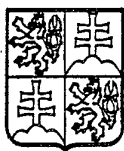


PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

277 299

ČESKÁ
A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ
ÚŘAD PRO
VYNÁLEZY

- (21) Číslo přihlášky: **5630-88**
(22) Přihlášeno: 16. 08. 88
(40) Zveřejněno: 12. 08. 92
(47) Uděleno: 25. 11. 92
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 13. 01. 93

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁵:
C 07 C 47/40

- (73) Majitel patentu:
Slovenská technická univerzita v Bratislave,
Bratislava, CS;
- (72) Původce vynálezu:
Madlo Viliam doc. ing. CSc., Bratislava, CS;
Rendoš František prof. ing. CSc., Bratislava,
CS;
Jelemenský Karol doc. ing. CSc., Bratislava,
CS;
Košík Martin doc. ing. DrSc., Bratislava, CS;

(54) Název vynálezu:
**Spůsob výroby 2-furaldehydu z
pentózových roztokov**

(57) Anotace:
Riešenie sa týka výroby furaldehydu z pentózo-
vých roztokov izotermickou dehydratáciou. Pod-
stata riešenia spočíva v tom, že pentózový roztok
s katalyzátorom sa zahreje na teplotu varu, pod
tlakom 480 až 800 kPa počas 30 až 120 s,
podrobí sa izotermickej dehydratácii pri turbu-
lentnom režime prúdenia pri zdržnej dobe re-
akčného roztoku v rozmedzí 3 až 8 min. a potom
sa reakčná zmes uvedie do expanzie, pričom
vzniknuté furalové pary sa v podobe parného
nástreku vedú na rektifikáciu, zatiaľ čo fural
obsiahnutý v kvapalnej fáze reakčného roztoku
sa preháňa prehriatou vodnou parou alebo
inertným plynom a vedie na kondenzáciu.

CS 277 299 B6

Vynález sa týka spôsobu výroby 2-furaldehydu z pentózových roztokov izotermickou dehydratáciou.

V súčasnosti existuje v priemyselnej praxi veľa spôsobov na výrobu 2-furaldehydu. Sú to spôsoby jednostupňové, v ktorých sa hydrolýza pentozanov a dehydratácia pentóz uskutočňuje v jednom zariadení a dvojstupňové, kde sa hydrolýza a dehydratácia robia oddelene. Z iných hľadísk možno spôsoby výroby 2-furaldehydu posudzovať ako tlakové alebo beztlakové, spôsoby s pridávaním a bez pridávania katalyzátorov, spôsoby kontinuálne, semikontinuálne a diskontinuálne.

Všetky uvedené spôsoby majú prednosti, ale aj nedostatky. Pri jednostupňových tlakových spôsoboch sa lignocelulóza značne deštruuje a okrem lignínu obsahuje i značné množstvo kondenzačných produktov 2-furaldehydu, čo veľmi obmedzuje použitie lignocelulózy pre kŕmne účely.

Tlakové spôsoby majú aj tú nevýhodu, že je ich ťažko kontinuálnizovať. Hlavným prvkom spôsobujúcim ťažkosti pri týchto spôsoboch sú dávkovače vstupujúcej rastlinnej suroviny do reaktora, ako aj odoberače zreagovanej látky z reaktora. Rotačné, resp. posuvné časti týchto zariadení sú vystavené vysokým tlakom, teplotám, ako aj pôsobeniu trenia partikulárnych častíc rastlinných látok a teda nadmernému zaťaženiu a najčastejšie tvoria úzke miesta spoľahlivého prevádzkovania priemyslového zariadenia.

Diskontinuálne zariadenia sú náročné na obsluhu a pritom kvalita získanej lignocelulózy sťažuje možnosť jej ďalšieho spracovania.

Výhody dvojstupňového spôsobu spracovania druhotných poľnohospodárskych surovín sú v tom, že po parciálnej hydrolýze pentozanov zriedenými kyselinami a následnej extrakcii vodou sa získa pentózový roztok a lignocelulóza je vhodná na ďalšie spracovanie na kŕmnu buničinu a organominerálne hnojivo.

Pri dvojstupňovom spôsobe výroby 2-furaldehydu nie sú doteraz uspokojivo vyriešené problémy dehydratácie pentóz na 2-furaldehyd. Výsledky pokusov potvrdili, že rýchlosť tvorby 2-furaldehydu je oveľa vyššia ako rýchlosť oddestilovávania vzniklého 2-furaldehydu z reakčného roztoku. Tým dochádza ku zvyšovaniu jeho koncentrácie v reakčnom roztoku a reakcia pokračuje vytváraním polykondenzátov 2-furaldehydu vyzrážaním týchto zlúčenín z roztoku vo forme pomerne dobre filtrovateľnej partikulárnej látky a tým dochádza ku zníženiu výťažnosti 2-furaldehydu.

Uvedené nedostatky odstraňuje a technický problém novou technológiou rieši vynález, ktorého podstata spočíva v tom, že pentózový roztok s katalyzátorom sa pod tlakom 480 až 800 kPa počas 30 až 120 s zahreje na teplotu varu, podrobí sa izotermickej dehydratácii pri turbulentnom režime prúdenia pri zdržnej dobe reakčného roztoku v rozmedzí 3 až 8 min a potom sa reakčná zmes uvedie do expanzie, pričom vzniknuté furalové pary sa v podobe parného nástreku vedú na rektifikáciu, zatiaľčo fural obsiahnutý v kvapalnej fáze reakčného roztoku sa preháňa prehriatou vodnou parou alebo inertným plynom a vedie na kondenzáciu.

Kvapalná časť zreagovaného roztoku po dehydratácii sa môže viac-krát pódrobiť uvedenému postupu až kým sa získa roztok, ktorý neobsahuje nezreagovanú xylózu.

Spôsobom podľa riešenia sa dosahuje výťažnosť pri jednom prechode 10 % vzťahovaný na teóriu.

Výhoda riešenia spočíva v rýchloohreve za vysokých tlakov a následnou expanziou reakčnej zmesi a rýchleho odvodu vzniklých furalových pár z reakčného roztoku, čo zabraňuje vzniku ďalšej reakcie.

Výhodou riešenia je aj usmernení tok pentózového roztoku zmiešaného s katalyzátorom do turbulencie apiestovým tokom.

Príklad 1

Spôsobom podľa vynálezu bol získaný 2-furaldehyd, kde pentózový roztok s koncentráciou D-xylózy 5 %, zmiešaný s katalyzátorom na báze 10 % roztoku kyseliny sírovej sa plunžrovým vysokotlakovým čerpadlom dopravoval rúrkou výmenníka, v ktorej sa reakčný roztok súčasne ohrial na teplotu 160 °C, odkiaľ prúdil do tepelne zaizolovanej vyrovnávacej nádoby reaktora, v ktorom bol zabudovaný teplomer a manometer. Nádoba slúžila na vyrovnávanie pulzácií objemového čerpadla. Rýchlosť dávkovania reakčného roztoku bola 15 litrov za hodinu, zdržná doba v reaktore 5 minút pri teplote 160 °C a tlaku 600 kPa. Zreagovaný pentózový roztok z tlakového priestoru reaktora expandoval cez expanzný ventil do cyklóna, kde sa oddelili uvoľnené furalové pary, ktoré boli odvádzané do zbernej nádoby. Kapacita zariadenia bola 5 až 30 l za hodinu.

Výťažok 2-furaldehydu vzťahovaný na xylózu bol 9,8 %. Pokus bol vedený tak, že vzniknutý furaldehyd nebol z parnej fázy odvádzaný, ale expandované pary boli skondenzované a ostali v zbernej nádrži zreagovaného roztoku.

Vzhľadom na to, že zvyšky reakčného roztoku obsahujú ešte malé množstvo 2-furaldehydu, sa tento zvyšok reakčného roztoku ešte pódrobil prehánaniu vodnou parou. Boli odskúšané aj inertné plyny CO₂ a N₂.

Príklad 2

Spôsobom podľa vynálezu bol získaný 2-furaldehyd, kde pentózový roztok s koncentráciou 5 % hmot. D-xylózy zmiešaný s katalyzátorom na báze 10 % kyseliny chlorovodíkovej sa dopravoval rúrkou výmenníka /vnútorný priemer 10 mm/ rýchlosťou 1 m/s, v ktorej sa reakčný roztok ohrial na teplotu varu 120 °C. Odtiaľ prúdil do izotermického kanálového reaktora, ktorého prierez bol blízky prierezu rúrky ohrievacieho výmenníka, aby sa zachovali podmienky turbulentného toku prúdenia v reaktore. Zdržná doba v reaktore bola 10 min, teplota v reaktore 120 °C. Zreagovaný pentózový roztok z tlakového priestoru expandoval cez expanzný uzáver do cyklónu, kde sa uvoľnili furalové pary a odchádzali na rektifikáciu. Výťažok furaldehydu na D-xylózu bol 11,6 %. Zreagovaný reakčný roztok bol pódrobený znovu ohrevu a dehydratácii v uvedenom zariadení a získalo sa ďalších 8,9 % furaldehydu. Po štvornásobnom opakovaní bude celková výťažnosť furaldehydu

33,6 % počítané na pentózu, tj. 52 % vzťahovaných na teoretický výťažok furaldehydu.

Príklad 3

Spôsobom podľa vynálezu bol získaný furaldehyd dehydratáciou pentózového roztoku obsahujúceho 3 % hmot. D-xylózy a 12 % kyseliny sírovej. Takto pripravený roztok bol podrobený rýchlemu ohrevu v kanálovom výmenníku pri turbulentnom toku roztoku v kanáli 10x10 mm. Doba ohrevu 120 s. Roztok bol dávkovaný plunžrovým čerpadlom pod tlakom 800 kPa do prietokového reaktora, kde prebiehala izotermická dehydratácia pri turbulentnom toku kanálom po dobu 8 min pri tlaku 800 kPa. Zreagovaný roztok bol podrobený expanzii, uvoľnené pary postupovali na rektifikáciu a kvapalná časť, obsahujúca furaldehyd bola prehánaná prehriatou vodnou parou /130 °C, 0,1 MPa/. Odvádzané furalové pary boli vedené na rektifikáciu. Výťažok furaldehydu po jednom prechode 21 % vzťahované na D-xylózu /32,8 % na teoretický furaldehyd/. Postup sa opakoval trikrát a bol získaný výťažok 44,5 % na D-xylózu /69,5 % na teoretický furaldehyd/.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

Spôsob výroby 2-furaldehydu z pentózových roztokov izotermickou dehydratáciou, vyznačujúci sa tým, že pentózový roztok s katalyzátorom sa pod tlakom 480 až 800 kPa počas 30 až 120 s zahreje na teplotu varu, podrobí sa izotermickej dehydratácii pri turbulentnom režime prúdenia pri zdržnej dobe reakčného roztoku v rozmedzí 3 až 8 min a potom sa reakčná zmes uvedie do expanzie, pričom vzniknuté furalové pary sa v podobe parného nástreku vedú na rektifikáciu, zatiaľ čo fural obsiahnutý v kvapalnej fáze reakčného roztoku sa preháňa prehriatou vodnou parou alebo inertným plynom a vedie na kondenzáciu.

Konec dokumentu
