

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



(19) **ВУ** (11) **3346**
(13) **С1**
(51)⁶ **С 07D 307/48**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПАТЕНТНЫЙ
КОМИТЕТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

(54)

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФУРФУРОЛА

(21) Номер заявки: 970377
(22) 1997.07.11
(46) 2000.06.30

(71) Заявитель: Белорусский государственный
технологический университет (ВУ)
(72) Авторы: Болтовский В.С., Цедрик Т.П. (ВУ),
Ариас Арсиниегас Энрике (СО)
(73) Патентообладатель: Белорусский государственный
технологический университет (ВУ)

(57)

Способ получения фурфурола путем термообработки пентозных растворов в присутствии серной кислоты, **отличающийся** тем, что используют 1,0-1,5 % раствор ксилозы в качестве пентозного раствора и 0,5 % раствор серной кислоты, а термообработку осуществляют в электромагнитном поле СВЧ при 200-230 °С в течение 30-45 с.

(56)

1. А.с. СССР 878768, МПК С 07D 307/50, 1981.
2. Холькин Ю.И. Технология гидролизных производств. - М.: Лесная промышленность, 1989. - С. 496.
3. А.с. СССР 1225841, МПК⁴ С 07D 307/50, 1986 (прототип).
4. СВЧ-энергетика / Под ред. Окреса Э. - М.: Мир, 1971. - Т. 2.
5. Пюшкер Г. Нагрев энергией СВЧ. - М.: Энергия, 1957.

Изобретение относится к гидролизному производству, а именно к способу получения фурфурола, применяемого в качестве селективного растворителя и сырья органического синтеза с получением растворителей, синтетических смол, лекарственных препаратов и других продуктов.

Известны способы получения фурфурола методом гидролиза пентозансодержащего растительного сырья в присутствии катализаторов (например, растворов серной кислоты различной концентрации) при повышенных давлениях (0,8-0,9 МПа; 0,9-1,1 МПа) и температурах (170-175 °С; 180-185 °С), заключающиеся в нагреве реакционной массы перегретым паром и отгонке образовавшегося при дегидратации пентоз и декарбоксилации уроновых кислот фурфурола паром [1].

Недостатком этих способов являются невысокий выход фурфурола по сравнению с теоретически возможным и высокая энергоемкость процесса.

Известны способы получения фурфурола дегидратацией пентозных растворов, содержащих серную кислоту в качестве катализатора (0,7-1,0 %), путем их нагрева паром (до 160-170 °С в течение 4 часов или 240 °С в течение 60 с) [2].

Недостатком указанных способов является недостаточно высокий выход фурфурола и значительный расход технологического пара, т.е. большие энергетические затраты.

Наиболее близким к заявляемому способу по технической сущности и достигаемому результату является непрерывный способ получения фурфурола путем обработки в присутствии серной кислоты (0,7 %-ной) паром предварительно нагретого пентозного гидролизата в две стадии: первая - в эжекторе при температуре 240-242 °С и давлении 3,4-3,5 МПа, а после отделения паровой фазы в сепараторе, вторая - в трубчатом реакторе при температуре 240-242 °С в течение 60-65 с [3].

BY 3346 C1

Недостатками данного способа являются: большая энергоемкость процесса за счет использования для нагрева технологического пара с высокими параметрами по давлению и температуре, низкая интенсивность процесса из-за термообработки в две стадии.

Задачей предлагаемого изобретения является интенсификация процесса, снижение энергозатрат.

Поставленная задача достигается тем, что в способе получения фурфурола путем термообработки пентозного раствора в присутствии серной кислоты в качестве пентозного раствора используют ксилозосодержащий раствор с концентрацией ксилозы 1,0-1,5 %, термообработку ведут в электромагнитном поле сверхвысоких частот (СВЧ) частотой 2400 МГц в присутствии 0,5 %-ного раствора серной кислоты при температуре 200-230 °С в течение 30-45 с.

Известно использование энергии электромагнитного поля СВЧ для сушки материалов, размораживания, разогрева и стерилизации продуктов питания [4, 5].

Использование электромагнитного поля СВЧ в предлагаемом способе для термообработки ксилозосодержащего раствора с целью получения фурфурола позволяет осуществлять объемный нагрев в массе материала, что интенсифицирует процесс дегидратации ксилозы в фурфурол, сокращая продолжительность процесса.

Кроме того, осуществление процесса в электромагнитном поле СВЧ при высокой температуре 200-230 °С в течение краткой продолжительности 30-40 с приводит к увеличению выхода фурфурола до 80 % от теоретически возможного.

Из литературных источников не известно использование электромагнитного поля СВЧ для дегидратации ксилозы с целью получения фурфурола и нами предлагается впервые.

Сущность изобретения поясняется выполнением конкретных примеров.

Пример 1.

Ксилозосодержащий раствор объемом 5 мл с концентрацией ксилозы 1,5 % и серной кислоты 0,5 % наливают в ампулу и запаивают. Запаиваемую ампулу помещают в волновод генератора СВЧ и подвергают обработке в электромагнитном поле СВЧ с частотой 2400 МГц в течение 9 с при температуре 200 °С. Обработку ампулы при данных условиях проводят в несколько приемов при общей продолжительности обработки 45 с.

После обработки и охлаждения ампулу открывают и проводят нейтрализацию серной кислоты расчетным количеством CaCO_3 . В полученном растворе определяют содержание фурфурола методом газожидкостной хроматографии (относительная ошибка $\pm 4\%$).

Непрореагировавшую в процессе ксилозу определяют эбулиостатическим методом.

Выход фурфурола - 28,78 % от исходной ксилозы или 44,97 % от теоретического.

Остальные примеры выполнены аналогично и сведены в таблицу.

№ опыта	Продолжительность СВЧ-воздействия, с	Температура, °С	Кратность (число раз обработки)	Общая продолжительность СВЧ-обработки, с	Концентрация, %		Остаток ксилозы, %	Выход фурфурола %	
					ксилозы	серной кислоты		от ксилозы	от теоретического
1	9,0	200	5	45	1,5	0,5	48,74	26,36	41,19
2	9,5	220	4	38	1,5	0,5	16,62	51,85	81,01
3	10,0	230	3	30	1,5	0,5	5,54	52,73	82,38
4	9,0	200	5	45	1,0	0,5	50,03	28,78	44,96
5	9,5	220	4	38	1,0	0,5	16,75	51,43	80,90
6	10,0	230	3	30	1,0	0,5	5,48	52,75	82,40
Прототип. Нагрев перегретым паром									
		240		60	5*	0,7			75,0

*5 % - концентрация редуцирующих веществ, включающая сумму пентозных моносахаридов и редуцирующих несхаров.

Из данных таблицы видно, что применение электромагнитного поля СВЧ для получения фурфурола из ксилозного раствора уменьшает продолжительность процесса в оптимальном варианте с 47-60 с до 30 с (т.е. в 1,5-2,0 раза) по сравнению с прототипом, температура процесса уменьшается на 15-20 °С (200-230 °С в предлагаемом способе, 240-245 °С у прототипа). Выход фурфурола увеличивается на 7 % от теоретического по сравнению с прототипом.

Кроме того, уменьшается энергоемкость процесса за счет исключения из него применения перегретого технологического пара. Вместе с тем процесс более прост, т.к. одностадийный и не требует предварительного нагрева раствора, например, в эжекторе.