

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **041253**

(13) **B1**

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

(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.09.30

(21) Номер заявки
201790320

(22) Дата подачи заявки
2015.07.30

(51) Int. Cl. **C08H 8/00** (2010.01)
C07C 51/00 (2006.01)
C07C 53/00 (2006.01)

(54) **ЭНЕРГЕТИЧЕСКИ ЭФФЕКТИВНЫЙ И ЭКОЛОГИЧЕСКИ БЛАГОПРИЯТНЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕЛЕВЫХ ХИМИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ЦЕЛЛЮЛОЗНОГО МАТЕРИАЛА**

(31) **14002758.2**

(32) **2014.08.06**

(33) **EP**

(43) **2017.06.30**

(86) **PCT/EP2015/067573**

(87) **WO 2016/020269 2016.02.11**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**КЛАРИАНТ ИНТЕРНЭШНЛ ЛТД
(CN)**

(72) Изобретатель:
**Маркманн Хеннинг, Хорч Ральф, Шут
Марко, Арцт Бернхард (DE)**

(74) Представитель:
Нилова М.И. (RU)

(56) **WO-A1-2010151536
WO-A2-2011039635
WO-A1-2010121367
EP-A1-2623607**

(57) Настоящее изобретение относится к энергетически эффективному и экологически благоприятному способу получения целевых химических соединений из целлюлозного материала. В дополнительном аспекте настоящее изобретение относится к установке для осуществления способа согласно изобретению.

B1

041253

041253

B1

Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к энергетически эффективному и экологически благоприятному способу получения целевых химических соединений из целлюлозного материала. В дополнительном аспекте, настоящее изобретение относится к установке для осуществления способа согласно изобретению.

Уровень техники

В связи с ограниченностью ресурсов нефти и потребностью уменьшения выбросов CO₂ в химической промышленности изыскиваются более экологически рациональные технологические маршруты для производства химических продуктов потребления, таких как жидкое топливо и основные химические продукты. Частично указанная стратегия сосредоточена на превращении целлюлозной биомассы в многофункциональные химические продукты или топливо, например, этанол. Лигноцеллюлозная биомасса содержит целлюлозу (~25-40 мас.% сухого твердого вещества), гемицеллюлозу (~15-25 мас.% сухого твердого вещества) и лигнин (~15-30 мас.% сухого твердого вещества) в качестве основных компонентов и небольшое количество других углеводов, восков, белков и неорганических соединений. Из различных форм растительной биомассы, лигноцеллюлозная биомасса, произведенная из любых потоков отходов лесного и сельского хозяйства, таких как древесные отходы и солома злаков, является особенно подходящей для превращения в продукты потребления и топливо, поскольку эти отходы доступны, дешевы и экологически безопасны в производстве. Кроме того, при анализе жизненного цикла технологических процессов с использованием лигноцеллюлозного исходного сырья обнаружено снижение выбросов парниковых газов по сравнению с процессами на основе других видов сырья.

Типичными единичными операциями, например, для биотехнологического превращения лигноцеллюлозного материала (например, соломы) в продукты с добавленной стоимостью (например, этанол) являются: механическая расщиповка и/или физикохимическая предварительная обработка, ферментативный гидролиз, ферментация и извлечение продукта. Для того чтобы обеспечить максимальную эффективность процесса, необходимо превратить максимальное количество полисахаридов в растворимые сахара в установке ферментативного гидролиза.

В уровне техники описаны различные варианты процесса превращения лигноцеллюлозной биомассы в этанол и другие основные химические продукты. В документе EP 2623607 A1 описан способ получения, например, этанола из целлюлозной биомассы, в котором поток мгновенного испарения, полученный предварительной обработкой целлюлозного материала при высоком давлении, повторно используется при дистилляции этанола (извлечение продукта).

Для осуществления указанных процессов в промышленном масштабе особенно желательно передавать максимально количество энергии, углерода и массы, содержащейся в возобновляемом исходном сырье, в желательные конечные продукты. Кроме того, согласно наступающей осведомленности об экологических проблемах, более чистые способы производства будут сильно востребованы. В настоящее время ни в одном из описанных способов превращения эти показатели не были реализованы в значительной степени.

Таким образом, существует потребность в дополнительных способах превращения материала биомасс в целевые химические соединения, в которых не наблюдаются указанные недостатки.

Раскрытие изобретения

Неожиданно авторы настоящего изобретения обнаружили, что указанные недостатки могут быть преодолены с помощью способа получения целевых химических соединений из целлюлозного материала, включающего в себя стадии, на которых:

- a) осуществляют обработку целлюлозного материала с использованием водяного пара;
- b) отделяют водяной пар, содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение, от обработанного целлюлозного материала;
- c) направляют отделенный водяной пар в устройство выделения;
- d) выделяют фазу, содержащую по меньшей мере одно целевое химическое соединение, из водяного пара;
- e) подвергают водяной пар стадии утилизации.

Способ получения целевых химических соединений из целлюлозного материала настоящего изобретения является особенно выгодным, так как имеет высокую эффективность, поскольку из исходного материала можно получить одно или несколько целевых химических соединений: например, (предварительно) обработанный целлюлозный материал может быть дополнительно переработан в соответствии с процессом производства биоэтанола. Кроме того, из водяного пара можно выделить одно или несколько других соединений. Получение химических соединений из целлюлозного материала согласно настоящему изобретению также является весьма выгодным, так как водяной пар после предварительной обработки целлюлозного материала повторно используется в виде энергии водяного пара, которая может быть передана в различные другие области применения в рамках или вне фактического способа получения, а также в виде технологической воды после повторного использования и/или конденсации, что дает существенный вклад в снижение стоимости производства.

В рамках настоящего изобретения, термин "целлюлозный материал" следует понимать, как включающий все виды материалов, известные специалистам в этой области техники, которые содержат цел-

люлозу, гемицеллюлозу или лигноцеллюлозу. Предпочтительно "целлюлозный материал" выбирают из "лигноцеллюлозного материала".

В рамках настоящего изобретения термин "лигноцеллюлозный материал" следует понимать, как включающий все виды материалов, известные специалистам в этой области техники, которые содержат лигноцеллюлозу. В рамках настоящего изобретения термины "материал, содержащий лигноцеллюлозу", "биомасса, содержащая лигноцеллюлозу", "лигноцеллюлозный материал" и "лигноцеллюлозная биомасса" следует понимать как синонимы. Особенно предпочтительные лигноцеллюлозные материалы согласно настоящему изобретению включают древесину, солому и/или лузгу злаков, кукурузную солому, багассу, овсяную шелуху, прутьевидное просо, целлюлозу, сырую бумажную массу (полученную из целлюлозно-бумажного производства) и их смеси. Альтернативные источники или дополнительные компоненты могут содержать один или несколько следующих компонентов: очищенную целлюлозу, пульпу, молочную сыворотку, мелассы или сахара, такие как глюкоза и лактоза. В предпочтительном варианте осуществления лигноцеллюлозный материал содержит по меньшей мере 25 мас.%, предпочтительно по меньшей мере 40 мас.%, более предпочтительно по меньшей мере 70 мас.%, еще более предпочтительно по меньшей мере 80 мас.% и наиболее предпочтительно по меньшей мере 90 мас.% лигноцеллюлозы. Следует понимать, что лигноцеллюлозный материал может также содержать другие соединения, такие как белковый материал, крахмал, сахара, такие как способные к сбраживанию сахара и/или не способные к сбраживанию сахара.

В рамках настоящего изобретения выражение "обработка целлюлозного материала с использованием водяного пара" следует понимать, как любое воздействие водяного пара, известное специалисту в этой области техники, как подходящее для способа согласно изобретению, причем оно может комбинироваться с любым видом методов механической, биологической, химической и/или физической обработки, которые известны специалисту в этой области техники, как подходящее для способа согласно изобретению. В рамках предпочтительного варианта осуществления, обработка целлюлозного материала проводится под действием водяного пара при повышенном давлении и более предпочтительно проводится как "паровой взрыв". Если лигноцеллюлозный материал используется в рамках способа согласно изобретению, использование водяного пара приводит к по меньшей мере частичному удалению и отделению гемицеллюлозы от целлюлозы, и разрушению и удалению лигниновой оболочки для того, чтобы снизить степень кристалличности целлюлозы и таким образом, повысить доступность площади поверхности целлюлозы и/или увеличить размер пор целлюлозы.

Согласно настоящему изобретению, термин "паровой взрыв" предпочтительно включает в себя гидротермальную обработку под давлением при температуре от 60 до 350°C, предпочтительно от 80 до 300°C, особенно предпочтительно от 120 до 250°C и наиболее предпочтительно от 150 до 220°C материала, содержащего лигноцеллюлозу, в присутствии или отсутствии кислотного (такого как H_2SO_4 , HCl , H_3PO_4) или основного/щелочного (такого как NH_4OH , $NaOH$, KOH , известь) катализаторов, которые добавляются в концентрации от 0,01 до 15 мас.%, предпочтительно от 0,05 до 12,5 мас.%, более предпочтительно от 0,1 до 10 мас.% и наиболее предпочтительно от 0,25 до 7,5 мас.%. В предпочтительном варианте настоящего изобретения давление предпочтительно выбирают равным от 1 до 100 бар, предпочтительно от 2 до 50 бар, также предпочтительно от 3 до 25 бар и наиболее предпочтительно от 5 до 15 бар. В ходе парового взрыва время реакции следует выбирать от 10 с до 2 ч, предпочтительно от 1 мин до 1,5 ч, и наиболее предпочтительно от 5 мин до 1 ч. Выбор водяного параметров в рамках этих предпочтительных условий обеспечивает эффективное превращение компонентов биомассы и приводит к идеальному исходному материалу, например, для последующего ферментативного гидролиза в процессе получения биоэтанола. В рамках особенно предпочтительного варианта осуществления обработка "механическим измельчением" целлюлозного материала проводится до или в ходе обработки путем парового взрыва, при этом механическое измельчение выбирают из группы, состоящей из механической обработки, размалывания, дробления, раздавливания, обработки резанием, облучения, измельчения и их комбинации.

Процессы обработки, подходящие для способа настоящего изобретения, следует проводить в подходящих устройствах, которые известны специалисту в этой области техники. Устройство, подходящее для проведения парового взрыва, может быть сосудом любого типа, таким как реактор периодического действия, но паровой взрыв также может быть осуществлен в шнековом реакторе, предпочтительно в непрерывном шнековом реакторе.

В предпочтительном варианте осуществления содержание твердых веществ в обработанном целлюлозном материале составляет вплоть до 75 мас.%, предпочтительно от 25 до 65 мас.% и особенно предпочтительно от 40 до 55 мас.%.

Отделение водяного пара, содержащего по меньшей мере одно целевое химическое соединение в соответствии со стадией b) способа согласно изобретению, может быть осуществлено с помощью любого устройства и/или метода, известного специалисту в этой области техники, как подходящее для способа изобретения. В рамках предпочтительного варианта осуществления способа, отделение водяного пара осуществляется с использованием устройства отделения водяного пара, такого как циклон под давлением или механическое устройство разделения газа-твердого вещества ("Механический сепаратор водяного пара"). Разделение при повышенном давлении обеспечивает эффективное отделение летучих продуктов

и энергетически более эффективное использование водяного пара на других стадиях процесса. В циклоне под давлением материал разделяется гравиметрически, путем тангенциального введения водяного пара, содержащего твердое вещество, в циклон. Давление предпочтительно выбирают от 2 до 10 бар, особенно предпочтительно от 3 до 8 бар и наиболее предпочтительно от 4,5 до 5,5 бар. Благодаря различию плотностей, водяной пар покидает циклон вверх, а твердые вещества выходят вниз. Механическое устройство разделения газа-твердого вещества работает с вращающейся турбиной, в которой накапливаются твердые частицы, в то время как газообразная фаза водяного пара покидает устройство вверх, благодаря различию плотности. В указанном устройстве обеспечивается минимальный перенос твердого вещества в паровую фазу.

После отделения водяного пара от обработанного целлюлозного материала, такой предварительно обработанный целлюлозный материал в дальнейшем может быть перемещен в другой сосуд, где происходит процесс осахаривания, и/или используется в качестве исходного материала в процессе получения биоэтанола. Подходящие процессы осахаривания известны из уровня техники. Особенно подходящий процесс описан в документах EP 2471940 и EP 2134850, который разработан авторами изобретения и включен в описание как ссылка.

Водяной пар, использованный при обработке в соответствии со стадией а) способа согласно изобретению, который был определен выше, может содержать одно или несколько из следующих химических соединений: фенольные соединения, фураны, 4-гидроксibenзиловый спирт, 4-гидроксibenзальдегид, 4-гидроокси-бензойная кислота, триметилбензальдегид, 2-фуранкарбоновая кислота, кумариновая кислота, феруловая кислота, фенол, гваякол, вератрол, пирогаллол, монометиловый эфир пирогаллола, ванилиновый спирт, ванилин, изованилин, ванилиновая кислота, изованилиновая кислота, гомованилиновая кислота, вератриловый спирт, вератриловый альдегид, вератровая кислота, 2-оксиметилгалловая кислота, сиригиловый спирт, сиригиловый альдегид, сиригиловая кислота, триметилгалловая кислота, гомока-техин, этилванилин, креозол, п-метиланизол, анисовый альдегид, анисовая кислота, фурфурол, гидроксиметилфурфурол, 5-гидроксиметилфурфурол, муравьиная кислота, уксусная кислота, левулиновая кислота, коричная кислота, кониферилловый альдегид, изоэвгенол, гидрохинон и эвгенол.

Многие из этих соединений являются ингибиторами или даже являются токсичными для возможного последующего применения водяного пара и/или технологической воды, но они также являются ценными целевыми химическими продуктами, такими как фурфурол, гидроксиметилфурфурол, 5-гидроксиметилфурфурол или органические кислоты, такие как уксусная кислота.

В соответствии со стадией с) способа настоящего изобретения, водяной пар, отделенный от обработанного целлюлозного материала, затем направляют в устройство выделения с целью выделения и накопления одного или нескольких из указанных соединений. В устройстве выделения или с использованием устройства выделения, разделяются фаза, содержащая по меньшей мере одно целевое химическое соединение, и водяной пар.

Это направление может быть осуществлено любым методом, известным специалисту в этой области техники, который подходит для способа изобретения, и предпочтительно проводится путем направления по трубопроводам.

Выделение в соответствии со стадией d) способа согласно изобретению может быть осуществлено любым методом, известным специалисту в этой области техники, подходящим для способа изобретения. Предпочтительно выделение проводят с использованием устройства выделения. В рамках особенно предпочтительного варианта осуществления устройство выделения предпочтительно содержит устройство ректификации (такое как ректификационная колонна), или адсорбционную колонну, или газопроницаемую мембрану. В вариантах осуществления настоящего изобретения, где устройство выделения содержит больше одного компонента (такое как, например, ректификационное устройство, адсорбционная колонна или газопроницаемая мембрана) эти компоненты называются "участки". Тогда ректификационное устройство (или адсорбционная колонна или газопроницаемая мембрана) называется "первый участок".

Ректификационная колонна (фракционирующая колонна, колонна фракционирования, фракционная колонна - все эти термины используются как синонимы в рамках настоящего изобретения), которая предпочтительно используется в качестве первого участка устройства выделения в способе согласно настоящему изобретению, обеспечивает разделение соединений с близкой летучестью.

В типичном ректификационном устройстве, которое является подходящим для способа изобретения, водяной пар, содержащий целевое химическое соединение (соединения) поднимается вверх по колонне. Водяной пар конденсируется, например, на стеклянных выступках (таких как поддоны или тарелки) внутри колонны, и возвращается в дистилляционный сосуд в качестве орошения для поднимающегося потока дистиллята. Наиболее горячая тарелка находится на дне колонны, а наиболее холодная тарелка находится наверху. В условиях стационарного состояния, водяной пар и жидкость на каждой тарелке находятся в равновесии. Только наиболее летучее химическое (целевое) соединение остается в газообразной фазе на всем пути вверх, где затем это соединение проходит через конденсатор, в котором газообразное целевое химическое соединение охлаждается, пока оно не конденсируется с образованием жидкого дистиллята. Разделение можно усилить путем добавления большего числа тарелок (до практического ограничения по теплу, потоку и др.). В рамках предпочтительного варианта осуществления ректификации

кационная колонна содержит от 1 до 100, предпочтительно от 5 до 80, более предпочтительно от 10 до 60 и наиболее предпочтительно от 15 до 30 поддонов или тарелок, которые более предпочтительно изготовлены из нержавеющей стали, керамических материалов или пластиков. Предпочтительно температуру в ректификационной колонне выбирают от 110 до 180°C, предпочтительно от 120 до 160°C и наиболее предпочтительно от 125 до 140°C. Давление в ректификационной колонне предпочтительно выбирают от 1 до 6,5 бар, предпочтительно от 2 до 5 бар и наиболее предпочтительно от 3 до 4 бар. В рамках другого предпочтительного варианта ректификационная колонна выполнена в виде колонны с насадкой, содержащей от 1 до 50 пакетов насадки, предпочтительно от 2 до 20 пакетов насадки, более предпочтительно от 2 до 10 пакетов насадки.

Кроме того, выделение в соответствии со стадией d) способа согласно изобретению может быть осуществлено с использованием адсорбционной колонны. Подходящие адсорбенты, которые могут быть использованы в колонне можно выбрать из цеолитов, таких как бета- или MFI-цеолиты, силикалиты, диоксид кремния, бентонит, силикалит, глина, гидротальцит, алюмосиликалит, алюминат, клиноптолит, гисмондин, активированный уголь, монтмориллонит, органические полимеры, политетрафторэтилен (ПТФЭ, Тефлон) и их смеси.

Выделение в соответствии со стадией d) способа согласно изобретению также может быть осуществлено с использованием газопроницаемой мембраны.

Таким образом, ректификационная колонна является предпочтительной, поскольку энергия водяного пара в основном не изменяется и может быть повторно использована в дополнительных применениях.

В рамках особенно предпочтительного варианта осуществления устройство выделения дополнительно содержит паропреобразователь в качестве второго участка для конденсации и дополнительной очистки соответствующей фазы и конкретного целевого химического соединения. Указанный паропреобразователь может быть выбран из испарителя с падающей пленкой, теплообменника, пластинчатого теплообменника, испарителя с принудительной циркуляцией пара. Таким образом, использование паропреобразователя в устройстве выделения является особенно предпочтительным, поскольку водяной пар будет конденсироваться, что обеспечивает легкое отделение по меньшей мере одного целевого химического соединения.

В дополнительном особенно предпочтительном варианте осуществления устройство выделения, кроме того, содержит декантатор, в качестве третьего участка, что дополнительно улучшает разделение по меньшей мере одного целевого химического соединения и оставшейся водной фазы. Подходящие декантаторы можно выбрать из механических декантаторов, центрифуг, сосудов для декантации, устройств для адсорбции, хроматографических устройств, устройств дополнительной ректификации и устройств дистилляции, хотя сосуды для декантации являются особенно предпочтительными.

В рамках особенно предпочтительного варианта способа согласно настоящему изобретению, конденсированная и/или декантированная водная фаза (в последующем "остаточная фаза") затем (повторно) перемещается на первый участок устройства выделения, например, в ректификационную колонну или адсорбционную колонну. Путем перемещения остаточной фазы обратно на первый участок устройства выделения, может быть выделено небольшое количество целевого химического соединения во втором или третьем цикле разделения (таком как ректификация или адсорбция), что приводит к дополнительному улучшению эффективности и рентабельности способа.

В рамках более предпочтительного варианта осуществления способа согласно изобретению, стадию утилизации e) выбирают из выпаривания, сушки и дистилляционного нагревания, стерилизации сосудов, генерации электричества с помощью турбины или форсунки. Таким образом, водяной пар направляется из устройства выделения для дальнейшего применения, такого как выпаривание, сушка и дистилляция, которое может быть частью, например, водяного параллельного процесса осахаривания обработанного целлюлозного материала или частью водяного параллельного процесса получения биоэтанола, как описано ранее. Что касается использования водяного пара в процессе получения биоэтанола, в соответствии с конкретным предпочтительным вариантом осуществления, водяной пар может направляться в устройство сушки для высушивания содержащей лигнин остаточной фракции процесса получения биоэтанола или направляться в дистилляционное устройство для извлечения полученного спирта в процессе биоэтанола.

В рамках стадии e), использованный водяной пар или автоматически конденсируется в результате соответствующего применения, или может быть направлен в отдельный конденсатор в соответствии со стадией f) способа согласно изобретению. Затем конденсированный водяной пар можно снова использовать в качестве технологической воды в способе изобретения или в других процессах, и предпочтительно водяной пар направляют для обработки целлюлозного материала в соответствии со стадией a) способа согласно изобретению. Поскольку из водяного пара практически удалены токсичные и/или ингибирующие соединения, такие как фурфурол, конденсированный водяной пар является подходящим для многих последующих областей применения, и его также можно использовать в качестве технологической воды на стадиях гидролиза или ферментации процесса осахаривания или процесса получения биоэтанола. В рамках предпочтительного варианта осуществления конденсированный водяной пар используется в качестве технологической воды, и ее рециркулируют в реактор обработки. Предпочтительно способ согласно настоящему изобретению дополнительно включает в себя стадию, на которой:

g) осуществляют рециркуляцию конденсированного водяного пара со стадии f) на стадию a) способа.

В рамках другого аспекта настоящего изобретения, утилизация энергии водяного пара может быть также осуществлена до выделения фазы, содержащей по меньшей мере одно целевое химическое соединение. Соответствующий вариант способа включает в себя стадии, на которых:

- a) осуществляют обработку целлюлозного материала с использованием водяного пара;
- b) отделяют водяной пар, содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение, от обработанного целлюлозного материала;
- b1) подвергают отделенный водяной пар стадии утилизации;
- c1) направляют поток подвергнутого утилизации водяного пара в устройство отделения;
- d1) выделяют фазу, содержащую по меньшей мере одно целевое химическое соединение, из потока подвергнутого утилизации водяного пара;
- g1) осуществляют рециркуляцию потока со стадии d1).

Таким образом, стадии a) и b) проводят в соответствии с определениями и предпочтительными вариантами осуществления, которые описаны ранее.

Таким образом, стадию b1) проводят в соответствии с определениями и предпочтительными вариантами осуществления, которые описаны ранее в связи со стадией e). Следовательно, особенно предпочтительно, чтобы использование отделенного водяного пара включало автоматическую конденсацию водяного пара. В случае, когда использование не приводит к конденсации водяного пара, в рамках предпочтительного осуществления соответствующего варианта способа, водяной пар будет направляться в конденсатор до стадии c1).

Затем конденсированный пар (поток подвергнутого утилизации водяного пара) направляют в устройство выделения в соответствии со стадией c1). Таким образом, стадия c1) проводится в соответствии с определениями и предпочтительными вариантами осуществления, которые описаны ранее в связи со стадией c).

Таким образом, стадия d1) проводится в соответствии с определениями и предпочтительными вариантами осуществления, которые описаны ранее в связи со стадией d). Кроме того, выделение по меньшей мере одного целевого химического соединения может быть осуществлено путем фильтрации, такой как нанофильтрация или диффузионное испарение с использованием, например, полидиметилсилоксановой (PDMS), силиконовой, полиуретанмочевинной (PUU) мембраны или путем промывки потока.

Таким образом, стадия g1) проводится в соответствии с определениями и предпочтительными вариантами осуществления, которые описаны ранее в связи с рециркуляцией конденсированного водяного пара в соответствии со стадией g). Конденсированный водяной пар или поток в соответствии со стадией d1) является подходящим для многих дальнейших применений, а также может быть использован в качестве технологической воды на стадиях гидролиза или ферментации процесса осахаривания или получения биоэтанола. В рамках предпочтительного варианта осуществления поток со стадии d1) используется в качестве технологической воды и рециркулируется в реактор обработки в соответствии со стадией g), которая описана ранее.

В рамках другого аспекта настоящее изобретение относится к установке для осуществления способа получения целевых химических соединений из целлюлозного материала, который определен ранее, которое содержит:

- (i) реактор для обработки целлюлозного материала в соответствии со стадией a) способа согласно изобретению;
- (ii) устройство отделения водяного пара для отделения водяного пара, содержащего по меньшей мере одно целевое химическое соединение, от обработанного целлюлозного материала в соответствии со стадией b) способа согласно изобретению;
- (iii) устройство выделения для выделения фазы, содержащей по меньшей мере одно целевое химическое соединение, из водяного пара в соответствии со стадией d) или d1) способа согласно изобретению;
- (iv) устройство утилизации водяного пара для использования энергии водяного пара.

Реактор (i) может быть любым реактором, известным специалисту в этой области техники, который является подходящим для установки изобретения, и предпочтительно его выбирают из реактора периодического действия, шнекового реактора, предпочтительно непрерывного шнекового реактора.

В рамках особенно предпочтительного варианта осуществления, устройство выделения предпочтительно содержит ректификационное устройство (такое как ректификационная колонна), или адсорбционную колонну, или фильтрационную мембрану, или мембрану диффузионного испарения, или газопроницаемую мембрану. В вариантах осуществления настоящего изобретения, в которых устройство выделения содержит больше одного компонента (например, такое как ректификационное устройство), указанные компоненты называют "участками". Тогда, например, ректификационное устройство называется "первым участком". Таким образом, особенно предпочтительно, чтобы устройство выделения содержало ректификационное устройство в качестве первого участка.

В рамках другого предпочтительного варианта осуществления установки изобретения, устройство выделения дополнительно содержит паропреобразователь, в качестве второго участка, для конденсации и дополнительной очистки соответствующей фазы и конкретного целевого химического соединения. В

рамках другого предпочтительного варианта осуществления, устройство выделения дополнительно содержит декантатор, в качестве третьего участка, для конденсации подвергнутого утилизации водяного пара. Декантатор может быть любым устройством, известным специалисту в этой области техники, которое является подходящим для установки изобретения, и предпочтительно его выбирают из механических декантаторов, центрифуг, декантирующих резервуаров, адсорбционных устройств, хроматографических устройств, устройств дополнительной ректификации, дистилляционных устройств, причем декантирующие резервуары являются особенно предпочтительными. Первый, второй и/или третий участки могут быть расположены в рамках одного узла или также могут быть расположены последовательно (один за другим). В рамках особенно предпочтительного варианта осуществления устройство выделения (iii) содержит три (первый, второй и третий) участка, которые расположены один за другим.

В рамках другого предпочтительного варианта осуществления, установка изобретения дополнительно содержит конденсатор (v), который предпочтительно расположен после паропреобразователя и конденсирует водяной пар, поступающий из устройства (iv) утилизации водяного пара. Установки, содержащие конденсатор, являются предпочтительными в области применения, где из устройства (iv) утилизации водяного пара не выделяется уже конденсированный водяной пар или где утилизация водяного пара в рамках стадии e) способа согласно изобретению не включает конденсацию. Конденсация подвергнутого утилизации водяного пара - или автоматическая, или с помощью конденсатора - является особенно предпочтительной, поскольку полученная таким образом вода может быть дополнительно использована в качестве технологической воды на различных последующих стадиях процесса (в рамках того же или другого процесса).

Устройство (iv) утилизации водяного пара может быть любым устройством, известным специалисту в этой области техники, которое является подходящим для установки изобретения, и предпочтительно его выбирают из испарителя, дистилляционного устройства, высушивающего устройства, нагревающего устройства, например, для стерилизации резервуаров, турбины, например, для генерации электричества или форсуночки.

В последующем описаны особенно предпочтительные варианты осуществления настоящего изобретения, которые не следует понимать, как ограничивающие изобретение в любом аспекте.

Особенно предпочтительный вариант 1.

Способ получения целевых химических соединений из лигноцеллюлозного материала, включающий в себя стадии, на которых:

- a) осуществляют обработку лигноцеллюлозного материала с использованием водяного пара;
 - b) отделяют водяной пар, содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение, от обработанного лигноцеллюлозного материала;
 - c) направляют отделенный водяной пар в устройство выделения;
 - d) осуществляют выделение фазы, содержащей по меньшей мере одно целевое химическое соединение, от водяного пара;
 - e) подвергают водяной пар стадии утилизации;
- в котором выделение в соответствии со стадией d) осуществляют с использованием ректификационной колонны и в котором особенно предпочтительно выделенную фазу, содержащую по меньшей мере одно целевое химическое соединение, затем направляют из ректификационной колонны в паропреобразователь для конденсации и в последующий декантатор. Таким образом, особенно предпочтительно, чтобы декантированная фаза, не содержащая по меньшей мере одно целевое химическое соединение, подвергалась рециркуляции в ректификационную колонну, и таким образом, она может быть дополнительно очищена (удаление оставшихся следов по меньшей мере одного целевого химического соединения). Обработку лигноцеллюлозного материала в соответствии со стадией a) предпочтительно осуществляют путем парового взрыва.

Особенно предпочтительный вариант 2.

Способ, который описан в соответствии с предпочтительным вариантом 1, который дополнительно включающий в себя стадии, на которых:

- f) осуществляют конденсацию подвергнутого утилизации водяного пара со стадии e), и/или
- g) осуществляют рециркуляцию конденсированного водяного пара со стадии f) на стадию a) способа.

Особенно предпочтительный вариант 3.

Способ получения целевых химических соединений из лигноцеллюлозного материала, включающий в себя стадии, на которых:

- a) осуществляют обработку лигноцеллюлозного материала с использованием водяного пара;
- b) отделяют водяной пар, содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение, от обработанного лигноцеллюлозного материала;
- b1) подвергают отделенный водяной пар стадии утилизации;
- c1) направляют поток подвергнутого утилизации водяного пара в устройство выделения;
- d1) осуществляют выделение фазы, содержащей по меньшей мере одно целевое химическое соединение, из потока подвергнутого утилизации водяного пара;
- g) осуществляют рециркуляцию потока со стадии d1) на стадию a) способа;

в котором выделение в соответствии со стадией d1) осуществляют путем фильтрации, такой как нанофильтрация или диффузионное испарение, с использованием,

например, полидиметилсилоксановой (PDMS), силиконовой, полиуретанмочевинной (PUU) мембраны или промывки потока. Обработка лигноцеллюлозного материала в соответствии со стадией а) предпочтительно осуществляют путем парового взрыва. Таким образом, особенно предпочтительно, чтобы утилизация отделенного водяного пара включала автоматическую конденсацию водяного пара. В случае, когда утилизация не приводит к конденсации водяного пара, в рамках предпочтительного варианта осуществления соответствующего способа, водяной пар направляют в конденсатор до стадии с1).

Особенно предпочтительный вариант 4.

Установка для осуществления способа получения целевых химических соединений из лигноцеллюлозного материала, содержащая:

(i) реактор для обработки лигноцеллюлозного материала в соответствии со стадией а) способа согласно изобретению;

(ii) устройство отделения водяного пара для отделения водяного пара, содержащего по меньшей мере одно целевое химическое соединение, от обработанного целлюлозного материала в соответствии со стадией b) способа согласно изобретению;

(iii) устройство выделения для выделения фазы, содержащей по меньшей мере одно целевое химическое соединение, из водяного пара в соответствии со стадией d) способа согласно изобретению;

(iv) устройство утилизации водяного пара для использования энергии водяного пара;

в которой устройство выделения содержит три участка, такие как ректификационная колонна (первый участок), паропреобразователь (второй участок) и декантатор (третий участок).

Пример и фигуры

Теперь настоящее изобретение будет описано с помощью следующих примера и фигур. Пример и фигуры приведены только для иллюстрации, и не следует считать, что они ограничивают изобретение.

На фиг. 1 показан пример устройства и соответствующего способа настоящего изобретения.

На фиг. 2A показано устройство выделения и входящие и выходящие технологические потоки.

На фиг. 2B показан предпочтительный вариант осуществления устройства выделения и соответствующие детали процесса, включающего три различных участка.

На фиг. 3 показан пример установки и соответствующего варианта способа настоящего изобретения.

На фиг. 4 показано относительное содержание фурфурола до и после адсорбции, а также выход фурфурола согласно способу изобретения, который описан в примере 1.

Фиг. 1 иллюстрирует типичную установку для осуществления способа настоящего изобретения, в которой в реактор (1) обработки поступают три технологических потока -поток, содержащий целлюлозный материал (1A), поток, содержащий водяной пар (1B), и поток, содержащий технологическую воду (1C), которая может быть рециркулированным конденсатом водяного пара из устройства (4) использования водяного пара. Затем обработанный целлюлозный материал, содержащий водяной пар, перемещается с другим технологическим потоком (1D) в устройство (2) отделения водяного пара. Два технологических потока выходят из устройства (2) отделения водяного пара, - поток обработанного целлюлозного материала (2A) и поток, содержащий водяной пар и по меньшей мере одно целевое химическое соединение (2B). Затем поток, содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение (2B), направляют в устройство выделения (3). Из устройства выделения (3) выходят два технологических потока, - поток, содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение (3A), и поток, содержащий оставшийся очищенный водяной пар (3B). Затем поток, содержащий очищенный водяной пар (3B), направляют в устройство (4) утилизации водяного пара, и конденсированный водяной пар (4A) из устройства (4) утилизации водяного пара подвергают рециркуляции в реактор (1) обработки, чтобы использовать в качестве технологической воды.

На фиг. 2A показано устройство выделения (3) и входящие и выходящие технологические потоки: технологический поток (2B) водяного пара из отделяющего устройства, выходящий технологический поток (3A), содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение, и выходящий технологический поток (3B), который содержит очищенный водяной пар (водяной пар, из которого удалено по меньшей мере одно целевое химическое соединение).

На фиг. 2B показан предпочтительный вариант осуществления устройства выделения (3). В рамках этого предпочтительного варианта, устройство выделения (3) содержит три различных участка, таких как ректификационная колонна (первый участок) (3.1), паропреобразователь (второй участок) (3.2) и декантатор (третий участок) (3.3). В рамках этого предпочтительного варианта, поток (3.1A), содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение, выходящий из ректификационной колонны (3.1), направляют в конденсатор (3.2), такой как, например, паропреобразователь, и затем конденсированный водяной пар/технологический поток (3.2A), выходящий из конденсатора (3.2), направляют в декантатор (3.3), с помощью которого разделяются фаза/поток, содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение (3A), и оставшийся водный поток (3.3A). Затем поток (3D) подвергают рециркуляции в ректификационную колонну (3.1).

Фиг. 3 иллюстрирует типичную установку для осуществления способа настоящего изобретения, в

которой в реактор (1) для обработки поступают три технологических потока, поток, содержащий целлюлозный материал (1А), поток содержащий водяной пар (1В), и поток, содержащий технологическую воду (1С), которая может быть рециркулированным конденсатом водяного пара из устройства (4) использования водяного пара. Затем обработанный целлюлозный материал, содержащий водяной пар, направляют с другим технологическим потоком (1D) в устройство (2) отделения водяного пара. Два технологических потока выходят из устройства (2) отделения водяного пара, -поток обработанного целлюлозного материала (2А) и поток, содержащий водяной пар и по меньшей мере одно целевое химическое соединение (2В). Затем поток, содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение (2В), направляют в устройство (4) утилизации водяного пара. В рамках устройства (4) утилизации водяного пара, водяной пар конденсируется, благодаря утилизации, и выходит в виде потока (4С), содержащего по меньшей мере одно целевое химическое соединение. Затем поток (4С), содержащий по меньшей мере одно целевое химическое соединение, направляют в устройство выделения (3). Два технологических потока выходят из устройства (3) выделения, - поток (3Аi), содержащий повышенную концентрацию по меньшей мере одного целевого химического соединения, и очищенный водный поток (3С). Затем очищенный водный поток (3С) подвергают рециркуляции в реактор (1) обработки, чтобы использовать в качестве технологической воды.

Пример 1.

Солому злаков с содержанием сухого вещества 45% обрабатывают путем парового взрыва (при 220°C). Водяной пар, извлеченный в ходе предварительной обработки, содержит некоторое количество фурфурола. Фурфурол извлекается из водяного пара с использованием адсорбционной колонны (Gassner Glastechnik, Deutschland) в качестве устройства выделения, содержащего 500 г цеолита в качестве адсорбирующего материала (ZSM-5, в H-форме, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=1000$; инертное связующее, производство фирмы Clariant AG). С этой целью, водяной пар прокачивается через адсорбционную колонну со скоростью 0,5 л/мин в течение 5 ч. Содержание фурфурола в водяном паре до и после адсорбции определяется методом газовой хроматографии. Содержание фурфурола в водяном паре снижается до 54,3%, таким образом, фурфурол получают с выходом 45,7%.

Результаты показаны на фиг. 4.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения фурфурола из лигноцеллюлозного материала, включающий в себя стадии, на которых:

- a) осуществляют обработку лигноцеллюлозного материала с использованием водяного пара;
- b) отделяют водяной пар, содержащий фурфурол, от обработанного лигноцеллюлозного материала;
- c) направляют отделенный водяной пар в устройство выделения;
- d) осуществляют выделение фурфурола из водяного пара;
- e) подвергают водяной пар стадии утилизации, представляющей собой нагревание.

2. Способ по п.1, в котором выделение осуществляют путем адсорбции.

3. Способ по любому из пп.1, 2, дополнительно включающий стадию, на которой:

- f) осуществляют конденсацию подвергнутого утилизации водяного пара со стадии e).

4. Способ по любому из пп.1-3, дополнительно включающий стадию, на которой:

- g) осуществляют рециркуляцию подвергнутого утилизации водяного пара.

5. Способ по п.4, в котором подвергнутый утилизации водяной пар подвергают рециркуляции на стадию a) способа.

6. Способ получения фурфурола из лигноцеллюлозного материала, включающий стадии, на которых:

- a) осуществляют обработку лигноцеллюлозного материала с использованием водяного пара;
- b) отделяют водяной пар, содержащий фурфурол, от обработанного лигноцеллюлозного материала;
- b1) подвергают отделенный водяной пар стадии утилизации, представляющей собой нагревание;
- c1) направляют поток подвергнутого утилизации водяного пара в устройство выделения;
- d1) осуществляют выделение фурфурола из потока подвергнутого утилизации водяного пара;
- g1) осуществляют рециркуляцию потока со стадии d1).

7. Установка для осуществления способа получения фурфурола из лигноцеллюлозного материала по любому из пп.1-6, содержащая:

(i) реактор для обработки лигноцеллюлозного материала в соответствии со стадией a) способа по любому из пп.1-6;

(ii) устройство отделения водяного пара для отделения водяного пара, содержащего фурфурол, от обработанного лигноцеллюлозного материала в соответствии со стадией b) способа по любому из пп.1-6;

(iii) устройство выделения для выделения фурфурола из водяного пара в соответствии со стадией d) способа по любому из пп.1-6;

(iv) устройство утилизации водяного пара, представляющее собой нагревающее устройство, для использования энергии водяного пара.

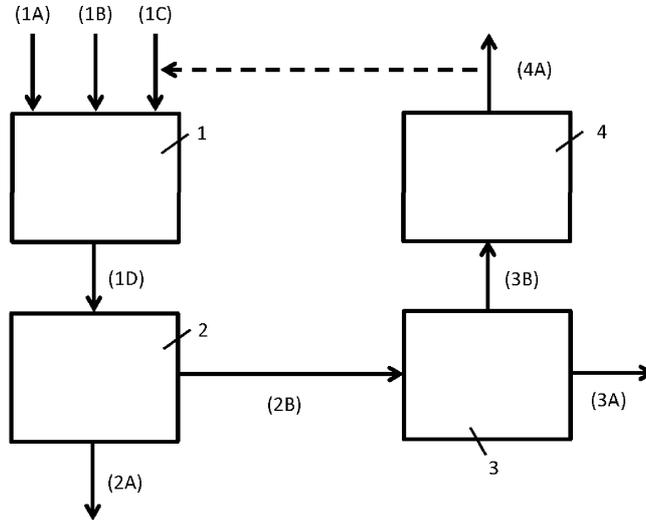
8. Установка по п.7, которая дополнительно содержит конденсатор (v) для конденсации подвергну-

того утилизации водяного пара.

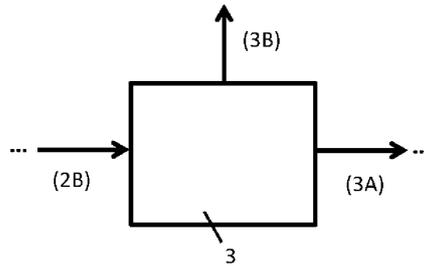
9. Установка по п.7 или 8, в которой устройство выделения (iii) включает ректификационную колонну.

10. Установка по любому из пп.7-9, в которой устройство выделения (iii) включает паропреобразователь.

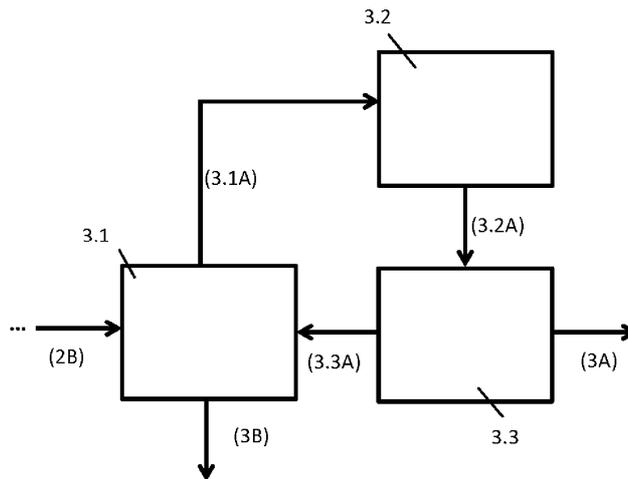
11. Установка по любому из пп.7-10, в которой устройство выделения (iii) включает декантатор.



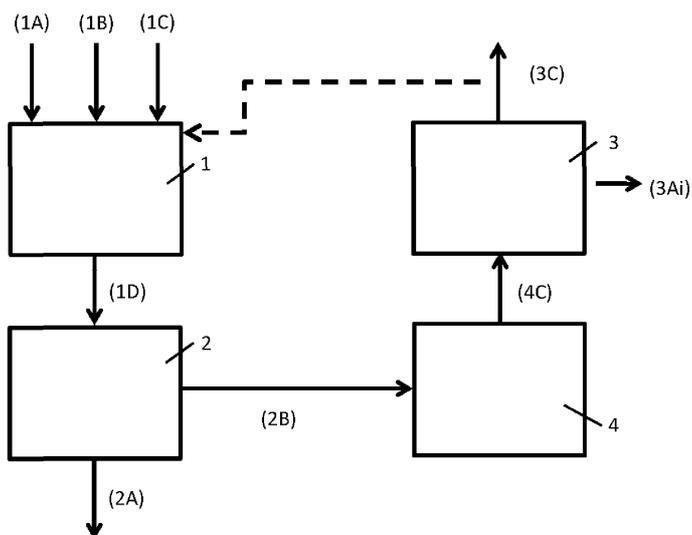
Фиг. 1



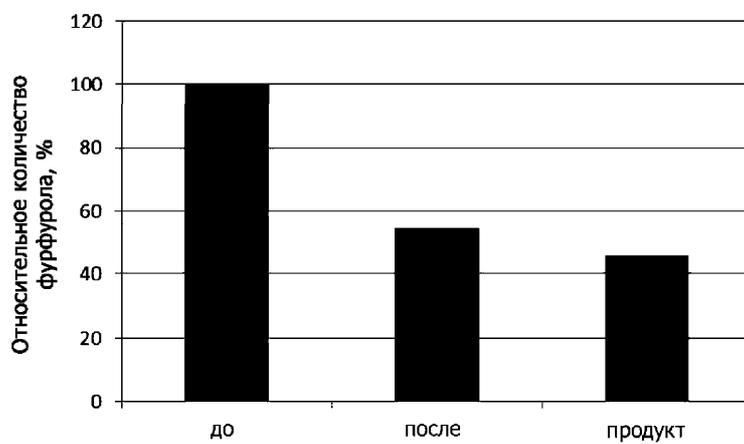
Фиг. 2А



Фиг. 2В



Фиг. 3



Фиг. 4

