

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **047704**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2024.08.28

(21) Номер заявки
202290892

(22) Дата подачи заявки
2018.05.28

(51) Int. Cl. **D21C 3/22** (2006.01)
D21C 3/20 (2006.01)
D21C 3/04 (2006.01)
D21C 7/00 (2006.01)
D21C 11/00 (2006.01)
D21C 5/00 (2006.01)
C12P 7/10 (2006.01)
C12P 7/08 (2006.01)
C12F 3/10 (2006.01)
C08B 37/14 (2006.01)
D21B 1/00 (2006.01)
C07G 1/00 (2011.01)

(54) **СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЛИГНИНА ИЗ ЛИГНИНОВОЙ СУСПЕНЗИИ**

(43) **2022.08.16**

(62) **202092813; 2018.05.28**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**ПИРСОН КЭПИТАЛ
ИНВАЙРОНМЕНТАЛ (БЕЙДЗИН)
ЛИМИТЕД (CN)**

(56) WO-A2-2010006840
WO-A2-03014467
WO-A1-2000068494
WO-A1-2011154293
WO-A1-2009092749

(72) Изобретатель:
Лин Фэн (CN)

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(57) Изобретение относится к способу извлечения лигнина из лигниновой суспензии, полученной из концентрированной экстрагированной жидкости, полученной предварительной обработкой органическими кислотами растительного материала. Способ включает стадии: а) отделения лигнина из упомянутой лигниновой суспензии, причем лигнин отделяют в результате центрифугирования, таким образом, образуя отделенный лигнин и первый центрифугат, б) очищения отделенного лигнина в центрифуге в результате множества нанесений промывного раствора на отделенный лигнин во время центрифугирования для получения, по меньшей мере, второго и третьего центрифугатов, с) извлечения первого центрифугата и второго центрифугата для использования при концентрировании гемицеллюлозного сока, d) отправления третьего центрифугата на рециркуляцию для получения упомянутой лигниновой суспензии стадии а), и е) выгрузки отделенного лигнина со стадии б) из центрифуги.

B1

047704

**047704
B1**

Область техники, к которой относится изобретение

Изобретение относится к способу отделения и очищения лигнина из лигниновой суспензии, производной от предварительной обработки органическими кислотами растительных материалов.

Уровень техники

В одном аспекте изобретение относится к способу отделения и очищения лигнина из лигниновой суспензии, производной от предварительной обработки органическими кислотами растительных материалов, в результате центрифугирования.

В способе предварительной обработки органическими кислотами используют раствор органических кислот в качестве реагента для растворения гемицеллюлозы и лигнина, содержащихся в растительных материалах, после отделения, экстрагированную жидкость отделяют от смеси. Экстрагированную жидкость, которая образована главным образом из целлюлозы, растворенной гемицеллюлозы, лигнина, минералов, органических кислот, воды и другого, концентрируют при использовании системы выпаривания для удаления части органических кислот и воды до уровня содержания сухого вещества в диапазоне от 55 до 65% при расчете на совокупную массу концентрированной экстрагированной жидкости. Существующие способы описываются в международных патентных публикациях WO 2000/068494, WO 2009/092749, WO 2011/154293 и WO 2015/185639, содержание каждой из которых во всей своей полноте посредством ссылки на них включается в настоящий документ.

В таких способах лигниновую суспензию обычно получают в результате диспергирования лигнинов в смеси из концентрированной экстрагированной жидкости и воды, а разделение лигнина и Сахаров, присутствующих в лигниновой суспензии, проводят при использовании фильтр-пресса. После отделения лигнина получают прессованный осадок на фильтре из лигнина и сахаросодержащую жидкость. Прессованный лигниновый осадок на фильтре промывают водой или в результате объединения воздуха и воды для получения конечного промытого лигнина и промывной жидкости.

Однако фильтр-пресс не может функционировать непрерывно на протяжении всего способа, и поэтому промывание осадка на фильтре при использовании фильтр-пресса не может обеспечить производство гомогенного продукта вследствие наличия для устройства структурных ограничений. Отфильтрованный лигниновый осадок на фильтре является прямоугольным, таким образом траектория промывания через лигниновый осадок на фильтре является переменной и в общем случае несогласованной. В настоящем раскрытии изобретения предлагаются способы центробежного извлечения лигнинов при уменьшении, тем самым, степени использования воды и уменьшении, таким образом, потребления энергии при одновременном улучшении извлечения лигнина из лигниновых суспензий.

В еще одном аспекте изобретение относится к извлечению органических кислот из характеризующихся высоким уровнем содержания воды растворов органических кислот, произведенных при использовании способов предварительной обработки органическими кислотами растительных материалов. Обычно уровень содержания органических кислот в таких способах составляет более чем 83% от совокупной массы раствора. Органические кислоты исполняют функцию реагента для растворения гемицеллюлозы и лигнина, содержащихся в лигноцеллюлозных материалах исходного сырья, при относительно низкой температуре и атмосферном давлении во избежание производства фурфурала в ходе способа предварительной обработки. После отделения жидкость содержит растворенную гемицеллюлозу, лигнин, органические кислоты, воду и другие составные части. Воду, образованную из вод в растворе органических кислот и в материале исходного сырья, концентрируют при использовании системы выпаривания для удаления части органических кислот совместно с водой, что образует первый поток раствора органических кислот характеризующегося высоким уровнем содержания воды.

В данном способе лигнин, содержащийся в концентрированной жидкости, отделяют при использовании существующего способа отделения лигнинов и сахаров от экстрагированной жидкости, до отделения лигнинов от концентрированной жидкости смешивание концентрированной жидкости с водой в равных массовых частях по отношению к концентрированной жидкости приводит к осаждению лигнинов в концентрированной жидкости. Впоследствии отделенный лигнин промывают водой для удаления остаточных сахаров, органических кислот и других растворимых в воде компонентов.

Все растворимые вещества совместно с водами - водой, оставшейся в концентрированной жидкости, водой, примешанной к концентрированной жидкости для осаждения лигнина, и водой, использованной в качестве промывной воды, - собирают вместе для получения смеси, состоящей главным образом из растворенной гемицеллюлозы, органических кислот, воды (оставшейся и добавленной в способе) и других неосновных компонентов. Такие способы описываются в международных патентных заявках WO 2011/154293 и WO 2010/006840, содержание каждой из которых во всей своей полноте посредством ссылки на них включается в настоящий документ.

В целях эффективного удаления органических кислот из растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, вне зависимости от их источника раскрывается способ объединения выпаривания с отпариванием. Раскрытый способ включает первую камеру установки для многоступенчатого выпаривания в целях частичного выпаривания органических кислот совместно с водой из смеси, конденсат установки для выпаривания, который в основном содержит органические кислоты и воду, образует второй поток раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем

содержания воды.

Концентрированную смесь из органических кислот из установки для выпаривания подают в отпарную колонну, где органические кислоты дополнительно удаляют до уровня содержания, составляющего менее чем 2%, конденсат из отпарной колонны образует третий поток раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды.

Четвертый поток органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, является производным от извлечения органических кислот из целлюлозной волокнистой массы, которая содержит приблизительно 62% растворимой части (которая большей частью состоит из органических кислот и воды) и приблизительно 38% нерастворимой части (которая в основном состоит из целлюлозы), при использовании установки для удаления растворителя, адаптированной для использования водяного пара в целях удаления остаточных органических кислот из высушенной целлюлозной волокнистой массы. В данном аспекте настоящего изобретения конденсат из установки для удаления растворителя образует четвертый поток раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды.

В целях отправления органических кислот и вод на рециркуляцию в способ предварительной обработки органическими кислотами из данных четырех потоков раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, должны быть удалены дополнительные воды данных четырех потоков раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, для удовлетворения требований по уровню содержания воды в отношении стадии экстрагирования и делигнификации.

Сущность изобретения

В одном аспекте настоящего изобретения предлагается способ отделения и очищения лигнина в результате центрифугирования, которое, кроме того, включает отправление конкретных порций центрифугата на рециркуляцию и промывание в реальном режиме времени для получения чистого лигнина в целях уменьшения общего потребления воды и получения высококачественного лигнина.

Способ извлечения лигнина из лигниновой суспензии, полученной предварительной обработкой органическими кислотами растительного материала, включает следующие стадии:

а) отделения лигнина из упомянутой лигниновой суспензии, причем лигнин отделяют в результате центрифугирования, таким образом, образуя отделенный лигнин и первый центрифугат,

б) очищения отделенного лигнина в центрифуге в результате множества нанесений промывного раствора на отделенный лигнин во время центрифугирования для получения по меньшей мере второго и третьего центрифугатов,

с) извлечения первого центрифугата и второго центрифугата для использования при концентрировании гемицеллюлозного сока,

д) отправления третьего центрифугата на рециркуляцию для получения упомянутой лигниновой суспензии стадии а), и

е) выгрузки отделенного лигнина со стадии б) из центрифуги. Согласно способу, центрифуга предпочтительно является скребковой центрифугой.

Центрифугу предпочтительно снабжают устройством для распыления в целях доставки промывного раствора.

Предпочтительно, центрифуга непрерывно вращается на протяжении всего способа.

Промывной раствор предпочтительно содержит муравьиную кислоту, уксусную кислоту и воду или промывной раствор состоит исключительно из воды.

Упомянутое множество нанесений промывного раствора включает первое нанесение промывного раствора, содержащего промывную воду, характеризующуюся первым содержанием органических кислот, второе нанесение промывного раствора, содержащего промывную воду, характеризующуюся вторым содержанием органических кислот, и конечное нанесение промывного раствора, образованного из свежей воды, причем содержание органических кислот в промывной воде, характеризующейся первым содержанием органических кислот, больше, чем содержание органических кислот в промывной воде, характеризующейся вторым содержанием органических кислот.

Промывной раствор предпочтительно имеет содержание муравьиной кислоты от 0 до 30 мас.% и содержание уксусной кислоты от 0 до 20 мас.%.

Первый центрифугат предпочтительно образован из жидкостей, отделенных от лигниновой суспензии, поданной в центрифугу.

Второй центрифугат предпочтительно образован из первого промывного раствора, содержащегося в упомянутом множестве нанесений промывного раствора, нанесенного на отделенный лигнин в центрифуге.

Первый и второй центрифугаты предпочтительно собирают и используют для производства гемицеллюлозного сока.

Третий центрифугат предпочтительно образован из второго и любого последующего промывных растворов, содержащихся в упомянутом множестве нанесений промывного раствора, нанесенных на отделенный лигнин в центрифуге.

Третий центрифугат предпочтительно отправляют на рециркуляцию на стадию осаждения лигнина.

Предпочтительно, первый центрифугат составляет от 10 до 60% от совокупных центрифугатов, второй центрифугат составляет от 10 до 30% от совокупных центрифугатов, и третий центрифугат составляет от 10 до 50% от совокупных центрифугатов.

Отделенный лигнин со стадии е) характеризуется степенью чистоты в диапазоне от 90 до 99% при расчете на совокупную массу отделенного лигнина со стадии е).

Описание чертежей

Фиг. 1 представляет собой схему технологического процесса, иллюстрирующую способ производства чистого лигнина. В данном способе третий центрифугат (21) смешивается с концентрированной экстрагированной жидкостью (22) с образованием смеси, смесь эмульгируют в резервуаре для суспендирования (102) при использовании эмульгатора непрерывного или периодического действия (101) для получения стабильной лигниновой суспензии (23). После этого лигниновую суспензию (23) подают в центрифугу (103), где лигниновую суспензию разделяют на слой лигнина и первый центрифугат (25). Первый центрифугат (25) доставляют в систему многоступенчатого выпаривания (104) для производства гемицеллюлозного сока. Вводят первую промывную воду (27) для промывания слоя лигнина в целях производства второго центрифугата (26). Первая промывная вода может быть водой, характеризующейся высоким уровнем содержания кислоты, из конденсатора I блока перегонки кислот (5) с фиг. 3-6. Вторым центрифугатом (26) также доставляют в систему многоступенчатого выпаривания (104) для производства гемицеллюлозного сока. В слой лигнина вводят вторую промывную воду (28) для производства, по меньшей мере, третьего центрифугата (21). Вторая промывная вода может включать промывную воду, характеризующуюся низким уровнем содержания кислот, из других конденсаторов за исключением конденсатора I блока перегонки кислот (7) с фиг. 3-6 или свежую воду (29) или смесь из них обеих. Третий и любые последующие центрифугаты могут быть объединены и повторно введены в резервуар для суспендирования (102) в целях суспендирования лигнина. Промытый лигнин выгружают из центрифуги в виде чистого лигнина (24).

Фиг. 2 представляет собой схему последовательности операций для способа извлечения органических кислот из растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, в результате многоколонной перегонки. Лигноцеллюлозные растительные материалы исходного сырья (11) подают на стадию экстрагирования (101). К растительному материалу на стадии экстрагирования (101) добавляют органические кислоты (12) для растворения гемицеллюлозы и лигнина из растительного материала исходного сырья (11) для получения экстракционной смеси (13). В результате разделения (102) растворимых и суспендированных частиц из экстракционной смеси производят экстрагированную жидкость (14), где нерастворимый и несуспендированный остаток составляет целлюлозную волокнистую массу (15). Целлюлозную волокнистую массу (15) высушивают в сушилке (109) для производства высушенной целлюлозной волокнистой массы (27), а конденсат из сушилки, включающий органические кислоты, может быть отправлен на рециркуляцию на стадию экстрагирования (101). В данном способе экстрагированную жидкость (14) подают в систему выпаривания (103) для частичного удаления остаточных органических кислот и воды в целях получения первого потока раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, (1) и получения концентрированной жидкости (16). Концентрированную жидкость (16) подают на стадию отделения лигнина (104), на данной стадии добавление воды (17) приводит к осаждению лигнина при обеспечении отделения лигнина от концентрированной жидкости (16) и получении отделенного лигнина (18) и растворимых веществ совместно с водами (19). Лигнин требует промывания различными промывными водами (20) в ходе последовательности стадий промывания лигнина (22) для удаления остаточных Сахаров, органических кислот и других растворимых в воде составных частей. Воду со стадии промывания лигнина (105) и растворимые вещества совместно с промывной водой (19) объединяют воедино для получения смеси из гемицеллюлозы, органических кислот, воды и других растворимых в воде составных частей (23). Для удаления органических кислот из данной смеси (23) и уменьшения уровня содержания воды смесь (23) подвергают многоступенчатому выпариванию (106). Конденсат из установки для многоступенчатого выпаривания образует второй поток раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, (2). После многоступенчатого выпаривания (106) концентрированную смесь (24) подают в отпарную колонну (107), где органические кислоты дополнительно удаляют до уровня содержания, составляющего менее чем 2%, конденсат из отпарной колонны образует третий поток раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, (3) и гемицеллюлозный сок (25). Для удаления органических кислот из высушенной целлюлозной волокнистой массы (15) адаптируют установку для удаления растворителя (108) в целях использования острого водяного пара (26) для удаления остаточных органических кислот. Конденсат из установки для удаления растворителя образует четвертый поток раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, (4) и целлюлозную волокнистую массу, подвергнутую удалению растворителя, (28). Четыре потока растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, подают в систему многоколонной перегонки (110) для уменьшения уровня содержания воды. В выгрузке конденсата из верха первой колонны получают водный раствор кислоты (5), характеризующийся уровнем содержания кислоты в диапазоне от

0,5 до 10%. Последующие колонны производят выгрузку конденсата (7), характеризующегося уровнем содержания кислоты в диапазоне от 0,2 до 1%. Водные растворы кислоты (6), характеризующиеся уровнем содержания кислоты в диапазоне от 5 до 15%, содержат кубовый вывод из первой колонны. При этом все уровни процентного содержания кислоты получают при расчете на массу.

Фиг. 3 иллюстрирует подробности системы 2-колонной перегонки. Внутренние обозначения описываются в примере 2.

Фиг. 4 иллюстрирует подробности системы 3-колонной перегонки. Внутренние обозначения описываются в примере 2.

Фиг. 5 иллюстрирует подробности системы 4-колонной перегонки. Внутренние обозначения описываются в примере 2.

Фиг. 6 иллюстрирует подробности системы 5-колонной перегонки. Внутренние обозначения описываются в примере 2.

Подробное описание изобретения

Производство чистого лигнина

Данный аспект изобретения относится к способу отделения и очищения лигнина из лигниновой суспензии в результате осаждения и центрифугирования, включающему стадии:

а) отделения лигнина из лигниновой суспензии, полученной предварительной обработкой органическими кислотами растительного материала, в результате периодического или непрерывного центрифугирования и

б) очищения осажденного лигнина в центрифуге в результате множества нанесений промывного раствора на слой лигнина во время центрифугирования для получения множества центрифугатов и

с) извлечения первого центрифугата и второго центрифугата для использования при концентрировании гемицеллюлозного сока и

д) отправления третьего центрифугата для осаждения лигнина в концентрированной экстрагированной жидкости на рециркуляцию в лигниновую суспензию способа предварительной обработки органическими кислотами,

е) выгрузки лигнина из центрифуги.

Экстрагированную жидкость данного аспекта изобретения получают от существующих способов предварительной обработки органическими кислотами, где гемицеллюлозу и лигнин, содержащиеся в растительных материалах, растворяют в растворах органических кислот, производным от которых является экстрагированная жидкость. Экстрагированную жидкость отделяют от смеси, экстрагированную жидкость, которая содержит целлюлозу, растворенную гемицеллюлозу, лигнин, минералы, органические кислоты, воду и другие неосновные составные части, концентрируют при использовании системы выпаривания для удаления части органических кислот и воды до уровня содержания сухого вещества в диапазоне от 55 до 65% при расчете на совокупную массу концентрированной экстрагированной жидкости.

В соответствии с настоящим изобретением оборудование для разделения представляет собой центрифугу, предпочтительно скребковую центрифугу, которая может функционировать в непрерывном или периодическом режимах. Центрифугу снабжают устройством для распыления, которое может равномерно распылять промывную воду на слой лигнина для получения чистого лигнина.

Как это иллюстрируется на фиг. 1, третий центрифугат со стадии в) смешивается с концентрированной экстрагированной жидкостью с образованием смеси, смесь подают в резервуар суспендирования, в котором смесь эмульгируют при использовании эмульгатора непрерывного или периодического действия для получения стабильной лигниновой суспензии. После этого лигниновую суспензию последовательно подают в центрифугу, вслед за этим центрифуга разделяет лигниновую суспензию при получении первого центрифугата и слоя лигнина. Первый центрифугат, который составляет от 10 до 60% от совокупного объема центрифугата, извлекают для последующей переработки при использовании блока производства гемицеллюлозного сока.

Устройство распыления доставляет промывную воду, которая может включать смесь из муравьиной кислоты, уксусной кислоты и воды, для обеспечения промывания слоя лигнина в режиме реального времени. В одном предпочтительном варианте осуществления центрифуга вращается непрерывно. При непрерывном вращении промывная вода может быть равномерно распылена на слое лигнина для обеспечения гомогенного очищения лигнина. Во время распыления примеси вымываются промывной водой, извлеченная промывная вода и примеси образуют второй центрифугат, который составляет от 10 до 30 об.% от совокупного центрифугата. Центрифуга продолжает функционировать при одновременном использовании последующих промываний для производства третьего и возможных последующих центрифугатов. Третий и последующие центрифугаты могут составлять от 10 до 50 об.% от совокупного центрифугата. Сразу после удаления конечного центрифугата из центрифуги выгружают слой лигнина для получения чистого лигнина, содержащего от 90 до 99 мас.% лигнина.

Промывная вода может содержать воду или смесь из муравьиной кислоты, уксусной кислоты и воды, где уровень содержания муравьиной кислоты в смеси находится в диапазоне от 0 до 30% при расчете на совокупную массу смеси, а уровень содержания уксусной кислоты в смеси находится в диапазоне от 0 до 20% при расчете на совокупную массу смеси. Смесь из муравьиной кислоты, уксусной кислоты и во-

ды может представлять собой производное от извлеченных органических кислот из растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, полученное при использовании блока перегонки кислот. В одном предпочтительном варианте осуществления начальная промывная вода, введенная в центрифугу, представляет собой производное от промывной воды, характеризующейся высоким уровнем содержания органических кислот. В некоторых вариантах осуществления вторая промывная вода, введенная в центрифугу, представляет собой производное от промывной воды, характеризующейся низким уровнем содержания кислот. В некоторых вариантах осуществления свежая вода включает промывную воду для методик третьего и любых последующих промываний в целях очищения слоя лигнина для получения чистого лигнина.

Первый центрифугат и второй центрифугат могут быть извлечены и доставлены в последующий блок производства гемицеллюлозного сока, в то время как третий и любой последующий центрифугат могут быть отправлены на рециркуляцию на стадию суспендирования лигнина в целях уменьшения потребления воды для начальной стадии осаждения лигнина, что, следовательно, обеспечивает и уменьшение потребления энергии в блоке производства гемицеллюлозного сока и извлечения органических кислот.

Удаление воды из растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды

Данный аспект изобретения относится к способу извлечения органических кислот из растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, в результате многоколонной перегонки, включающему

- a) использование системы от двух- до пятиколонной перегонки для извлечения органических кислот и
- b) подачу свежего водяного пара только в первую колонну системы многоколонной перегонки, в других колоннах в качестве тепловой энергии последовательно используют пары, высвобожденные из предшествующей колонны, и
- c) направление паров, высвобожденных из предшествующих колонн, в последующие колонны в качестве тепловой энергии таким образом, чтобы пары, высвобожденные из первой колонны, были бы поданы во вторую колонну, а пары, высвобожденные из второй колонны, были бы поданы в третью колонну, и так далее по каждой колонне системы перегонки, и
- d) подачу одного или более потоков растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, в различные колонны в многоколонной системе в целях сбалансированного регулирования потребностей в энергии в отношении колонн, составляющих систему перегонки, и
- e) подстраивание уровня содержания органических кислот в конденсате первой колонны для сведения к минимуму потребления свежего водяного пара и
- f) отправление совокупных органических кислот и совокупных вод, выгруженных из системы многоколонной перегонки, на рециркуляцию.

В данном аспекте изобретения растворы органических кислот, характеризующиеся высоким уровнем содержания воды, являются производными от способа предварительной обработки органическими кислотами растительного материала. Обычно уровень содержания органических составляет более чем 83% от совокупной массы раствора. Обычно ход способа предварительной обработки органическими кислотами и как следствие расположенных ниже по ходу технологического процесса стадий переработки целлюлозной волокнистой массы и производства лигнина и гемицеллюлозного сахара при относительно низкой температуре и атмосферном давлении приводит к отсутствию фурфурала, образованного в ходе полного способа предварительной обработки, а также к созданию четырех потоков растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды. В целях отправления органических кислот в потоках органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, на рециркуляцию в способ предварительной обработки органическими кислотами должен быть уменьшен уровень содержания воды.

Извлечение органических кислот из раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, при использовании перегонки требует очень больших вводов энергии. Поэтому существенным для внедрения способа предварительной обработки органическими кислотами в коммерческое использование является уменьшение энергии, требуемой для извлечения органических кислот и отправления их на рециркуляцию.

В одном варианте осуществления изобретение характеризуется доведением до максимума коэффициента полезного действия по энергии в результате извлечения органических кислот из раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, при использовании системы от двух- до пятиколонной перегонки. В одном предпочтительном варианте осуществления используют систему четырехколонной перегонки.

Чем больше будет количество колонн, тем меньшее количество водяного пара/энергии будет потребляется системой перегонки. Однако, на количество колонн, составляющих систему перегонки, накладывают ограничение разницей температур между колоннами системы перегонки. Как это к своему удивлению эмпирически обнаружили заявители, для случая включения в систему более чем пяти колонн,

разница температур между колоннами является чрезмерно маленькой для использования паров, высвобожденных из предшествующей колонны в качестве водяного пара/энергии в отношении следующей далее колонны в последовательности.

После научного анализа подходящей для использования при извлечении органических кислот из раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, в данном способе может оказаться система от двух- до пятиколонной перегонки, с точки зрения эффективности и экономичности наиболее подходящей для использования является четырехколонная перегонка.

Обычно способы предварительной обработки органическими кислотами создают четыре потока растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, в соответствии с представленным выше описанием изобретения. Термин "раствор органических кислот, характеризующийся высоким уровнем содержания воды" обозначает то, что уровень содержания воды является более высоким, чем требуемый уровень содержания воды в растворе органических кислот, использованном для растворения растительных материалов в способе предварительной обработки органическими кислотами. Таким образом, для отправления органических кислот из четырех потоков органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, на рециркуляцию должно быть удалено дополнительное количество воды, добавленное по ходу всех различных технологических стадий. В целях сведения к минимуму количества водяного пара/энергии, требуемого для извлечения органических кислот из растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды, в результате многоколонной перегонки необходимо регулировать количество водяного пара/энергии, использованное для каждой колонны, таким образом, чтобы оно было бы подходящим для использования в отношении уровня содержания органических кислот в отдельной колонне в последовательности.

В изобретении используют два способа достижения этого. Во-первых, в результате подачи раствора органических кислот, характеризующегося наивысшим уровнем содержания воды, в последнюю колонну системы перегонки и подачи раствора органических кислот, характеризующегося наименьшим уровнем содержания воды, в первую колонну системы перегонки надлежащим образом направляют ввод энергии во всю систему. Во-вторых, регулирование уровня содержания органических кислот в конденсате, выгруженном из верха первой колонны, с доведением до значения в диапазоне от 0,5 до 10% от совокупной массы конденсата в результате подстраивания количества водяного пара/энергии, введенного в первую колонну, делает возможным сбалансированное регулирование потребления водяного пара/энергии по ходу полной системы перегонки. Конденсат, характеризующийся уровнем содержания органических кислот из первой колонны в диапазоне от 0,5 до 10%, может быть перенаправлен для использования на стадии осаждения лигнина способа производства лигнина.

В системе, описанной в данном случае, другие колонны в последовательности обычно производят конденсаты, характеризующиеся уровнем содержания органических кислот в диапазоне от 0,2 до 1% от совокупной массы вводимых конденсатов. Данные конденсаты могут быть отправлены на рециркуляцию в способ предварительной обработки для промывания лигнина и на другие стадии в способе производства лигнина.

В целях выдерживания оптимальной разницы температур между колоннами первую колонну эксплуатируют при температуре в диапазоне от 120 до 175°C, последнюю колонну эксплуатируют при температуре в диапазоне от 50 до 95°C.

Раствор органических кислот, выгруженный из куба первой колонны, характеризуется уровнем содержания воды в диапазоне от 5 до 15% при расчете на совокупную массу раствора органических кислот, раствор данных органических кислот может быть непосредственно повторно использован для способа предварительной обработки органическими кислотами на начальной стадии солюбилизации растительного материала исходного сырья.

Примеры

Пример 1. Производство лигнина.

Экстрагированную жидкость получали из способа предварительной обработки органическими кислотами, где композиция органических кислот при предварительной обработке содержит муравьиную кислоту 26%, уксусную кислоту 59% и воду 15%. Температура предварительной обработки составляла 103°C, и продолжительность экстрагирования при предварительной обработке составляла 240 минут. После отделения экстрагированную жидкость отделяли от твердой фракции, экстрагированную жидкость концентрировали в результате выпаривания и получали концентрированную экстрагированную жидкость. Уровень содержания сухого вещества в концентрированной экстрагированной жидкости составлял 60,1%, и уровень содержания лигнина составлял 29,5% (другие компоненты концентрированной экстрагированной жидкости перечисляются в табл. 1) 1,40 кг концентрированной экстрагированной жидкости объединяли с равной массой свежей воды (1,40 кг) и использовали эмульгатор (лабораторный эмульгатор SHW300R, Shanghai Shenghaiwei Electric Instruments Co., Ltd.), эксплуатируемый при 7500 об./мин на протяжении приблизительно 30 мин, для производства лигниновой суспензии. Лигниновую суспензию вводили в центрифугу, центрифугировали на протяжении 5 мин и получали первый центрифугат (2,05 кг жидкости) и слой твердого лигнина. Первый центрифугат из центрифуги удаляли.

1,94 кг промывной воды подавали в устройство для распыления в целях промывания слоя лигнина в

центрифуге. Промывная вода в методике включает воду и смеси из муравьиной кислоты, уксусной кислоты и воды. При подаче промывной воды в центрифугу использовали начальную загрузку в 0,54 кг промывной воды, характеризующейся высоким уровнем содержания органических кислот и демонстрирующей уровень содержания органических кислот 5,92%, второе промывание включало 1,00 промывной воды, характеризующейся низким уровнем содержания органических кислот, где уровень содержания органических кислот составлял 0,8%, и, в заключение, как это было обнаружено, промывание, включающее 0,40 кг свежей воды, обеспечивало достаточное промывание слоя лигнина для получения чистого лигнина.

После начального центрифугирования и выгрузки начального центрифугата центрифуга продолжала функционировать на протяжении 5 мин, в течение данного времени проводили первое промывание водой, характеризующейся высоким уровнем содержания органических кислот, и получали второй центрифугат (0,54 кг). Центрифугу эксплуатировали на протяжении еще 5 мин, и в течение данного времени проводили второе промывание водой, характеризующейся низким уровнем содержания органических кислот, и получали третий центрифугат в 1,40 кг. После последующего третьего промывания свежей водой получали слой лигнина, составляющий 0,75 кг. Извлекали первый центрифугат и второй центрифугат, которые могут быть включены в операции последующих блоков производства гемицеллюлозного сока. Сухой лигнин выгружали из центрифуги, и степень чистоты лигнина согласно определению составляла 98,1% (компоненты лигнина на каждой ступени операции демонстрируются в табл. 1).

Таблица 1

Компоненты концентрированной экстрагированной жидкости, промывных вод и лигнина (I)

	Концентрированная экстрагированная жидкость	Промывная вода			Лигнин	Степень чистоты сухого лигнина
		В-вода	Н-вода	H ₂ O		
Лигнин	29,54%				55,00%	98,1%
H ₂ O	5,11%	94,09%	99,20%	100,00%	43,96%	
Целлюлоза	3,00%				0,03%	
Ксилан	8,70%				0,10%	
Минерал	6,07%				0,07%	
Другое	12,75%				0,14%	
Уксусная кислота	23,75%	5,87%	0,80%		0,57%	
Муравьиная кислота	11,08%	0,05%			0,13%	
Совокупная примесь	65,35%	5,92%	0,80%		1,04%	

Обратите внимание: примеси включают целлюлозу, ксилан, следы минерала, уксусную кислоту и муравьиную кислоту.

Третий центрифугат (1,40 кг) из вышеупомянутых отправляли на рециркуляцию для использования в качестве разбавителя концентрированной экстрагированной жидкости в целях производства лигниновой суспензии при использовании лабораторного эмульгатора SHW300R в соответствии с представленным выше описанием изобретения. Полученную лигниновую суспензию вводили в центрифугу, а центрифугу эксплуатировали в соответствии с представленным выше описанием изобретения для получения слоя лигнина, составляющего приблизительно 0,75 кг.

При данной операции первое промывание включало 0,54 кг промывной воды, характеризующейся высоким уровнем содержания органических кислот, в которой уровень содержания органических кислот составлял приблизительно 10%. Второе промывание включало 1,00 кг промывной воды, характеризующейся низким уровнем содержания органических кислот, в которой уровень содержания органических кислот составлял приблизительно 2%, и при этом конечное промывание включало 0,40 кг свежей воды. Все операции и условия для центрифуги реализовали в соответствии с представленным выше описанием изобретения. Как и прежде, первый и второй центрифугаты могут быть отправлены на рециркуляцию для

использования в операциях последующих блоков производства гемицеллюлозного сока. В конце операции лигнин выгружают из центрифуги. В данном случае степень чистоты лигнина составляла 97,2% (компоненты лигнина на каждой ступени операции демонстрируются в табл. 2).

Таблица 2

Компоненты концентрированной экстрагированной жидкости, промывных вод и лигнина (II)

	Концентриро ванная экстрагиров анная жидкость	Промывная вода			Лигнин	Степень чистоты сухого лигнина
		В-вода	Н-вода	H ₂ O		
Лигнин	29,54%				55,00%	97,2%
H ₂ O	5,11%	90,00%	98,00%	100,00%	43,40%	
Целлюлоза	3,00%				0,04%	
Ксилан	8,70%				0,12%	
Минерал	6,07%				0,08%	
Другое	12,75%				0,17%	
Уксусная кислота	23,75%	9,92%	2,00%		1,03%	
Муравьиная кислота	11,08%	0,08%			0,15%	
Совокупная примесь	65%	10%	2%	0%	2%	

Обратите внимание: примеси включают целлюлозу, ксилан, следы минерала, уксусную кислоту и муравьиную кислоту. В-вода указывает на промывную воду, характеризующуюся высоким уровнем содержания органических кислот, а Н-вода указывает на промывную воду, характеризующуюся низким уровнем содержания органических кислот.

Опять-таки, третий центрифугат (1,40 кг) от операции, описанной выше, отправляли на рециркуляцию для разбавления концентрированной экстрагированной жидкости в целях производства лигниновой суспензии в результате обработки при использовании лабораторного эмульгатора SHW300R. Полученную лигниновую суспензию вводили в центрифугу, а центрифугу эксплуатировали в соответствии с представленным выше описанием изобретения для получения слоя лигнина.

При данной операции первое промывание включало 0,54 кг промывной воды, характеризующейся высоким уровнем содержания органических кислот, в которой уровень содержания органических кислот составлял 5,92. Второе промывание включало 1,00 кг промывной воды, характеризующейся низким уровнем содержания органических кислот, в которой уровень содержания органических кислот составлял 0,8%, и при этом конечное промывание включало 0,79 кг свежей воды. Все операции и условия для центрифуги реализовали в соответствии с представленным выше описанием изобретения. Как и прежде, первый и второй центрифугаты могут быть отправлены на рециркуляцию для использования при операциях последующих блоков производства гемицеллюлозного сока. В конце операции лигнин выгружают из центрифуги. В данном случае степень чистоты лигнина составляла 98,8% (компоненты лигнина на каждой ступени операции демонстрируются в табл. 3).

Таблица 3
Компоненты концентрированной экстрагированной жидкости, промывных вод и лигнина (III)

	Концентрированная экстрагированная жидкость	Промывная вода			Лигнин	Степень чистоты сухого лигнина
		В-вода	Н-вода	H ₂ O		
Лигнин	29,54%				55,00%	98,8%
H ₂ O	5,11%	94,09%	99,20%	100,00%	44,34%	
Целлюлоза	3,00%				0,02%	
Ксилан	8,70%				0,06%	
Минерал	6,07%				0,04%	
Другое	12,75%				0,09%	
Уксусная кислота	23,75%	5,87%	0,80%		0,36%	
Муравьиная кислота	11,08%	0,05%			0,08%	
Совокупная примесь	65,35%	5,92%	0,80%		0,66%	

Обратите внимание: примеси включают целлюлозу, ксилан, следы минерала, уксусную кислоту и муравьиную кислоту. В-вода указывает на промывную воду, характеризующуюся высоким уровнем содержания органических кислот, а Н-вода указывает на промывную воду, характеризующуюся низким содержанием органических кислот.

Пример 2. Извлечение органических кислот из растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды.

Раствор органических кислот, характеризующийся высоким уровнем содержания воды, (27,6% муравьиной кислоты, 51,5% уксусной кислоты и 20,9% воды) подавали в колонну перегонки (90 мм в диаметре, 3 м в высоту, насадочная колонна), эксплуатируемую при тепловой нагрузке 12,6 МДж/ч, флегмовом числе 13,0, давлении 1 атм, расходе 4,0 кг/ч. В данных условиях при расходе 0,41 кг/ч производят конденсат паров, высвобожденных из верха колонны, который содержит 0,27% муравьиной кислоты, 4,07% уксусной кислоты и 95,66% воды. Перегнанный раствор органических кислот, который выгружают из куба колонны, получают при расходе 3,59 кг/ч, и он содержит 30,7% муравьиной кислоты, 56,9% уксусной кислоты и 12,4% воды.

Моделирование данного способа при использовании программного обеспечения Aspen Plus, использующего параметры, описанные выше, делает возможным моделирование систем перегонки, включающих 2, 3, 4 и 5 колонн для отделения воды от растворов органических кислот, характеризующихся высоким уровнем содержания воды. Карты технологических процессов, произведенные при использовании моделирующего программного обеспечения, демонстрируются на фиг. 3-6, соответственно, для систем 2-колонной, 3-колонной, 4-колонной и 5-колонной перегонки.

Композиции органических кислот для различных потоков вводов характеризующихся высоким уровнем содержания воды растворов органических кислот, имеющих своим происхождением способы предварительной обработки органическими кислотами, перечисляются в табл. 4.

Таблица 4
Композиция органической кислоты для вводов в системы многоколонной перегонки

Поток	Расход (кг/час)	Уровень содержания муравьиной кислоты (%)	Уровень содержания уксусной кислоты (%)	Уровень содержания воды (%)
1	471,3	27,6%	49,1%	23,3%
2	270,7	5,8%	15,2%	79,0%
3	80,6	7,6%	17,4%	75,0%
4	12,8	9,9%	18,9%	71,2%

Обратите внимание: обозначение потока соответствует тому, что изображается на фиг. 3 и описывается ниже.

Базовый способ перегонки для системы 2-колонной перегонки иллюстрируется на фиг. 3. Три из четырех потоков вводов подают в первую колонну перегонки (201). Данные потоки являются производными от стадии выпаривания гемицеллюлозного сока (2), стадии отпаривания гемицеллюлозного сока (3) и раствора органических кислот, характеризующегося высоким уровнем содержания воды, со стадии установки для удаления растворителя переработки целлюлозной волокнистой массы (4). Конденсат паров (7), выгруженных из верха первой колонны (201), может быть извлечен для операций других блоков. Концентрированную смесь (301) выгружают из куба первой колонны (201) и подают в колонну 2 (202). Остающийся поток ввода (1), производный от стадии выпаривания экстрагированной жидкости производства лигнина, также подают в колонну 2 (202). Конденсат паров (5), выгруженных из верха второй колонны (202), может быть извлечен для операций других блоков. Перегнаный раствор органических кислот (6) выгружают из куба второй колонны (202). Уровни содержания органических кислот в различных потоках выводов системы двухколонной перегонки представлены в табл. 5.

Таблица 5

Композиция органических кислот для выводов системы 2-колонной перегонки

Поток	Расход (кг/час)	Уровень содержания муравьиной кислоты (%)	Уровень содержания уксусной кислоты (%)	Уровень содержания воды (%)
5	129,8	0,0%	0,8%	99,2%
6	477,8	32,0%	60,0%	8,0%
7	227,8	0,0%	0,8%	99,2%

Обратите внимание: обозначение потока соответствует тому, что изображается на фиг. 3 и описывается ниже.

Подобный способ, представляющий последовательность технологического процесса в системе 3-колонной перегонки, изображается на фиг. 4. В данном случае операция является подобной применительно к потокам вводов и выводов двухколонной системы, описанной выше. Однако, в данном случае конденсаты паров из первых двух колонн объединяют воедино для получения единственного потока вывода (7 на фиг. 4), а перегнаный раствор органических кислот, выгруженный из колонны 2, (302) подают в третью колонну (203), где извлекают конденсат паров (5), и дополнительный перегнаный раствор органических кислот (6) выгружают из куба третьей колонны (203). Уровни содержания органических кислот в различных потоках выводов системы двухколонной перегонки представлены в табл. 6.

Таблица 6

Композиция органических кислот для выводов системы 3-колонной перегонки

Поток	Расход (кг/час)	Уровень содержания муравьиной кислоты (%)	Уровень содержания уксусной кислоты (%)	Уровень содержания воды (%)
5	78,4	0,0%	0,8%	99,2%
6	477,8	32,0%	60,0%	8,0%
7	279,3	0,0%	0,8%	99,2%

Обратите внимание: обозначение потока соответствует тому, что изображается на фиг. 4 и описывается ниже.

Подобным образом способ, представляющий последовательность технологического процесса в системе 4-колонной перегонки, изображается на фиг. 5. Уровни содержания органических кислот в различных потоках выводов системы двухколонной перегонки представлены в табл. 7.

Таблица 7

Композиция органических кислот для выводов системы 4-колонной перегонки

Поток	Расход (кг/час)	Уровень содержания муравьиной кислоты (%)	Уровень содержания уксусной кислоты (%)	Уровень содержания воды (%)
5	49,8	0,0%	0,8%	99,2%
6	477,8	32,0%	60,0%	8,0%
7	307,8	0,0%	0,8%	99,2%

Обратите внимание: обозначение потока соответствует тому, что изображается на фиг. 5.

Способ, представляющий последовательность технологического процесса в системе 5-колонной пе-

регонки, изображается на фиг. 6. Уровни содержания органических кислот в различных потоках выводов системы пятиколонной перегонки представлены в табл. 8.

Таблица 8

Композиция органических кислот для выводов системы 5-колонной перегонки

Поток	Расход (кг/час)	Уровень содержания муравьиной кислоты (%)	Уровень содержания уксусной кислоты (%)	Уровень содержания воды (%)
5	37,5	0,0%	0,8%	99,2%
6	477,8	32,0%	60,0%	8,0%
7	320,2	0,0%	0,8%	99,2%

Обратите внимание: обозначение потока соответствует тому, что изображается на фиг. 5.

В соответствии с моделированными картами технологических процессов потребление водяного пара может быть значительно уменьшено при использовании количества колонн перегонки, представленных в системе. Данные, обосновывающие данное наблюдение, представлены в табл. 9.

Таблица 9

Профили потребления водяного пара в системах 2-, 3- и 4-колонной перегонки

Тип	Тепловая нагрузка (МДж/час)	Доля сокращения (%)
2-колонная перегонка	1188	27,6%
3-колонная перегонка	860,4	
3-колонная перегонка	860,4	20,0%
4-колонная перегонка	687,6	

Указанное сокращение потребностей в тепле в отношении двухколонной системы в сопоставлении с трехколонной системой составляет 27,6%, в то время как сокращение потребностей в тепле в отношении четырехколонной системы является еще на 20% меньшим, чем потребности в тепле в отношении трехколонной системы при общем сокращении до 42% потребностей в тепле в отношении двухколонной системы, требуемом в отношении четырехколонной системы.

Интересно то, что дополнительные колонны обеспечивают минимальные улучшения по энергии (табл. 10).

Таблица 10

Профили потребления водяного пара в системах 4- и 5-колонной перегонки

Тип	Тепловая нагрузка (МДж/час)	Доля сокращения (%)
4-колонная перегонка	687,6	4,97%
5-колонная перегонка	653,4	

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ извлечения лигнина из лигниновой суспензии, полученной из концентрированной экстрагированной жидкости, полученной предварительной обработкой органическими кислотами растительного материала, включающий стадии:

а) отделения лигнина из упомянутой лигниновой суспензии, причем лигнин отделяют в результате центрифугирования, таким образом, образуя отделенный лигнин и первый центрифугат,

б) очищения отделенного лигнина в центрифуге в результате множества нанесений промывного раствора на отделенный лигнин во время центрифугирования для получения, по меньшей мере, второго и третьего центрифугатов,

с) извлечения первого центрифугата и второго центрифугата для использования при концентрировании гемицеллюлозного сока,

д) отправления третьего центрифугата на рециркуляцию для получения упомянутой лигниновой суспензии стадии а), и

е) выгрузки отделенного лигнина со стадии б) из центрифуги.

2. Способ по п.1, в котором центрифуга является скребковой центрифугой.

3. Способ по п.1, в котором центрифугу снабжают устройством для распыления в целях доставки промывного раствора.

4. Способ по п.1, в котором центрифуга непрерывно вращается на протяжении всего способа.

5. Способ по п.1, в котором промывной раствор содержит муравьиную кислоту, уксусную кислоту и воду.

6. Способ по п.1, в котором промывной раствор состоит исключительно из воды.

7. Способ по п.1, в котором множество нанесений промывного раствора включает первое нанесение промывного раствора, содержащего промывную воду, характеризующуюся первым содержанием органических кислот, второе нанесение промывного раствора, содержащего промывную воду, характеризующуюся вторым содержанием органических кислот, и конечное нанесение промывного раствора, образованного из свежей воды, причем содержание органических кислот в промывной воде, характеризующейся первым содержанием органических кислот, больше, чем содержание органических кислот в промывной воде, характеризующейся вторым содержанием органических кислот.

8. Способ по п.1, в котором промывной раствор имеет содержание муравьиной кислоты от 0 до 30 мас.%.

9. Способ по п.1, в котором промывной раствор имеет содержание уксусной кислоты от 0 до 20 мас.%.

10. Способ по п.1, в котором первый центрифугат образован из жидкостей, отделенных от лигниновой суспензии, поданной в центрифугу.

11. Способ по п.1, в котором второй центрифугат образован из первого промывного раствора, содержащегося в упомянутом множестве нанесений промывного раствора, нанесенного на отделенный лигнин в центрифуге.

12. Способ по п.1, в котором первый и второй центрифугаты собирают и используют для производства гемицеллюлозного сока.

13. Способ по п.1, в котором третий центрифугат образован из второго и любого последующего промывных растворов, содержащихся в упомянутом множестве нанесений промывного раствора, нанесенных на отделенный лигнин в центрифуге.

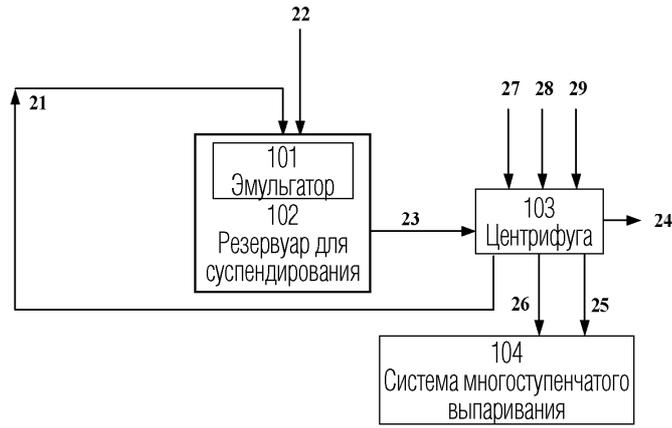
14. Способ по п.1, в котором третий центрифугат отправляют на рециркуляцию на стадию осаждения лигнина.

15. Способ по п.1, в котором первый центрифугат составляет от 10 до 60% от совокупных центрифугатов.

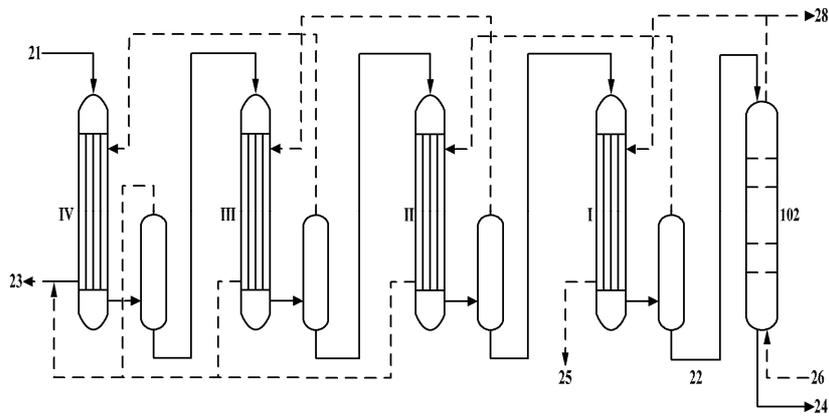
16. Способ по п.1, в котором второй центрифугат составляет от 10 до 30% от совокупных центрифугатов.

17. Способ по п.1, в котором третий центрифугат составляет от 10 до 50% от совокупных центрифугатов.

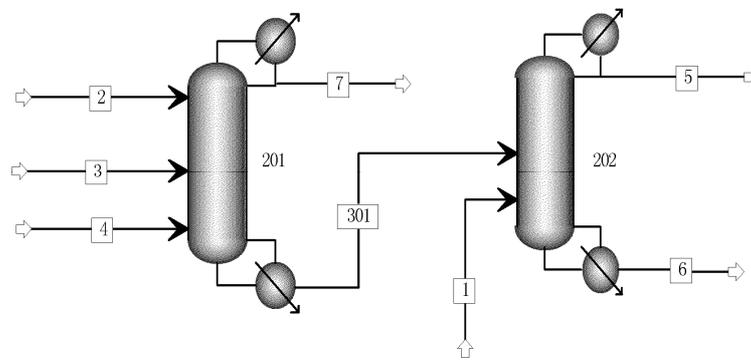
18. Способ по п.1, в котором отделенный лигнин со стадии е) характеризуется степенью чистоты в диапазоне от 90 до 99% при расчете на совокупную массу отделенного лигнина со стадии е).



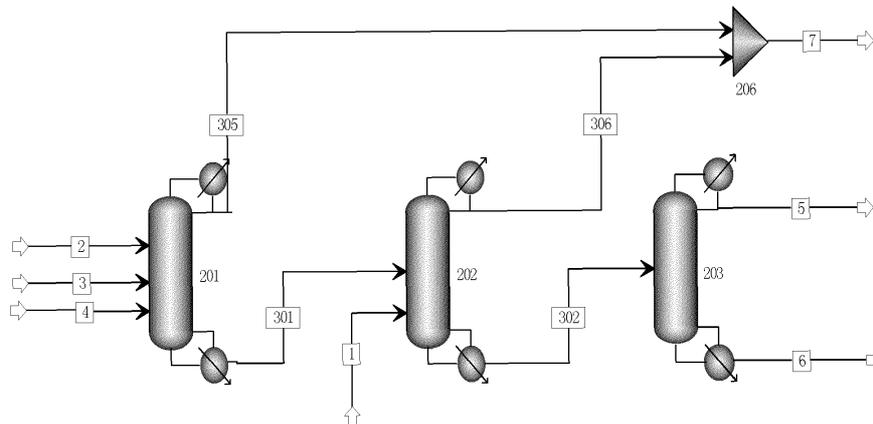
Фиг. 1



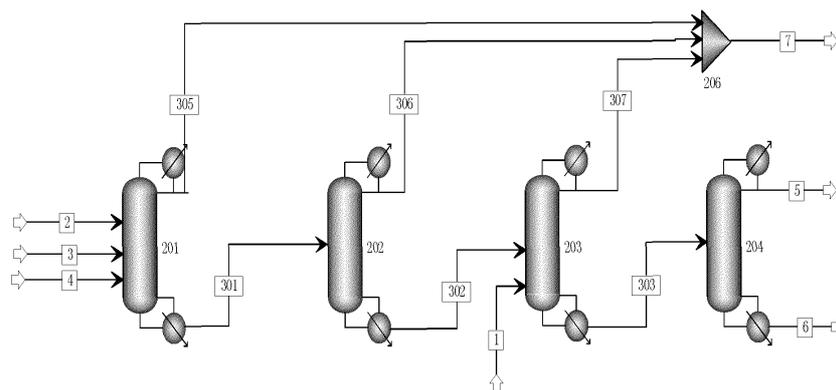
Фиг. 2



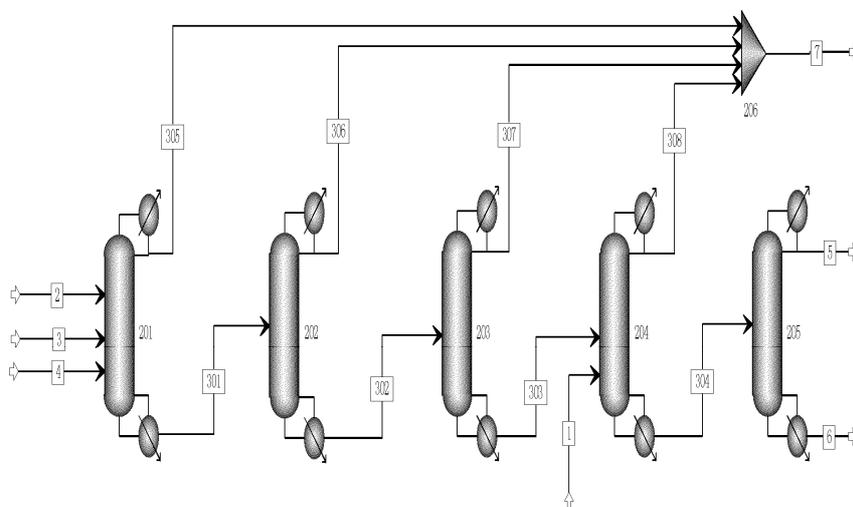
Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5



Фиг. 6

