



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104674585 B

(45)授权公告日 2017.03.29

(21)申请号 201510082886.3

D21C 3/20(2006.01)

(22)申请日 2015.02.15

D21C 7/00(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 王镜

申请公布号 CN 104674585 A

(43)申请公布日 2015.06.03

(73)专利权人 广西大学

地址 530004 广西壮族自治区南宁市西乡塘区大学东路100号

(72)发明人 陈小鹏 梁杰珍 王琳琳 韦小杰 王华生

(74)专利代理机构 北京中誉威圣知识产权代理有限公司 11279

代理人 王正茂

(51)Int. Cl.

D21C 3/04(2006.01)

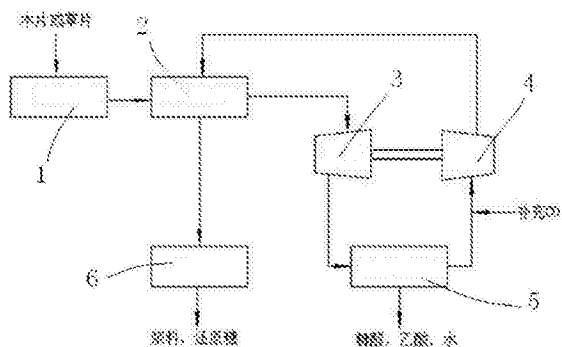
权利要求书1页 说明书9页 附图2页

(54)发明名称

跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法及装置

(57)摘要

本发明公开了一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:(1)准备原料,将水与木片或草片按质量比2:1~200:1相互混合,然后预热;(2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,反应器内的温度为80~500℃,压力为3~50MPa;反应器内的温度为80~500℃,反应压力为0.5~50.0MPa,使通入的CO<sub>2</sub>气体处于超临界状态或亚临界状态;(3)取出反应器中反应后的混合气体;(4)反应1~6h后,经减压后物料从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖。本发明以超/亚临界CO<sub>2</sub>溶解于水中作为质子酸替代烧碱或硫酸盐或亚硫酸盐进行化学法制浆,减少了重污染废水的排放,而本发明的制浆方法无黑液也无废气排放,是一种绿色环保的制浆方法。



1. 一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)准备原料,将水与木片或草片按质量比2:1~200:1相互混合,然后预热;

(2)跨临界CO<sub>2</sub>水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,反应器内的温度为80~500℃,压力为0.5~50MPa;

(3)跨临界膨胀压缩过程,取出反应器中反应后的混合气体连续不断地流进膨胀机,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,混合气体的流量为0~12000m<sup>3</sup>/h,将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为5℃~80℃,实现跨临界水解反应-分离耦合作用;膨胀机与透平压缩机连接,往透平压缩机内补充CO<sub>2</sub>气体,由膨胀机驱动透平压缩机把混合气体循环回流至反应器内;

(4)反应1~6h后,经减压后物料从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖。

2. 根据权利要求1所述的跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,其特征在于,所述步骤(3)中流出的气体经过膨胀机后,进入气液分离器进行分离,剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机。

3. 根据权利要求2所述的跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,其特征在于,气液分离器的温度为5~40℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~100m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。

4. 根据权利要求1所述的跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,其特征在于,所述步骤(2)往反应器内分1~10个阶段充入CO<sub>2</sub>。

5. 根据权利要求1所述的跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,其特征在于,所述的木片或草片为甘蔗渣、单竹、稻草或马尾松中的一种。

6. 一种用于跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置,其特征在于,包括:

反应器,其包括:多个加热管,设于反应器内部;以及气体分布器,其包括进气口和多个用于排气的喷头;

膨胀机,其与所述反应器连接;以及

透平压缩机,其与所述膨胀机连接,并通过所述膨胀机驱动所述透平压缩机工作,所述透平压缩机的出气口与所述反应器连接。

7. 根据权利要求6所述的用于跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置,其特征在于,所述气体分布器呈“L”型,其底端为圆环管状,在该圆环管上均匀设有多个用于排气的喷头,所述喷头倾斜设置。

8. 根据权利要求6所述的用于跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置,其特征在于,所述加热管为多个,呈平行均布在所述反应器内部;所述气体分布器有多个,所述多个气体分布器相互连通,所述每个气体分布器设在所述加热管之间。

9. 根据权利要求6所述的用于跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置,其特征在于,还包括:

预处理器,其与所述反应器连接,用于生产所需的原料进行预处理;

气液分离器,其与所述膨胀机连接;以及

喷放器,其于所述反应器连接,用于喷放出浆料和还原糖。

## 跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法及装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及造纸制浆领域,特别涉及一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法及装置。

### 背景技术

[0002] 纸和纸板是以纸浆为主造成的,而制浆方法可分为:化学法和机械法以及处于两者之间的化学机械法、半化学法。全世界纸浆产量中,化学浆占72.4%,机械浆占16.6%,其余约占11.0%。化学法制浆分为碱法和酸法,碱法包含石灰法和烧碱法。化学法制浆的主要目的是,尽可能多地脱除植物纤维原料中使纤维粘合在一起的胞间木素使之成为纸浆,制浆过程主要包含蒸煮、洗涤和漂白等工序。蒸煮工序是植物原料在烧碱或硫酸盐或亚硫酸盐存在下高温蒸煮,从而使植物纤维细胞壁中的木质素降解。植物纤维原料经蒸煮后得到大约50%的纸浆,另外50%左右的物质溶解在蒸煮液中而形成大量高浓度废液,对碱法制浆,这种废液叫黑液;对酸法制浆,这种废液称为红液。中国目前大部分造纸厂采用碱法制浆,其所排放的黑液是制浆过程中污染物浓度最高,色度最深的废水,其中含有大量的木质素和半纤维素等降解产物、色素、戊糖类、残碱和其它溶出物,大约每生产1吨纸浆要排放10吨黑液,不仅造成植物资源的浪费还导致严重的环境污染问题,是造纸工业最棘手的难题和研究热点。

[0003] 公开于该背景技术部分的信息仅仅旨在增加对本发明的总体背景的理解,而不应当被视为承认或以任何形式暗示该信息构成已为本领域一般技术人员所公知的现有技术。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,以超/亚临界CO<sub>2</sub>溶解于水中作为质子酸替代烧碱或硫酸盐或亚硫酸盐进行化学法制浆,减少了重污染废水的排放。

[0005] 本发明的另一目的在于提供一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置。

[0006] 为实现上述目的,本发明提供了一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0007] (1)准备原料,将水与木片或草片按质量比2:1~200:1相互混合,然后预热;

[0008] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,反应器内的温度为80~500℃,压力为0.5~50MPa;应器内的温度为80~500℃,反应压力为0.5~50.0MPa,使通入的CO<sub>2</sub>气体处于超临界状态或亚临界状态;

[0009] (3)取出反应器中反应后的混合气体;

[0010] (4)反应1~6h后,经减压后物料从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖。

[0011] 优选地,上述技术方案中,所述步骤(3)混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~12000m<sup>3</sup>/h,将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为5℃~80℃,膨胀机与透平压缩机连接,往透平压缩机内补充CO<sub>2</sub>气体,

再将混合气体通入反应器内。气体流量为0时,没有气体流出。

[0012] 优选地,上述技术方案中,所述步骤(3)中流出的气体经过膨胀机后,进入气液分离器进行分离,剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机。

[0013] 优选地,上述技术方案中,气液分离器的温度为5~40℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~100m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~10000m<sup>3</sup>/h。当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。

[0014] 优选地,上述技术方案中,所述步骤(2)往反应器内分1~10个阶段充入CO<sub>2</sub>。

[0015] 优选地,上述技术方案中,所述的木片或草片为甘蔗渣、单竹、稻草或马尾松中的一种。

[0016] 一种用于跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置,包括:反应器,其包括:多个加热管,设于反应器内部;以及气体分布器,其包括进气口和多个用于排气的喷头;膨胀机,其与所述反应器连接;以及透平压缩机,其与所述膨胀机连接,并通过所述膨胀机驱动所述透平压缩机工作,所述透平压缩机的出气口与所述反应器连接。

[0017] 优选地,上述技术方案中,所述气体分布器呈“L”型,其底端为圆环管状,在该圆环管上均匀设有多个用于排气的喷头,所述喷头倾斜设置。

[0018] 优选地,上述技术方案中,所述加热管为多个,呈平行均布在所述反应器内部;所述气体分布器有多个,所述多个气体分布器相互连通,所述每个气体分布器设在所述加热管之间。

[0019] 优选地,上述技术方案中,所述用于跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置,还包括:预处理器,其与所述反应器连接,用于生产所需的原料进行预处理;气液分离器,其与所述膨胀机连接;以及喷放器,其于所述反应器连接,用于喷放出浆料和还原糖。

[0020] 上述反应的机理如下:

[0021] 往反应器内充入CO<sub>2</sub>混合气体,CO<sub>2</sub>气体在反应器内不断地循环和鼓泡流动,在高温高压条件下,CO<sub>2</sub>处于超临界或亚临界状态。利用超/亚临界CO<sub>2</sub>溶解于水中形成质子酸对植物纤维中的木质素、戊糖类和半纤维等进行水解降解生成还原糖、糠醛和乙酸等,而且生成的糠醛与乙酸等挥发性产物、水蒸气被循环CO<sub>2</sub>夹带不断地从反应器流出并使膨胀机做功驱动透平压缩机4,以达到膨胀—压缩自循环。

[0022] 从反应器中采取出的气相通过膨胀机,流出的混合气体包括糠醛、乙酸、水蒸气和CO<sub>2</sub>。膨胀机与透平压缩机链接,由于反应器内的CO<sub>2</sub>处于超临界或亚临界状态,当气相被采取出进入膨胀机后,CO<sub>2</sub>从超临界状态或亚临界状态跃迁为低温低压常态,从超/亚临界状态跃迁为低温低压常态即称为跨临界状态。混合气体气体膨胀推动膨胀机做功,膨胀机与透平压缩机连接,膨胀机驱动压缩机工作。气相物料从膨胀机流经气液分离器进行冷凝和气液分离,所得液体为糠醛与乙酸的水溶液;气体主要是作为循环使用的CO<sub>2</sub>,该循环CO<sub>2</sub>与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后流回反应器。由于从反应器流出的气相含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸等,而加压循环的气体仅为不凝气体CO<sub>2</sub>,这是因为经膨胀机降压降温后,水、糠醛和乙酸蒸汽冷凝为液体从气液分离器分离出来,而用于循环的气体仅剩下不凝气体CO<sub>2</sub>的缘故,可见驱动膨胀机的气体流量大于透平压缩机加压循环气体的流量,亦即是说膨胀机做出的功大于透平压缩机所需的功,系统所需增加的能量是由反应器内加热盘管供给水的蒸发热能,因而本系统可实现膨胀—压缩自循环。

[0023] 由于植物纤维水解生成的糠醛和乙酸不断地流离反应器,从而消除了产物累积而引起的反馈抑制作用,打破了植物纤维中木质素、戊糖和半纤维素水解降解的化学平衡,使反应不断地朝着水解降解的方向进行,从而提高了水解降解反应速度和平衡转化率,实现水解降解反应-分离的耦合。又由于CO<sub>2</sub>在反应器中不断地循环流动,强化了植物纤维物料的鼓泡搅拌和热质传递,而且CO<sub>2</sub>还产生“超空泡”效应,最大限度地减少了物料、水和气之间的流动阻力,大大地提高了反应器的传热传质效果。况且,CO<sub>2</sub>还可以产生“同分子”效应,抑制浆料纤维素降解生成CO<sub>2</sub>的副反应,提高了木片或草片制浆的纸浆得率。

[0024] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0025] (1)以超/亚临界CO<sub>2</sub>溶解于水中作为质子酸替代烧碱或硫酸盐或亚硫酸盐进行化学法制浆,减少了重污染废水的排放,特别是中国大部分造纸厂是采用碱法制浆,每生产1吨纸浆要排放10吨黑液,而本发明的制浆方法无黑液也无废气排放,是一种绿色环保的制浆方法。

[0026] (2)本发明跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,采用跨临界CO<sub>2</sub>水解降解反应-分离耦合进行制浆,不仅生产纸浆还同时副产了糠醛、乙酸和还原糖,充分利用了木片或草片原料中含有的木质素、戊糖类和半纤维等资源制造出大宗有价值的化工产品,吃干榨尽可再生资源的有效成分,实现了“原子经济”的零排放目标,大大地提高了生物质资源的利用率。

[0027] (3)本发明跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置,采用跨临界CO<sub>2</sub>膨胀-压缩自循环的方式,使从跨临界反应器流出的高压CO<sub>2</sub>和水蒸汽经膨胀机膨胀直接推动透平压缩机加压不凝气体CO<sub>2</sub>循环回系统,减少了热功转换过程:热能→机械能→电能→机械能的有效能损失,提高了热能转换的热效率,实现了节能减排和零排放的目标。

[0028] (4)利用循环回系统的CO<sub>2</sub>从带有多喷头的气体分布管中喷出,推动跨临界反应器内的木片或草片物料定向旋转搅拌和产生“超空泡”效应,强化了反应器内的传热传质。由于跨临界反应器内不需要机械搅拌装置,更有利于高压设备的制造、操作、维修与防漏。

[0029] (5)以超/亚临界CO<sub>2</sub>溶解于水产生的质子酸替代烧碱或硫酸盐或亚硫酸盐进行化学法制浆,具有成本低、没有易燃易爆和强腐蚀性物质,安全性能好。

[0030] (6)跨临界CO<sub>2</sub>水解降解制浆方法比传统制浆方法的纸浆总得率高5%~10%,而且硬度低、强度好、白度高、可漂性好。

## 附图说明

[0031] 图1是根据本发明的水解制浆的工艺流程图。

[0032] 图2是根据本发明反应器的结构示意图。

[0033] 图3是根据本发明反应器中单个气体分布器的结构示意图。

[0034] 图4是根据本发明反应器中单个气体分布器的俯视图。

## 具体实施方式

[0035] 下面结合附图,对本发明的具体实施方式进行详细描述,但应当理解本发明的保护范围并不受具体实施方式的限制。

[0036] 除非另有其它明确表示,否则在整个说明书和权利要求书中,术语“包括”或其变

换如“包含”或“包括有”等等将被理解为包括所陈述的元件或组成部分，而并未排除其它元件或其它组成部分。

#### [0037] 实施例1

[0038] 如图1至图4所示，用于跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的装置，包括：预处理器1、反应器2、膨胀机3、透平压缩机4、气液分离器5、喷放器6。

[0039] 预处理器1的出料口与所述反应器2的进料口连接，预处理器1用于对生产所需的原料进行加热预处理。反应器2，呈圆柱形，反应器的上部设有进料口21、出气口22，底部设有出料口23，反应器2包括加热管24，为加热盘管，其设于反应器内部；气体分布器25，其包括进气口251和多个用于排气的喷头252；膨胀机3与所述反应器2的出气口连接。透平压缩机4与所述膨胀机3连接，并通过所述膨胀机3驱动所述透平压缩机4工作，所述透平压缩机4的出气口与所述反应器2连接。气液分离器4与所述膨胀机3连接，用于分离反应后产生的混合气体，分离出气体和液体。喷放器6与反应器2连接，用于喷放出反应器2内的浆料和还原糖。

[0040] 优选地，所述气体分布器25呈“L”型，其底端为圆环管状，在该圆环管上均匀设有多个用于排气的喷头252，所述喷头为“L”型，成同一方向倾斜设置。在呈环状的管上均布有多个排气喷头，使气体排放更为均匀，使得至于反应器内的物料与气体充分接触，加快反应速率。呈倾斜设置的喷头喷出的气体往同一方向倾斜喷出气体，使气泡呈旋转状在反应器2内运动，使得反应的物料与气体充分接触，加快反应速度。

[0041] 优选地，所述加热管24为多个，呈平行均布在所述反应器2内部；所述气体分布器25有多个，所述多个气体分布器25相互连通，所述每个气体分布器25的圆环管设在所述加热管24之间。

[0042] 利用上述的装置作为反应装置，一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法，包括以下步骤：

[0043] (1)准备原料，将水与甘蔗渣按质量比50:1相互混合，然后预热。

[0044] (2)水解反应，将步骤(1)制得的混合物放入反应器内，加热升温至160℃后，往反应器内充入CO<sub>2</sub>，保持反应器内的温度为160℃，压力为8MPa。

[0045] (3)取出反应器中反应后的混合气体，混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸，从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h，气体流量为0时，没有气体流出。将气体通过膨胀机，经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa，降温为20℃~30℃，进入气液分离器进行分离，气液分离器的温度为10~20℃，压力为0.0~1.0MPa，气液分离器液体流量为0~50m<sup>3</sup>/h，气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h，当液体流出量和气体流出量为0时，即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>，将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机，其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内。

[0046] (4)反应2h后，反应器减压至1.0MPa，从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器，采用直接全压喷料方法快速放料。蔗渣产浆总得率为62.5%。

#### [0047] 实施例2

[0048] 使用的反应装置与实施例1相同，一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法，包括以下步骤：

[0049] (1)准备原料，将水与甘蔗渣按质量比200:1相互混合，然后预热；

[0050] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至300℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,反应器内的温度为300℃,压力为15MPa;

[0051] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为20℃~30℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为10~20℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~50m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0052] (4)反应2h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。蔗渣产浆总得率为61.07%。

[0053] 实施例3

[0054] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0055] (1)准备原料,将水与甘蔗渣按质量比70:1相互混合,然后预热;

[0056] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至500℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,反应器内的温度为500℃,压力为30MPa;

[0057] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为20℃~30℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为10~20℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~50m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0058] (4)反应3h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。蔗渣产浆总得率为55.10%。

[0059] 实施例4

[0060] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0061] (1)准备原料,将水与单竹按质量比50:1相互混合,然后预热;

[0062] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至150℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,反应器内的温度为150℃,压力为8MPa;

[0063] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为20℃~30℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为10~20℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~50m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0064] (4)反应3h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。单竹产浆总得率为52.40%。

[0065] 实施例5

[0066] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0067] (1)准备原料,将水与单竹按质量比200:1相互混合,然后预热;

[0068] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至300℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,反应器内的温度为300℃,压力为3MPa;

[0069] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为20℃~30℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为10~20℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~50m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0070] (4)反应3h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。单竹产浆总得率为48.70%。

[0071] 实施例6

[0072] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0073] (1)准备原料,将水与稻草按质量比2:1相互混合,然后预热;

[0074] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至150℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,保持反应器内的温度为150℃,压力为8MPa;

[0075] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为20℃~30℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为10~20℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~50m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0076] (4)反应4h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。稻草产浆总得率为56.60%。

[0077] 实施例7

[0078] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0079] (1)准备原料,将水与稻草按质量比200:1相互混合,然后预热;

[0080] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至300℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,保持反应器内的温度为300℃,压力为15MPa;

[0081] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,



从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为20℃~30℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为10~20℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~50m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0082] (4)反应1h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。稻草产浆总得率为55.42%。

[0083] 实施例8

[0084] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0085] (1)准备原料,将水与马尾松按质量比20:1相互混合,然后预热;

[0086] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至300℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,保持反应器内的温度为300℃,压力为15MPa;

[0087] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为20℃~30℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为10~20℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~50m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0088] (4)反应5h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料,马尾松产浆总得率为61.20%。

[0089] 实施例9

[0090] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0091] (1)准备原料,将水与马尾松按质量比50:1相互混合,然后预热;

[0092] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至400℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,保持反应器内的温度为400℃,压力为15MPa;

[0093] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~12000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为60℃~70℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为20~30℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~70m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~9000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0094] (4)反应5h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。马尾松产浆总得率为60.70%。

[0095] 实施例10

[0096] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0097] (1)准备原料,将水与稻草按质量比100:1相互混合,然后预热;

[0098] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至200℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,保持反应器内的温度为200℃,压力为8MPa;

[0099] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为30℃~40℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为20~30℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~20m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~5000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体或气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0100] (4)反应2h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。稻草产浆总得率为61.70%。

[0101] 实施例11

[0102] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0103] (1)准备原料,将水与稻草按质量比150:1相互混合,然后预热;

[0104] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至250℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,保持反应器内的温度为250℃,压力为8MPa;

[0105] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~10000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为70℃~80℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为30~40℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~70m<sup>3</sup>/h,气体流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体和气体流出。剩下的气体为CO<sub>2</sub>,将CO<sub>2</sub>再通入透平压缩机,其与新补充的CO<sub>2</sub>经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0106] (4)反应2h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。稻草产浆总得率为56.10%。

[0107] 实施例12

[0108] 使用的反应装置与实施例1相同,一种跨临界CO<sub>2</sub>反应系统水解制浆的方法,包括以下步骤:

[0109] (1)准备原料,将水与马尾松按质量比10:1相互混合,然后预热;

[0110] (2)水解反应,将步骤(1)制得的混合物放入反应器内,加热升温至350℃后,往反应器内充入CO<sub>2</sub>,保持反应器内的温度为350℃,压力为8MPa;

[0111] (3)取出反应器中反应后的混合气体,混合气体中含有CO<sub>2</sub>、水蒸汽、糠醛和乙酸,从反应器中取出混合气体的流量为0~8000m<sup>3</sup>/h,气体流量为0时,没有气体流出。将气体通过膨胀机,经膨胀机膨胀降压为0~1.0MPa,降温为20℃~30℃,进入气液分离器进行分离,气液分离器的温度为5~15℃,压力为0.0~1.0MPa,气液分离器液体流量为0~100m<sup>3</sup>/h,气

体流量为 $0\sim 7000\text{m}^3/\text{h}$ ,当液体流出量和气体流出量为0时,即没有液体和气体流出。剩下的气体为 $\text{CO}_2$ ,将 $\text{CO}_2$ 再通入透平压缩机,其与新补充的 $\text{CO}_2$ 经透平压缩机加压后通入反应器内;

[0112] (4)反应2h后,反应器减压至1.0MPa,从反应器中放出反应制得的浆料和还原糖从反应器中放入喷放器,采用直接全压喷料方法快速放料。马尾松产浆总得率为60.20%。

[0113] 前述对本发明的具体示例性实施方案的描述是为了说明和例证的目的。这些描述并非想将本发明限定为所公开的精确形式,并且很显然,根据上述教导,可以进行很多改变和变化。对示例性实施例进行选择 and 描述的目的在于解释本发明的特定原理及其实际应用,从而使得本领域的技术人员能够实现并利用本发明的各种不同的示例性实施方案以及各种不同的选择和改变。本发明的范围意在由权利要求书及其等同形式所限定。

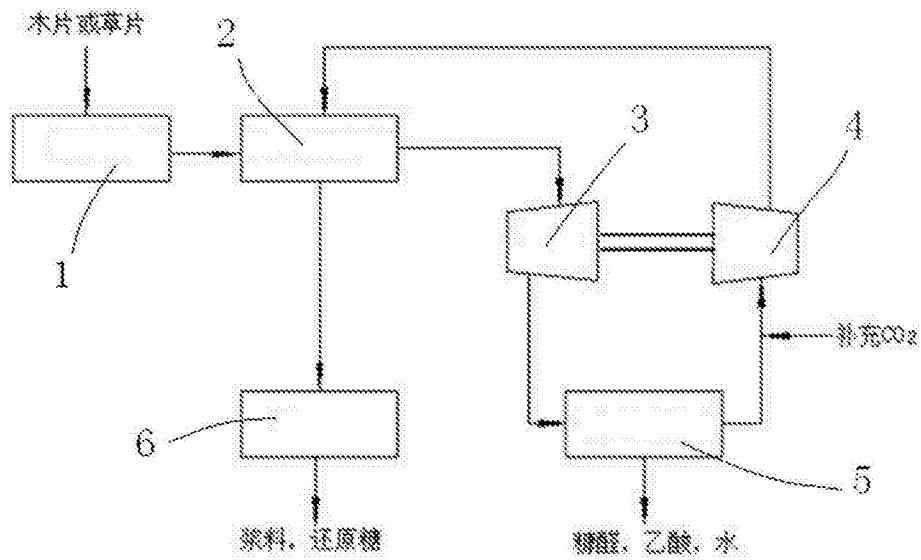


图1

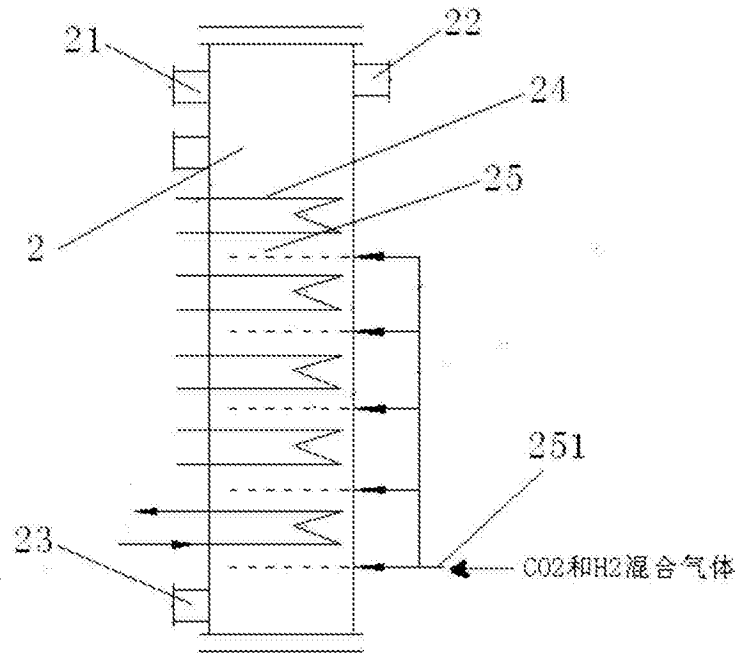


图2

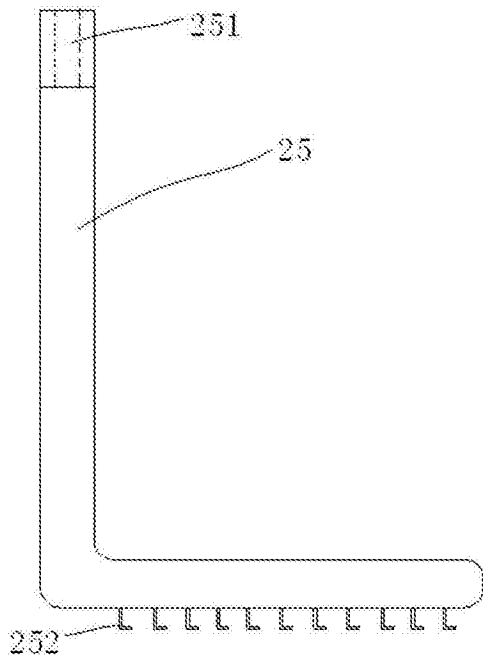


图3

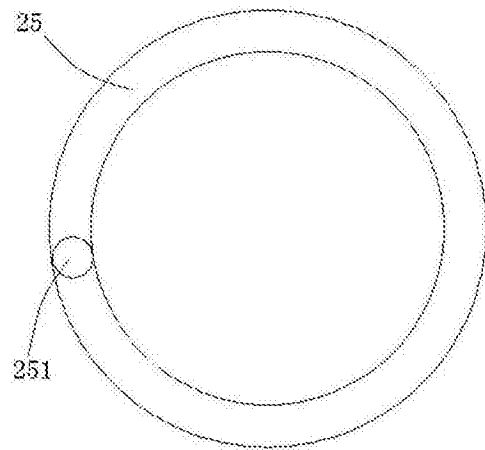


图4