

Е.Ф. Морозов, В.И. Соболев, Р.А. Решто
А.В. Чумак, Л.Е. Ручко

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОМЫШЛЕННЫХ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ ФУРФУРОЛА НА ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКЕ

Совершенствование и оптимизация режимов получения фурфурола из растительного сырья по прямому методу является одним из путей увеличения производительности действующего оборудования и повышения технико-экономической эффективности этого процесса. Однако сложность и недостаточная изученность химических, гидродинамических термодинамических характеристик, а также разнообразие применяемого сырья делают неизбежным проведение большого количества опытных варок в промышленных условиях, что сопряжено с определенными трудностями.

Выполнение исследований с целью совершенствования режимов получения фурфурола в лабораторных условиях следует считать важным этапом в решении этой задачи. Для исследования производственных режимов фурфурольных варок и их совершенствования авторами разработана и испытана лабораторная установка, позволяющая моделировать основные параметры режимов, применяемых при прямом методе получения фурфурола.

Установка может работать при повышенном давлении, обеспечивает необходимую скорость прохождения пара через обрабатываемое сырье и гарантирует достаточно строгое соблюдение желаемых температурных условий процесса. Продукты реакции (фурфуролсодержащий пар) может выводиться в систему охлаждения с планируемой скоростью.

Общая схема установки представлена на рис. 1. Система, состоящая из сосуда для получения насыщенного пара, реактора, соединительных трубок и регулирующего вентиля помещается в автоклав, наполненный расплавленными солями, состоящими из смеси азотистокислого натрия, азотнокислого натрия и азотнокислого калия, взятых в количествах соответственно 40%, 7%, 53% [1]. Температура расплава измеряется и регулируется в нужных пределах при помощи контактного термометра и термореле, включенного в цепь электрообогрева автоклава.

Шток вентиля для отбора фурфуролсодержащих паров удлинен с целью удобства и безопасности обслуживания, так как сам вентиль для предотвращения конденсации паров на выходе их из реактора также погружается в горячий расплав. Герметичность системы, погруженной в расплав, хорошо контролируется визуально. Как сосуд для получения насыщенного пара, так и реактор цилиндрической формы выполнены из кислотоупорной стали, имеют соответственно штуцера для отбора и подачи пара, снабжены крышками с кольцевой выточкой для установки свинцовой прокладки. В нижней части реактора установлена медная сетка для поддержания сырья и равномерного распределения пара

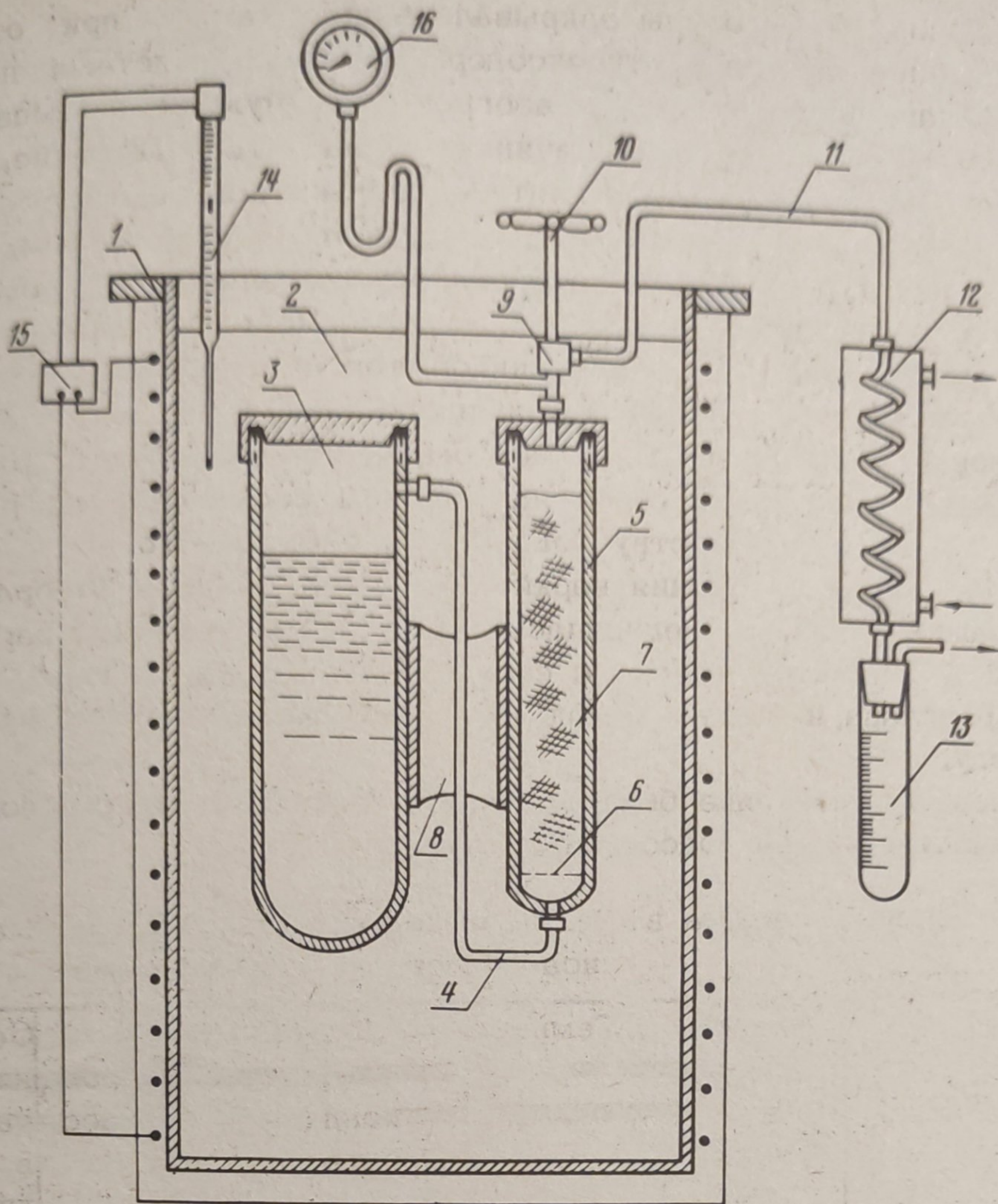


Рис. 1. Схема лабораторной установки:

1—автоклав с электрообогревом; 2—расплав солей; 3 — сосуд для получения насыщенного пара; 4— соединительная трубка; 5—корпус реактора; 6—поддерживающая сетка; 7—сырье; 8—соединительный кронштейн; 9 — регулирующий вентиль; 10—удлиненный шток; 11 — трубка для отбора паров; 12—змеевиковый холодильник; 13—приемник конденсата; 14—контактный термометр; 15 — термореле; 16—манометр

по сечению. Внутренний диаметр реактора — 20 мм, высота — 165 мм. Объем реактора обеспечивает максимальную загрузку сырья в количестве 5 г в пересчете на абсолютно сухое. Полезный объем сосуда для получения насыщенного пара составляет 125 см³. Реактор и сосуд жестко скреплены между собой приварным П-образным кронштейном.

Соединительные и отборные трубки выполнены из медных капиллярных трубок с внутренним диаметром 2 мм.

При проведении опытных варок на установке применялась следующая методика. В сосуд для получения насыщенного пара заливалась дистиллированная вода, в реактор загружалось точно известное количество сырья, предварительно пропитанное нужным количеством раст —

вора серной кислоты, сосуды закрывались крышками, и при открытом клапане на линии отбора фурфуролсодержащих паров система погружалась в расплав, предварительно разогретый до нужной температуры. Через 2—3 мин. в системе начинало подниматься давление, в этот период удалялся воздух, затем клапан закрывался, содержимое реактора прогревалось до температуры, предусмотренной режимом. Контроль за температурным режимом варки осуществлялся по показаниям термометра, помещенного в расплав, а давление в реакторе — по показаниям манометра. При проведении опытов наблюдалось достаточно точное соответствие давления насыщенного пара в системе и температуры, измеряемой ртутным термометром, установленным в расплаве. Отбор фурфуролсодержащих паров начинался в соответствии с режимом и регулировался по количеству конденсата, отбираемого в единицу времени. В момент окончания варки закрывался клапан отбора фурфуролсодержащих паров, отсоединялась трубка, отводящая эти пары в холодильник, а реактор вместе с сосудом для получения пара извлекался из расплава и быстро охлаждался погружением в холодную проточную воду.

По описанной методике была проведена серия опытов с использованием в качестве сырья подсолнечной лузги.

Табл. 1. Влияние режима варок на выход фурфурола и содержание полисахаридов в целлолигнине

№	Модуль пропитки по моногидрату	Продолжительность варки, мин.	Температура, t°С	Модуль отбора конденсата	Выход фурфурола, % к асс.	Содержание полисахаридов в целлолигнине, %
1	0,02	50	160	1,75	2,27	46,7
2	0,02	70	160	2,68	2,84	38,2
3	0,02	50	170	2,0	2,87	34,9
4	0,02	70	170	2,78	3,49	37,8
5	0,04	50	160	1,75	3,51	37,2
6	0,04	70	160	2,62	4,02	36,6
7	0,04	50	170	1,75	4,08	36,1
8	0,04	70	170	2,55	5,40	35,2
9	0,04	80	170	2,65	6,30	34,3
10	0,0402	80	170	2,41	6,10	—
11	0,0404	80	165	2,38	6,17	—

В табл. 1 представлены показатели, характеризующие влияние режимных параметров варок на выход фурфурола и содержание полисахаридов в целлолигнине. Содержание фурфурола в конденсате определялось газо-жидкостной хроматографией [2]. Анализ целлолигнина на содержание полисахаридов производился стандартным методом [3].

Для сравнения в таблице представлены также результаты двух контрольных варок, выполненных на Кропоткинском химическом заводе с использованием в качестве сырья подсолнечной лузги (опыты № 10, 11).

Данные таблицы свидетельствуют о том, что с увеличением количества введенной в сырье кислоты и повышением температуры выход фурфурола возрастает, и при параметрах, соответствующих производственным режимам, этот показатель достаточно хорошо коррелируется со средним выходом фурфурола, получаемым в заводских условиях.

Таким образом, оценка результатов опытов подтверждает возможность моделирования промышленных режимов получения фурфурола на данной лабораторной установке и перспективность ее использования для исследования и совершенствования этого процесса.

Литература

1. П.И. Воскресенский. Техника лабораторных работ. Л., 1970. 215.
2. Е.Ф. Морозов, В.И. Соболев, Л.М. Карпекина, Н.С. Ручай. Применение метода ГЖХ при исследовании процесса образования фурфурола в условиях обработки сырья перегретым паром. Сб. Хроматография в химии древесины. Рига, 1973.
3. И.З. Емельянова. Химико-технический контроль гидролизных производств. М., 1969.