

Warszawa, 7 października 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



C07d 5/24

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23599.

Kl. 12 q, 24.

Gunnar Skogh
(Västervik, Szwecja).

Sposób wytwarzania furfurołu z substancyj, zawierających pentozy względnie pentozyany.

Zgłoszono 1 lipca 1935 r.

Udzielono 29 lipca 1936 r.

Jak wiadomo, furfurol otrzymuje się z pentozanu i substancyj, zawierających pentozy, przez ogrzewanie tych substancyj z wodą, przy dodaniu kwasu albo kwaśnej soli jako katalizatora. Bogate w pentozy są: łuski nasion niektórych rodzajów zbóż, łupiny kukurydzy, drewno drzew liściastych i t. d. Furfurol otrzymuje się przy zwęglaniu drzewa w mielerzach lub piecach, lecz z małą wydajnością.

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wytwarzania furfurołu bez bezpośredniego doprowadzania kwasu albo kwaśnej soli z wydajnością, znacznie przekraczającą wydajność, którą można było otrzymać zapomocą dotychczasowych sposobów.

Według wynalazku niniejszego substancje, wydzielające furfurol, traktuje się

wodą pod ciśnieniem atmosferycznym lub też pod ciśnieniem wyższym albo niższym od atmosferycznego, w ciągu dłuższego lub krótszego czasu, odpowiednio dostosowanego do rodzaju różnych substancyj wyjściowych, i w temperaturze, obranej w ten sposób, że mogące mieć znaczenie ilości pentozanów nie przechodzą do roztworu. Następnie w najdogodniejszy sposób usuwa się możliwie dokładnie z substancji wodę. Po tej czynności substancję traktuje się w autoklawie parą nasyconą lub nienasyconą, pod ciśnieniem, przekraczającym ciśnienie atmosferyczne, i temperaturach ponad 100°C, tak że z właściwego surowca powstaje kwas, potrzebny do hydrolizy pentozanów i dehydratacji pentozy. Podczas przebiegu reakcji albo dopiero po przepro-

wadzeniu tej reakcji odprowadzona zostaje para wodna z wytworzonym furfurolem oraz innymi produktami ubocznymi, otrzymywanymi w znany sposób. Można np. postępować w sposób następujący.

Rozdrobione drewno dębowe (wióry dębowe) traktuje się w ciągu 22 godzin wodą w temperaturze 95 — 100°C, poczem wodę usuwa się. To traktowanie wodą można przeprowadzać w naczyniu pojedynczym albo w baterjach naczyń do wylugowywania. Pozostałe drewno dębowe albo zacier dębowy przerabia się w autoklawie z materiału odpowiedniego, np. z miedzi albo żelaza. W ostatnio wymienionym przypadku autoklaw powinien być wyłożony materiałem kwasoodpornym i ogrzewany parą. Parę doprowadza się w jednym albo w kilku miejscach do części dolnej autoklawu; para napływa poprzez dno sitowe do masy, znajdującej się w autoklawie. Powietrze, które znajdowało się w autoklawie, wypływa zaworem, znajdującym się w górnej części autoklawu; zawór ten zostaje zamknięty po usunięciu całkowitej ilości powietrza, zawartego w autoklawie. Parę doprowadza się do autoklawu tak długo, aż osiągnie się ciśnienie, wynoszące 6 — 6,5 kg/cm², i uzyska się temperaturę, wynoszącą 160 — 165°C. Doprowadzana para może być nasycona albo przegrzana. Pod tym ciśnieniem i w tej temperaturze z surowca powstaje kwas, potrzebny do hydrolizy pentozanów i dehydratacji pentozy na furfurole. Wytwarzanie się furfurołu w większej ilości zaczyna występować dopiero po 30 — 60 minutach. Czas ten waha się znacznie w zależności od rodzaju surowców. Autoklaw jest utrzymywany pod ciśnieniem powyższym i w temperaturze powyższej w ciągu 4 — 5 godzin, gdy wytwarzanie się furfurołu zasadniczo już ustanie. Zawór, znajdujący się u góry autoklawu, zostaje wówczas otwarty, a para wodna, zmieszana z parami furfurołu, uchodzi. Pary te mogą być odprowadzone albo przez skraplacz w

celu skroplenia, skropliny zaś mogą być doprowadzone do kolumny, w której oddziela się furfurole, albo też pary mogą być bezpośrednio doprowadzone do kolumny. W celu całkowitego usunięcia furfurołu z wnętrza autoklawu do masy wdmuchuje się od dołu parę; jak wyżej wspomniano, pary zostają odprowadzone zaworem poprzednio opisanym. Zamiast, jak wyżej opisano, uskutecznić wypuszczanie par dopiero po 4 — 5 godzinach, bardziej celowe jest wypuszczanie ich podczas procesu okresowo lub w sposób ciągły, gdy tylko się spostrzeże, że ilości par, wychodzące na jednostkę czasu, nie są tak duże, aby skropliny były zbyt rozrzedzone. W celu skrócenia czasu traktowania wodą, można najpierw substancję traktować w ciągu co najmniej 5 godzin wodą w temperaturze 50 — 100°C, a następnie w ciągu co najmniej 30 minut w temperaturach ponad 100°C i pod ciśnieniem, przekraczającym ciśnienie atmosferyczne.

Dzięki temu, że substancje, wydzielające furfurole, traktuje się w ten sposób najpierw wodą, otrzymuje się furfurole z wydajnością, wynoszącą aż do 10% w odniesieniu do pierwotnej wagi suchego drewna dębowego. Jeżeli bez uprzedniej obróbki wodą ogrzewało się wióry dębowe w sposób, opisany poprzednio, to otrzymałoby się wydajność, wynoszącą tylko 3 — 4%. Drewno dębowe zawiera około 25% pentozy i według wzoru $C_5H_{10}O_5 \rightarrow C_5H_4O_2 + 3H_2O$ można by teoretycznie otrzymać 16% furfurołu. Zapomocą sposobu według wynalazku niniejszego otrzymuje się zatem wydajność, wynoszącą więcej niż 60% ilości teoretycznie możliwej, czyli wydajność, praktycznie biorąc, dwa razy większą, niż dotychczas.

Dzięki temu, że przy obróbce surowca wodą pracę przeprowadza się pod ciśnieniem, wynoszącym zresztą najwyżej 3 kg/cm², czas tej obróbki może być znacznie krótszy; powstaje jednak wówczas niebezpieczeństwo, że pentozy przejdą do roz-

tworu i zostaną odprowadzone wraz z wodą, podczas jej usuwania, przez co powstaną straty. Podobne okoliczności powstają przy użyciu innych substancji, zawierających pentozy, np. przy stosowaniu otrąb owsianych. Jeżeliby się substancje te w sposób, uprzednio opisany, najpierw traktowało wodą, a następnie poddało działaniu tego samego ciśnienia w tej samej temperaturze, to otrzymałoby się wydajność furfurołu, wynoszącą około 14%; bez poprzedniego traktowania wodą otrzymuje się z tego materiału tylko około 6 — 7%.

Sposób według wynalazku niniejszego może być również wykonywany pod ciśnieniem niższym lub wyższym względnie w temperaturze niższej lub wyższej; jednak w pierwszym przypadku proces trwałby zbyt długo, a w drugim — wydajność furfurołu byłaby mniejsza. Użycie różnych surowców wymaga do osiągnięcia najlepszych wyników różnego ciśnienia względnie różnej temperatury. Często może być korzystne stosowanie przy pewnych surowcach początkowo wyższej temperatury i wyższego ciśnienia, aby przyspieszyć wytwarzanie się kwasu.

Oprócz furfurołu otrzymuje się przy tej reakcji alkohol metylowy, aceton, oleje acetonowe i kwasy, przede wszystkim kwas octowy.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania furfurołu z substancji, zawierających pentozy względnie pentozy, znamieny tem, że wymie-

nione substancje najpierw traktuje się wodą w odpowiednim naczyniu, ogrzewając je do takiej temperatury i pod takim ciśnieniem, że mogąca mieć znaczenie ilość pentozanów nie przechodzi do roztworu, następnie usuwa się możliwie dokładnie wodę, poczem daną substancję traktuje się w autoklawie parą wodną pod ciśnieniem, przekraczającym ciśnienie atmosferyczne, i w temperaturach ponad 100°C tak, że z właściwego surowca powstaje kwas, potrzebny do hydrolizy pentozanów i dehydratacji pentozy, i wreszcie podczas reakcji albo dopiero po jej przeprowadzeniu odprowadza się parę wodną wraz z powstałym furfurolem i produktami ubocznymi.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że daną substancję, np. wióry dębowe, traktuje się w ciągu 22 godzin wodą w temperaturze 95 — 100°C, poczem możliwie dokładnie usuwa się wodę, a substancję poddaje się w autoklawie działaniu pary wodnej o ciśnieniu 6 — 6,5 kg/cm² w temperaturze 160 — 165°C.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że daną substancję traktuje się co najmniej w ciągu 5 godzin wodą w temperaturze 50 — 100°C, a następnie co najmniej w ciągu 30 minut — w temperaturach ponad 100°C i pod ciśnieniem, przekraczającym ciśnienie atmosferyczne, wynoszącym jednak najwyżej 3 kg/cm².

Gunnar Skogh.

Zastępca: Inż. M. Brokman,
rzecznik patentowy.