



PATENTNI SPIS BR. 12387

Skogh Gunnar, Västerwik, Švedska.

Postupak za proizvodnju furfurola.

Prijava od 30 juna 1935.

Važi od 1 oktobra 1935.

Kako je poznato, dobiva se furfurool iz tvari, koje zadrže pentozana i pentozana ugrijanjem ovih tvari vodom uz dodatak neke kiseline ili kisele soli kao katalizatora. Bogate sa pentozanima su ljuške sjemena, stanovitih žitarica, klipovi kukuruza, drvo listnatog drveća itd. Kod ugljenisanja drveta u ugljenicima ili u pećima dobija se furfurool, ali u malenoj količini.

Nazočni se pronalazak odnosi na proizvodnju furfurola bez neposrednog davanja kiseline ili kisele soli u postupku i sa dobitkom, koji daleko nadmašuje po dosadanjim postupcima postignute rezultate.

Prema pronalasku postupa se na tvari, koje daju furfurola, kod atmosferskog tlaka i kod tlaka iznad ili ispod atmosferskog tlaka sa vodom kroz dulje i kraće vrijeme. razno već prema raznim materijalima i kod temperature, koja je odabrana tako, da se spomena vrijedna količina pentozana ne rastopi. Iza toga se voda kolikogod je moguće shodnim načinom ukloni iz materijala, nakon čega se na ovaj postupa u autoklavu zasićenom parom ili nezasićenom kod tlaka koji nadilazi atmosferski tlak i kod temperatura iznad 100°C, tako da se za hidroliziranje pentozana i za dehidratiziranje pentozena potrebna kiselina stvara iz same sirovine. Za trajanja reakcije ili tek iza njezinog dovršenja otpuštaju se vodena para sa tvorenim furfurolom i drugi nuzproizvodi, koji se dobivaju poznatim načinom.

Može će primjerice postupati kako slijedi. Na usitnjeno hrastovo drvo (hrastovo triješće) se postupa vodom kod temperature od 95 do 100°C, kroz 22 sata, a

zatim se voda odstrani. Ovaj se postupak s vodom može obaviti u jednoj jedinoj posudi ili u ekstrakcionim baterijama. Na zaostalo hrastovo drvo ili koru od hrastovine postupa se u autoklavu iz prikladnog materijala n. pr. bakra ili željeza. U potonjem slučaju treba da je ovaj obložen sa materijalom, otpornim protiv kiseline, pa se tamo izvrgava ugrijaanju parom. Para se uvodi u doljnji dio autoklava na jednom ili na više mjesta, pa prolazi kroz sitasto dno u masu, koja se nalazi u autoklavu. Zrak, koji se nalazi u autoklavu, izlazi kroz na gornjem dijelu autoklave smješteni ventil, koji se zatvori, kada je cijeli zrak istjeran. Para se uvde u autoklave sve dok nije nastao pritisak od 6 do 6.5 kg/cm² i temperatura od 160 do 165°C. Para, koja se privodi može da bude zasićena ili pregrijana. Kod ovoga pritiska i kod ove temperature nastaje iz sirovog materijala potrebna kiselina. Za hidroliziranje pentozana i dehidratiziranje pentozena u furfurool. Stvaranje furfurola u većim količinama otpočinje tek iza 30—60 minuta. Ovo razdoblje je vrlo promjenljivo već prema raznim sirovinama. Autoklav se kroz skupa 4 do 5 sati drži pod gornjim pritiskom i gornjom temperaturom, i onda je stvaranje furfurola u pravilu prestalo. Gore na autoklavu predviđeni ventil se otvori, pa vodena para, koja je sada pomiješana sa parama furfurola, izlazi. Pare se vode ili radi kondenzacije kroz kondenzator, a kondenzat može se uvadati u kolonu aparata, gde se furfurool istjera ili se mogu i pare uvadati neposredno u kolone aparata. Da se sav fur-

fural istjera iz sadržine autoklava, puše se para odozdo kroz masu, a pare se, kako je gore navedeno otpuštaju kroz gornji ventil. Mjesto da se pare, kao što je gore opisano, otpuštaju tek iza 4—5 sati, svrši shodnije je da se periodično ili kontinuirano otpuštaju za posipka, samo treba paziti, da u jedinici vremena izlazeće količine pare ne budu tako velike, da bi kondenzat bio previše rastanjen.

Da se skрати postupanje vodom, može se na materijal postupiti najprije s vodom u temperaturi od 50—100°C kroz barem 5 sati, a iza toga sa temperaturom od preko 100°C i kod pritiska, koji nadilazi tlak atmosfere barem kroz 30 minuta.

Tim što se na tvari, iz kojih se dobiva furfural, postupa najprije sa vodom, dobiva se do 10% furfurola od izvozne težine suhe hrastovine. Ako se trješće od hrastovine bez prethodnog postupanja s vodom jednakim načinom ugrije, kao što je netom opisano, iznositi će probitak samo 3—4%. Hrastovina sadrži oko 25% pentozena, pa bi se prema formuli $C_5H_{10}O_5 \rightarrow C_5H_4O_2 + 3H_2O$ teoretski dobivalo 16% furfurola. Prema prijavljenom se dakle postupku dobiva više nego 60% od teoretski mogućega probitka ili dvaputa toliko, koliko je moguće kod dosadanih postupaka. Usljed toga, što se kod postupanja s vodom na sirovinu radi sa pretlakom, ali najviše 3. kg/cm², može se trajanje ovog postupka znatno skratiti, ali onda uvijek postoji opasnost, da se pentoze rastope i odtiču s vodom, kada se ova odstranjuje, što je uvijek spojeno s gubicama. Slične su prilike kod drugih materijala koji sadrže pentozana, kao n. pr. kod mekinje od zobi. Ako se na ovaj materijal postupa jednako, kao što je gore opisano, najprije s vodom, pa se onda izvrgne jednakom pritisku i jednakoj temperaturi, dobiva se jedno 14% furfurola, bez prethodnog postupanja s vodom dobiva se 6—7%.

Postupak se može izvesti i kod nižeg ili višjeg pritiska odnosno kod nižje ili višje temperature, ali je u prvom slučaju

procedura preveć dugotrajna, a u potonjem je slučaju probitak furfurola manji. Kod različitih sirovina potreban je za postizanje najboljeg uspjeha različiti pritisak, odn. različita temperatura. Često može biti probitačno, da se kod stanovitih sirovina uzme najprije višja temperatura i veći pritisak radi pospješivanja stvaranja kiseline.

Osim furfurola dobiva se metilni alkohol, aceton, acetonsko ulje i kiselina, u prvom redu octena kiselina.

Patentni zahtevi:

1) Postupak za proizvodnju furfurola iz tvari, koje sadrže pentozena odn. pentozana, naznačen tim, što se najprije u prikladnoj posudi postupa na materijal uz zagrijavanje kod takove temperature i takovog pritiska, da se ne rastopi spomenavrijedni dio pentozena, zatim voda kolikogod je moguće odstrani i onda postupa na materijal vodenom parom u autoklavu kod pritiska višjeg od atmosferskog pritiska i kod temperatura od preko 100°C tako da se za hidroliziranje pentozena i za dehidraliziranje pentozena potrebna količina kiseline dobiva iz samog sirovog materijala i da se konačno za trajanja reakcije ili tek kada je ova provedena, ispusti vodena para sa tvorenim furfurolom i nuzproizvodima.

2) Postupak prema zahtjevu 1, naznačen tim, što se na materijal, primjerice na triješće od hrastovine postupa s vodom kod 95 do 100°C kroz 22 sata, iza čega se voda kolikogod je moguće odstrani, a materijal u autoklavu podvrgne djelovanju vodene pare sa pritiskom od 6—65 kg/cm² i temperaturom od 160—165°C.

3) Postupak prema zahtjevu 1, naznačen tim, što se na materijal postupa s vodom kod temperature od 50—100°C kroz najmanje 5 sati i zatim kod temperature od preko 100°C i tlaka, koji nadilazi atmosferski tlak, ali najviše kod 3 kg/cm² najmanje kroz 30 minuta.