



' POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 41316

Kl. 12 q, 24

Politechnika Szczecińska*)

Szczecin, Polska

Sposób ekstrahowania furfurołu i innych produktów organicznych z destylatu po kwaśnej hydrolizie pentozanów

Patent trwa od dnia 19 maja 1956 r.

W dotychczasowej praktyce przemysłowej furfuroł z jego roztworów wodnych wydobywany jest na ogół na drodze destylacji azeotropowej. Azeotrop furfurołu z wodą odpędzany jest górą kolumny destylacyjnej, dołem zaś odpływa woda pozbawiona furfurołu. Azeotrop w temperaturze pokojowej rozdziela się na dwie warstwy: dolna składa się z furfurołu z domieszką około 4% wody, górna z wody z domieszką około 8% furfurołu. Dolną warstwę stanowi surowy olej furfurolowy, poddawany zazwyczaj powtórnej destylacji w celu ostatecznego odwodnienia i oczyszczenia. Górną warstwę zawraca się jako orosienie z powrotem na kolumnę destylacyjną. System ten, uważany powszechnie za klasyczny, posiada jednak poważną wadę. Azeotrop wodno-furfurołowy wykazujący temperaturę wrzenia $98,3^{\circ}\text{C}$,

a więc nieznacznie niższą od temperatury wrzenia wody (100°C), zawiera zaledwie około 35% furfurołu. Konieczność stosowania wysokiego stosunku orosienia podczas destylacji wywołuje w następstwie wielokrotne odparowywanie znacznych ilości wody, co związane jest z wysokim rozchodem ciepła na destylację.

Dotychczasowe próby zastąpienia destylacji ekstrakcją za pomocą rozpuszczalników organicznych, nie wykroczyły poza ramy laboratorium, ponieważ proponowane do tego celu rozpuszczalniki wykazywały poważne wady z technologicznego punktu widzenia.

Stosowany do ekstrakcji furfurołu eter etylowy wykazuje nadmierną rozpuszczalność w wodzie, co utrudnia jego regenerację. Dalszą jego wadą jest nadmierna lotność (powodująca duże straty w czasie destylacji), łatwopalność i silne właściwości toksyczno-narkotyczne. Poza tym jest on lżejszy od wody (a tym bardziej od fur-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Lechosław Gwiazdowski.

furfuolu), co utrudnia zastosowanie ekstrakcji przeciwprądowej. Podobne wady posiada benzen, gorący nad eterem jedynie słabą rozpuszczalnością w wodzie.

Lepszym rozpuszczalnikiem od wyżej wymienionych jest chloroform, ponieważ jest tylko nieznacznie rozpuszczalny w wodzie i pozwala na zastosowanie przeciwprądu w urządzeniach ekstrakcyjnych (dzięki wysokiemu ciężarowi właściwemu). Ekstrakcja przeciwprądowa jest w tym przypadku tylko nieznacznie zakłócana przez to, że furfural jest lżejszy od chloroformu. Wadą chloroformu jest jego nadmierna lotność i silne działanie na organizm ludzki.

Według wynalazku do ekstrakcji furfurolu z jego roztworów wodnych stosuje się rozpuszczalnik selektywny o gęstości powyżej 1 i temperaturze wrzenia powyżej 100°C, np. chlorobenzen. Chlorobenzen wykazuje następujące zalety jako rozpuszczalnik selektywny.

Rozpuszczalność chlorobenzenu w wodzie w temperaturze pokojowej wynosi zaledwie około 0,5 g na litr wody, w związku z czym unika się poważniejszych strat przy regeneracji rozpuszczalnika. Chlorobenzen w temperaturze pokojowej miesza się z furfuolem w każdym stosunku. Współczynnik podziału furfurolu pomiędzy fazę chlorobenzenową a wodną wynosi od około 3 w roztworach rozcieńczonych do około 10 w roztworach stężonych. Poza tym chlorobenzen w warunkach ekstrakcji nie reaguje w sposób wyraźny z furfuolem, ani z wodą, ani z lotnymi produktami ubocznymi hydrolizy pentozanów i nie działa korodująco na zwykłą stal. Nie tworzy on azeotropu z furfuolem. Jego temperatura wrzenia (132°C) jest wyższa od temperatury wrzenia wody i wszystkich ubocznych produktów organicznych zawartych w destylacie po hydrolizie pentozanów, ale znacznie niższa od temperatury wrzenia furfurolu (162°C). Dzięki temu rozdestylowanie ekstraktu nie sprawia żadnych trudności. Chlorobenzen ($d^{20}_4 = 1,074$) jest cięższy od wody, ale lżejszy od furfurolu

($d^{20}_4 = 1,1594$), dzięki czemu ekstrakt wydziela się zawsze w dolnej warstwie i można z łatwością stosować przeciwprąd.

Dodatkowo korzyścią, jaką przynosi zastosowanie do ekstrakcji chlorobenzenu jest to, że chlorobenzen ekstrahuje z wodnych roztworów furfurolu także uboczne produkty hydrolizy pentozanów, dzięki czemu rafinat (wodę poekstracyjną) można odprowadzać do ścieków jako materiał bezwartościowy. Ekstrakcję prowadzi się kilkustopniowo w przeciwprądzie lub w kolumnie ekstrakcyjnej.

Ciepło właściwe chlorobenzenu wynosi 35,9 cal/mol°C, czyli 0,32 cal/g°C, zaś jego ciepło parowania — 8,93 kcal na mol, czyli 77,6 cal/g, dzięki czemu uzyskuje się bardzo poważną oszczędność pary w procesie wyodrębnienia furfurolu z wód poreakcyjnych. Furfural wyekstrahowany sposobem według wynalazku wyodrębnia się przez oddestylowanie rozpuszczalnika wraz z ubocznymi produktami pod normalnym lub obniżonym ciśnieniem.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ekstrahowania furfurolu i innych produktów organicznych z destylatu po kwaśnej hydrolizie pentozanów, znamieny tym, że ekstrakcję prowadzi się za pomocą rozpuszczalnika selektywnego o gęstości powyżej 1 i temperaturze wrzenia powyżej 100°C, np. chlorobenzenem.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że ekstrakcję prowadzi się w przeciwprądzie w sposób wielostopniowy lub na kolumnie ekstrakcyjnej.
3. Sposób według zastrz. 1 — 2, znamieny tym, że wyekstrahowany furfural wyodrębnia się przez oddestylowanie rozpuszczalnika z innymi produktami organicznymi pod ciśnieniem normalnym lub obniżonym.

Politechnika Szczecińska