

Е. Ф. Морозов, В. И. Соболев

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДОВ ПРОПИТКИ И ОБРАБОТКИ СЫРЬЯ В ПРОЦЕССЕ ПОЛУЧЕНИЯ ФУРФУРОЛА

Равномерность распределения катализатора в сырье — один из факторов, определяющих как выход фурфурола, так и однородность целлюлозно-лигнина. Исследованиями и практикой установлено, что при получении фурфурола с уменьшением количества жидкости в сырье и с повышением концентрации катализатора снижается распад целлюлозы и сокращается расход пара в период прогрева сырья.

Существенное значение при пропитке имеет влажность и гранулометрический состав сырья. Согласно данным Королькова и Краева [1], с увеличением влажности уменьшается скорость капиллярного всасывания, и при влажности выше 40% происходит капиллярно-диффузионная пропитка. Ими показано, что с увеличением длины образца в 3 раза время достижения условно предельной степени насыщения возрастает в 2 раза.

И. А. Беляевский [2] установил, что пропитка измельченной древесины раствором серной кислоты независимо от исходной влажности сырья протекает под влиянием капиллярных и диффузионных сил за 15—20 мин.

Одним из факторов, замедляющих пропитку древесины, может быть присутствие в ее капиллярах воздуха. По данным И. В. Кречетова [3], воздух и вода в древесине занимают 50% ее объема, причем содержание воздуха обратно пропорционально влажности древесины.

По мнению А. И. Фоломина [4], при пропитке древесины воздух вытесняется раствором и сжимается в полостях клеток. Создаваемое воздухом давление препятствует потоплению сырья в растворе кислоты, вследствие чего увеличивается время пропитки.

Лабораторией фурфурола ВНИИГС исследовался процесс подготовки сырья и его влияние на выход фурфурола. Н. П. Мельников с сотрудниками [5] изучал степень распределения кислот в сырье в зависимости от фракционного состава и вида сырья, определял оптимальный жидкостный модуль смачивания. Установлено, что модуль смачивания раствором кислоты должен быть не более 0,2—0,3 : 1; в этом случае равномерность пропитки частиц сырья приобретает исключительно важное значение. Изучалась также степень равномерности распределения кислоты в сырье, состоящем из неодинаковых по величине фракций березовой щепы при модуле смачивания 0,3 в аппарате с механическим перемешиванием и разбрызгиванием кислоты.

Пропитка сырья в аппаратах горизонтального типа, снабженных лопастными устройствами для перемешивания сырья, с подачей кислоты в виде струй или в распыленном состоянии не может обеспечить достаточно равномерного распределения сравнительно небольших количеств ее между частицами сырья, обладающего высокой гигроскопичностью.

В связи с этим разрабатывался и исследовался метод пропитки сырья во взвешенном состоянии с подачей распыленного форсункой раствора кислоты.

На лабораторной установке (рис. 1) исследовалась равномерность распределения распыленной окрашенной жидкости среди частиц сырья.

Сырье (березовые опилки) загружалось через бункер в выполненную из органического стекла цилиндрическую камеру диаметром 100 мм, высотой 600 мм, затем через два тангенциально подведенных штуцера в нижнюю часть камеры подавался воздух, приводивший сырье во взвешенное состояние. После этого через форсунку подавалось определенное количество жидкости в распыленном виде.

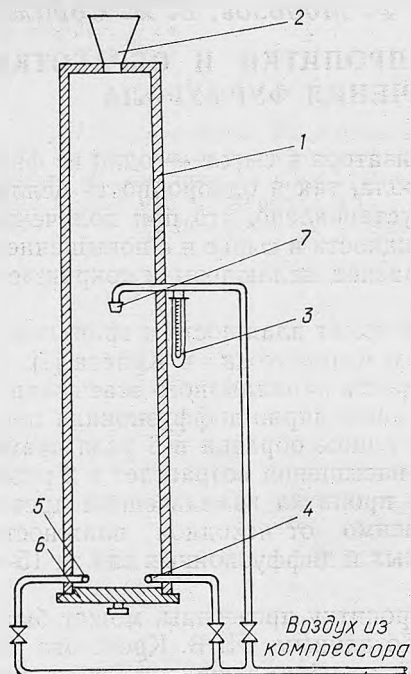


Рис. 1. Схема лабораторной установки для пропитки сырья во взвешенном состоянии:

1 — пропиточная камера; 2 — бункер для загрузки сырья; 3 — градуированный сосуд для раствора кислоты; 4, 5 — штуцера для подачи воздуха; 6 — люк; 7 — форсунка.

также модуль отбора конденсата и повышается концентрация фурфурола в нем.

С целью изучения динамики испарения влаги при сушке газообразным теплоносителем и влияния различных факторов на фурфуролообразующие компоненты сырья проводились специальные исследования. В качестве сырья использовались опилки березовой древесины, которые пропитывались разбавленной серной кислотой с жидкостным модулем 0,3; 0,5; 0,7; 1 и модулем по моногидрату 0,01. Образцы пропитанного кислотой сырья помещались в лабораторный влагомер ДИ-8 и высушивались при различной температуре. Через равные интервалы времени фиксировался вес сырья. По полученным данным рассчитывалось изменение содержания влаги в сырье. По результатам опытов получены зависимости, характеризующие интенсивность испарения влаги при температуре циркулирующего воздуха от 100 до 140°C и различной продолжительности нагрева.

На рис. 2, 3, 4 представлена динамика изменения содержания влаги в сырье в процессе нагрева при температуре 100, 120, 140°C, откуда сле-

Жидкостный модуль пропитки варьировался в пределах 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,7; 1. Установлено, что даже при минимальных модулях достигается равномерное распределение жидкости среди частиц обрабатываемого сырья.

Метод пропитки сырья во взвешенном состоянии применен в исследованиях по разработке режимов получения фурфурола при атмосферном давлении. По сравнению с пропиткой сырья в условиях механического перемешивания при аналогичных режимах обработки показатели по выходу фурфурола повысились, улучшилась воспроизводимость результатов.

Анализ теплового баланса получения фурфурола свидетельствует о том, что для испарения избыточной влаги, содержащейся в сырье после пропитки и нагрева его до температуры, при которой протекает реакция образования фурфурола, расходуется до 30% тепловой энергии. Для повышения эффективности процесса удаления избыточной влаги из сырья целесообразно осуществлять нагретым газообразным теплоносителем. При этом режим сушки должен обеспечивать сохранение фурфуролообразующих компонентов. В результате выделения процесса сушки в самостоятельную операцию снижается

дует, что с увеличением температуры от 100 до 140°C интенсивность испарения влаги возрастает. При температуре 100°C продолжительность сушки до остаточного влагосодержания 10% с увеличением жидкостного модуля от 0,3 до 1,0 возрастает от 2,0 мин до 4,4 мин и соответственно сокращается с 3,0 мин до 0,8 мин при повышении температуры циркулирующего воздуха до 140°C.

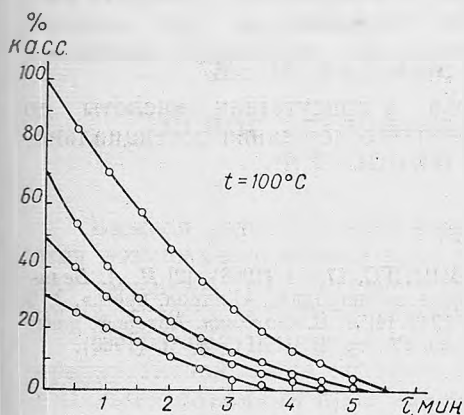


Рис. 2. Динамика изменения содержания влаги в сырье при температуре сушки 100°C:

1—4 — жидкостный модуль пропитки 0,3; 0,5; 0,7; 1,0 соответственно.

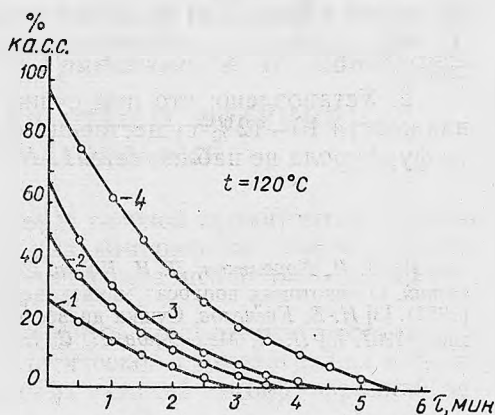


Рис. 3. Динамика изменения содержания влаги в сырье при температуре сушки 120°C:

1—4 — жидкостный модуль пропитки 0,3; 0,5; 0,7; 1,0 соответственно.

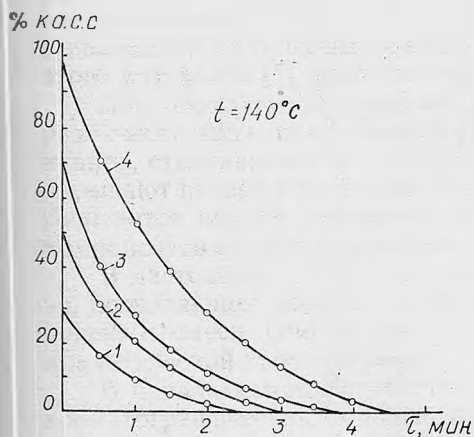


Рис. 4. Динамика изменения содержания влаги в сырье при температуре сушки 140°C:

1—4 — жидкостный модуль пропитки 0,3; 0,5; 0,7; 1,0 соответственно.

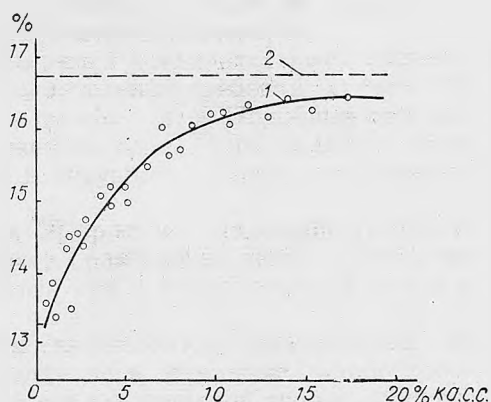


Рис. 5. Изменение содержания потенциального фурфурола в зависимости от содержания влаги в сырье:

1 — кривая изменения содержания потенциального фурфурола; 2 — содержание потенциального фурфурола в исходном сырье.

Образцы сырья, высушенного при различной температуре, анализировались на содержание потенциального фурфурола.

Изменение содержания потенциального фурфурола в зависимости от содержания влаги в сырье представлено на рис. 5. Характер кривой показывает, что при сушке пропитанного кислотой сырья до остаточной влажности 10—12% содержание потенциального фурфурола составляет 16,0—16,2% (в исходном сырье этот показатель составляет 16,8%).

Дальнейшая сушка неизбежно приводит к существенному разрушению фурфуролобразующих компонентов сырья, и при влажности 1—2% содержание потенциального фурфурола составляет 13—14%.

Выводы

1. Предложен метод пропитки сырья во взвешенном состоянии распыленной с помощью форсунок кислотой, позволяющий при модулях 0,1—0,3 достигать равномерного распределения ее между частицами сырья.

2. Установлено, что при сушке сырья в присутствии кислоты до влажности 10—12% существенного снижения содержания потенциального фурфурола не наблюдается.

Литература

[1] *И. И. Корольков, Л. Н. Краев*. Сб. тр. ВНИИГС, 17, 13 (1968). [2] *И. А. Беляевский*. О некоторых вопросах макрокинетики процесса гидролиза. «Гидрол. пром.», 2, 6 (1952). [3] *И. В. Кречегов*. Сушка древесины. М., 1949. [4] *А. И. Фоломин*. Автореф. докт. дисс., 1957. [5] *Н. П. Мельников, Н. С. Постникова*. Сб. тр. ВНИИГС, 8, 31 (1960).