



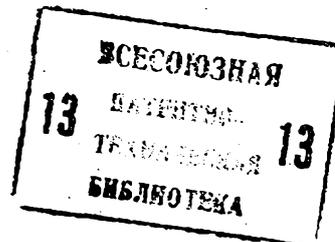
СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1176840 A

(51)4 С 07 D 307/50

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ



- (21) 3273771/23-04
- (86) PCT/FR 80/00128 (31.07.80)
- (22) 02.04.81
- (31) 7919935
- (32) 03.08.79
- (33) FR
- (46) 30.08.85. Бюл. № 32
- (72) Бернар Пьер Мари Раймон (FR)
- (71) Бертен э Ко (FR)
- (53) 547.722.07(088.8)
- (56) Патент Германии № 740602, кл. 12 q 24, опублик.1943.  
Патент Франции № 1181953, кл. С 07 d , опублик.1959.
- (54) (57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФУРФУРОЛА гидролизом пентозансодержащего растительного сырья в присутствии концентрированной сильной минеральной кислоты с последующей дегидратацией, полученного раствора пентоз обработкой водяным паром в присутствии сильной минеральной кислоты во

втором реакторе, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса и повышения выхода целевого продукта, в качестве сильной минеральной кислоты используют летучую кислоту и гидролиз пентозансодержащего растительного сырья проводят при 60°C и атмосферном давлении, а дегидратацию полученного раствора пентоз проводят при 100-110°C и атмосферном давлении, причем подачу раствора пентоз осуществляют сверху, а подачу пара - снизу с последующей конденсацией пара, содержащего фурфурол, декантацией и отделением жидкого фурфурола, концентрированную летучую сильную минеральную кислоту рециркулируют в первый реактор.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что используют 5-6н. соляную кислоту азеотропной концентрации 20%.

(19) SU (11) 1176840 A

Изобретение относится к способам получения фурфурола из пентозан-содержащего сырья, который может быть использован в производстве синтетических текстильных волокон, пластмасс, 5 синтетических каучуков.

Цель изобретения - упрощение процесса и повышение выхода целевого продукта.

Пример. Для производства 5000 т в год фурфурола необходимо 35000 т в год стержней початков кукурузы влажностью 30% (или веществ с большим содержанием пентозанов и меньшей влажностью), т.е. вес сухого вещества 25000 т в год, следующего состава, %: пентозаны 32; целлюлоза 50; лигнин 18.

В гидролизер объемом 40 м<sup>3</sup> загружают стержни початков кукурузы из расчета 3,12 т/ч сухого вещества и 20%-ную соляную кислоту с температурой 60°C из расчета 9,36 м<sup>3</sup>/ч. Скорость подачи раствора гидролизата на выходе из гидролизера 6,55 м<sup>3</sup>/ч, концентрация пентоз в гидролизате 150 г/л.

Раствор гидролизата, содержащий 150 г/л пентоз, поступает в колонну образования фурфурола объемом 14 м<sup>3</sup> со скоростью 6,55 м<sup>3</sup>/ч. Пар при 110°C и давлении 1,3 бар подают со скоростью 1,5 т/ч. Пар с фурфуролом, который выходит из колонны, конденсируется в конденсаторе, при этом получается смесь вода - фурфурол с 95 вес.% фурфурола (содержание пентоз 8 г/л). При этих условиях рециркуляционный насос подает раствор в бойлер со скоростью 27 м<sup>3</sup>/ч.

Регенерацию кислоты гидролиза, т.е. соляной кислоты, на выходе из колонны образования фурфурола и до ее возвращения в гидролизер осуществляют в дистилляционной колонне, например тарельчатой. В колонну поступает раствор соляной кислоты, полученный после экстракции растительных остатков после выхода из гидролизера со скоростью 3,46 т/ч (13%-ная соляная кислота) и после образования фурфурола со скоростью 8,56 т/ч (17%-ная соляная кислота), т.е. в среднем 15,8%-ная HCl со скоростью 12 т/ч. Из нижней части колонны регенерированную 20%-ную азеотропную соляную кислоту отводят со скоростью 9,3 т/ч.

Скорость выхода остаточной воды из верхней части колонны 2,42 т/ч, а скорость загрязняющих примесей из нижней части колонны 0,3 т/ч.

Потери соляной кислоты составляют 1% по отношению к загружаемой кислоте, или в расчете на установку производительностью 5000 т в год на уровне образования фурфурола 0,014 т/ч, а на уровне отвода загрязнений 0,06 т/ч, т.е. 0,4 т/ч фурфурола.

Смесь, содержащую 95 вес.% фурфурола, направляют после декантации в отстойнике и нейтрализации в реакторе со скоростью загрузки 0,67 т/ч в колонну дегидратации под давлением 100 мм рт.ст. для получения на выходе из колонны после отделения приблизительно 0,04 т/ч воды фурфурола чистотой 99 вес.% со скоростью на выходе 0,65 т/ч. Получают 99%-ный фурфурол в количестве 625 кг/ч. Выход 85%.

Общий расход водяного пара 7 т/ч, общий расход воды 185 м<sup>3</sup>/ч.

Сжигание 2,12 т/ч (в расчете на сухое вещество) растительных остатков, получаемых из гидролизера, с калорийностью 3400 ккал/кг дает 7200 термий/ч (7200 · 10<sup>6</sup> кал/ч) или 11 т/ч пара, следовательно, пара получается гораздо больше, чем требуется для установки (приблизительно 7 т/ч).

Влияние температуры на скорость реакции гидролиза пентозанов в пентозы установлено путем исследования изменения концентрации пентозы в замкнутом реакторе гидролиза в зависимости от продолжительности при разных температурах.

Условия проведения опытов представлены в таблице.

Химическое равновесие в системе пентозана - пентоза замедляет скорость гидролиза и препятствует достижению максимальной концентрации пентоз в замкнутом реакторе.

При 60°C и продолжительности гидролиза приблизительно 5 ч наблюдается реакция разложения. Энтальпия реакции гидролиза  $H = 15,5$  ккал/моль.

Исследования показали, что выход фурфурола возрастает в зависимости от продолжительности пребывания гидролизата в колонне образования фурфурола (оптимальной считают продолжительность, которая соответствует

скорости образования фурфурола, т.е. при слишком большой продолжительности пребывания гидролизата в колонне (более 2 ч) выход фурфурола уменьшается).

Таким образом, предлагаемый способ позволяет упростить процесс в результате проведения процесса при атмосферном давлении и повысить выход целевого продукта с 68 до 85%.

Температура, °С	Вес неочищенных початков в гидролизере, кг	Вес сухого вещества, кг	Вес пентозан, кг	Кислотный объем при 20% в гидролизере, л	Общий жидкий объем	Максимальная концентрация пентоз в гидролизере	Вес сухого вещества (вес жидкости)	Выход пентоз, %	Выход фурфурола по отношению к весу сухого вещества, %	Выход полученного фурфурола (теоретический) %
23	45,6	40,5	15,4	173	178	99	0,26	31	8	30
47	40,4	36	13,6	150	154,4	100	0,27	60	14	57
60	40	35,6	23,5	175	179,4	85	0,22	88	19,8	85

Примечание. Температура дегидратации пентоз 100-110°C. Используются стержни початков кукурузы, высушенные в Криб-композиции: 11 вес.% влаги, плотность 160 кг/м<sup>3</sup>, содержание пентозан 38 вес.%.

Составитель И. Дьяченко  
 Редактор Л. Пчелинская Техред З. Палий Корректор Л. Пилипенко

Заказ 5380/56 Тираж 384 Подписное  
 ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
 по делам изобретений и открытий  
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4