

UNITED STATES PATENT OFFICE

2,689,250

PRODUCTION OF FURFURAL AND ACETIC ACID FROM PENTOSAN CONTAINING MATERIAL

Giulio Natta, Milan, Italy, assignor to Oronzio De Nora Impianti Elettrochimici, Milan, Italy, a corporation of Italy

Application April 26, 1951, Serial No. 223,032

4 Claims. (Cl. 260—347.9)

1

It is known to produce furfural and acetic acid from pentosan containing material such as oat hulls, shells of sunflower seeds, rice hulls, corn cobs and the like, by heating a dampened mass of said material admixed with a furfural forming acid catalyst, such as sulphuric acid, by means of a current of steam, whereby the volatile reaction products, including furfural, are carried along with the current of steam issuing from the reaction vessel.

It is an object of the present invention to provide a process wherein the consumption of catalyst is greatly reduced, the reaction taking place in the presence of the catalyst in a concentration which is substantially greater than the concentration of the catalyst as it is introduced into the mass of the starting material, and the major part of the catalyst being recovered and recycled.

Another object of my invention is to provide a process in which the vegetable material exhausted is discharged from the reaction vessel free from any content of the acid catalyst and free from moisture, whereby it can be still utilized, for instance, as a fuel, with no danger to the furnace in which it is burnt, for producing the steam required for carrying out the process itself.

A further object of the present invention is to provide a yield of furfural which is higher than that obtained with the known processes, and which is close to its theoretical value.

According to my invention, I feed continuously the pentosan containing material in a column, together with an amount of water and I introduce also continuously a comparatively small quantity of hydrochloric acid therein; at the bottom of the column I introduce a flow of superheated steam and I withdraw the gaseous products from near the top of the column. The upward flow of steam through the column causes the acid to evaporate from the bottom layers of the mixture so that the colder superior layers receive this acid, which is partially condensed and added to the acid already existing therein.

In that zone of the column, therefore, a concentration of the hydrochloric acid takes place by rectification of the acid solution descending together with the vegetable material and the acid vapors flowing up inside the column there-through.

In the intermediate zone of the column the reaction takes place in the presence of the concentrated acid solution, while the exhausted material at the very bottom of the column is dis-

2

charged free from acid as well as free from moisture.

The present application is a continuation in part of the applications Ser. No. 720,476, filed January 6, 1947, now abandoned and Ser. No. 766,889, filed August 6, 1947, now abandoned.

The accompanying drawings show some forms of equipment for carrying out my invention, which will be better understood from the following description in connection therewith.

In the drawings:

Fig. 1 is a diagrammatic sectional view of one apparatus;

Fig. 2 is a similar view of another apparatus.

With reference to Fig. 1, the apparatus consists of a column 1 into which a conduit 2 penetrates at the top, the conduit 2 communicating with an endless screw conveyor 3 fed by a hopper 4.

The column 1 is made of acid resisting material, or else of copper or other metal, provided that the mantle is steam-jacketed or otherwise heated, so as to prevent condensation of the acid vapors on its inner surface.

The bottom end of the column 1 communicates with a second conveyor 5 discharging into an outlet hopper 6 provided with closing means 7. A frusto-conical deflector 8 is provided just above the conveyor 5 and a pipe 9 enters the column behind said deflector; another pipe 10 is connected to the column in correspondence to the top portion behind the end of the conduit 2.

A mixture consisting of comminuted vegetable material, containing pentosan, such as corn cobs or rice hulls, 15 per cent water and 3 per cent hydrochloric acid, is introduced into the hopper 4, wherefrom the conveyor 3 feeds it into the column 1; 200 per cent by weight of steam, superheated at 300° C. is introduced into the column 1 through the pipe 9. The steam causes both the water and hydrochloric acid in the zone immediately above the deflector 8 to distil towards the superior layers, which get enriched; therefore, with acid content; the latter may be, for instance, as high as 6-12 per cent by weight with respect to the vegetable material in the zone indicated by 11 in the drawing. In this zone, the reaction takes place and furfural is formed from the pentosans contained in the vegetable material.

From the pipe 10 a gaseous flow issues consisting of 215 per cent steam, 2.5 per cent hydrochloric acid and either 13-16 per cent or 7-9 per cent furfural, according to whether corn cobs or rice hull has been employed as starting

3

material, said figures being taken with respect to the weight of the vegetable material which is being passed continuously through the column 1. A small portion of the hydrochloric acid, that is about 0.5 per cent, is combined with the exhaust material in the form of chlorides.

The remaining major part of hydrochloric acid issuing through the pipe 10 is recovered by any suitable means, so as to be partially employed again in the cycle.

The furfural and the acetic acid are separated from the condensed water and collected also according to the known art.

The exhausted material is discharged by the conveyor 5 through the bottom hopper 6 either continuously or at short intervals, at such a rate that the material takes a time of 3 to 8 hours for passing through the column from top to bottom; the material discharged from 6 is practically free from hydrochloric acid and is practically dried, due to the high temperature of the superheated steam introduced into the column 1 through the pipe 9 and can be utilized for producing the steam in any suitable boiler; the production of steam, therefore, involves no expense in this process and consequently the cost of the furfural and acetic acid produced is exceedingly low, in comparison to the known methods of producing them.

According to the manner of carrying out my invention represented in Fig. 2, the apparatus is quite similar to that shown in Fig. 1, but is provided with a further inner deflector 12 and a further pipe 13 in correspondence thereto.

From the top of the apparatus only the vegetable material admixed with, say 15 per cent water is introduced, while a flow of 2 to 3 per cent by weight of gaseous hydrochloric acid is introduced into the column through the pipe 13.

Owing to the introduction of steam through the pipe 9, a zone of maximum concentration of acid with respect to the material forms at 11 due to the same reasons set forth in connection to Fig. 1 and the furfural produced (yield 8 to 16 per cent by weight relative to the starting material according to the nature of the latter) flows out together with the steam and the hydrochloric acid through the pipe 10.

Also in this case the exhausted vegetable material is dry and free from acids and the process proceeds continuously.

The amounts of water, hydrochloric acid and steam as well as the temperatures mentioned in the above example may undergo considerable variation according to how the reaction is conducted; the total amount, with respect to the vegetable material, of the water including the moisture contained in the material itself, can vary within a range of 15 to 30 per cent; the total hydrochloric acid introduced must be at least 1.5 per cent for a sufficiently active reaction and can be as high as 6 per cent, but in general an amount of 2 to 3.5 per cent is considered to be satisfactory.

The hydrochloric acid may be introduced either as wholly contained in the acid solution admixed with the starting material, or wholly in the gaseous form through the pipe 13, or else partially as a solution from the top of the column and partially from the bottom in the gaseous form through the pipe 13. The amount and temperature of the superheated steam largely depends upon the quantity of water introduced in the column and the moisture contained in the starting material; the greater is the quantity of the steam, the lower can be its temperature, so that the total heat introduced in the column be

4

sufficient to evaporate all of the water contained in the mixture and to carry out the hydrochloric acid and the furfural in the gaseous form.

In general, the quantity of steam may be comprised between 180 and 400 per cent and its temperature may correspondingly vary between 350° and 200° C.

The amount of hydrochloric acid and steam, however, can be still reduced, according to another manner of carrying out my invention, if gaseous chlorine is admixed with the steam introduced in the column through the pipe 9, or anyhow introduced into the column near the bottom thereof, about the same level where the steam is introduced.

For instance, a quantity of chlorine corresponding to 2-3 per cent relative to the weight of the vegetable material is admixed with a quantity corresponding to 200 per cent of steam superheated to 280° C. and these two gaseous fluids are introduced through the pipe 9 into the column 1 which is charged with the vegetable material, for instance rice hulls, soaked with a 10 per cent solution of hydrochloric acid; the quantity of this solution may be 10 per cent by weight of the vegetable material.

I am aware that the use of gaseous chlorine as a catalyst for producing furfural from pentosan containing material has already been proposed in the Patent 2,488,981.

Such process requires a comparatively low consumption of steam in comparison with other known processes, but with certain materials, such as for instance rice hulls, the yield is relatively poor.

According to the last mentioned manner of carrying out my invention, however, the yield is much greater. Moreover, under the action of the hydrochloric acid solution, the pentosans undergo a preliminary hydrolysis to pentoses and the successive hydrolysis to furfural is enhanced in the middle zone of the column where the concentration of hydrochloric acid is increased due to the action of the chlorine and the effect of rectification caused by the acid material descending through the column; should the hydrochloric acid solution not be present in admixture with the starting material, the pentosans do not undergo a preliminary hydrolysis and the yields are lower due to the oxidizing action of the chlorine which is still present in the bottom zone of the column.

On the other hand the addition of chlorine to the steam reduces the consumption of the latter for a given superheating temperature, because the reaction with chlorine is highly exothermic.

The vapors issuing from the pipe 10 are practically free from chlorine; they can be first partially condensed so as to obtain a solution of hydrochloric acid which can be utilized for impregnating the starting material in the continuous process. By completing the condensation of said vapors an acid solution containing acetic acid, hydrochloric acid and furfural is obtained, in which the furfural content is about 4-5 per cent, corresponding to the yield of about 8-9 per cent relative to the weight of the vegetable material treated, if the latter is rice hulls. If corn-cobs are treated, the above figures are 5-7 per cent and 13-15 per cent respectively.

If the starting rice hulls are impregnated with 15 per cent of the aforementioned solution of hydrochloric acid (10 per cent of acid relative to the water) and 250 per cent of steam at 280° C. together with 2 per cent chlorine are intro-

5

duced through the pipe 9, the yield of furfural is about 9-10 per cent relative to the weight of the rice hulls treated.

If corncobs are treated in the same last mentioned condition the yield of furfural is about 14-16 per cent relative to the weight of the dry corncobs introduced.

Having now particularly described and ascertained the nature of my said invention, and in what manner the same is to be performed, I declare that what I claim is:

1. A process for producing furfural and acetic acid from pentosan containing material, which comprises continuously feeding unheated pentosan containing material together with water into the top of a column having a top, a bottom and an intermediate zone, whereby they descend through said column to the bottom thereof, introducing hydrochloric acid into said column at a point above the bottom thereof, vaporizing the water and hydrochloric acid contained in said material at the bottom of the column by means of superheated steam introduced into the column at the bottom thereof, thereby producing in the liquid phase of the material descending through the column at a point above that at which vaporization of the water and hydrochloric acid takes place a rectifying effect by the passage of the acid vapors through said descending material, said rectifying effect being due to the partial condensation of the hydrochloric acid vapors by the water contained in the cold material entering at the top of the column and to the fact that the descending material always has a lower temperature than the ascending vapors, whereby the acid concentration in the liquid phase increases relative to its concentration at the point of introduction of said acid and reaches a maximum at a point intermediate the top and bottom of the column, said point of maximum concentration constituting a zone of maximum hydrolysis of said pentosan containing material, withdrawing the resultant gaseous products containing furfural and acetic acid from the top of said column, and continuously discharging the exhausted material, dried and free from acid, from the bottom of said column.

2. The method of producing furfural in a single continuous process which comprises introducing furfural yielding plant material containing water, and hydrochloric acid as a catalyst, into the top of a distillation column, introducing superheated steam in the bottom of said column, and regulating the flow of the furfural yielding material and catalyst and the volume and temperature of the steam so as to maintain a low catalyst concentration in the top of the column to promote conversion of the pentosan content of the furfural yielding material to pentose and so as to vaporize and recondense a portion of the catalyst in the mid-portion of the column to cause an increase in catalyst concentration

6

to promote conversion of the pentose to furfural, discharging the furfural, steam and vaporized products adjacent the top of the column below the inlet for the furfural containing material, and discharging the dry spent plant material substantially free from catalyst and water from the bottom of the column and below the steam inlet thereto.

3. The method of producing furfural which comprises continuously introducing moist furfural yielding plant material and an aqueous solution of hydrochloric acid into the top of a distilling column, introducing a hydrochloric acid producing catalyst into said column above the bottom thereof, continuously introducing superheated steam into the bottom of said column at a temperature and in sufficient volume to remove the furfural and other volatile reaction products from the top of said column, continuously contacting the steam moving upwardly in said column with descending moist furfural yielding plant material containing hydrochloric acid to condense a portion of said steam and increase the catalyst concentration in the condensation zone, continuously removing the uncondensed steam, furfural, vaporized catalyst and other volatilized reaction products from the top of said column, and continuously removing the spent furfural yielding plant material from the bottom of the column below the steam inlet.

4. The method of producing furfural which comprises introducing unheated moist furfural yielding plant material into the top of a distilling column having a top, bottom and intermediate section, introducing a hydrogen chloride containing catalyst into said furfural yielding plant material in said distilling column, continuously introducing superheated steam into the bottom of said column at a temperature and in sufficient volume to distil the furfural, water and other volatile reaction products from said furfural yielding plant material, passing the volatilized products into contact with the colder upper layers of said furfural yielding plant material to condense and return a portion of said catalyst and other volatilized material into the mid-portion of the column, continuously removing uncondensed steam, furfural, vaporized catalyst and other volatilized reaction products from the top of said column, and continuously removing the spent furfural yielding plant material from the bottom of said column below the steam inlet.

References Cited in the file of this patent

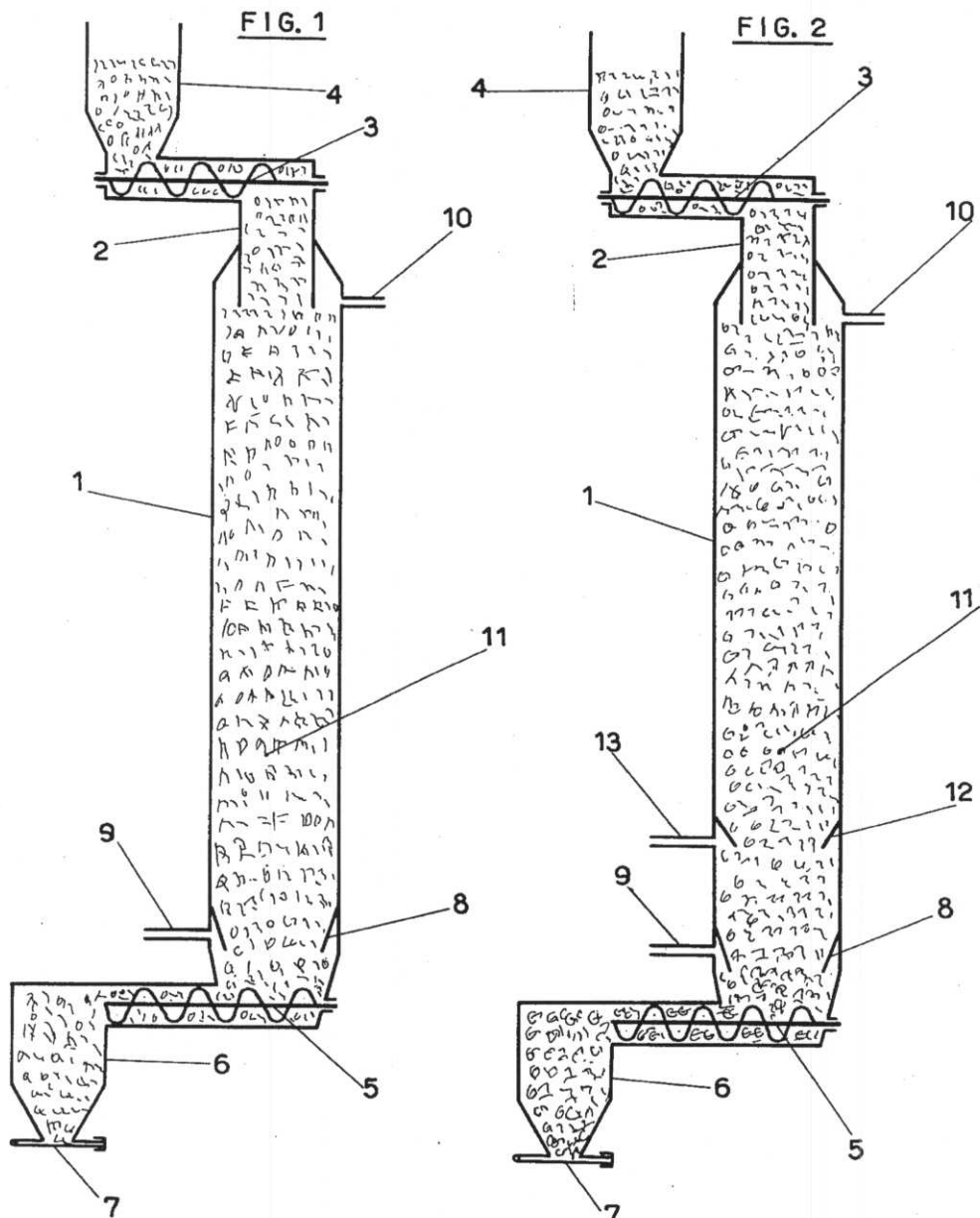
UNITED STATES PATENTS

Number	Name	Date
1,322,054	Ricard	Nov. 18, 1919
2,140,572	Brownlee	Dec. 20, 1938
2,362,390	Millar	Nov. 7, 1944
2,369,655	Boehm	Feb. 20, 1945
2,488,981	Marchiaro	Nov. 22, 1949

Sept. 14, 1954

G. NATTA
PRODUCTION OF FURFURAL AND ACETIC ACID
FROM PENTOSAN CONTAINING MATERIAL
Filed April 26, 1951

2,689,250



Giulio Natta
Inventor.

By
Shenkuth, Lind & Bonack
Attorneys

EXPEDIENTE NUM.:
25.226 R. P.

45bis
CERTIFICADO NUM.:
16.103.-

REPUBLICA DE CUBA

MINISTERIO de COMERCIO



DIRECCION DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

El Ministro de Comercio de la República de Cuba

En uso de las facultades que le competen y de acuerdo con lo establecido en el Decreto-Ley No. 805 de 4 de Abril de 1936, concede este

CERTIFICADO DE REGISTRO DE PATENTE DE INVENCION

A favor de GIULIO NATTA, ciudadano italiano, domiciliado en Milán, Italia.

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FURFUROL Y DE ACIDO ACETICO A PARTIR DE VEGETALES".

de acuerdo con instancia presentada el día 28 de Abril de 1952., por Dr. Armando Uriarte Oliva, Agente Oficial de la Propiedad Industrial, a nombre y en representación de dicho interesado.

la que fué anotada al Núm. 143.738.- del Registro General de este Ministerio, cuya invención declara ser propia y nueva, quedando comprendida en el Grupo 2 Clase 22 Subclase B del Nomenclátor Oficial, y de la cual ofrece una descripción en la Memoria Descriptiva que se acompaña.



Este CERTIFICADO DE REGISTRO concede por el término de **DIEZ Y SIETE AÑOS**, contados desde la fecha de su expedición, el derecho exclusivo para fabricar, ejecutar o producir, vender o utilizar el objeto de la mencionada invención; entendiéndose que esta concesión se hace sin perjuicio de tercero y sujeta a las disposiciones de la Ley; quedando de la exclusiva responsabilidad del interesado la declaración de propiedad, novedad y utilidad de la invención.

Dado en la Habana, a 7 de Mayo de 1952 mil novecientos cincuenta y nueve.

DR. L. GALANDI
SECRETARIA DE COMERCIO

Dr. Dageberto Raola Chongo.-
Director de la Propiedad Industrial.

Se tomó razón al folio Núm. 18 de Libro 15 del Registro de Patentes de Invención, habiéndose satisfecho los derechos ascendentes a treinta y cinco pesos, moneda de curso legal, según carta de pago Núm. 41.514 expedida en 17 de Abril de 1959 por la Administración y Recaudación de Contribuciones e Impuestos de la Zona Fiscal de Oriente-Habana.

Habana, a 7 de Mayo de 19 59.



El Ingeniero Jefe del Negociado.

Manuel Rivero Magnan.



7 MAYO 1959
Conforme con sus antecedentes
[Signature]
LUIS ANDUX
JEFE DEL NGDO DE EXPEDICION DE TITULOS E.C.

nca.-



PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FURFUROL
Y DE ACIDO ACETICO A PARTIR DE VEGETALES.

A todos a quienes pueda interesar:

Sabed que yo, Giulio Natta, ciudadano italiano, domiciliado en Milán, Italia, he inventado cierto nuevo y útil procedimiento para la producción de furfurool y de ácido acético a partir de vegetales, de cuya invención la que sigue es una amplia, exacta y completa descripción.

Los procedimientos antes usados para producir furfurool a expensas de materiales que contengan pentosanes (cascarilla de avena, de arroz, granzas de maíz) se basan en el empleo de ácido sulfúrico y vapor a presión superior a la atmosférica (4-6-atm.), y proporcionan rendimientos más bien bajos en furfurool, alrededor del 50-60% con relación al furfurool teóricamente obtenible. Aparte esto, tales métodos suelen ser discontinuos y exigen por ello cuantiosos gastos de instalación y explotación.

Se ha comprobado ahora que el furfurool puede extraerse en cantidades relativas muy superiores trabajando de modo continuo y a presiones más bajas (p.ej., a la atmosférica) si se impregna el material de partida con soluciones de ácido clorhídrico y se introduce luego en un aparato de extracción en contracorriente con vapor recalentado a temperatura (p.ej. 250° - 350°) y en cantidad tal (p.ej. 2-3 Kg. por kilo de material en tratamiento) que resulta desecado por completo el material que sale del aparato de extracción.

Trabajando de este modo, el material sobrante resulta prácticamente exento de ácido clorhídrico libre y contiene solo pequeñas cantidades de cloro combinado con los componentes básicos inorgánicos del material pentosánico.

También se ha visto que gran parte del ácido clorhídrico se puede recuperar de modo que el consumo real de este ácido sea muy bajo. No es necesario reponer directamente ácido clorhídrico, sino que es suficiente introducir en unión del vapor recalentado cierta cantidad de cloro (p.ej. 1-2%) que se transforma en ácido clorhídrico al reaccionar con los materiales pentosánicos agotados.

En efecto, por condensación parcial de los vapores que contienen furfurool, ácido acético y ácido clorhídrico y salen del aparato de extracción se recupera parte del ácido clorhídrico activo en forma de solución, y con esta solución se impregna el material de partida.

En caso de que el condensado se haga pasar a una columna de rectificación construida de material resistente al ácido clorhídrico, es posible recuperar el ácido prácticamente por completo y reducir así el consumo de cloro a poco más de lo que corresponde al cloro combinado en forma de cloruros metálicos que se encuentra fijado con la base de los componentes de las cenizas del material agotado.

Aún siendo muy pequeña (10-15%) la cantidad de solución acuosa de ácido clorhídrico empleada para impregnar el material, con no más de 10% de dicho ácido, de manera que la proporción del mis-

mo resulta aproximada al 1% con relación al material tratado, se observa ya una notable ventaja en comparación con el empleo exclusivo de cloro, cantidades superiores de ácido, hasta 3-4% y más con relación al material, aumentan el rendimiento y permiten reducir muchísimo el consumo de cloro.

En el caso de emplear pequeñas cantidades de ácido clorhídrico, inferiores al 2%, tales cantidades de ácido no serían por sí solas suficientes para obtener un rendimiento elevado de furfurool interesante en sentido industrial, si el material no se trata a la vez con cloro. Su efecto consiste en hacer sufrir una hidrólisis previa de los pentosanes a pentosas y favorecer una hidrólisis sucesiva a furfurool en el aparato de reacción antes de ponerse el material en contacto con cloro gaseoso o con vapor. Este modo de proceder impide que los pentosanes lleguen sin hidrolizar aún a la zona en la cual el cloro que todavía no ha reaccionado ejerce una acción oxidante que puede causar una destrucción parcial del propio furfurool.

Este procedimiento permite obtener material de descarga seco y exento de ácidos, siempre que se emplee vapor reaclantado a 250-350° grados de temperatura y en cantidad de 1,5-3Kg. por kilo de material de partida. Este vapor se envía a la base de la columna de reacción y proporciona el calor necesario para evaporar el agua agregada a la solución de ácido clorhídrico que proviene de

lo alto de la columna. Tal consumo de vapor resulta inferior al que sería preciso para obtener material seco en el caso de que se produjera furfurool tratando exclusivamente el material con ácidos y sin cloro, puesto que el complejo de las reacciones que se desarrollan con el cloro es exotérmico.

Con este modo de proceder se consigue un enriquecimiento en ácido clorhídrico dentro de una zona intermedia de la columna de reacción, el cual puede incluso exceder de 8-10% respecto al material tratado, y se debe a la condensación de los vapores que contienen ácido clorhídrico por obra del material frío que desciende de la parte alta de la columna y origina un reflujo de solución de ácido clorhídrico en la columna misma. Como el ácido clorhídrico tiende a formar una mezcla azeotrópica de máxima con el agua, se obtiene así un enriquecimiento en ácido clorhídrico del material que baja por la columna de extracción. Solo en la base de la columna, por obra del exceso de vapor recalentado, se elimina todo el ácido clorhídrico y el material sale seco y exento de ácido clorhídrico libre.

Este material seco puede emplearse para producir el vapor que requiere el proceso de extracción de furfurool.

Otra ventaja del procedimiento consiste en poderse conducir de modo continuo a presión atmosférica, en oposición a los procedimientos que emplean ácido sulfúrico, y a temperaturas relativamente bajas (100° o poco más) en la zona de extracción de furfurool, o sea en condiciones apropiadas para reducir las pérdidas por descomposición del producto,

Además, el consumo de cloro se reduce una mitad o $1/4$ en relación con el método basado en el uso exclusivo de cloro, aún obteniéndose con el nuevo procedimiento resultados muy superiores.

El consumo de cloro es muy bajo (inferior con algunos materiales al 1-1,5% en peso en relación con el material de partida), con tal que el ácido clorhídrico contenido en los vapores se recupere prácticamente por completo.

Se ha comprobado, en efecto, que haciendo pasar los vapores que contienen furfurool y ácido acético y salen del aparato de extracción por una columna rectificadora de platos o de anillos Rashig, basta condensar poco más de 10% de los vapores para recuperar prácticamente todo el ácido clorhídrico.

En el caso de prolongar tal columna bajo las zonas de alimentación de los vapores cargados de furfurool y de calentarla por la base a fin de producir una destilación parcial del ácido, es posible, consumiendo relativamente poco vapor, obtener soluciones de ácido clorhídrico a concentración bastante elevada (p.ej., a más de 15%). En tal supuesto, la cantidad de solución de ácido clorhídrico es suficiente para impregnar el material de partida hasta obtener una concentración de 3-4% en ácido (calculado sobre el peso del material seco tratado).

Para hacer posible el empleo de ácidos recuperables a concentraciones relativamente bajas puede convenir una desecación previa del material en tratamiento, a fin de que la cantidad de agua pre-

sente en el mismo después de impregnarlo con soluciones de ácido clorhídrico no exceda de 20%. Esto permite reducir la cantidad o la temperatura del vapor recalentado que ha de introducirse en el aparato de extracción de furfurool para desecar del todo el material después de extraer dicho producto.

El procedimiento ofrece interés particular en el caso de producir furfurool a partir de salvado de arroz, tallos de lino, bagazo de caña de azúcar, etc. y de otros materiales pobres en pentosanas, con los que es indispensable conseguir altos rendimientos (superiores al 70-80% del teórico) para que la producción industrial de furfurool resulte económicamente aceptable.

En el caso, por ejemplo, de la cascarilla de arroz, los rendimientos con los viejos métodos basados en el empleo de ácido sulfúrico y vapor a 5-10 atm. difícilmente sobrepasan 6% calculado sobre el material de partida. Con el procedimiento aquí descrito, los resultados pueden llegar o sobrepasar 10%, según las condiciones en que se trabaje.

Además, el presente procedimiento rinde, aparte furfurool, también ácido acético en cantidad no menor del 4-5%, que puede elevarse con algunos materiales a más de 6% con relación al peso del material tratado seco.

Tratándose de bagazo de caña de azúcar, los rendimientos en furfurool pueden llegar o sobrepasar 14% en peso, y 7% los de ácido acético.

El ácido acético se puede recuperar en for-

ma de solución concentrada de acetato cálcico, haciendo pasar los vapores desprendidos del ácido clorhídrico a una columna térmicamente aislada que contenga piedra caliza. También es posible recuperarlo mediante extracción con disolventes de las soluciones remanentes, después de condensar los vapores y de eliminar el furfural por rectificación.

La columna rectificadora del furfural, para extraerlo de las soluciones obtenidas por condensación de los vapores procedentes de las columnas de extracción del furfural contenido en los materiales pentosánicos, puede funcionar a presión reducida, y entonces el calor necesario para que funcione la columna rectificadora puede obtenerse por condensación a presión ordinaria o algo más alta de los mismos vapores procedentes de la columna en que se extrae el furfural de los materiales de partida.

R E I V I N D I C A C I O N E S

1.- Procedimiento para producir furfural y ácido acético a partir de vegetales que contengan pentosanes, caracterizado porque el material pentosánico se humedece primero con una solución de ácido clorhídrico de manera que la cantidad de agua total, incluida la humedad primitiva del material, no excede de 30%, y el material así impregnado se introduce de modo continuo en un aparato de reacción en contracorriente con vapor recalentado, éste último en cantidad y a temperatura apropiadas para secar por completo el material saliente, que resulta exen-

to de ácido clorhídrico libre.

2.- Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque en la parte inferior de la columna se introduce cloro gaseoso.

3.- Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque la cantidad de cloro introducida es inferior al 2% en peso respecto al material tratado.

4.- Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque los vapores que salen del aparato de reacción se someten a rectificación en una columna alimentada por arriba con un reflujo obtenido condensando parcialmente los propios vapores, de modo que el condensado recogido en la base de la columna está constituido por una solución de ácido clorhídrico que se recupera y emplea para embeber el material de partida.

5.- Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque la columna rectificadora se alimenta en una zona intermedia con los vapores que salen del aparato de extracción de furfural, y por arriba, con una solución obtenida condensando parcialmente los vapores mismos mientras que por abajo se calienta a fin de obtener una solución relativamente concentrada de ácido clorhídrico, la cual se utiliza para impregnar el material de partida.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el material pentosanico se seca antes de impregnarlo con la solución de ácido clorhídrico.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la producción

de furfurool y ácido acético a partir de materiales que contienen pentosanes se consigue empleando cloro en pequeña cantidad (menos del 2%), y el ácido clorhídrico sobrante se utiliza para impregnar el material, en tanto que el vapor necesario para el procedimiento se produce quemando el residuo seco del tratamiento.

8.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la columna rectificadora en que se separa el furfurool del agua funciona a presión reducida, y el calor necesario proviene de la condensación de los vapores que salen del aparato de extracción del furfurool, liberados del ácido clorhídrico.

La Habana, Abril 25 de 1952.

Como mandatario de Giulio Natta,

D. G. Quinte