



C
(45) Patentti myönnetty
Patent julkaisti 10.11.1988

(51) Kv.lk.4/Int.Cl.4 C 07 C 29/09, 31/08

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21)	Patentihakemus - Patentansökning	821510
(22)	Hakemispäivä - Ansökningsdag	29.04.82
(23)	Alkupäivä - Giltighetsdag	29.04.82
(41)	Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	31.10.82
(44)	Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	29.07.88
(86)	Kv. hakemus - Int. ansökan	
(32) (33) (31)	Pyydetty etuoikeus - Begärd prioritet	30.04.81
Brasilia-Brasilien(BR) PI 8102802		
Toteennäytetty-Styrkt		

(71) Industrias Villares S.A., 4455 Interlagos Avenue, Sao Paulo,
Brasilia-Brasilien(BR)

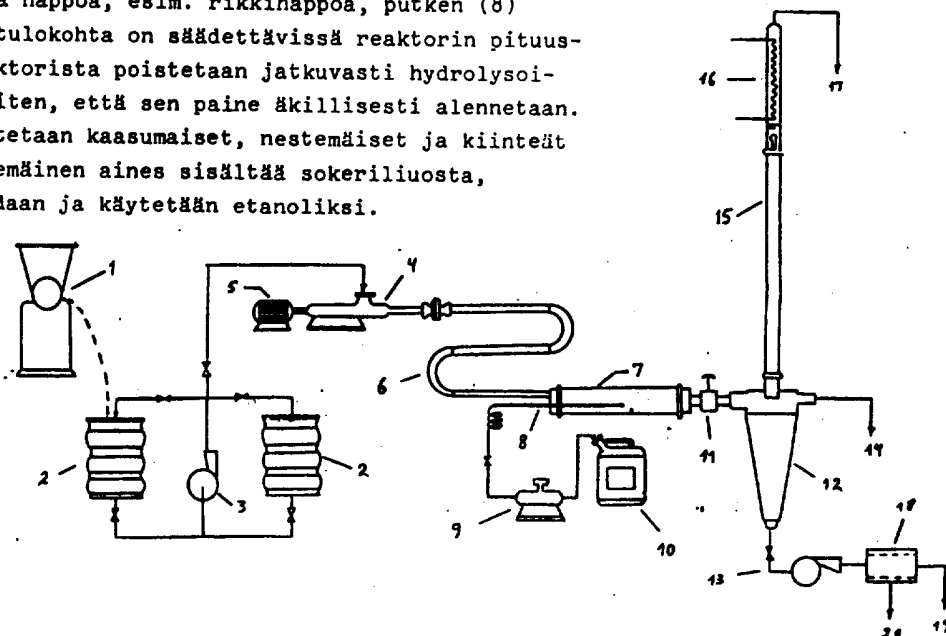
(72) Jose Carlos Campana Gerez, Sao Paulo,
Maria do Carmo Alves Gerez, Sao Paulo,
Joseph Miller, Sao Paulo, Brasilia-Brasilien(BR)

(74) Ruska & Co Oy

(54) Menetelmä ja laitteisto etanolin valmistamiseksi -
Förfarande och anordning för framställning av etanol

(57) Tiivistelmä

Keksintö kohdistuu etanolin jatkuvaan valmistusmenetelmään selluloosa-aineksista happohydrolyysin ja käymisen avulla. Homogeeninen selluloosasulppu, jossa on kiintoaineita n. 3-30 paino-%, syötetään painepumpulla (4) kuumentimen (6) kautta, jossa sen lämpötila nousee n. 160 - 250°C:een, putkireaktoriin (7), jossa pidetään yllä n. 10 - 40 kp/cm² paine. Reaktoriin syötetään väkevöityä happoa, esim. rikkihappoa, putken (8) kautta, jonka tulokohta on säädettävissä reaktorin pituussuunnassa. Reaktorista poistetaan jatkuvasti hydrolysoitua tuotetta siten, että sen paine äkillisesti alennetaan. Tuotteesta erotetaan kaasumaiset, nestemäiset ja kiinteät ainekset. Nestemäinen aines sisältää sokeriliuosta, joka neutraloidaan ja käytetään etanoliksi.



(57) Sammandrag

Uppfinningen avser ett kontinuerligt förfarande för framställning av etanol genom sur hydrolys och jäsnings av cellulosamaterial. Homogen cellulosasuspension, som innehåller ca. 3-30 vikt-% fasta ämnen, matas med en presspump (4) genom en värmare (6), i vilken dess temperatur uppstiger till ca. 160 - 250°C, in i en rörreaktor (7), i vilken ett tryck av ca. 10 - 40 kp/cm² upprätthålls. In i reaktorn matas koncentrerad syra, t.ex. svavelsyra, genom ett rör (8) vars inloppsända kan regleras i reaktorns längdriktning. Från reaktorn kontinuerligt avlägsnas hydrolyserad produkt så, att dess tryck plötsligt minskas. Av produkten separeras gasformiga, flytande och fasta material. Det flytande materialet innehåller sockerlösning, som neutraleras och jäsas till etanol.

Menetelmä ja laitteisto etanolin valmistamiseksi

Tämän keksinnön kohteena on menetelmä ja laitteisto etanolin saamiseksi nestemäisenä polttoaineena jatkuvalla
5 happamalla hydrolyysillä selluloosa-aineksista, kuten puusta, metsänhakkuujätteistä, maanviljelysjätteistä, kaupunkijätteistä ja sen tapaisista jätteistä, siten tehden mahdolliseksi mainittujen selluloosa-ainesten teollisen hyväksikäytön korkealla saannolla ja tuottavuudella sekä pienin
10 pääoman sijoituksin, jolloin viimeksi mainitut jätteet ovat erityisesti todellisia maanviljelysjätteitä, etanolin, yksisoluproteiinin, ligniinikoksin, furfuraalin, metanolin ja etikkahapon valmistamiseksi.

Selluloosa-ainesten hapanta hydrolyysiä ja myöhempää
15 hydrolysaatin käymistä etanolin saamiseksi on pidetty merkityksellisenä vaihtoehtona etanolin valmistamiseksi suuressa mittakaavassa päämäärien saavuttamiseksi, jotka kuuluvat karburoidun alkoholin valmistukselle sokeriruo'osta. Tällainen vaihtoehto luo hyväksi käyttäville maille, jotka
20 ovat vähemmän sopivia sokeriruo'on tuotannolle, mahdollisuuden, johtuen tuloksena olevista sivutuotteista ja myöskin muista tarpeista, esimerkiksi saada hyvälaatuista koksia ligniinistä ja yksisoluisia proteiineja eläinten rehuaineteollisuutta varten pentoosikäymisestä. Myöskin furfu-
25 raali, metanoli ja etikkahappo ovat tärkeitä tuotteita kotimaisilla ja kansainvälisillä markkinoilla. Alkoholin tuotanto happaman hydrolyysin avulla maanviljelysjätteistä, mikä myöskin luo toisen vaihtoehdon alkoholin tuotannolle ja siten välttää liiallisen riippuvuuden sokeriruo'osta,
30 voi laajentaa maanviljelystä ja suurentaa karjaa, kohottaen vaikutuksia, joilla ylläpidetään täydentävää yhteyttä. Esimerkiksi ligniiniä voidaan käyttää maanlaadun parantamiseksi, ottaen huomioon, että se on humuksen tärkeä aineosa ja sillä on hyvä kyky pidättää kosteutta sekä mikro-orga-
35 nismien hajottamisen kestävyys lisäksi sillä on laatu, joka antaa pidennetyn vaikutuksen. Myöskin tärkeä on sen huomattava kyky absorboida neutraaleja suoloja, mikä sallii

lannoitteiden pidätyksen ja niiden myöhemmän asteittaisen vapautumisen. Toinen mahdollisuus johtuu hydrolysoidun tuotteen aerobisesta käymisestä yksisoluisen proteiinin tuottamiseksi, mikä voi olla täydentävää lisääntyvän pape-
5 rimassateollisuuden tarpeiden tyydyttämiseksi. Myöskin on tärkeää huomauttaa, että emäksisiä ravinteita, joita on käsiteltyssä jäännöksessä, voidaan saada takaisin ja palauttaa maahan.

Perinnäinen raaka-aine käyvien sokereiden valmistami-
10 seksi hydrolyysin avulla on ollut puu. Kuitenkin johtuen sen erityisistä ominaisuuksista selvien taloudellisten etujen lisäksi, maanviljelysätteet voivat näytellä hyvin tärkeää osaa sokeroimisen alalla. Eräänä rajoittavana tekijänä sokeroimisprosessissa on sokeriliuoksen pieni diffuusionopeus puun läpi, mutta maanviljelysätteiden huokoinen
15 ominaisuus eliminoi tämän tekijän. Niinpä happaman hydrolyysin jatkuvalla menetelmällä tulee olemaan suurempi menestys, kun käytetään maanviljelysätteitä.

Tässä yhteydessä etanoli on eittämättä päätuote happa-
20 masta hydrolyysistä. Sitä saadaan saattamalla hydrolysoitu tuote käymään.

Kuitenkin muita tuotteita voidaan sallia erilaisilla käymistavoilla. Niihin kuuluvat seuraavat: etikkahappo, voi-
25 happo, maitohappo ja sitruunahappo, asetoni, buteeniglykoli sekä glyseroli.

Kun hydrolyysin kestoaikaa pidennetään, pentoosit voivat muuttua furfuraaliksi ja heksoosit levuliinihapoksi. Hydrolysoidun tuotteen toinen eniten ennustettu käyttö on
30 sen muuntaminen käyttämällä karjanrehuksi. Riippuen käymisen tyypistä ja olosuhteista tällaiset rehut voivat sisältää runsaasti hiilihydraatteja, vitamiineja tai jopa 50 % proteiinia. Esimerkiksi käyttäen "Torula utilis":iä on mahdollista saada 1000 kg:sta jätettä 250 kg rehua, joka sisältää 45-50 % proteiinia, 5-8 % hiilihydraatteja sekä
35 suuren pitoisuuden B ryhmän vitamiineja.

Eräs tärkeä hydrolyysin sivutuote on ligniini, joka sisältää 20-30 paino-% kuivaa raaka-ainetta. Johtuen sen suu-

resta hiilipitoisuudesta (65 %) sillä on suuri lämpöarvo (5800 Kcal/kg kuivaa ligniiniä) ja sitä voidaan käyttää prosessin energiantarpeen osan hankkimiseksi.

5 Toisaalta ligniini erilaisilla kemiallisilla muuntamisilla (hapetus, hydraus, alkalisuus jne) voi olla useiden orgaanisten yhdisteiden lähteenä.

Selluloosa-ainesten panoshydrolyysimenetelmät ryhmitetään kahdeksi luokaksi: hydrolyysi väkevöidyn hapon kanssa (kloorivety-, rikki-, fluorivety- ja fosforihappo) tai laimean hapon kanssa (rikkihappo, rikkihapoke, kloorivetyhappo jne.).

10 Niiden prosessien, joissa käytetään väkevöityä happoa, eräänä epäkohtana on substraattien, joiden kosteus on pienempi kuin 1 %, käyttö hapon laimenemisen estämiseksi. Tämä seikka yhdessä korroosio-ongelmien kanssa, jotka edellyttävät kalliita materiaaleja hapon takaisin saamiseksi, tukee laimean happoprosessin valintaa.

15 Vaikka menetelmissä, joissa käytetään laimeata happoa, ei esiinny mitään edellä mainittua epäkohtaa, ne eivät ole yhtä hyviä energian tehokkuuden tai tuottavuuden puolesta, kun otetaan huomioon laitteiston kallis välttämätön rakenne.

20 Lyhyesti sanoen, panoshydrolyysimenetelmät ovat sinänsä kannattamattomia.

25 Seurauksena sokeroimisen kinetiikan paremmasta tunteuksesta jonkin aikaa sitten on aloitettu tutkimukset happaman hydrolyysin jatkuvan menetelmän kehittämiseksi. Verrattuna kirjallisuudessa tavallisesti esitettyihin panoshydrolyysimenetelmiin, jatkuva menetelmä vaatii reaktorissa ainoastaan muutaman minuutin reaktioajan tuntien sijasta.

30 Muina etuina ovat: toimintamuuttujien parempi ohjaus sallii täydellisen automaation, pienemmän energian kulutuksen ja sen vuoksi pienemmät käyttökustannukset ja mikä tärkeintä, pienemmän pääoman sijoituksen. Toisaalta jatkuva menetelmä helpottaa selluloosa-aineksen erotusta sen periaatteelliseksi komponenteiksi, nimittäin ligniini, hemiselluloosa ja selluloosa.

35 Tämä erotus perustuu eroavaisuuteen hydrolyysinopeudessa hemiselluloosan ja selluloosan välillä. Käytän-

nössä esihydrolyysi verraten lievissä olosuhteissa tulee muuttamaan hemiselluloosan sokereiksi, jotka säilyttävät rakenteensa ja jotka sitten poistetaan suodattamalla ja pesemällä. Sitten tehokas hydrolyysi korkeassa lämpötilassa
5 tulee muuttamaan selluloosan glukoosiksi, joka samalla tavalla poistetaan ligniinijäännöksestä.

Vaikka tunnetuilla jatkuvilla happamilla hydrolyysimenetelmillä on edellä mainitut edut panoksellisiin happamiin hydrolyysimenetelmiin nähden, niillä on eräitä ominaisuuksia, jotka pyrkivät lisäämään vastaavien laitteisto-, rakenne- ja käyttökustannuksia. Tällaiset jatkuvat happamat hydrolyysimenetelmät vaativat tavallisesti reaktorin monimutkaisen ja kalliin rakenteen, johon sen oman reaktio-
10 alueen lisäksi kuuluu alueet kuumennusta ja paineen alaiseksi saattamista tai hydrolysoitavan aineksen pumppausta varten. Vieläpä niissä tapauksissa, joissa paineen alaiseksi saattaminen tai pumppaus tapahtuu ennen reaktoria höyryn suihkutuksella, on vaikeaa ohjata lämpötilaa ja seoksessa olevien kiinteiden aineiden pitoisuutta ja yhä
15 vielä enemmän ei ole olemassa mitään toimenpidettä reaktio-alueen pituuden vaihtelua varten. Lyhyesti voidaan sanoa, että tunnetut jatkuvat happamat hydrolyysimenetelmät vaativat laitteistoja, joissa esiintyy vakavia rajoituksia, mikäli tarkoitetaan energian kulutusta tai varusteiden investointia tai käyttömuuttujien ohjausta.
20

Sen vuoksi tämän keksinnön tarkoituksena on parantaa menetelmää ja laitteistoa etanolin valmistamiseksi jatkuvalla happamalla hydrolyysillä selluloosa-aineksista.

Keksinnön mukainen menetelmä ja laite on määritelty patenttivaatimuksissa.
25

Tämän keksinnön mukaisen menetelmän mukaan tietty määrä selluloosa-ainesta ennakolta saatetaan hienoksi jauhatuksen alaiseksi sopivan raekoon saavuttamiseksi ja homogenoidaan vedellä selluloosa-aineksen vedessä suspension tai sulpun muodostamiseksi niissä tapauksissa, joissa tarvitaan veden
35 lisäystä. Jos raaka-aineena jo on homogenoitu selluloosa-ainessulppu, on selvää, että homogenoimisvaihe ennen hapanta hydrolyysiä tulee olemaan tarpeeton.

- Tällainen ennalta homogenoiminen on välttämätön hydrolyysin tarkoitettujen tulosten saavuttamiseksi, kun selluloosasulppu tai suspensio valmistetaan lisäämällä vettä kuivaan jauhettuun selluloosa-ainekseen. Kiinteiden aineiden haluttu pitoisuus seoksessa riippuu aineksen tyypistä ja sen rakeisuudesta, ollen rajoissa 3-30 paino-%. Sitten homogenoitua selluloosasulppua pumpataan jatkuvasti paineessa 10-40 kg/cm² pääasiallisesti jatkuvana virtana, ollen kuumennettu lämpötilaan 160-250 °C ja syötetään putkimai-
- 5 seen reaktoriin, jossa se viipyy lyhyen ajan väkevöidyn hapon (sopivimmin rikkihapon) tietyn annoksen lisäyksen vastaanottamiseksi, joka seosta koskettaessaan laimenee veden läsnäollessa lopullisen pitoisuuden noin 0,1-3 % saavuttamiseksi.
- 10 Reaktorin poistojohtoon on aikaansaatava "säätöjärjestelmä", jossa raoitus- tai paisuntaventtiili ylläpitää reaktorin muuttumattoman sisäisen paineen.
- Kulkiessaan paisuntaventtiilin läpi seos kulkee äkillisesti reaktiopaineesta ilmakehän paineeseen, jolloin se jäähtyy oman haihtumisensa vaikutuksesta menetelmässä, sitten täydentäen hydrolyysireaktion. Saatu liuos, nimitetty
- 20 tässä hydrolysoiduksi tuotteeksi, sisältää nestemäisessä osassa sokereita (glukoosia, ksyloosia, mannoosia ja arabiiniosia) veden ja rikkihapon lisäksi.
- 25 Kaasumainen osa sisältää vesihöyryn lisäksi metanolia, furfuraalia ja etikkahappoa, jotka voidaan saada takaisin. Liuoksen kiinteä osa, joka saadaan, koostuu pääasiallisesti ligniinistä.
- 30 Tämän keksinnön mukaisen uuden jatkuvan happaman hydrolyysimenetelmän mukaan reaktioalue on erotettu seoksen kuumennus- ja pumppauslaitteista, mikä ominaisuus tuottaa seuraavia etuja:
- minään aikana laimennettu happo ei tule kosketukseen

menetelmän vaatiman minkään koneen tai liikkuvan osan kanssa, siten taaten sen, että reaktori ja ainoastaan reaktori on alttiina hydrolyysin vakavimmille tiloille;

5 - koska reaktori on erittäin yksinkertainen rakenteeltaan kahden yksikön käyttö laitteistoa kohti aikaansaadaan siten, että minä aikana tahansa tulee olemaan mahdollista vaihtaa tämä osa nopeasti aiheuttamatta menetelmän keskeytystä;

10 - reaktorin rakenteen yksinkertaisuus, jonka reaktorin, johtuen joutumisesta vaikeisiin olosuhteisiin, täytyy olla rakennettu erikoismetalliseoksesta;

- seoksen pumppauslaitteiden yksinkertaisuus, jotka laitteet eivät ole alttiina vaikeille olosuhteille ja

- ainoastaan reaktorin täytyy olla rakennettu erikoisseoksesta.

15 Edellä mainittujen ominaisuuksien lisäksi tämä keksintö aikaansaa hapon ruiskutusjärjestelmän, joka sallii kohdan, jossa se tulee kosketukseen seoksen kanssa, olevan vaihdettavissa, siten sallien alueen pituuden tai reaktioajan täsmäsdöön, joka reaktioaika riippuen aineksesta ja hydrolyysiolosuhteista voi vaihdella rajoissa 20-300 s.

20 Kysymyksessä olevan menetelmän eräänä etuna on se, että reaktiolämpötilan entistä vakaampi ohjaus johtuu siitä seikasta, että seoksen kuumennus aikaansaadaan erillisessä vaiheessa ennen reaktoria.

25 Tämän keksinnön kohteena olevaa menetelmää selitetään nyt sen sovellutusmuodon mahdollisen laitteiston yhteydessä, viitaten oheisen piirustuksen yhteen ainoaan kuvioon, joka esittää laitteiston, jossa raaka-aineena käytetään maanviljelysjätteitä, yksinkertaistettua juoksukaaviota.

30 Edellä esitetyn selityksen mukaan tietty määrä selluloosa-ainesta syötetään mitä tahansa tyyppiä olevaan jauhinhaltteeseen 1, joka pystyy tavallisella vaikutuksella jauhamaan hienoksi hydrolysoitavan aineksen, jonka täytyy saavuttaa sopiva rakeisuus tarkoitusta varten.

35 Selluloosa-aines kuljetetaan jauhinhaltteesta 1 sekoitus- ja homogenoimislaitteeseen, jona esitetyssä esimerkissä on kaksi homogenoimissäiliötä 2, joissa vettä lisäämällä

ja tuloksena olevaa seosta kierrättämällä pumpulla 3, aikaansaadaan homogeeninen selluloosa-ainessulppu, jonka kiinteäainepitoisuus vaihtelee välillä 3-30 paino-% selluloosa-aineksen laadun ja rakeisuuden funktiona. Säiliöt 2
5 toimivat vuorotellen selluloosa-aineksen jatkuvan virran aikaansaamiseksi. Kuitenkin täytyy käsittää, että tällaiset säiliöt ja jauhinlaite voidaan jättää pois, jos laitteistoon syötetty raaka-aine jo on homogeenisen selluloosa-aineksen muodossa.

10 Pumppu 3 kuljettaa seoksen paineilmapumppuun 4, jota käyttää nopeussäätöinen laite 5. Tällainen pumppu 4 voi olla tyypiltään moino-, ruuvi-, mäntä-, kalvo- ja kehräpumppu tai jopa suulakepuristin.

Paineilmapumppu 4 sallii seoksen pumppauksen paineessa
15 10-40 kg/cm² ja virtauksen ollessa pääasiallisesti vakio, kuljettaen seoksen kuumennuslaitteen 6 kautta putkimaiseen reaktoriin 7, jossa aikaansaadaan hapan hydrolyysi. Kuumennuslaitetta käyttää välittömästi höyrysuihku tai sinä
20 voi olla lämmönvaihdin, jota käytetään sähköisesti, höyryllä, paineen alaisella kuumalla vedellä, öljyllä tai jollakin muulla aineella, joka pystyy kohottamaan seoksen lämpötilaan 160-250°C.

Reaktori 7 valmistetaan erikoismetalliseosta, esimerkiksi seosta Hastelloy B, olevasta lieriömäisestä putkesta, jonka toisena päätylaippana on seoksen tulolaippa, joka on
25 varustettu laitteella sallimaan rikkihapon kulun ja rikkihapon ruiskutusputken 8 kannatuksen.

Väkevöityä rikkihappoa syötetään pumpulla 9 säiliöstä
10.

30 Putken 8 ulottuvuus reaktorin 7 sisään on aseteltavissa reaktorin reaktioajan vaihtelemiseksi, mikä sallii mainitun ajan täsmäsäädön erilaisia prosessitilanteita varten. On selvää, että ruiskutusputken 8 rakenne voi noudattaa mitä tahansa tätä tyyppiä varten tarkoitettua teknillisen ongelman tunnettujen järjestelmien erilaista lukumäärää.
35

Säätöjärjestelmän 11, joka pitää muuttuman paineen reaktorissa, on kytketty reaktorin poistopään laippaan. Tällainen

säätöjärjestelmä käsittää pääasiallisesti rajoitus- tai paineensäätöventtiilin, jossa on käsi- tai automaattisäätö, joka tekee mahdolliseksi ylläpitää haluttu reaktorin sisäinen paine.

5 Kulkiessaan säätöjärjestelmän 11 läpi seoksen paine saate-
taan äkillisesti laskemaan ilmakehän paineeseen ja seuraa-
van jäähdytyksen alaiseksi, mikä sallii hydrolyysireaktion
päättymisen.

10 Esitetyssä laitteistossa hydrolysoitu tuote kulkee hyd-
rosyklonin 12 läpi, joka erottaa kiinteät osat, jotka
poistetaan kohdan 13 kautta, nesteosat, jotka poistetaan
kohdassa 14 ja kaasumaiset osat, jotka kohoavat ylös täyt-
teellä varustetun kolonnin 15 läpi, kulkevat lauhduttimen
16 kautta ja poistuvat nestemäisessä muodossa kohdasta 17.
15 Hydrosykloni 12 voidaan korvata syklonilla, missä tapauk-
sessa nestemäinen osa poistuu yhdessä kiinteän osan kanssa
kohdassa 13 ja pumpataan suodattimeen 18, joka aikaansaa
kiinteän osan erotuksen kohdassa 19 ja nestemäisen osan
erotuksen kohdassa 20. Valitaan mikä liuos tahansa, ti-
20 vistynyt kaasumainen osa kulkee metanolin, furfuraalin ja
etikkahapon takaisinsaantijärjestelmään.

Kiinteää osaa, joka koostuu etupäässä ligniinistä, voi-
daan käyttää luonnollisessa muodossa tai muuttaa koksiksi.

25 Nestemäinen osa, joka sisältää sokereiden liuosta,
täytyy saattaa neutraloinnin alaiseksi, mitä seuraa anaero-
binen käyminen etanolin valmistamiseksi tai aerobinen käy-
minen, joka antaa yksisoluista proteniinia.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä etanolin valmistamiseksi, jossa menetelmässä

- 5 - valmistetaan 3-30 paino-% kiintoaineita sisältävää selluloosa-ainessulppua,
- kuumennetaan selluloosa-ainessulppu lämpötilaan 160-250°C,
- pumpataan selluloosa-aines pääasiallisesti jatkuvalla tavalla putkireaktorin tulopäähän, jonka reaktorin poistopäätä kuristetaan 10-40 kg/cm² paineen yläpitiämiseksi reaktorissa,
- 10 - lisätään selluloosa-ainekseen pääasiallisesti jatkuvalla tavalla happoa hydrolyysireaktion aikaansaamiseksi reaktorissa,
- 15 - poistetaan hydrolysoitunutta selluloosa-ainesta pääasiallisesti jatkuvalla tavalla reaktorin poistopäästä,
- saatetaan hydrolysoitu selluloosa-aines äkillisen paineen alenemisen alaiseksi ja jäädytetään se välittömästi sen jälkeen, kun se poistuu reaktorista,
- 20 - neutraloidaan saatu vesipitoinen liuos ja käytetään se etanolin saamiseksi,
- otetaan talteen haihtuvat komponentit, joita ovat metanoli, furfuraali ja etikkahappo, ja
- 25 - otetaan talteen ligniini fysikaalisilla erotusmenetelmillä,

t u n n e t t u siitä, että

- selluloosa-ainekseen lisätään väkevöityä happoa siten, että saavutetaan pitoisuus 0,1-3 %, ja että
- 30 - happoa lisätään reaktoriin siten, että sen lisäyskohta on säädettävissä pituussuunnassa reaktorin tulopäästä.

2. Laitteisto etanolin valmistamiseksi, johon laitteistoon kuuluu

- 35 - sekoitus- ja homogenoimislaitteisto (2; 3) 3-30 paino-% kiintoaineita sisältävän selluloosa-ainessulpun valmistamiseksi,
- sekoitus- ja homogenoimislaitteistoon yhdistetty

pumppuyksikkö (4) sulpun pumppaamiseksi,

- kuumennuslaite (6) pumppuyksiköllä kuljetetun sulpun kuumentamiseksi lämpötilaan 160-250 °C,
- putkireaktori (7), jonka tulopää on yhteydessä pumppuyksikön kanssa,
- kuristus- tai säätölaite (11) sulpun pääasiallisesti jatkuvan virran ja vakioahtopaineen 10-40 kg/cm² yläpitämiseksi reaktorin sisällä,
- laite hapon lisäämiseksi sulppuun pääasiallisesti jatkuvasti,
- laitteisto hydrolysoidun sulpun poistamiseksi reaktorista pääasiallisesti jatkuvalla tavalla,
- laitteisto reaktorista poistetun sulpun saattamiseksi äkillisen paineen alenemisen alaiseksi ja sen jäädyttämiseksi välittömästi reaktorista poistamisen jälkeen,
- laitteisto saadun vesipitoisen liuoksen neutraloimiseksi ja etanoliksi käyttämiseksi,
- laitteisto haihtuvien komponenttien metanoli, furfuuraali ja etikkahappo talteenottamiseksi, ja
- laitteisto ligniinin talteenottamiseksi fysikaalisilla erotusmenetelmillä,

t u n n e t t u siitä, että laite hapon lisäämiseksi sulppuun on

- ruiskutuslaite (8) väkevän hapon lisäämiseksi siten, että saavutetaan pitoisuus 0,1-3 % joka
- ruiskutuslaite ulottuu aksiaalisesti reaktoriin ja jonka
- tunkeutumisulottuvuutta reaktoriin voidaan jatkuvasti säätää.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen laitteisto, t u n n e t t u siitä, että hapon ruiskutuslaite on putkijohto, joka on kiinnitetty pitkittäin reaktorin tulopään määrittävän laipan välityksellä, jolloin mainittu putkijohto (8) on ulkopuolisesti kytketty säiliöön (10) ja annostuspumppuun (9).

1 Patentkrav

1. Förfarande för framställning av etanol, vilket förfarande består av att

- 5 - en cellulosämnescald innehållande 3-30 vikt-% solida ämnen framställs,
 - cellulosämnescalden upphettas till en temperatur av 160-250°C,
 - cellulosämnescalden på ett huvudsakligen kontinuerligt sätt pumpas till inloppsändan av en tubreaktor, vilken reaktors avloppsända stryps 10-40 kg/cm² för att upprätthålla trycket i reaktorn,
 - 10 - syra på ett huvudsakligen kontinuerligt sätt tillsätts i cellulosämnescalden för att åstadkomma en hydrolysreaktion i reaktorn,
 - 15 - det hydrolyserade cellulosämnescalden på ett huvudsakligen kontinuerligt sätt avlägsnas genom avloppsändan av reaktorn,
 - det hydrolyserade cellulosämnescalden utsätts för ett plötsligt tryckfall och avkyls omedelbart efter att det avlägsnats från reaktorn,
 - 20 - den erhållna vattenhaltiga lösningen neutraliseras och fermenteras för att erhålla etanol,
 - avdunstade komponenter, vilka är metanol, furfural och ättiksyra, tillvaratas, och
 - 25 - lignin tillvaratas genom fysikaliska separationsförfaranden,
- k ä n n e t e c k n a t av att
- koncentrerad syra tillsätts i cellulosämnescalden så, att en koncentration av 0,1-3 % åstadkoms, och att
 - 30 - syra tillsätts i reaktorn så, att dess tillsattpunkt är reglerbar i längdriktning från reaktorns inloppsända.

- 35 2. Anläggning för framställning av etanol, innefattande
- en blandnings- och homogeniseringsanordning (2; 3) för framställning av en cellulosämnescald innehållande 3-30 vikt-% solida ämnen,

- 1 - en till blandnings- och homogeniseringsanordningen
ansluten pumpenhet (4) för pumpning av mälden,
- en upphettningsanordning (6) för upphettning av den
med pumpenheten transporterade mälden till en temperatur
- 5 av 160-250°C,
- en tubreaktor (7), vars inloppsända kommunicerar med
pumpenheten,
- en stryp- eller regleranordning (11) för upprätthållande
av mäldens huvudsakligen kontinuerliga flöde och ett
- 10 konstant drivtryck av 10-40 kg/cm² inne i reaktorn,
- anordning för tillsats av syra i mälden huvudsakligen
kontinuerligt,
- anordning för avlägsnande av den hydrolyserade mälden
från reaktorn på ett huvudsakligen kontinuerligt sätt,
- 15 - anordning för utsättande av den från reaktorn avlägsnade
mälden för ett plötsligt tryckfall och för avkylning av
den omedelbart efter att den avlägsnats från reaktorn,
- anordning för neutralisering av den erhållna vatten-
haltiga lösningen och fermentering av den till etanol,
- 20 - anordning för tillvaratagning av de avdunstande kompo-
nenterna metanol, furfural och ättiksyra, och
- anordning för tillvaratagning av lignin genom fysikaliska
separationsförfaranden,
- k ä n n e t e c k n a d av att anordningen för tillsats
- 25 av syra i mälden är
- en sprutanordning (8) för tillsats av koncentrerad syra
för att åstadkomma en koncentration av 0,1-3 %, vilken
- sprutanordning sträcker sig axialt in i reaktorn och
vars
- 30 - inträngningsdimension i reaktorn kan kontinuerligt
regleras.

3. Anläggning enligt patentkravet 2, k ä n n e -
t e c k n a d av att sprutanordningen för syra är en

35 rörledning som är i längdriktningen fäst genom förmedling
av en fläns som definierar reaktorns inloppsända, varvid
rörledningen (8) är utvändigt ansluten till en behållare
(10) och en doseringspump (9).

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Suomi-Finland(FI) 58 346 (C 13 K 1/02).
USA(US) 4 201 596 (C 13 K 1/02).

