

FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

274 512

(11)

(13) B 1

(51) Int. Cl.⁵
A 23 K 1/12

(21) PV 8073-87.Y

(22) Přihlášeno 11 11 87

(40) Zveřejněno 14 03 89

(45) Vydáno 30 09 92

(75) Autor vynálezu

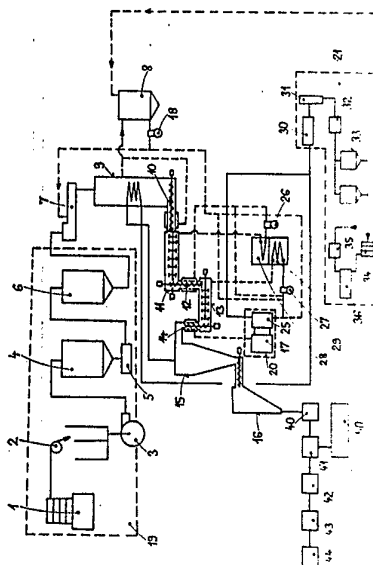
KRATOCHVÍL ZDENĚK st.,
DITL PAVEL prof. ing. DrSc., PRAHA,
JULÍNEK PAVEL, ROUSÍNOV U VÝŠKOVA,
PŘIBYL OLDŘICH ing., PRAHA,
UHER JIŘÍ ing. ČSc., VELKÉ PŘÍLEPY,
KRATOCHVÍL ZDENĚK ml., PRAHA,
HORÁK OLDŘICH ing., HOVORANY

(54)

Zařízení pro kontinuální zpracování ligno-
celulózového materiálu

(57)

Na dezintegrační linku (19) je napo-
jen směšovací podavač (7) se zásobníkem (9)
suspenze s vyhřívacím zařízením, jehož spod-
ní část je přes plnicí lis (10), první hydro-
lyzér (11), převáděcí lis (12), druhý hydro-
lyzér (13) a výtlačný lis (14) vyústěna do
atmosférického expanderu (15). Ten je šne-
kem spojen se zásobníkem (16) expandované
suspenze, na nějž je přes propírací zařízení
(40) napojeno extrakční zařízení (41) spojené
jednak se zásobníkem (50) celulozy a jednak
přes odparku (42) a sušicí zařízení (43) se
zásobníkem (44) ligninu. Výstup kapaliny
plnicího lisu (10) je napojen na zásobník
(9) suspenze. Výstup kapaliny převáděcího
lisu (12) je přes první oběhové čerpadlo
(26) spojen s prvním výměníkem (28) tepla a
odtud na první hydrolyzér (11). Výstup kapa-
liny z výtlačného lisu (14) ústí do zařízení
(20) pro rozdělení kapaliny na parní fázi s
2-furaldehydem a na vodu. Výstup vodné fáze
zařízení (20) ústí přes výměníky tepla (27,
28) do prostoru prvního a druhého hydrolyzé-
ru (11,13), výstup parní fáze ústí do tech-
nologického souboru (21) k separaci 2-fural-
dehydu. Na směšovací podavač (7), zásobník
(9) suspenze, první a druhý hydrolyzér (11
a 13) je napojen zásobník (8) technologické
vody.



Vynález se týká zařízení pro kontinuální zpracování lignocelulózového materiálu, kdy vzniká jako výsledný produkt 2-furaldehyd, lignin a celulóza, a to za použití dvou-
stupňové tlakové hydrolýzy.

Doposud nebyl znám způsob kontinuálního hydrolytického zpracování lignocelulózového materiálu a separace vzniklých produktů. Neexistovalo tedy ani zařízení pro toto zpracování. Je znám hydrolytický způsob štěpení lignocelulózového materiálu za účelem získání krmiva, kdy je nutný přídavek alkálií nebo kyselin k usnadnění hydrolýzy. Dále je též znám kontinuální způsob hydrolýzy lignocelulózového materiálu ostrou parou. Všechny tyto způsoby jsou realizovány na zařízeních, která sestávají z dezintegrační linky, směšovacího zařízení, jednoho nebo více hydrolyzérů, případně expandéru. Nevýhodou těchto zařízení je jejich energetická náročnost, vysoká spotřeba alkálií nebo kyselin. Další nevýhodou je získání směsi látek, které jsou vhodné pouze ke krmným účelům. Žádné ze známých zařízení neumožňuje separaci jednotlivých složek.

Výše uvedené nedostatky řeší zařízení pro kontinuální zpracování lignocelulózového materiálu za vzniku 2-furaldehydu, ligninu a celulózy podle vynálezu. Toto zařízení sestává z dezintegrační linky, jejíž výstup je připojen na vstup směšovacího zařízení, které je tvořeno směšovacím podavačem a zásobníkem suspenze, který je opatřen vyhřívacím zařízením, ze dvou tlakových hydrolyzérů a expanderu. Podstatou vynálezu je, že ke spodní části zásobníku suspenze je připojen plnicí lis, na který navazuje první hydrolyzér, který je přes převáděcí lis spojen s druhým hydrolyzérem, na nějž je napojen výtlačný lis. Tento výtlačný lis ústí do atmosférického expandéru. Atmosférický expandér je šnekem spojen se zásobníkem expandované suspenze, na který je připojeno propírací zařízení, na které je napojeno extrakční zařízení. Extrakční zařízení je spojeno jednak se zásobníkem celulózy se šnekovým podavačem a jednak přes první odparku a sušící zařízení se zásobníkem ligninu. Zároveň je výstup kapaliny plnicího lisu napojen na zásobník suspenze a výstup kapaliny z převáděcího lisu je spojen přes první oběhové čerpadlo s prvním výměníkem tepla. Odtud je dále napojen na první hydrolyzér. Výstup kapaliny z výtlačného lisu ústí do zařízení pro rozdělení kapaliny na parní fázi obsahující 2-furaldehyd a na vodu. Výstup vodní fáze ústí přes výměníky tepla do prostoru prvního a druhého hydrolyzéra. Výstup parní fáze ústí do technologického souboru k separaci 2-furaldehydu. Součástí zařízení je dále zásobník technologické vody, který je propojen se směšovacím podavačem, se zásobníkem suspenze, dále přes tlakové čerpadlo, přes první oběhové čerpadlo a přes první výměník tepla s prvním hydrolyzérem a přes druhé oběhové čerpadlo a druhý výměník tepla s druhým hydrolyzérem.

Výstup kapaliny z plnicího lisu lze s výhodou připojit na zásobník technologické vody.

Technologický soubor k separaci 2-furaldehydu může sestávat z chladiče kondenzátu, který je přes filtr a dekantální zásobník připojen nejméně ke dvěma separátorům. Výpustě separátorů jsou spojeny se zásobníkem technického 2-furaldehydu jednak přes kolonu s anexem, případně přes rektifikační kolonu a jednak přes dehydratační zařízení. Výstup čisté vody z kolony s anexem popřípadě z rektifikační kolony lze vyústit do zásobníku technologické vody.

Výstup parní fáze z atmosférického expandéru je možno přes výměník suspenze připojit na technologický soubor.

Přívod kapaliny z prvního výměníku tepla lze s výhodou umístit za plnicí lis a přívod kapaliny z druhého výměníku tepla lze umístit za převáděcí lis.

Zařízení pro rozdělení kapaliny na parní fázi s 2-furaldehydem a na vodu je možné vytvořit z rektifikační kolony.

Jinou možností je zařízení pro rozdělení kapaliny na vodnou a parní fázi vytvořit z vysokotlakého expandéru, jehož výstup kapalně fáze ústí do trubkového prostoru druhé odparky a dále přímo nebo přes první a druhý výměník tepla do prvního a druhého hydrolyzéro. Výstup parní fáze pak ústí do mezitrubkového prostoru druhé odparky a odtud je veden na technologický soubor:

Výhodou zařízení podle vynálezu je, že řeší komplexně způsob zpracování lignoceluló-zového materiálu dvoustupňovou tlakovou hydrolýzou, který je vysoce účinný a energeticky vyvážený. Zařízení má daleko menší rozměry než současná obdobná zařízení diskontinuální. Hydrolyzační produkty získané na tomto zařízení mají vysokou užitkovou hodnotu.

Příklad zařízení podle vynálezu pro kontinuální zpracování lignoceluló-zového materiálu je schematicky znázorněn na přiloženém výkrese.

Zařízení sestává z dezintegrační linky 19. Tato dezintegrační linka 19 je v tomto případě tvořena podávacím zařízením 1, na jehož výstup je umístěn magnetický separátor 2. Magnetický separátor 2 je spojen například pomocí transportéru a prstového vkladače, které nejsou zakresleny, s řezačkou 3 slámy. Ta je výfukovým potrubím spojena se zásobníkem 4 řezanky, opatřeným regulačním zařízením, které je napojeno na úderový mlýn 5. Úderový mlýn 5 je napojen na zásobník 6 vstupní sušiny, v jehož spodní části je umístěno dávkovací zařízení, které je napojeno na směšovací podavač 7. Výstup směšovacího podavače 7 je připojen na zásobník 9 suspenze, opatřený vyhřívacím zařízením. Zásobník 9 suspenze je propojen s plnicím lisem 10, na který navazuje první hydrolyzér 11, propojený přes převáděcí lis 12 s druhým hydrolyzérem 13. Druhý hydrolyzér 13 je napojen na výtlačný lis 14, který ústí do atmosférického expanderu 15. Atmosférický expander 15 je šnekem ve své spodní části spojen se zásobníkem 16 expandované suspenze. Zásobník 16 expandované suspenze je přes propírací zařízení 40 spojen s extrakčním zařízením 41. Extrakční zařízení 41 je napojeno jednak na zásobník 50 celulózy se šnekovým podavačem a jednak přes první odparku 42 a sušící zařízení 43 na zásobník 44 ligninu. Výstup kapaliny z převáděcího lisu 12 je přes první oběhové čerpadlo 26 spojen s prvním výměníkem 28 tepla odtud je napojen na první hydrolyzér 11. Výstup kapaliny z výtlačného lisu 14 ústí do zařízení 20 pro rozdělení kapaliny na parní fázi, obsahující 2-furaldehyd a na vodu, které je v tomto konkrétním provedení sestaveno z vysokotlakého expanderu 17, jehož výstup kapalně fáze ústí do trubkového prostoru druhé odparky 25 a odtud dále přes první výměník 28 tepla do prvního hydrolyzéro 11 a přes druhý výměník 29 tepla do druhého hydrolyzéro 13. Výstup parní fáze vysokotlakého expanderu 17 ústí do mezitrubkového prostoru druhé odparky 25 a odtud je napojen na technologický soubor 21 k separaci 2-furaldehydu. První a druhý výměník 28 a 29 tepla lze realizovat například společně ve formě trubkové pece se dvěma topnými okruhy. Zařízení 20 pro rozdělení kapaliny na parní fázi a vodu lze též vytvořit z rektifikační kolony. Potom je výstup kapaliny této rektifikační kolony vyústěn přes první výměník 28 tepla do prvního hydrolyzéro 11 a nebo přes druhý výměník tepla 29 do druhého hydrolyzéro 13. Výstup páry je vyústěn na technologický soubor 21 k separaci 2-furaldehydu. Výstup parní fáze z atmosférického expandéru 15 je přes výměník zásobníku 9 suspenze napojen na technologický soubor 21.

Technologický soubor 21 k separaci 2-furaldehydu sestává z chladiče 30 kondenzátu, který je přes filtr 31 a dekantační zásobník 32 připojen nejméně ke dvěma separátorům 33. Výústě separátorů 33 jsou spojeny se zásobníkem 36 technického 2-furaldehydu, a to

jednak přes kolonu 34 s anexem nebo přes rektifikační kolonu a jednak přes dehydratační zařízení 35. Výstup čisté vody z technologického souboru 21 konkrétně z kolony 34 s anexem nebo z rektifikační kolony je napojen na zásobník 8 technologické vody.

Zařízení obsahuje též zásobník 8 technologické vody, který je napojen na směšovací podavač 7, na zásobník 9 suspenze, dále přes tlakové čerpadlo 18, první oběhové čerpadlo 26 a první výměník 28 tepla s prvním hydrolyzérem 11. Rovněž je zásobník 8 technologické vody spojen přes tlakové čerpadlo 18, přes druhé oběhové čerpadlo 27 a druhý výměník 29 tepla s druhým hydrolyzérem 13. Na zásobník 8 technologické vody lze též napojit výstup kapaliny z plnicího lisu 10.

V zařízení je výhodné umístit přívod kapaliny z prvního resp. druhého výměníku 28 resp. 29 tepla za plnicí lis 10 resp. za převáděcí lis 12.

Zařízení pracuje takto. Lignocelulózový materiál z podávacího zařízení 1 postupuje přes magnetický separátor 2 kovů například pomocí transportéru a prstového nakladače do řezačky 3 slámy. Odtud je výfukovým potrubím dopraven do zásobníku 4 řezanky, opatřeným regulačním zařízením, které reguluje jeho přívod do úderového mlýnu 5. Lignocelulózový materiál se upraví na částičky 0,2 až 0,5 mm. Materiál se skladuje v zásobníku 6 vstupní sušiny a odtud je pomocí dávkovacího zařízení směšovacího podavače 7 transportován do zásobníku 9 suspenze, v němž se smísí s vodou v hmotovém poměru 1 : 5 až 12. V zásobníku 9 suspenze směs bobtná při současném prohřívání odpadní parou získanou z atmosférického expandéru 15 a popřípadě topnou vodou na teplotu 70 až 100 °C. Ve dně zásobníku 9 suspenze je umístěno široké výstupní hrdlo, na něž je přímo připojen plnicí lis 10, jehož úkolem je odebírat ze dna zásobníku 9 suspenze suspenzi, komprimovat ji a vtlačovat v požadovaném množství do tlakového prostoru prvního hydrolyzéry 11. Jednoduchým čerpadlem, které není zakresleno, je odsávána ze vstupní komory šneku přebytečná voda a je vracena zpět do zásobníku 9 suspenze. Na plnicí lis 10 je možno umístit hubici. Plnicí lis 10 při protitlaku 5MPa produkuje komprimát o poměru tuhé fáze-kapalina 1 : 0,4 až 0,6. Z plnicího lisu 10 postupuje suspenze do prvního hydrolyzéry 11, přičemž dojde v plnicím lisu 10 k vytvoření zátky z lignocelulózového materiálu, která brání zpětnému průniku kapaliny z prvního hydrolyzéry 11 zpět do zásobníku 9 suspenze. V případě poruchy uzavře průnik automatická kuželka. Odlisovaná voda je čerpána zpět do zásobníku 9 suspenze. Vstupní zátku z lignocelulózového materiálu je v prvního hydrolyzery 11 rozrušována a je ohřívána topnou tlakovou recirkulující kapalinou odlisovanou v převáděcím lisu 12. V prvního hydrolyzéry 11 je suspenze dohřívána na teplotu 150 až 170 °C, odkud je přepouštěcím lisem 12 při odlisování tlakové kapaliny vytlačována ve formě zátky do druhého hydrolyzéry 13, ve kterém je dohřívána přehřátou tlakovou kapalinou z druhého výměníku 29 tepla na teplotu 200 až 240 °C. Z druhého hydrolyzéry 13 je suspenze výtlačným lisem 14 převedena do atmosférického expandéru 15. Odtud je pevná fáze dopravována šnekem ve spodní části atmosférického expandéru 15 do zásobníku 16 expandované suspenze a dále je vedena do propíracího zařízení 40 a na extrakční zařízení 41, v kterém dochází k vyplavení ligninu od celulózy acetonem, amoniakem případně dalšími činidly. Lignin je dále veden na první odparku 42, sušící zařízení 43 a do zásobníku 44 ligninu. Celulóza přechází do zásobníku 50 celulózy. Celulóza může postupovat například do reaktoru, fermentoru, do kterého je průběžně dávkován enzym celuláz, Trichoderma viride. Z reaktoru je hydrolyzát - glukóza čerpána buď do zásobníku nebo přímo na centrifugu a dále na membránovou filtraci a průmyslovou kolonovou chromatografii za účelem získání čistých cukrů reprezentovaných glukózou, což již není zakresleno.

Přívod suspenze z plnicího lisu 10 je axiální přímo do prvního hydrolyzéry 11. Přívod teplé kapaliny z druhého výměníku 29 tepla do druhého hydrolyzéry 13 je za převáděcím li-

sem 12 do zátky suspenze. Na konci druhého hydrolyzéry 13 je vestavěn výtlačný lis 14, jehož účelem je odvést materiálovou suspenzi, tvořenou zejména celulózu a ligninem ve zkomprimovaném stavu a vytvořit zátku ve vstupní hubici šneku výtlačného lisu 14, bránící úniku kapaliny z výtlačného lisu 14. K cirkulaci kapaliny přes výměníky 28 a 29 tepla zpět do prvního a druhého hydrolyzéry 11 a 13 slouží první a druhé oběhové čerpadlo 26 a 27. Tlaková kapalina má dva základní okruhy. První pracovní okruh je tvořen odlisovanou tlakovou kapalinou z přepouštěcího lisu 12 za prvním hydrolyzérem 11, odkud postupuje do prvního výměníku 28 tepla přes první oběhové čerpadlo 26 do prvního hydrolyzéry 11. Druhý okruh vede přes druhé oběhové čerpadlo 27 do druhého výměníku 29 tepla, kde dochází k dohřátí na teplotu 230 až 250 °C a dochází k degradaci pentozanů na pentozu a na 2-furaldehyd, a takto ohřátá tlaková kapalina obohacená 2-furaldehydem je vedena do druhého hydrolyzéry 13, kde zajišťuje ohřátí suspenze vtláčovanou přepouštěcím lisem 12 na teplotu 200 až 235 °C. Po průchodu druhým hydrolyzérem 13 je tlaková voda odlisovaná ve výtlačném lisu 14 a je za účelem získání brýdových par obohacených 2-furaldehydem expandována v tomto případě ve vysokotlakém expanderu 17. Odtud jsou brýdové páry vedeny přes druhou odparku 25 do chladiče 30 a na technologický soubor pro separaci 2-furaldehydu. Část této tlakové vody je recyklována přes druhou odparku 25 za účelem získávání ligninu, který z části přešel do roztoku. Úbytek technologické vody je doplňován tlakovým čerpadlem 18 ze zásobníku 8 technologické vody do obou pracovních okruhů tlakové kapaliny. Ochlazený kondenzát vzniklý při expanzní technologii vzniklý ve vysokotlakém expanderu 17 a druhé odparce 25 se nejprve zbaví mechanických nečistot filtrací či cezením ve filtru 31, načež se vede přes dekantační zásobník 32 do separátorů 33. Dolní vrstva obsahující 2-furaldehyd se ihned vysouší v dehydratačním zařízení 35 síranem sodným a odvádí se do zásobníku 36 2-furaldehydu. Horní vrstva ze separátorů 33 se vede na kolonu 34 naplněnou slabě bazickým anexem například Wofatitem AD-41 v bisulfitové formě. Sorbce se provádí za konstantního průtoku. Po vyčerpání užitečné kapacity se provádí desorbce 6% roztokem siřičitanu sodného. 2-furaldehyd z vymytého roztoku se opět izoluje na separátoru a vysouší se bezvodým síranem sodným.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Zařízení pro kontinuální zpracování lignocelulózového materiálu za vzniku 2-furaldehydu, ligninu a celulózy, sestávající z dezintegrační linky, připojené na vstup směšovacího zařízení, tvořeného směšovacím podavačem a zásobníkem suspenze, opatřeným vyhřívacím zařízením, dvou tlakových hydrolyzéry a expanderu, vyznačující se tím, že ke spodní části zásobníku (9) suspenze je připojen plnicí lis (10), na nějž navazuje první hydrolyzér (11), propojený přes převáděcí lis (12) s druhým hydrolyzérem (13), napojeným na výtlačný lis (14), který ústí do atmosférického expanderu (15), spojeného šnekem se zásobníkem (16) expandované suspenze, na nějž je přes propírací zařízení (40) napojeno extrakční zařízení (41), které je napojeno jednak na zásobník (50) celulózy se šnekovým podavačem a jednak přes první odparku (42) a sušící zařízení (43) na zásobník (44) ligninu a zároveň výstup kapaliny plnicího lisu (10) je napojen na zásobník (9) suspenze, výstup kapaliny z převáděcího lisu (12) je přes první oběhové čerpadlo (26) spojen s prvním výměníkem (28) tepla a odtud je napojen na první hydrolyzér (11), výstup kapaliny z výtlačného lisu (14) ústí do zařízení (20) pro rozdělení kapaliny na parní fázi, obsahující 2-furaldehyd a na vodu a výstup vodné fáze z tohoto zařízení ústí přes výměníky tepla (28, 29) do prostoru prvního a druhého hydrolyzéry (11, 13), výstup parní fáze ústí do technologického souboru (21) k separaci 2-furaldehydu, přičemž součástí zařízení je zásobník (8) technologické vody, který

je propojen se směšovací podavačem (7), se zásobníkem (9) suspenze, dále přes tlakové čerpadlo (18), jednak přes první oběhové čerpadlo (26) a přes první výměník (28) tepla s prvním hydrolyzérem (11) a jednak přes druhé oběhové čerpadlo (27) a druhý výměník (29) tepla s druhým hydrolyzérem (13).

2. Zařízení podle bodu 1 vyznačující se tím, že výstup kapaliny z plnicího lisu (10) je připojen na zásobník (8) technologické vody.
3. Zařízení podle bodu 1 a 2 vyznačující se tím, že technologický soubor (21) k separaci 2-furaldehydu sestává z chladiče (30) kondenzátu, který je přes filtr (31) a dekantací zásobník (32) připojen nejméně je dvěma separátorům (33), jejichž výpustě jsou spojeny se zásobníkem (36) technického 2-furaldehydu jednak přes kolonu (34) s anexem popřípadě přes rektifikační kolonu a jednak přes dehydratační zařízení (35).
4. Zařízení podle bodu 1 až 3 vyznačující se tím, že výstup čisté vody z kolony (34) s anexem popřípadě z rektifikační kolony ústí do zásobníku (8) technologické vody.
5. Zařízení podle bodu 1 až 4 vyznačující se tím, že výstup parní fáze z atmosférického expandéru (15) je přes výměník zásobníku (9) suspenze napojen na technologický soubor (21).
6. Zařízení podle bodu 1 až 5 vyznačující se tím, že přívod kapaliny z prvního výměníku (28) tepla je umístěn za plnicím lisem (10).
7. Zařízení podle bodu 1 až 6 vyznačující se tím, že převod kapaliny z druhého výměníku (29) tepla je umístěn za převáděcím lisem (12).
8. Zařízení podle bodu 1 až 7 vyznačující se tím, že zařízení (20) pro rozdělení kapaliny na parní fázi, obsahující 2-furaldehyd a na vodu je tvořeno rektifikační kolonou.
9. Zařízení podle bodu 1 až 7 vyznačující se tím, že zařízení (20) pro rozdělení kapaliny na parní fázi, obsahující 2-furaldehyd a na vodu sestává z vysokotlakého expandéru (17), jehož výstup kapalně fáze ústí do trubkového prostoru druhé odparky (25) a odtud dále přímo nebo přes první a druhý výměník tepla (28 a 29) ústí do prvního a druhého hydrolyzéru (11 a 13) a výstup parní fáze ústí do mezitrubkového prostoru druhé odparky (25), z něhož je napojen na technologický soubor (21).

