УДК 674.816.2

**Р. Г. Сафин, Д. Ф. Зиатдинова, Р. С. Альмухаметов,
Т. О. Степанова, А. А. Крайнов, Ф. Дукси**

ЭКСТРАКЦИЯ КОМПОНЕНТОВ ДРЕВЕСИНЫ

Ключевые слова: экстракция, древесная зелень, древесина, эфирные масла, раствор сахаров, лигнин, целлюлоза, автогидролиз.

Рассмотрены способы и аппаратурные оформления процессов экстрагирования ценных компонентов из зелени хвойных пород древесины, а также технологии получения технической целлюлозы экстрагированием из активированной древесины побочных продуктов. Представлена схема установки непрерывного автогидролиза древесины. Описана установка для производства технической целлюлозы взрывным методом.

Keywords: extraction, wood greens, wood, essential oils, solution of sugars, lignin, cellulose, autohydrolysis.

Ways and hardware registrations of processes of extraction of valuable components of greens of coniferous breeds of wood, and also technology of receiving technical cellulose are considered by extraction of the activated wood of by-products. Presented the scheme of installation of continuous autohydrolysis wood. The described installation for the production of technical cellulose by explosive method.

Первые работы по экстрагированию компонентов из древесины кафедрой ПДМ КНИТУ были опубликованы в 2008 г. [1]. Они были посвящены переработке древесной зелени хвойных пород водяным паром в среде избыточного давления. Исследования, проведенные Ворониным А.Е. [2÷4] позволили рекомендовать аппаратурное оформление установки для получения хвойного экстракта [3] (см. рис. 1).

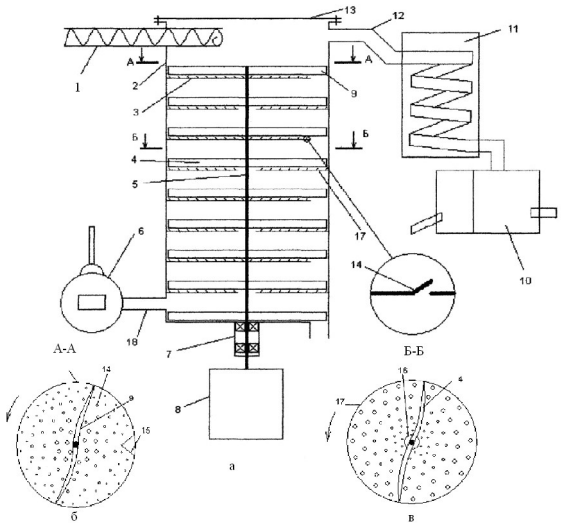


Рис. 1 - Схема установки для получения хвойного экстракта: а – схема общего вида; б – нечетные тарелки вид А-А; с – четные тарелки вид Б-Б (патент № 2351642)

Установка состоит из цилиндрического корпуса 2 с четными 17 и нечетными 3 тарелками и лопастями, загрузочного устройства 1, парогенератора 6, конденсатора 11 и флорентины 10. Измельченная древесная зелень подается на первую нечетную тарелку и лопастями 9 перемещается к центральному выгрузочному отверстию. На второй четной тарелке древесная зелень четными лопастями 4 перемещается к периферии и оттуда выгружается на следующую нечетную тарелку и т.д.

Пар поднимается наверх через перфорации на тарелках, экстрагирует эфирные масла с древесной зелени. Далее конденсат сепарируется в флорентине от эфирных масел и возвращается в парогенератор. В отработанном сырье содержится много питательных веществ и витаминов, поэтому, что оно является ценным сырьем для производства кормовых добавок. В связи с этим была разработана комплексная технология переработки древесной зелени (см. рис. 2).

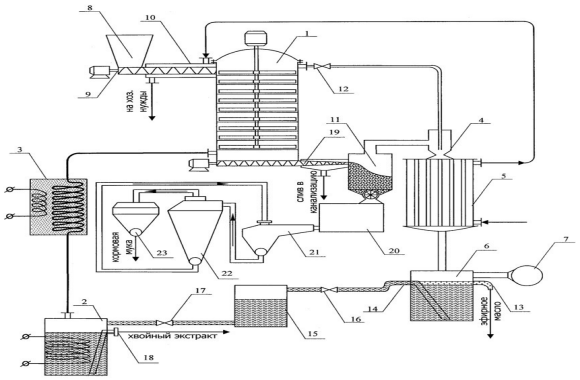


Рис. 2 - Схема установки для комплексной переработки древесной зелени (патент № 2404238)

Установка комплексной переработки древесной зелени, кроме вышеописанной установки включает обогреваемое шнековое загрузочное устройство (9) для подачи перерабатываемой древесной зелени, шнек-пресс 19 для отжима и выгрузки отработанного сырья, эжектор 4 с конденсатором 5 для отвода паров вскипания из буферного бункера с отработанной древесной зелени, сушилку кипящего слоя 20, измельчитель 21, сепаратор 22.

Работа установки происходит следующим образом. Древесная зелень обрабатывается перегретым паром при давлении 4 атм.

Затем отработанное сырье сбрасывается в буферную емкость 11 с атмосферным давлением. При этом отработанное сырье за счет сброса давления разрыхляется и подсушивается. Окончательная сушка реализуется в сушилке

кипящего слоя 20. После доизмельчения в ножевой мельнице 21 и сепарации в воздушном сепараторе 22 полученная кормовая мука поступает на фасовку в дозатор 23. Флорентийная вода поступает в парогенератор 2, из которого сепарируется хвойный экстракт. Пар перед подачей в эжектор перегревается до 165 ^{0}C в пароперегревателе 3.

Результаты исследований по переработке древесной зелени хвойных пород древесины были доложены А.Е. Ворониным [5].

Поскольку хвоя представляет собой механически прочное целесообразное тело с плотной облочкой, то одним из путей интенсификации процесса извлечения ценных компонентов из нее является нарушение плотной оболочки измельчением и испарением заключенной в ней несвязанной жидкости. Конденсация испаренной жидкости позволит получить экстракт с высокой концентрацией. При этом, если использовать вакуумную сушку, т.е. вести процесс при низких температурах, появляется возможность сохранения многих биологически активных веществ, витаминов. В настоящее время на кафедре ПДМ представленное научное направление получает развитие.

К экстракционным процессам можно отнести также разработанные на каф. ПДМ КНИТУ процессы делигнификации древесины, при которых из древесной биомассы извлекаются все компоненты и остается лишь целлюлоза [6÷7].

Экстрагентом в этом случае является нагретый до температуры 165-175 ^{0}C щелок. Процесс экстракции (варки) длится в течении 2-2,5 часов. В результате из древесины получается рафинат (целлюлоза), а экстракт идет на регенерацию в содорегенерационные котлы сжигания.

Другим примером экстракционного процесса в деревопереработке можно отнести процессы автогидролиза [7, 9], применяемые для получения технической целлюлозы. На рис.3 приведена установка для непрерывного автогидролиза древесины.

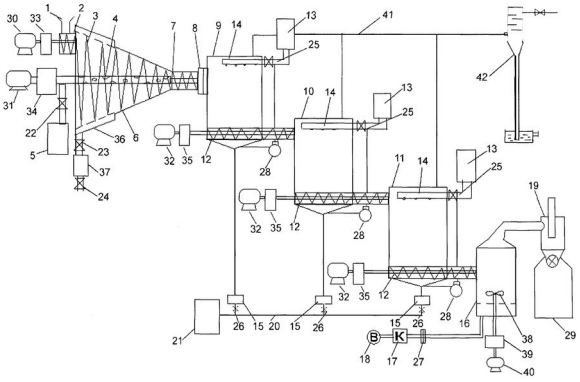


Рис. 3 - Схема установки непрерывного автогидролиза древесины (патент № 2413044)

Установка непрерывного автогидролиза работает следующим образом. Опилки осины шнековым устройством 2 передаются в реактор 3, где обрабатываются паром высокого давления, поступающим через перфорированный вал 4 из парогенератора 37. После автогидролиза содержимое реактора выходным шнеком 7 через клапан сброса давления 8 выстреливается в сборник продукта 9 и экстрагируется сначала растворителем этанол-вода в соотношении 9:1 при температуре 90^{0}C, а затем в резервуаре 10 раствором гидроксида натрия концентрацией 0,4÷2%.

В третьем резервуаре 11 волокнистая масса экстрагируется водой. Полученный таким образом рафинат-целлюлоза обезвоживается в пневматической сушилке 16 и через циклон 19 попадает в сборник готового продукта 29. Равномерная сушка целлюлозы обеспечивается перемешивающим устройством 38. Резервуары 9, 10, 11 работают под разрежением, создаваемым барометрическим конденсатором 42. Экстракты собираются в емкости 21. Герметизация реактора обеспечивается на входе пробкой из сырья создаваемой входным шнеком 2, а на выходе - выходным шнеком 7 и сбросным клапаном 8. Такая сложная система герметизации эффективна лишь при больших производительностях для установок непрерывного действия.

При малых производительностях целесообразнее применять установки периодического или полунепрерывного действия.

На рис. 4 приведена установка периодического действия для получения технической целлюлозы взрывным методом.

Результаты исследований [10÷14] по совершенствованию техники и технологии процесса экстрагирования компонентов древесины высокотемпературной паровзрывной обработки обобщены в работе Д.Б. Просвирникова [15].

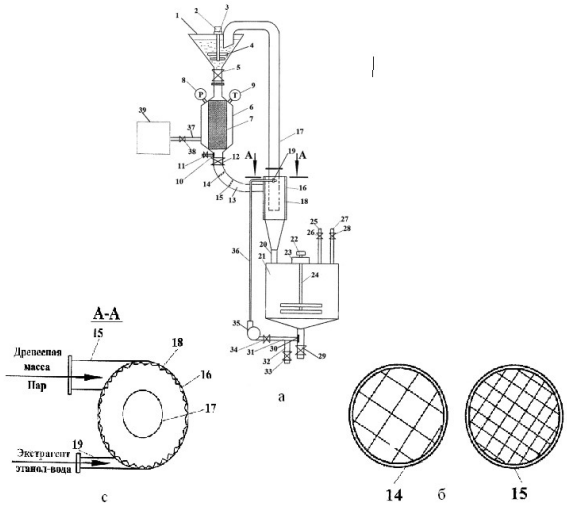


Рис. 4 - Установка для производства технической целлюлозы взрывным методом (патент № 2464367): а – общий вид установки; б – стационарные измельчители; с – разрез А-А

Дальнейшее совершенствование технологии делигнификации древесины отражено в публикациях Д.Ш. Гайнуллиной [16÷19].

Работа установки осуществляется следующим образом. Технологическая щепа предварительно замачивается в бункере 1 водой, нагретой несконденсировавшимися парами вскипания, поступающими из паропровода 17. Затем проводится автогидролиз в реакторе 6 при 220 ^{0}C в

течении 3-5 мин. и содержимое реактора открытием клапана 12 сбрасывается через трубу 13 в циклон 16. За счет сброса давления происходит разволокнение автогидролизованной древесины. Дополнительное разволокнение осуществляется за счет насадок 14, 15, установленных в разгрузочный трубопровод 13. Первая стадия экстракции осуществляется в циклоне 16 встречным потоком экстрагента этанол-вода, вторая стадия экстракция проводится в резервуаре 21 при работающей мешалке 24. Затем древесная масса сепарируется от экстракта с этанол-водой и экстрагируется там же в приемном резервуаре 21 водным раствором гидроксида натрия и промывается водой.

При совпадении времени цикла двух этапной экстракции и промывки с суммарным временем на прогрев и автогидролиз можно достичь полунепрерывности процесса и, следовательно, высокой производительности установки.

В этой установке за счет экстрагирования сахаров и лигнина можно получить реакционно-способный продукт с высоким содержанием целлюлозы (техническую целлюлозу) для дальнейшей переработки в целый ряд ценных химических продуктов.

Литература

1. Воронин, А.Е. Установка для экстракции древесной зелени хвойных пород / А.Е. Воронин [Текст] // Материалы международного форума молодежи «Молодежь и сельскохозяйственная техника в XXI веке». – Харьков, 2008. – С. 137.
2. Сафин, Р.Р. Установка для переработки отходов древесных производств / Р.Р. Сафин, Воронин А.Е., Разумов Е.Ю. [Текст] // Журнал «Вопросы современной науки и практики. Университет им. В.И. Вернадского». Тамбов. – 2009. – №5(19). –С. 82 – 86.
3. Пат. 2351642 Российская Федерация, МПК7 C 11 D 9/02. Установка для получения хвойного экстракта / Сафин Р.Р., Воронин А.Е., Сафин Р.Г., Башкиров В.Н., Воронин Е.К., Тимербаев Н.Ф., Ахметова Д.А., Зиатдинова Д.Ф.; заявитель и патентообладатель Научно-технический центр по разработке прогрессивного оборудования. опубл. 10.04.2009, Бюл. № 10. – 7 с.: ил.
4. Пат. на изобретение №2404238. Способ комплексной переработки древесной зелени / Сафин Р.Р., Воронин А.Е., Сафин Р.Г., Разумов Е.Ю., Воронин Е.К., Кайнов П.А., Тимербаев Н.Ф., Зиатдинова Д.Ф.; заявитель Научно-технический центр по разработке прогрессивного оборудования. Опубл. 20.11.2010 Бюл. № 32
5. А.Е. Воронин Переработка древесной зелени хвойных пород водяным паром в среде избыточного давления/ Автореферат дисс. канд. техн. наук, Казанский государственный технологический университет, Казань, 2013 г. – 16 с.
6. Патент РФ № 2425917, МПК D21C 3/02, D21C 11/06, B01D 53/48, B01D 53/52. Способ получения сульфатной целлюлозы / Сафин Р.Р., Сафин Р.Г., Просвирников Д.Б. и др. Опубл. 10.08.2011 Бюл. № 22
7. Патент РФ № 2437972, МПК D21C 3/02, D21C 3/26, D21C 11/00, D21C 11/04, D21C 11/06. Способ получения сульфатной целлюлозы / Сафин Р.Р., Сафин Р.Г., Просвирников Д.Б. и др. Опубл. 27.12.2011 Бюл. № 36
8. Патент РФ № 2143044, МПК D21B 1/00, D21B 1/12. Реактор для непрерывного автогидролиза / Сафин Р. Г., Зиатдинова Д. Ф., Просвирников Д. Б. и др. Опубл. 27.02.2011 Бюл. № 6
9. Патент РФ №2464367, МПК D21B 1/36 Установка для получения технической целлюлозы взрывным методом / Зиатдинова Д.Ф., Сафин Р.Г., Просвирников Д.Б. и др. Опубл. 20.10.2012 Бюл. № 29
10. Зиатдинова, Д.Ф. Комплексная переработка древесных отходов паровзрывным методом в аппарате высокого давления / Д.Ф. Зиатдинова, Д.Б. Просвирников, Р.Г. Сафин, Е.И. Байгильдеева // Вестник Казан. технол. ун-та. – 2011. - № 2. – С. 124 – 131.
11. Зиатдинова, Д.Ф. Разработка опытно-промышленной установки для разделения лигноцеллюлозного материала на компоненты методом высокотемпературного парового гидролиза / Д.Ф. Зиатдинова, Р.Г. Сафин, Д.Б. Просвирников // Вестник Казан. технол. ун-та. – 2011. - № 12. – С. 93 – 101.
12. Зиатдинова, Д.Ф. Исследование влияния высокотемпературной обработки на свойства продуктов, полученных методом паровзрывного гидролиза лигноцеллюлозного материала / Д.Ф. Зиатдинова, Р.Г. Сафин, Д.Б. Просвирников // Вестник Казан. технол. ун-та. – 2011. - № 12. – С. 58 – 66.
13. Зиатдинова, Д.Ф. Извлечение примесей из древесно-волокнистой массы, полученной при обработке лигноцеллюлозного материала высокотемпературным паровзрывным автогидролизом / Д.Ф. Зиатдинова, Р.Г. Сафин, Д.Б. Просвирников // Вестник Казан. технол. ун-та. – 2011. - № 12. – С. 70 – 77.
14. Салдаев, В.А. Конструкция гидрозатвора в реакторе для паровзрывной обработки лигноцеллюлозного материала / В.А. Салдаев, Д.Б. Просвирников // Материалы 3-й Всероссийской студенческой научно - технической конференции «Интенсификация тепло-массообменных процессов, промышленная безопасность и экология». – Казань, 2012. - С.96-97.
15. Д.Б. Просвирников Совершенствование техники и технологии процесса высокотемпературной паровзрывной обработки древесных отходов / Автореферат дисс. канд. техн. наук, Казанский госуд. технол. ун-тет, Казань, 2013. – 16 с.
16. Зиатдинова, Д.Ф. Гипотетическая схема процессов физико-химической переработки древесных материалов, сопровождающихся выбросами вредных веществ в атмосферу / Д.Ф. Зиатдинова, Р.Г. Сафин, Д.Ш. Гайнуллина // Вестник Казан. технол. ун-та. – 2013. - Т.16 - №6 - С. 43-46.
17. Просвирников, Д.Б. Способы получения и области применения порошковой целлюлозы / Д.Б. Просвирников, И.Р. Ахметшин, Д.Ш. Гайнуллина, Т.Д. Просвирникова // Вестник Казан. технол. ун-та. – 2014. - Т.17. - в.17. - С.109-112.
18. Просвирников, Д.Б. Разработка аппаратурного оформления технологии непрерывного получения порошковой целлюлозы / Д.Б. Просвирников, И.Р. Ахметшин, Д.Ш. Гайнуллина, Т.Д. Просвирникова // Вестник технол. ун-та. – 2015. - Т.18. - в.11. - С.156-159
19. Д.Ш. Гайнуллина Разработка технологи делигнификации активированной древесины / Автореферат дисс. канд. техн. наук, КНИТУ, Казань, 2015. – 16 с.

© **Р. Г. Сафин** – д.т.н., профессор, зав. кафедрой переработки древесных материалов КНИТУ, safin@kstu.ru; **Д. Ф. Зиатдинова** – к.т.н., проф. той же кафедры, Ziatdinova@rambler.ru; **Р. С. Альмухаметов -** магистрант той же кафедры; **Т. О. Степанова** – магистрант той же кафедры; **А. А. Крайнов** – магистрант той же кафедры; **Ф. Дукси** - магистрант той же кафедры.

© **R. G. Safin** – doctor of engineering, professor, head of the department of processing of wood materials KNRTU, safin@kstu.ru; **D. F. Ziatdinova** - candidate of technical sciences, professor of the same Department, Ziatdinova@rambler.ru; **R. S. Almukhametov -** undergraduate of the same Department; **T. O. Stepanova** – undergraduate of the same Department, **A. A. Krainov** - undergraduate of the same Department; **F. Duksi** - undergraduate of chair of the same Department.