



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

248059
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 307/50

(22) Prihlášené 11 05 84
(21) (PV 3489-84)

(40) Zverejnené 12 06 86

(45) Vydané 15 03 88

(75)
Autor vynálezu

ZELNÍK ANDREJ doc. ing. CSc., RENDOŠ FRANTIŠEK prof. ing. CSc.,
MADLO VILIAM doc. ing. CSc., BLAŽEJ ANTON akademik prof. ing.,
KOŠÍK MARTIN doc. ing. CSc., REISER VLADIMÍR ing. CSc.,
ŠURINA IGOR ing. CSc., BRATISLAVA, PAJTÍK JOZEF doc. ing. CSc.,
ZVOLEN

(54) Spôsob výroby 2-furaldehydu z rastlinných surovín

1

2

Podstata spôsobu výroby 2-furaldehydu z rastlinných surovín spočíva v tom, že na rozdrvenú surovinu s veľkosťou častíc 0,2 až 5 mm sa pôsobí chemickými činidlami pri teplote 50 až 100 °C počas 0,5 až 3 hodín jednotupňovo a/alebo dvojstupňovo, pričom v prvom stupni sa ako chemické činidlo použije kyselina sírová alebo kyselina octová vo forme vodného roztoku, alebo zmes týchto kyselín v pomere 0,1 až 10 % hmotnostných kyseliny sírovej a 0,5 až 1,5 percenta hmot. kyseliny octovej pri hydro-module 1:1 až 1:10 a v druhom stupni sa ako chemické činidlo použije 20 až 96 %-ná kyselina sírová v množstve 0,5 až 7,0 % hmotnostných na hmotnosť pôvodnej absolútne suchej suroviny a takto upravená surovina sa potom vystaví účinku teploty 160 až 250 °C vo vibrofluidnom reaktore po dobu 2 až 180 minút, pričom vznikajúci produkt sa vo forme pár kontinuálne z reaktora odvádza.

Vynález sa týka spôsobu výroby 2-furaldehydu z rastlinných surovín s vyšším obsahom pentozánov, ako sú kukuričné oklasky, sójové palice, niektoré listnaté dreviny priamym postupom vo vibrofluidnej vrstve.

Všeobecne používané spôsoby výroby 2-furaldehydu z rastlinných surovín sú v prevažnej miere jednostupňové, u ktorých sa hydrolyza pentozánov a dehydrácia pentóz uskutočňuje v tlakových zariadeniach za pridávania katalyzátora.

Spôsoby priameho získavania 2-furaldehydu sú zamerané najmä na druh, koncentráciu a spôsob pridávania katalyzátora a na spôsob ohrevu a kontinuálizáciu procesu.

Nepriame spôsoby získavania 2-furaldehydu z pentozánových roztokov sú rozšírené predovšetkým v Sovietskom zväze. Pentozánový hydrolyzátn obsahujúci 3 až 4 % pentóz predohriaty na 90 až 100 °C sa v zmesi s katalyzátorom (kyselina sírová) vedie do dehydrátora, v ktorom prebieha reakcia pri tlaku 10 atp.

Nevýhodou postupu je vysoká spotreba pary. Nepriame postupy beztlakové sú založené na katalyzovanej dehydrácii roztokov pentóz na tuhých prehriatych časticlách vo vibrujúcej vrstve AO č. 210 733 alebo za použitia kyseliny chlór vodíkovej ako katalyzátora pri bode varu reakčnej zmesi — AO č. 218 738.

Podstata spôsobu podľa vynálezu spočíva v tom, že na rozdrvenú surovinu s veľkosťou častíc 0,2 až 5 mm sa pôsobí chemickými činidlami pri teplote 50 až 100 °C počas 0,5 až 3 hodín jednostupňovo a/alebo dvojestupňovo, pričom v prvom stupni sa ako chemické činidlo použije kyselina sírová alebo kyselina octová vo forme vodného roztoku, alebo zmes týchto kyselín v pomere 0,1 až 10 % hmot. kyseliny sírovej a 0,5 až 1,5 % hmot. kyseliny octovej pri hydromodule 1:1 až 1:10 a v druhom stupni sa ako chemické činidlo použije 20 až 96 %-ná kyselina sírová v množstve 0,5 až 7,0 % hmotnostných na hmotnosť pôvodnej absolútne suchej suroviny a takto upravená surovina sa potom vystaví účinkom teploty 160 až 250 °C vo vibrofluidnom reaktore po dobu 2 až 180 minút, pričom vznikajúci produkt sa vo forme pár kontinuálne z reaktora odvádza.

Cez reaktor sa môže prepúšťať vodná para alebo pary iného inertného média, aby sa 2-furaldehyd rýchle odvádzal z reakčnej zóny. 2-Furaldehyd sa v ďalšom izoluje z parnej fázy obvyklými postupmi.

Výhodou spôsobu podľa vynálezu je to, že sa dá uskutočniť v jednoduchom zariadení, ako postup kontinuálny a beztlakový. 2-Fu-

raldehyd sa získava z relatívne koncentrovaných pár. Proces je nenáročný na spotrebu vody a nie je spojený so vznikom odpadov. Lignocelulóзовý zvyšok, ktorý odpadá v suchej forme má vysoké spalné teplo a zabezpečuje energetické krytie pre výrobu 2-furaldehydu. Postupom podľa vynálezu sa netvoria inkrusty, resp. sedimenty, ktoré by ohrozovali prevádzku výrobného zariadenia a znižovali výťažky 2-furaldehydu.

Spôsob podľa vynálezu možno demonštrovať na týchto príkladoch prevedenia:

Príklad 1

Kukuričné oklasky sa rozdrčia v kladivkovom mlyne tak, že veľkosť zrna je v priemere menšia ako 5 mm. Drť sa impregnuje 0,8 %-ným vodným roztokom kyseliny sírovej pri hydromodule 1:1 zahrieva na teplotu 95 °C po dobu 1 h. Potom sa pridá 2,5 percenta na váhy a. s. suroviny 70 % H₂SO₄, ktorá sa v jemne rozprášenej forme postrekuje rovnomerne na povrch suroviny. Takto upravená surovina sa vystaví účinku tepla vo vibrofluidnej vrstve pri 180 až 200 °C po dobu 30 min.

Počas zahrevu sa vibrofluidným reaktorom prepúšťa vodná para, ale len v takom množstve, že celkové množstvo vody v kondenzáte neprevýši dvojnásobok váhy spracovávanej suchej suroviny. Výťažok 2-furaldehydu dosahuje 39,7 % z teoretického množstva.

Príklad 2

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že drť sa impregnuje 1,5 %-ným vodným roztokom kyseliny octovej pri teplote 60 °C počas 3 hod. Výťažok: 38,6 %.

Príklad 3

Bukové piliny (0,2 až 0,5 mesh) sa impregnujú vodným roztokom obsahujúcim 0,1 % H₂SO₄ a 0,5 % CH₃COOH (hydromodul 1:4) a zahrievajú sa na 85 až 95 °C po dobu 2 h a potom sa predsušia, takže ich vlhkosť nepresahuje 50 % a postriekajú sa vodným roztokom 40 % H₂SO₄ tak, že množstvo rovnomerne pridanej kyseliny sírovej na povrch pilín nepresahuje 3 % na váhu a. s. suroviny.

Piliny sa zahrievajú vo vibrofluidnej vrstve pri 200 až 220 °C po dobu 30 min a počas zahrevu sa prepúšťajú reaktorom pary chloroformu tak, že celkové množstvo chloroformu v kondenzáte neprevýši 100 % z váhy a. s. suroviny. Výťažok 2-furaldehydu dosahuje 41 % z teórie.

PREDMET VYNALEZU

Spôsob výroby 2-furaldehydu z rastlinných surovín priamym postupom vo vibrofluidnej vrstve vyznačujúci sa tým, že na rozdrvenú surovinu s veľkosťou častíc 0,2 až 5 mm sa pôsobí chemickými činidlami pri teplote 50 až 100 °C počas 0,5 až 3 hodín jednotupňovo a/alebo dvojtupňovo, pričom v prvom stupni sa ako chemické činidlo použije kyselina sírová alebo kyselina octová vo forme vodného roztoku, alebo zmes týchto kyselín v pomere 0,1 až 10 % hmot. ky-

seliny sírovej a 0,5 až 1,5 % hmot. kyseliny octovej pri hydromodule 1:1 až 1:10 a v druhom stupni sa ako chemické činidlo použije 20 až 96 %-ná kyselina sírová v množstve 0,5 až 7,0 % hmot. na hmotnosť pôvodnej absolútne suchej suroviny a takto upravená surovina sa potom vystaví účinku teploty 160 až 250 °C vo vibrofluidnom reaktore po dobu 2 až 180 minút, pričom vznikajúci produkt sa vo forme pár kontinuálne z reaktora odvádza.