kas ir ļoti svarīga kvalitatīvas saistvielas iegūšanai.

Prezentētie un apkopotie rezultāti tika iesniegti publicēšanai starptautiski citējamā konferenču krājumā “Proceedings of the Vide. Tehnologija. Resursi - Environment, Technology, Resources”, izdevējs: Rezekne Academy of Technologies. Žurnāls atrodams brīvās pieejas datu bāzē: <http://dx.doi.org/10.17770/etr2017vol3.2550>, kā arī publikācijas ir indeksētas Scopus datu bāzē: <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=25931146200> :

1. Paze, A., Rizhikovs, J., Brazdauskis, P., Puke, M., Grinins, J., Tupciauskas, R., Plavniece, A. Processing possibilities of birch outer bark into green bio-composites. *Proceedings of the Vide. Tehnologija. Resursi - Environment, Technology, Resources*. **2017** vol: 3, 249-253.
2. Rizhikovs, J., Paze, A., Plavniece, A., Stankus, K., Virsis, I. A novel method for birch outer bark quality control using higher heating value. *Proceedings of the Vide. Tehnologija. Resursi - Environment, Technology, Resources*. **2017** vol: 3, 282-285.

Savukārt visu projekta aktivitāšu ietvaros ir uzsākta rezultātu izplatība starptautiskajā vidē:

- 1) Sagatavots kopsavilkums konferencei “ECO-BIO 2018”, kas norisināsies Īrijā, Dublinā, 4.-7. martā, kurā plāno piedalīties Vadošais pētnieks Jānis Rižikovs ar stenda

referātu “Biorefinery concept of birch bark processing - value added products and ecological biocomposites”, kurā tiks prezentēti sākotnējie projekta rezultāti par ekoloģisku skaidu plākšņu iegūšanu un furfurola iegūšanu pildvielas priekšapstrādes procesā bioraфинēšanas koncepcijas ietvaros, kas projekta tēmai var pavērt jaunas iespējas nākotnē.

2) Sagatavoti kopsavilkumi konferencei EWLP 2018 “15th European Workshop on Lignocellulosics and Pulp”, kas norisināsies Portugālē, Aveiro, 26.-29. jūnijā, kurā plāno piedalīties Pētnieks Ramūnas Tupčiauskas ar stenda referātu “Processing of lignocellulosic residues from birch plywood manufacture into biocomposites”, kurā tiks prezentēti rezultāti par ekoloģisku skaidu plākšņu iegūšanu sākotnējo parametru izvēli. Kā arī Pētnieks Prans Brazdausks ar stenda referātu “Screening of salt catalysed hydrolysis conditions for further processing opportunities of birch inner bark”, kurā tiks prezentēti rezultāti par pildvielas priekšapstrādes sākotnējo parametru izvēli. Prezentētos un apkopotos rezultātus paredzēts iesniegt publicēšanai starptautiski citējamā žurnālā “Holzforschung Journal”, izdevējs: DE GRUYTER. Žurnāls indeksēts Scopus un Web of Science datu bāzēs ar ietekmes koeficientu 1,87 – 2016. gadā.

14.02.2018.

Dr.sc.ing. Jānis Rižikovs  
Projekta zinātniskais vadītājs