



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102203297 A

(43) 申请公布日 2011. 09. 28

(21) 申请号 200980141864. 2

(72) 发明人 K·R·韦戴尔

(22) 申请日 2009. 10. 02

(74) 专利代理机构 北京派特恩知识产权代理事
务所(普通合伙) 11270

(30) 优先权数据

0819406. 0 2008. 10. 22 GB

代理人 武晨燕 张颖玲

(85) PCT申请进入国家阶段日

2011. 04. 21

(51) Int. Cl.

C13K 1/02(2006. 01)

(86) PCT申请的申请数据

PCT/GB2009/002349 2009. 10. 02

(87) PCT申请的公布数据

W02010/046619 EN 2010. 04. 29

(71) 申请人 韦兰公司

地址 挪威拉达尔

权利要求书 4 页 说明书 11 页 附图 3 页

(54) 发明名称

醇的生产方法

(57) 摘要

本发明提供一种自纤维素材料生产醇的方法,所述方法包括以下步骤:(i)用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;(ii)用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到(a)含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和(b)含有糖的残余物;(iii)使所述残余物发生低聚糖裂解反应,以得到可发酵糖的水溶液;(iv)使所述可发酵糖发酵,并自所产生的发酵混合物中蒸馏醇;(v)自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到(a)第二酸性水溶液,包含不超过10%重量,优选地不超过5%重量的所述萃取溶剂和(b)气态萃取溶剂;(vi)冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地(vii)浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;其中,所述萃取溶剂在步骤(i)的温度和压力下是液体,在1至8巴的压力下沸点为25°C至60°C,这样通过在步骤(ii)中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

1. 一种自纤维素材料生产醇的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

(ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物;

(iii) 使所述残余物发生低聚糖裂解反应,以得到可发酵糖的水溶液;

(iv) 使所述可发酵糖发酵,并自所产生的发酵混合物中蒸馏醇;

(v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10% 重量,优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂和 (b) 气态萃取溶剂;

(vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

(vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,在 1 至 8 巴的压力下沸点为 25°C 至 60°C,所述萃取溶剂包括在 1 巴下沸点低于 20°C 的溶剂,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

2. 一种自纤维素材料生产可发酵糖的水溶液的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

(ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物;

(v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10% 重量,优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂;

(vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

(vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,在 1 至 8 巴的压力下沸点为 25°C 至 60°C,所述萃取溶剂包括在 1 巴下沸点低于 20°C 的溶剂,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

3. 一种自纤维素材料生产糖组合物的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

(ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物;

(iii) 干燥所述残余物,以得到所述糖组合物;

(v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10% 重量,优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂;

(vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

(vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,在 1 至 8 巴的压力下沸点为 25°C 至 60°C,所述萃取溶剂包括在 1 巴下沸点低于 20°C 的溶剂,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

4. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述萃取溶剂包括 C₂₋₃ 醚。

5. 一种自纤维素材料生产醇的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

- (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物；
- (ii) 用包括 C₂₋₃ 醚的与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水，以得到
- (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物；
- (iii) 使所述残余物发生低聚糖裂解反应，以得到可发酵糖的水溶液；
- (iv) 使所述可发酵糖发酵，并自所产生的发酵混合物中蒸馏醇；
- (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂，以得到 (a) 第二酸性水溶液，包含不超过 10% 重量，优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂，和 (b) 气态萃取溶剂；
- (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环；及任选地
- (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环；

其中，所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体，这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

6. 一种自纤维素材料生产可发酵糖的水溶液的方法，其特征在于，所述方法包括以下步骤：

- (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物；
- (ii) 用包括 C₂₋₃ 醚的与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水，以得到
- (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物；
- (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂，以得到 (a) 第二酸性水溶液，包含不超过 10% 重量，优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂，和 (b) 气态萃取溶剂；
- (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环；及任选地
- (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环；

其中，所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体，这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

7. 一种自纤维素材料生产糖组合物的方法，其特征在于，所述方法包括以下步骤：

- (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物；
- (ii) 用包括 C₂₋₃ 醚的与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水，以得到
- (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物；
- (iii) 干燥所述残余物，以得到所述糖组合物；
- (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂，以得到 (a) 第二酸性水溶液，包含不超过 10% 重量，优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂，和 (b) 气态萃取溶剂；
- (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环；及任选地
- (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环；

其中，所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体，这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

8. 根据权利要求 1 至 7 中任一项所述的方法，其特征在于，萃取步骤 (ii) 在水解步骤 (i) 中温度的 15°C 范围内的温度及水解步骤 (i) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行。

9. 根据权利要求 1 至 8 中任一项所述的方法，其特征在于，蒸发步骤 (v) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 5 巴范围内的压力下进行。

10. 根据权利要求 1 至 9 中任一项所述的方法，其特征在于，冷凝步骤 (vi) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行。

11. 一种自纤维素材料生产醇的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

(ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物;

(iii) 使所述残余物发生低聚糖裂解反应,以得到可发酵糖的水溶液;

(iv) 使所述可发酵糖发酵,并自所产生的发酵混合物中蒸馏醇;

(v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10% 重量,优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂;

(vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

(vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,在 1 至 8 巴的压力下沸点为 25°C 至 60°C,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来,其中,萃取步骤 (ii) 在水解步骤 (i) 中温度的 15°C 范围内的温度及水解步骤 (i) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行,蒸发步骤 (v) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 5 巴范围内的压力下进行,且冷凝步骤 (vi) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行。

12. 一种自纤维素材料生产可发酵糖的水溶液的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

(ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物;

(v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10% 重量,优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂;

(vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

(vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,在 1 至 8 巴的压力下沸点为 25°C 至 60°C,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来,其中,萃取步骤 (ii) 在水解步骤 (i) 中温度的 15°C 范围内的温度及水解步骤 (i) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行,蒸发步骤 (v) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 5 巴范围内的压力下进行,且冷凝步骤 (vi) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行。

13. 一种自纤维素材料生产糖组合物的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

(i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

(ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物;

(iii) 干燥所述残余物,以得到所述糖组合物;

(v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10% 重量,优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂;

(vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

(vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环；

其中,所述萃取溶剂在步骤(ii)的温度和压力下是液体,在1至8巴的压力下沸点为25°C至60°C,这样通过在步骤(ii)中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来,其中,萃取步骤(ii)在水解步骤(i)中温度的15°C范围内的温度及水解步骤(i)中压力的1巴范围内的压力下进行,蒸发步骤(v)在萃取步骤(ii)中温度的15°C范围内的温度及萃取步骤(ii)中压力的5巴范围内的压力下进行,且冷凝步骤(vi)在萃取步骤(ii)中温度的15°C范围内的温度及萃取步骤(ii)中压力的1巴范围内的压力下进行。

14. 根据权利要求11至13中任一项所述的方法,其特征在于,所述萃取步骤(ii)在水解步骤(i)中温度的10°C范围内的温度下进行,蒸发步骤(v)在萃取步骤(ii)中温度的10°C范围内的温度下进行,且冷凝步骤(vi)在萃取步骤(ii)中温度的10°C范围内的温度下进行。

15. 根据权利要求1至14中任一项所述的方法,其特征在于,所述方法用于生产乙醇。

16. 根据权利要求1至15中任一项所述的方法,其特征在于,所述萃取溶剂包括二甲醚。

17. 根据权利要求16所述的方法,其特征在于,所述萃取溶剂进一步包括乙醇。

醇的生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及自纤维素材料生产醇（特别是乙醇和丁醇，尤其是乙醇）的方法的改进及其方法，特别是涉及酸水解纤维素的方法。

背景技术

[0002] 由发酵废料或生物质的糖而产生的乙醇正迅速成为诸如天然气和石油等烃的重要替代品。尽管目前仍在关注由植物种子（例如玉米）生产乙醇，但对乙醇的需求量已危及到用于食品生产的土地的减少，且替代植物种子作为起始材料的理想选择是除种子以外的植物材料，例如草、木材、纸、玉米皮、稻草等。在此情况下，乙醇是通过首先将纤维素和半纤维素（为了方便起见本文将二者简单地称为纤维素）分解成可发酵糖来生产。该过程可用酶来完成，但最有效且最经济的方法是采用强酸（例如无机酸，如硫酸和盐酸）水解来完成。然而，以这种方式大规模工业生产乙醇时，所使用酸的大部分必须能被回收并再循环。除乙醇以外，其他醇（例如丁醇）也可通过发酵所述可发酵糖来生产。

[0003] 在 WO 02/02826（其内容以引用方式并入本文中）中，发明者提出这样一种乙醇的生产方法，其中强酸是通过使水解产物与有机萃取溶剂（例如甲基乙基酮）接触，分离固体木质素和沉淀的糖得到包括水、萃取溶剂、酸和某些溶解糖的酸溶液来回收。随后在真空下蒸发掉酸溶液中的萃取溶剂以再循环利用，且将留下的酸和糖的水溶液进一步蒸发以得到浓缩的酸 / 糖混合物，再次供回收利用。

[0004] WO 02/02826 中所使用的水解产物与萃取溶剂的比值（参见实例 1）为 3 : 8，因此用来回收萃取溶剂供再循环所需要的能量占将纤维素原材料转化为蒸馏乙醇所需总能量的主要部分。

发明内容

[0005] 我们已发现，通过使用至少部分与水混溶的有机溶剂作为萃取溶剂可有效地实现萃取溶剂回收且显著降低能量需求，所述萃取溶剂在 1 至 8 巴 (bar) 的压力下沸点为 25°C 至 60°C，在所述萃取溶剂中水溶性低聚糖基本上不溶，例如由在 1 巴下沸点低于 20°C 的溶剂或 C₂₋₃ 醚组成的溶剂，或者包含在 1 巴下沸点低于 20°C 的溶剂或 C₂₋₃ 醚的溶剂。因而，下文提及与水混溶的溶剂时应包括部分与水混溶的溶剂以及完全与水混溶的溶剂。

[0006] 因而，从一方面来看，本发明提供了一种自纤维素材料生产醇的方法，所述方法包括以下步骤：

[0007] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物；

[0008] (ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水，以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物；

[0009] (iii) 使所述残余物发生低聚糖裂解反应，以得到可发酵糖的水溶液；

[0010] (iv) 使所述可发酵糖发酵，并自所产生的发酵混合物中蒸馏醇；

[0011] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂，以得到 (a) 第二酸性水溶液，包含不超过

10%重量,优选地不超过5%重量的所述萃取溶剂,和(b)气态萃取溶剂;

[0012] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

[0013] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

[0014] 其中,所述萃取溶剂在步骤(ii)的温度和压力下是液体,在1至8巴的压力下沸点为25°C至60°C,所述萃取溶剂包括在1巴下沸点低于20°C的溶剂,这样通过在步骤(ii)中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

[0015] 萃取步骤,即步骤(ii),可在环境压力或较高压力下完成,例如1至10巴,优选1至6巴,尤其为2至5巴,特别为约2.5巴。所述萃取步骤通常在降低的温度、环境温度或高温下完成,例如5°C至70°C,优选10°C至50°C,尤其为15°C至30°C,特别为20°C至25°C。优选地,所述萃取步骤在步骤(i)中温度的15°C范围内,尤其10°C范围内的温度及步骤(i)中压力的1巴范围内,尤其0.5巴范围内的压力下进行。

[0016] 蒸发步骤,即步骤(v),也可在环境压力或较高压力(例如高达8巴,优选0.25至5巴)下且在25°C至60°C(优选40°C至55°C)的温度下进行。尤其理想的是,该步骤在不超过80°C下进行。然而,温度和压力组合应使萃取溶剂呈气态。优选地,蒸发步骤在步骤(ii)中温度的15°C范围内,尤其是10°C范围内的温度下进行。同样,蒸发步骤优选地在步骤(ii)中压力的5巴范围内,尤其3巴范围内的压力下进行。因而,优选地在较高压力下进行步骤(ii)且在较低压力下进行步骤(v)。

[0017] 冷凝步骤,即步骤(vi),优选地在0°C至60°C,尤其20°C至55°C的温度下,且在环境压力或较高压力(例如高达10巴,尤其高达6巴)下完成。然而,温度和压力组合应使萃取溶剂呈液态。理想地,在环境压力下使用未冷却的水进行冷凝步骤。优选地,冷凝步骤在步骤(ii)中温度的15°C范围内,尤其10°C范围内的温度下,且在步骤(ii)中压力的1巴范围内,尤其0.5巴范围内的压力下完成。实现冷凝的冷却优选地使用来自当地环境(例如来自江河、湖泊、或尤其来自海洋)的水完成。

[0018] 当然,由步骤(vi)所产生的冷凝萃取溶剂可含有水;但水含量一般不应过高以至于阻碍低聚糖在步骤(ii)中沉淀。若需要,可将再循环的萃取溶剂与新鲜萃取溶剂结合用于步骤(ii)。

[0019] 随后对冷凝的萃取溶剂进行再增压并再循环进入萃取步骤中。

[0020] 萃取溶剂可以是单一溶剂化合物或至少两种化合物的组合。所述化合物通常选自每个分子含有多达8个碳(更优选地为多达4个碳)的醇、醚和酮;然而,也可使用其他与水混溶的有机溶剂。优选地,所述化合物是对酵母没有高毒性的化合物,因为一些萃取溶剂可能会被带到发酵步骤。优选化合物的实例包括二甲醚、甲基乙基醚、丙酮、甲醇、乙醇、正丙醇和异丙醇。在本发明的该方面中,一般使用在1巴下沸点低于20°C的化合物(例如二甲醚)作为溶剂混合物的一个组分。

[0021] 上文所提及的沸点在温度和压力窗(“TP窗”(TP windows))内的适宜的溶剂混合物可借助简单的实验室实验来产生,例如通过测定两种(或多种)溶剂混合物的沸腾温度、压力和相对浓度的三维图中的沸点曲面来完成。作为实例,二甲醚与乙醇相对体积比为约1:5至5:1的混合物的沸点在TP窗内。其它实例将在下文的实例和附图中阐述。

[0022] 使用C₂₋₃醚(尤其是甲基乙基醚,特别是二甲醚)作为萃取溶剂或作为萃取溶剂的一部分,本身是新颖的且构成本发明的另一方面。当单独使用二甲醚作为萃取溶剂时,萃

取和冷凝步骤优选地在较高压力下完成,以使二甲醚在所使用的压力下,沸点和冷凝点分别为至少 50°C 和至少 0°C,尤其分别为至少 60°C 和至少 26°C。

[0023] 因而从另一方面来看,本发明提供了一种自纤维素材料生产醇的方法,所述方法包括以下步骤:

[0024] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

[0025] (ii) 用包括 C₂₋₃ 醚的与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物;

[0026] (iii) 使所述残余物发生低聚糖裂解反应,以得到可发酵糖的水溶液;

[0027] (iv) 使所述可发酵糖发酵,并自所产生的发酵混合物中蒸馏醇;

[0028] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10% 重量,优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂;

[0029] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

[0030] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

[0031] 其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

[0032] 在本发明的该方面中,所述萃取溶剂通常为 1% 重量至 100% 重量,尤其是 10% 重量至 100% 重量的 C₂₋₃ 醚,特别是 20% 重量至 90% 重量的 C₂₋₃ 醚。

[0033] 如上文所述对萃取溶剂的选择,与现有技术相比,酸和萃取溶剂的回收可以更高的能量效率进行,这构成本发明的再一方面。从该方面来看,本发明提供了一种自纤维素材料生产醇的方法,所述方法包括以下步骤:

[0034] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

[0035] (ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物;

[0036] (iii) 使所述残余物发生低聚糖裂解反应,以得到可发酵糖的水溶液;

[0037] (iv) 使所述可发酵糖发酵,并自所产生的发酵混合物中蒸馏醇;

[0038] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10% 重量,优选地不超过 5% 重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂;

[0039] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

[0040] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

[0041] 其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,在 1 至 8 巴的压力下沸点为 25°C 至 60°C,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来,其中,萃取步骤 (ii) 在水解步骤 (i) 中温度的 15°C 范围内的温度及水解步骤 (i) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行,蒸发步骤 (v) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 5 巴范围内的压力下进行,且冷凝步骤 (vi) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行。

[0042] 从再一方面来看,本发明提供了一种自纤维素材料生产可发酵糖的水溶液的方法,所述方法包括以下步骤:

[0043] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

[0044] (ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有

所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物；

[0045] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10%重量,优选地不超过 5%重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂；

[0046] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环；及任选地

[0047] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环；

[0048] 其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,在 1 至 8 巴的压力下沸点为 25°C 至 60°C,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来,其中,萃取步骤 (ii) 在水解步骤 (i) 中温度的 15°C 范围内的温度及水解步骤 (i) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行,蒸发步骤 (v) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 5 巴范围内的压力下进行,且冷凝步骤 (vi) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行。

[0049] 从再一方面来看,本发明提供了一种自纤维素材料生产糖组合物的方法,所述方法包括以下步骤：

[0050] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物；

[0051] (ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物；

[0052] (iii) 干燥所述残余物,以得到所述糖组合物；

[0053] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过 10%重量,优选地不超过 5%重量的所述萃取溶剂,和 (b) 气态萃取溶剂；

[0054] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环；及任选地

[0055] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环；

[0056] 其中,所述萃取溶剂在步骤 (ii) 的温度和压力下是液体,在 1 至 8 巴的压力下沸点为 25°C 至 60°C,这样通过在步骤 (ii) 中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来,其中,萃取步骤 (ii) 在水解步骤 (i) 中温度的 15°C 范围内的温度及水解步骤 (i) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行,蒸发步骤 (v) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 5 巴范围内的压力下进行,且冷凝步骤 (vi) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 15°C 范围内的温度及萃取步骤 (ii) 中压力的 1 巴范围内的压力下进行。

[0057] 在这些方法中,优选地萃取步骤 (ii) 在水解步骤 (i) 中温度的 10°C 范围内的温度下进行,蒸发步骤 (v) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 10°C 范围内的温度下进行,且冷凝步骤 (vi) 在萃取步骤 (ii) 中温度的 10°C 范围内的温度下进行。

[0058] 若需要,整个醇生产过程可在一组生产场所中进行,例如在一个场所生产可发酵糖而在另一个场所进行发酵和蒸馏。同样,可在一个场所进行酸水解、酸移除和萃取溶剂移除而在另一个场所进行低聚糖裂解和其他下游步骤。

[0059] 因而,从另一方面来看,本发明提供了一种自纤维素材料生产可发酵糖的水溶液的方法,所述方法包括以下步骤：

[0060] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物；

[0061] (ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到 (a) 含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和 (b) 含有糖的残余物；

[0062] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到 (a) 第二酸性水溶液,包含不超过

10%重量,优选地不超过5%重量的所述萃取溶剂,和(b)气态萃取溶剂;

[0063] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

[0064] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

[0065] 其中,所述萃取溶剂在步骤(ii)的温度和压力下是液体,在1至8巴的压力下沸点为25°C至60°C,所述萃取溶剂包括在1巴下沸点低于20°C的溶剂,这样通过在步骤(ii)中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

[0066] 从又一方面来看,本发明提供了一种自纤维素材料生产糖组合物的方法,所述方法包括以下步骤:

[0067] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

[0068] (ii) 用与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到(a)含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和(b)含有糖的残余物;

[0069] (iii) 干燥所述残余物,以得到所述糖组合物;

[0070] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到(a)第二酸性水溶液,包含不超过10%重量,优选地不超过5%重量的所述萃取溶剂,和(b)气态萃取溶剂;

[0071] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

[0072] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

[0073] 其中,所述萃取溶剂在步骤(ii)的温度和压力下是液体,在1至8巴的压力下沸点为25°C至60°C,所述萃取溶剂包括在1巴下沸点低于20°C的溶剂,这样通过在步骤(ii)中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

[0074] 从再一方面来看,本发明提供了一种自纤维素材料生产可发酵糖的水溶液的方法,所述方法包括以下步骤:

[0075] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

[0076] (ii) 用包括C₂₋₃醚的与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到(a)含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和(b)含有糖的残余物;

[0077] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到(a)第二酸性水溶液,包含不超过10%重量,优选地不超过5%重量的所述萃取溶剂,和(b)气态萃取溶剂;

[0078] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

[0079] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环;

[0080] 其中,所述萃取溶剂在步骤(ii)的温度和压力下是液体,这样通过在步骤(ii)中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

[0081] 从再一方面来看,本发明提供了一种自纤维素材料生产糖组合物的方法,所述方法包括以下步骤:

[0082] (i) 用含水酸水解所述纤维素材料以产生水解产物;

[0083] (ii) 用包括C₂₋₃醚的与水混溶的有机萃取溶剂自所述水解产物中萃取酸和水,以得到(a)含有所述萃取溶剂的第一酸性水溶液和(b)含有糖的残余物;

[0084] (iii) 干燥所述残余物,以得到所述糖组合物;

[0085] (v) 自所述第一溶液蒸发所述萃取溶剂,以得到(a)第二酸性水溶液,包含不超过10%重量,优选地不超过5%重量的所述萃取溶剂,和(b)气态萃取溶剂;

[0086] (vi) 冷凝所述气态萃取溶剂供再循环;及任选地

[0087] (vii) 浓缩所述第二酸性水溶液供再循环；

[0088] 其中,所述萃取溶剂在步骤(ii)的温度和压力下是液体,这样通过在步骤(ii)中添加所述萃取溶剂使水溶性低聚糖自溶液中沉淀出来。

[0089] 本发明方法中所使用的酸可以是任何强酸,但通常为无机酸,例如磷酸或硫酸。优选使用硫酸;不优选使用盐酸。尤其优选使用硫酸与磷酸的混合物,例如硫酸与磷酸的体积比为1:1至4:1(尤其体积比为约2:1)的混合物。

[0090] 当与纤维素起始材料接触时,酸溶液优选地对应酸:水重量比为1:1至4:1,尤其为约3:1。可使用对纤维素材料进行强酸水解时常用的酸强度的酸溶液。应注意,可分别添加酸和水,或者可对所添加的初始酸进行稀释或浓缩以得到期望的酸:水均衡配比。

[0091] 酸水解可以常见方式进行。通常,水解是放热的,在冷却(例如水冷却)下以连续方式进行,以使水解混合物保持在50°C至55°C。酸溶液:纤维素材料的重量比通常为2:1至4:1,且水解持续时间一般为1至4小时(尤其约2小时)。以此方式,纤维素分解产生低聚糖,该低聚糖可通过萃取溶剂沉淀出来以得到木质素/糖浆料。

[0092] 水解产物与萃取溶剂间的接触优选地在逆流管柱中进行,这样可从下方加入萃取溶剂并从上方移除,且从上方加入水解产物并从下方移除木质素/糖浆料。可根据需要采用萃取溶剂洗涤浆料,也可根据需要排空浆料中的液体,且可根据需要将浆料干燥。或者,可在浆料添加水使糖变成溶液后直接用于低聚糖裂解步骤。低聚糖裂解反应可通过酶,或可选且优选地通过酸水解来完成。实际上,未经洗涤的浆料中余留的酸残余物足以进行第二次酸水解步骤中的低聚糖裂解。或者可添加另外的酸,例如使糖溶液中的酸含量高达约0.1%重量至5%重量,尤其是0.5%重量至2%重量,特别是约1%重量。但并不希望添加过量的酸,因为在第二次酸水解之后必须将产生的水解产物中和至用于发酵的微生物(通常是酵母)适合的pH。第二次水解可在弱酸水解低聚糖的常规条件下进行,例如温度为125°C至155°C(特别是约140°C),压力为2至7巴,优选5-6巴,持续时间约2小时。

[0093] 发酵前,优选地对水溶液中的可发酵糖进行过滤以回收任何木质素。优选地,对木质素进行洗涤以回收任何夹带的可用于发酵的糖,并压缩以便用作燃料,例如为整个醇生产过程中的一个或多个步骤提供能量。

[0094] 当原纤维素材料是稻草时,木质素/糖混合物含有精细的二氧化硅(silica)粒子。这些二氧化硅粒子可通过过滤进行回收,例如使用针对木质素和二氧化硅尺寸不同的筛孔,或者可自木质素燃烧的残余物中回收。这些二氧化硅粒子是有用的,例如用作涂料添加剂、医药制锭助剂或催化剂载体(例如用于烯烃聚合),对二氧化硅粒子的收集和使用构成本发明的另一方面。因此,从另一方面来看,本发明提供了一种生产颗粒硅酸盐的方法,该方法包括用含水酸分解稻草,用与水不溶的有机溶剂使糖从含水酸中沉淀,收集产生的沉淀的糖、木质素和颗粒二氧化硅的混合物,并从中分离颗粒二氧化硅。

[0095] 从又一方面来看,本发明提供了一种涂料,包括自稻草分离出的二氧化硅粒子;一种药物,包括自稻草分离出的作为赋形剂的二氧化硅粒子;及一种颗粒催化剂,包括自稻草分离出的且装有催化剂的二氧化硅粒子。这些产品可由常规方法使用其它的常规成分来制备。

[0096] 在一个优选的实施例中,发酵步骤中所使用的微生物可为能将可发酵糖转化为醇

的任何微生物,例如啤酒酵母 (brewer's yeast)。然而,优选地使用可转化由半纤维素水解产生的戊糖以及由纤维素水解产生的己糖的一种酵母或酵母的混合物。这些酵母在市面上有售。尤其优选地使用可将戊糖转化为醇的微生物(例如毕赤氏酵母 (*Pichia stipitis*)),尤其是毕赤氏酵母 CBS6054),特别是上述微生物与可将己糖转化为醇的微生物的组合。当使用除啤酒酵母以外的微生物(例如拜氏梭菌 (*C. beijerinckii*) BA101) 进行发酵时,可生产除乙醇以外的醇,特别是丁醇,这些醇也可用作生物燃料。本发明涵盖除乙醇以外其他醇的生产。

[0097] 蒸馏可以常规方式进行。

[0098] 使用本发明所产生的糖可通过贝克氏酵母 (*Baker's yeast*) 或其它微生物酵母发酵或呼吸以得到多种不同生物产生的化合物,例如甘油、丙酮、有机酸(如丁酸、乳酸、乙酸)、氢气、甲烷、生物聚合物、单细胞蛋白 (SCP, Single Cell Protein)、抗生素和其它药物。特殊的蛋白质、酶或其它化合物也可从在糖上生长的细胞中提取。此外,也可通过化学和物理而非生物的方式将糖转化为期望的最终产物,例如使木糖回流沸腾或脱水将得到糠醛。因而,本发明还涵盖了除醇以外的全部其它产生的化合物的生产。

[0099] 本发明方法中所使用的设备通常包括:水解反应器;第一分离器,用于从所述反应器接收水解产物并排出糖浆料;第二分离器,用于从所述第一分离器接收萃取溶剂/水混合物(即萃取溶剂和酸)并排出酸性水溶液;酸储存器,用于向所述反应器供应酸;萃取溶剂储存器,用于向所述第一分离器供应有机萃取溶剂;及冷凝器,用于从所述第二分离器接收气态萃取溶剂并排出呈液态的所述萃取溶剂供再循环。

[0100] 所述设备优选地还包括供酸和萃取溶剂再循环的组件,以及将纤维素材料供应至反应器的组件。方便地,所述设备还包括用于下游处理糖浆料的组件,例如另外的水解反应器、用于中和残余酸的碱的储存器、发酵罐和蒸馏单元。

[0101] 当分批进行个别步骤时,为了使工艺过程连续运行,可使设备内的个别单元成对,即使这些单元并行,以便一个可在运行中而另一个在装载/卸载。对于第二次酸水解、发酵、蒸馏和木质素分离步骤,情况尤其如此。

附图说明

[0102] 现在参照下列非限制性实例和附图进一步阐述本发明的实施例,其中:

[0103] 图 1 为本发明设备的示意图;

[0104] 图 2 为在 -20°C 至 $+85^{\circ}\text{C}$ 温度范围内,二甲醚与乙醇混合物的蒸气压的三维图;及

[0105] 图 3 为在 -20°C 至 $+85^{\circ}\text{C}$ 温度范围内,甲基乙基醚与乙醇混合物的蒸气压的三维图;

[0106] 图 4 为在 -20°C 至 $+85^{\circ}\text{C}$ 温度范围内,二甲醚与甲醇混合物的蒸气压的三维图。

[0107] 参照图 1,显示了用于将木浆转化为醇的设备 1。从漏斗 3 将木浆 2 供应至包含旋转螺杆的水解反应器 4 中,操作所述旋转螺杆以确保木浆在反应器内的停留时间为约 2 小时。反应器设置有冷却水套以使水解混合物保持在约 $50-55^{\circ}\text{C}$ 。硫酸、磷酸与水以重量比为 2 : 1 : 1 从储存器 5 和储存器 6、进水线路 7 和酸再循环储存器 23 供应至反应器 4 中。将离开反应器 4 的水解产物供应至具有内板 9 的逆流分离柱 8 的顶部以延迟通过流。将来自储存器 29 的有机萃取溶剂(二甲醚与乙醇重量比为 3.25 : 1 的混合物)引入柱 8 的底

部。在柱 8 内,水和酸被萃取溶剂吸收,且木质素和沉淀的糖从柱的底部传送到连续过滤单元 10。酸 / 水 / 萃取溶剂混合物从柱 8 的顶部排出,并进入分离器柱 11 中。

[0108] 将来自过滤单元 10 的固体残余物传送至干燥器 12,随后将干燥的木质素 / 糖混合物溶于水并进入第二水解反应器 13 中。将来自过滤单元 10 的液体传送至分离器柱 11 中。

[0109] 在第二反应器 13 中,在温度 140℃、压力 5-6 巴下进行另外的酸水解 2 小时。在过滤单元 14 中过滤水解产物以除去木质素(该木质素经压缩并燃烧为整个设备提供能量)。在中和单元 15 中用碳酸钙中和剩余的可发酵糖溶液,然后将可发酵糖溶液传送到发酵单元 16,在发酵单元 16 中加入啤酒酵母并进行发酵。随后将已发酵的混合物供应至蒸馏单元 17 中,在该蒸馏单元 17 中蒸馏出醇,并通过管线 18 排出。

[0110] 将分离器柱 11 中的酸 / 水 / 萃取溶剂降压以使萃取溶剂蒸发。气态萃取溶剂离开分离器柱 11 进入冷凝器 20,在冷凝器 20 中充分地增大压力以使萃取溶剂液化并经由管线 21 将液态萃取溶剂再循环至储存器 29。将剩余含水酸从分离器柱 11 供应至蒸发单元 22,在蒸发单元 22 中真空除水。将含有一些溶解糖的剩余酸再循环至储存器 23。

[0111] 实例 1

[0112] 废木料的酸水解

[0113] 将 289 克 55.3%重量的硫酸与磷酸以重量比 2 : 1 混合的水溶液与 50 克来自废木料的木屑混合。所产生的悬浮液在 50℃下保持 2 小时 40 分钟后冷却至 20℃。

[0114] 此实例中所使用的酸溶液可由稀释的再循环酸(0.81 升,包含 160 克重量比为 2 : 1 的硫酸和磷酸)通过蒸发水至含 55.3%重量的酸来制备。

[0115] 实例 2

[0116] 用溶剂自纤维素水解产物中萃取酸

[0117] 将实例 1 中的悬浮液冷却后,添加 250 毫升乙醇(96%重量的乙醇与 2%重量的甲基异丁基酮),且将混合物转移至已加入 605 克二甲醚的压力容器中。在压力容器中过滤悬浮液。随后将木质素与沉淀的糖的滤饼悬浮于水中,总体积为 0.8 升。

[0118] 通过蒸发剩余溶剂(乙醇和二甲醚),将悬浮液的体积减少至 0.3 升,随后进行过滤。

[0119] 实例 3

[0120] 用溶剂自纤维素水解产物中萃取酸

[0121] 将实例 1 中的悬浮液冷却后,添加 250 毫升乙醇(96%重量的乙醇与 2%重量的甲基异丁基酮),且将混合物转移至具有两个隔室(入口隔室和出口隔室)的压力容器中,其中,两个隔室被烧结玻璃板隔开,并添加 0.56 千克二甲醚,所述二甲醚是从使用二甲醚作为萃取溶剂的在先实验中回收的二甲醚。在压力容器中过滤悬浮液,连续抽出滤液的易挥发组分,并在活塞式压缩机中再增压,使再增压的蒸气连续冷凝且添加至压力容器中并在随后的实验中用作萃取溶剂。作为液体醚回收的总的醚组分为 0.33 千克(占所添加醚的 59%)。

[0122] 随后将木质素和沉淀的糖的滤饼悬浮于水中,总体积为 0.8 升。

[0123] 通过蒸发剩余溶剂(乙醇和二甲醚),将所述悬浮液的体积减少至 0.3 升,随后进行过滤。

[0124] 实例 4

[0125] 后续处理回收的浆料以产生乙醇

[0126] 该实例演示,在使用二甲醚作为萃取溶剂后(即在上文实例 2 和 3 中),可通过低聚糖裂解和发酵对糖(包括沉淀的糖和溶液中残留的糖)进一步处理以产生乙醇。因而,实例 2 中的滤液(包括溶解的糖和洗涤水)通过添加碳酸钙被部分中和,借此剩余的硫酸以石膏沉淀并被过滤出来。随后将实例 2 中的滤饼添加至部分中和的糖溶液中,并将所得混合物在实验室高压锅中 140℃ 下加热 2 小时。随后过滤悬浮液,并用碳酸钙将滤液(即糖溶液)中和至 pH 值 4.5。使用普通的贝克氏酵母(酿酒酵母(*Saccharomyces cerevisiae*))对溶解糖进行常规发酵。

[0127] 乙醇的产量由溶液的气相色谱分析测定。发酵后乙醇产量为 11.32 毫升。

[0128] 用来中和水解产物和糖溶液中剩余酸的总碳酸钙的消耗量为 28.6 克,对应于所添加酸的 17.5%。

[0129] 实例 5

[0130] 再现实例 1 至 4

[0131] 通过蒸发水将稀释的再循环酸(得自与实例 1 所使用的相同的原液,含有 156 克重量比为 2 : 1 的硫酸和磷酸)再次浓缩至 53.5% 重量的酸溶液。将 292 克浓缩的酸溶液与 50 克废木料的木屑混合。所产生的悬浮液在 50℃ 下保持 2 小时 40 分钟后冷却至 20℃。

[0132] 将悬浮液与 250 毫升乙醇混合并转移至压力容器中。将回收的二甲醚(0.61 千克)添加至压力容器中,并在压力容器中过滤悬浮液。

[0133] 连续抽出滤液的易挥发性组分,并在活塞式压缩机中再增压。再增压的蒸气连续冷凝并进入压力容器中,并在随后的实验中用作萃取溶剂。作为液体醚回收的总的醚组分为 0.28 千克(占所添加醚的 46%)。

[0134] 根据实例 2-4 进一步处理滤饼(含有固体木质素和沉淀的糖)。

[0135] 中和糖溶液至 pH = 4.5 所需添加的碳酸钙的总量为 34.9 克,对应于所添加酸的 21.9%。

[0136] 由发酵中和的糖溶液而得到的乙醇产量为 11.68 毫升。

[0137] 实例 6

[0138] 来自实例 1 至 4 的无机酸的再循环和再使用

[0139] 将实例 3 和 5 中的滤液的液体部分(含有 82.5% 的实例 1 至 4 中所使用的无机酸及残余的乙醇和二甲醚)转移至玻璃瓶中。在旋转蒸发器中,在稍微降低的压力和约 50℃ 的温度下蒸发掉残余的二甲醚和乙醇。

[0140] 残余的酸溶液用水稀释以使酸溶性木质素沉淀出来并过滤。经酸碱滴定分析得到,滤液中的酸浓度为 34.6% 重量。将 0.46 升滤液的液体体积(含有 160 克纯无机酸,重量比 $m_{\text{H}_2\text{SO}_4}/m_{\text{H}_3\text{PO}_4} = 1.6$) 在旋转蒸发器中蒸发,至酸浓度为 54.1% 重量。

[0141] 将再次浓缩的酸溶液与 50 克废木料的木屑混合。将所得悬浮液在 50℃ 下保持 2 小时 30 分钟后冷却至 20℃。

[0142] 冷却后,将水解的木料和固体木质素的悬浮液与 250 毫升乙醇混合,然后将混合物转移至压力容器中。再将 0.63 千克二甲醚添加至压力容器中。在压力容器中过滤含有沉淀的糖和固体木质素的悬浮液,并用活塞式压缩机对滤液的易挥发性组分连续进行再压

缩。使再增压的蒸气连续冷凝并添加至压力容器中,并在随后的实验中用作萃取溶剂。作为液体醚回收的总的醚组分为 0.37 千克(占所添加醚的 59%)。

[0143] 随后将木质素和沉淀的糖的滤饼悬浮于水中,总体积为 0.8 升。通过蒸发剩余溶剂(乙醇和二甲醚),将该悬浮液的体积减少至 0.3 升,并随后进行过滤。

[0144] 根据实例 4,对回收的浆料进行后续处理以产生乙醇。用来中和糖溶液至 $\text{pH} = 4.5$ 的碳酸钙的总消耗量为 25.8 克,对应于水解废木料的木屑所使用的无机酸的 15.8%。

[0145] 由发酵中和的糖溶液而得到的乙醇产量为 9.81 毫升。

[0146] 实例 7

[0147] 溶剂混合物的 TP 窗

[0148] 乙醇与二甲醚的混合物在 -20°C 与 $+85^{\circ}\text{C}$ 间的近似的蒸气压(以 kPa 表示)显示于下表 1 中(%是二甲醚的重量百分比)。这些数据还绘制在图 2 中。可以看出,二甲醚相对含量约 10-100%时,可达到温度/压力窗 $25-60^{\circ}\text{C}$ 和 1-8 巴。

[0149] 表 1

[0150]

	%										
T, °C	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
-20	0	13	25	37	50	62	74	86	99	111	123
-15	0	16	31	46	61	76	91	106	121	136	151
-5	1	23	45	67	89	111	134	156	178	200	222
0	2	28	54	81	107	134	160	186	213	239	266
5	2	34	65	96	128	159	190	222	253	284	316
10	3	40	77	114	151	188	225	262	299	336	373
15	4	48	91	134	178	221	264	308	351	394	438
20	6	56	107	157	208	258	309	359	409	460	510
25	8	66	125	183	242	300	358	417	475	534	592
30	11	78	145	212	280	347	414	481	548	616	683
35	14	91	168	245	322	399	476	553	630	707	784
40	18	106	194	281	369	457	545	632	720	808	896
45	23	123	222	322	421	521	620	720	819	919	1019
50	30	142	254	367	479	592	704	816	929	1041	1153
55	38	164	290	416	543	669	795	922	1048	1174	1301
60	47	189	330	471	613	754	895	1037	1178	1320	1461
65	59	216	374	532	689	847	1005	1162	1320	1478	1635
70	72	248	423	598	773	948	1123	1298	1473	1648	1824
75	89	283	476	670	864	1058	1252	1445	1639	1833	2027
80	108	322	536	749	963	1177	1391	1604	1818	2032	2246
85	131	366	601	836	1071	1306	1540	1775	2010	2245	2480

[0151] 乙醇与甲基乙基醚的混合物在-20°C与+85°C间的近似的蒸气压(以kPa表示)绘制在图3中。可以看出,采用甲基乙基醚/乙醇混合物可达到温度/压力窗25-60°C和1-8巴。

[0152] 甲醇与二甲醚的混合物在-20°C与+85°C间的近似的蒸气压(以kPa表示)绘制在图4中。可以看出,采用二甲醚/甲醇混合物可达到温度/压力窗25-60°C和1-8巴。

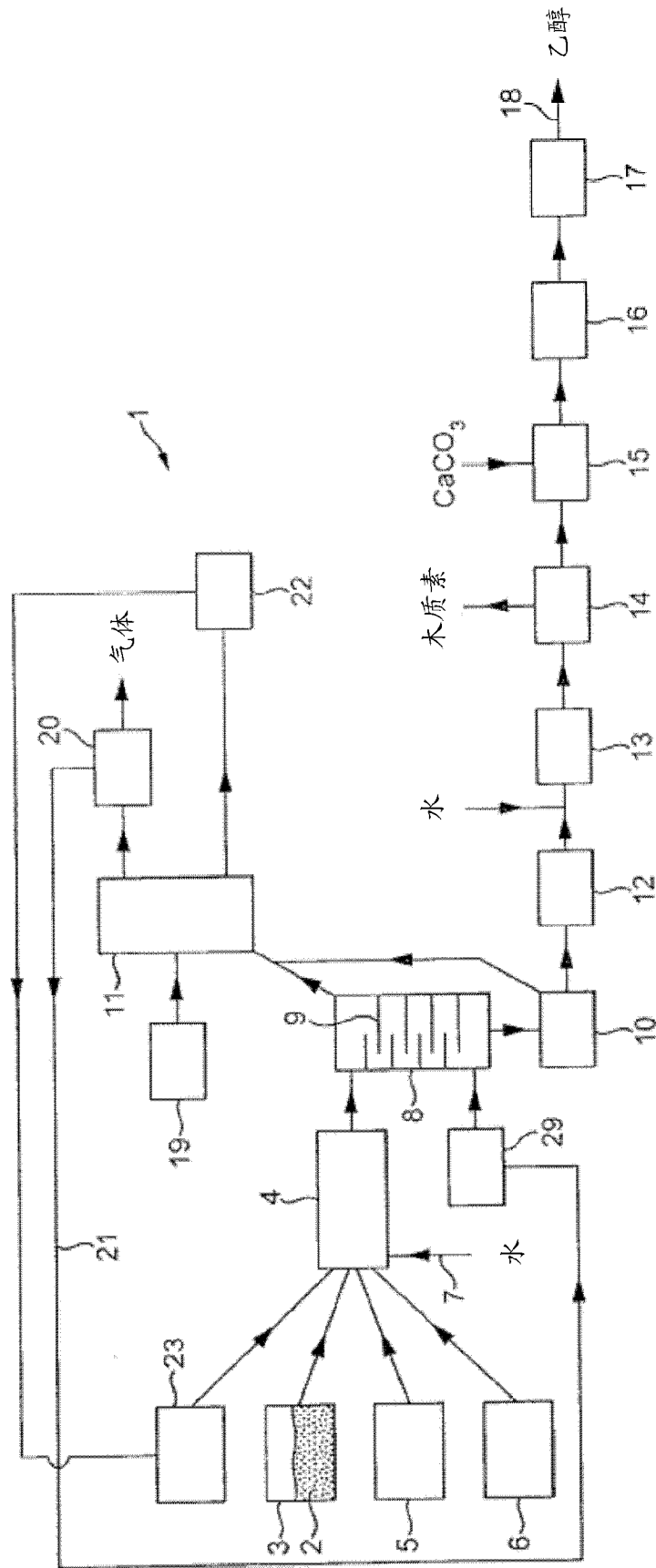


图 1

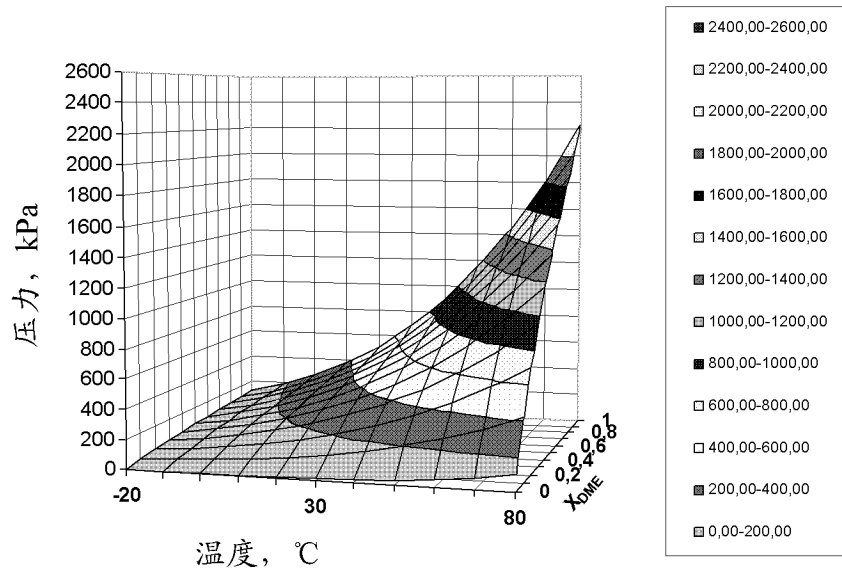


图 2

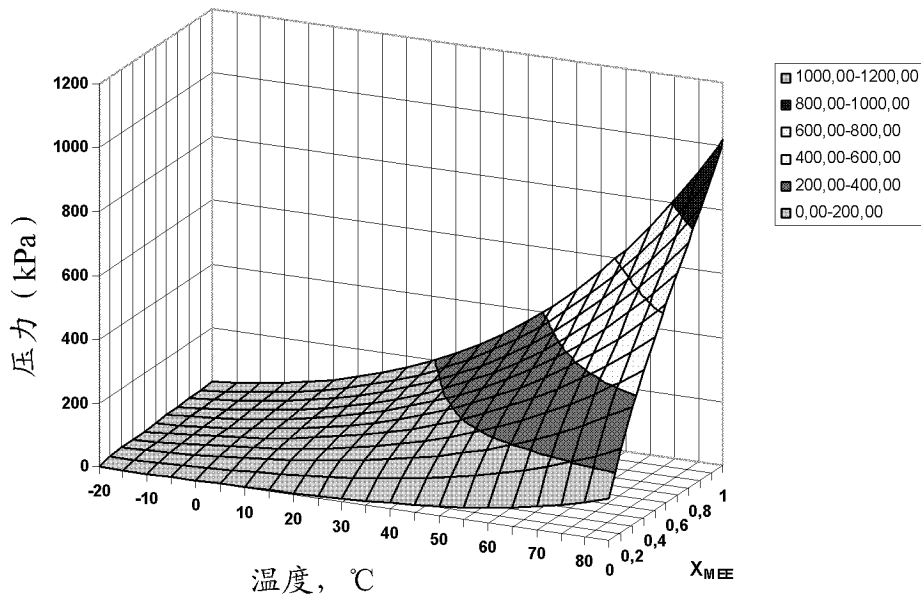


图 3

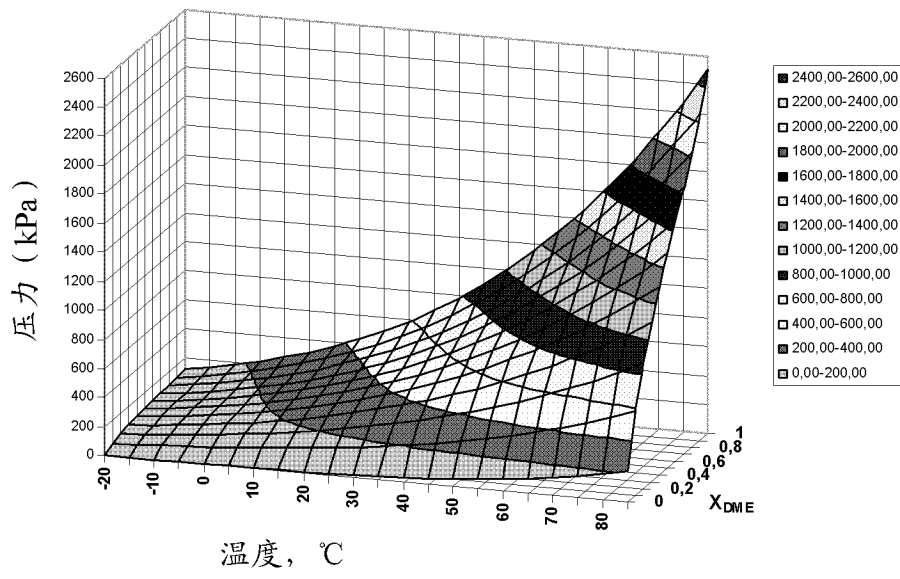


图 4