

AÑO 1957

Expediente núm.

237 144

237 144



REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCION** por **VEINTE** años, en España

a favor de **THE QUAKER OATS COMPANY,**

, de nacionalidad

norteamericana domiciliado en Barrington, Illinois, Estados Unidos
de América

calle de núm.

por:

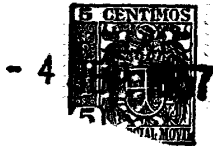
UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA PRODUCCION DE "PUFFURAI"SM

Nº 3017

Agente Sr. Elzaburu

237 144

P - 16.132.-



Nº 39687
Case US. Serial nº 626.091-Wamsley
et al

- 4 SEP. 1957

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de THE QUAKER OATS COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 617 West Main Street, Barrington, Illinois, Estados Unidos de América, por:

" UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA PRODUCIR FURFURAL " .-

Esta invención se refiere a mejoras en los procedimientos para fabricar furfural y, particularmente, a mejoras en los procedimientos en los que el furfural se produce por digestión con vapor de agua de materiales brutos que contienen pentosanos, tales como tusa del maíz, cáscara de avena, cáscara de arroz, cáscara de la semilla del algodón, etc.

Hasta ahora, el furfural se viene produciendo en escala comercial principalmente por procedimientos esencialmente análogos a los descritos en la patente norteamericana num.1.755.084. En el procedimiento que se describe en esa patente, el material que contiene pentosanos se humedece con un ácido no volátil, diluido, y después se somete a digestión con vapor de agua en una vasija cerrada que tiene medios para la entrada y la salida del vapor de

237 144

- 4 S



agua. Se mantienen presiones de vapor de agua relativamente elevadas del orden de 4,2 Kg./cm². El flujo de vapor de agua mantenido efectúa tanto la digestión del material que contiene pentosanos como la destilación por vapor de agua del furfural resultante que pasa a un sistema de recuperación. El aparato empleado incluye un digestor de vapor de agua rotatorio o autoclave que está provisto de una pluralidad de tubos o entradas para el vapor de agua con el fin de que pase un gran número de finos chorros de vapor de agua a través del material de reacción que experimenta el tratamiento. Se dispone una salida para el vapor controlada mediante una válvula con objeto de permitir el mantenimiento de la presión de vapor de agua deseada dentro del digestor y de permitir la destilación por vapor de agua del furfural producido en el digestor y su paso al sistema de recuperación. Las mejoras realizadas en este procedimiento o en procedimientos semejantes lo han sido en esencia únicamente en el aparato usado o en la forma de empleo o en la disposición del aparato. Por ejemplo, en vez de un único digestor rotatorio se puede disponer una pluralidad de digestores para destilar su producto en un colector común que conduce al sistema de recuperación. Mediante esta disposición únicamente necesita estar parado uno de los digestores cada vez y la operación total es, de hecho, continua.

Los procedimientos de la técnica anterior no son enteramente satisfactorios pues el rendimiento de furfural que se puede obtener por estos procedimientos está muy alejado del teóricamente posible. Un cierto incremento en los rendimientos puede obtenerse mediante mejoras en el equipo empleado pero el coste de estas mejoras no puede justificarse usualmente por la magnitud del incremento en los rendimientos que se obtiene. Por lo que al equipo respecta, el digestor constituye el capítulo más caro en la cons-

237 144

- 49



ria bruta se somete primeramente a la corriente de vapor de agua que la atraviesa (esto es, a un tratamiento previo con vapor de agua) con una presión de vapor sobre el material bruto poco menor que la necesaria para producir la digestión del material bruto.

5 Según esto, no se produce entonces cantidad sustancial alguna de furfural. El tratamiento previo con vapor de agua va seguido después de una digestión corriente con vapor de agua para producir el furfural.

10 En una realización de la invención, el tratamiento previo con vapor de agua del material bruto se efectúa mediante un flujo continuo de vapor de agua a través del material bruto bajo una presión de vapor de agua no superior a unos 1,40 Kg./cm², preferiblemente no mayor de unos 1,05 Kg./cm², y durante un periodo de tiempo de unos 15 a unos 75 minutos, preferiblemente de unos 30 a
15 unos 60 minutos. Cuando se emplea un periodo de tiempo de unos 60 minutos la presión de vapor de agua no es sustancialmente superior a la presión atmosférica.

20 El material bruto se trata previamente con vapor de agua con o sin el catalizador ácido y la adición de humedad (justamente suficiente para humedecer el material) corrientemente empleada en la subsiguiente digestión con vapor de agua normal.

25 El tratamiento previo con vapor de agua se efectúa en la misma vasija que se utiliza para la subsiguiente digestión con vapor de agua o se realiza en una vasija aparte. En este último caso, la vasija puede ser de construcción ligera y barata puesto que solamente necesita resistir las presiones bajas empleadas en el tratamiento previo con vapor de agua antes descrito.

30 Como resultado del tratamiento previo con vapor de agua hay un incremento sustancial en la densidad del material bruto que contiene pentosanos. Este efecto de contracción del material bruto



trucción de una fábrica de furfural. Este elevado coste es consecuencia de las severas condiciones (presiones altas) para las cuales este equipo tiene que ser diseñado y del hecho de que la materia prima empleada es de una densidad más bien baja, lo que limita la magnitud de la carga del digestor.

Es un objeto de esta invención proporcionar procedimientos mejorados para producir furfural en los que se obtienen rendimientos incrementados económicamente cuando los procedimientos se practican en escala comercial.

Otro objeto de la invención es proporcionar procedimientos mejorados para obtener furfural en los que se obtiene un material origen del furfural de una densidad más alta que puede cargarse en cantidades mayores en digestores de tamaño dado, aumentando así la producción por digestor.

La presente invención proporciona un procedimiento mejorado para producir furfural por digestión con vapor de agua de un material bruto que contiene pentosanos, que consiste en someter dicho material bruto al flujo de vapor de agua que le atraviesa bajo una presión de vapor de agua menor que la necesaria para producir la digestión de dicho material bruto y digerir después dicho material con vapor de agua en presencia de un catalizador ácido no-volátil.

Otros objetos y medidas de la invención resultarán evidentes por la descripción y las reivindicaciones que siguen.

Los objetos anteriores se logran de acuerdo con esta invención mediante mejoras en aquellos procedimientos en los que el furfural se produce por digestión con vapor de agua de un material que contiene pentosanos en presencia de un catalizador ácido no-volátil, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácidos alcano-sulfónicos, etc. De conformidad con la invención, la mate-

- 4 SEP



237 144

es particularmente ventajoso cuando el tratamiento previo con vapor de agua se efectúa en una vasija distinta aparte de la vasija digestora corriente. Como consecuencia del incremento en la densidad se puede cargar en el digestor una cantidad de material bruto tratado previamente con vapor de agua mayor y, según esto, se obtendrá una mayor producción de furfural por carga del digestor.

Con el fin de ilustrar más la invención se dan los ejemplos siguientes, sobrentendiéndose, sin embargo, que estos ejemplos no tienen finalidad limitativa sino más bien ilustrativa. En cada ejemplo, la fuente de vapor de agua empleada tanto para el tratamiento previo con vapor de agua como para la digestión con vapor de agua fué vapor de agua recalentado (277° C. a $10,546 \text{ Kg./cm}^2$), regulándose la cantidad de vapor de agua que entra en el digestor mediante una válvula que hay en la tubería de entrada del vapor de agua. La presión deseada del vapor de agua sobre la carga dentro del digestor se mantuvo controlando el escape de vapor de agua del digestor que va al sistema de recuperación condensador.

EJEMPLO I

Se empleó un aparato fundamentalmente igual al ilustrado en la patente norteamericana num. 1.735.084 antes mencionada, con la excepción de que el digestor cilíndrico fué reemplazado por uno esférico. El digestor se cargó hasta el máximo de su capacidad de trabajo con 7500 kg. de tusa de maíz que tenía 14,6 % de humedad (aproximadamente 6400 kg. de peso seco). Conforme al método de la A.O.A.C. (Association of Official Agricultural Chemists = Asociación de Químicos Agrícolas Oficiales) para determinar furfural, la carga de furfural potencial sería de aproximadamente el 23 % del peso seco de la carga o, en este caso, unos 1470 kg. de furfural. A la carga se añadieron 6330 kg. de agua y 96 kg. de ácido sulfú-



rico (de 95 % de concentración) para ajustar el contenido de humedad y el contenido de ácido a 62 % y 1,5 % del peso seco de la carga, respectivamente. El tratamiento previo con vapor de agua se realizó después de acuerdo con la invención pasando vapor de agua

5 (unos 2270 kg./hora) a través de la carga durante 30 minutos, mientras se mantenía la presión de vapor de agua dentro del digestor a unos 1.05 Kg./cm²/. No se halló cantidad sustancial alguna de furfural en el vapor de agua que atravesaba el sistema de recuperación condensador.

10 La digestión con vapor de agua de la tusa del maíz tratada previamente con vapor de agua se efectuó elevando la presión de vapor de agua sobre la carga hasta 2,8 Kg./cm² y aumentando después gradualmente la presión de vapor de agua hasta una presión

15 final de 7, kg./cm² durante un periodo de tiempo de seis horas, siendo por término medio la cantidad de vapor de agua empleado de unos 5190 kg./hora. Se obtuvieron unos 1000 Kg. de furfural del sistema de recuperación condensador. Esta cantidad representa el 68 % del furfural potencial anteriormente citado.

20 Se repitió el procedimiento con la excepción de que no se empleó el tratamiento previo con vapor de agua. Se obtuvieron unos 910 kg. de furfural, lo cual ascendía al 62 % del furfural potencial antes mencionado.

EJEMPLO 2

25 Unos 8100 kg. de tusa de maíz (14,6 % de humedad) procedentes del mismo vagón que la que se usó en el Ejemplo 1 se cargaron en una vasija de tratamiento con vapor de agua análoga al digestor empleado en el Ejemplo 1, pero de construcción más ligera, de menos peso y de mayor capacidad. Se añadió agua y ácido sulfúrico para obtener los mismos porcentajes que en el Ejemplo 1.

237 144

4 SE



El tratamiento previo con vapor de agua se efectuó después pasando vapor de agua (unos 227 kg./hora) a través de la carga durante 60 minutos al tiempo que se mantenía la presión de vapor de agua sobre la carga a un valor igual al de la presión atmosférica.

5 Un digestor de vapor de agua idéntico al usado en el Ejemplo 1 se cargó después a su máxima capacidad operatoria con la mezcla de tusa de maíz previamente tratada con vapor de agua. La cantidad de tusa de maíz en esta carga resultó ser de unos 7100 kg. (peso en seco), o sea un incremento del 11,3 % sobre la cantidad que podía cargarse en el Ejemplo 1. La digestión con vapor de agua de la carga se realizó después como en el Ejemplo 1. La cantidad de furfural obtenido del sistema de recuperación condensador fué de 1130 kg., o sea, el 69 % del furfural potencial antes mencionado.

15 El Ejemplo 1 demuestra que se pueden obtener rendimientos de furfural más elevados cuando el material que contiene pentosanos se trata previamente con vapor de agua de conformidad con la invención que cuando simplemente se le digiere con vapor de agua. El Ejemplo 2 demuestra que el tratamiento previo con vapor de agua del material que contiene pentosanos no solamente incrementa los rendimientos obtenidos por la subsiguiente digestión con vapor de agua sino que incrementa también la densidad del material bruto que se carga en los digestores de vapor de agua. Con la mayor densidad de volúmen se puede cargar una cantidad mayor de material bruto en el digestor de vapor de agua y, según esto, se aumenta el rendimiento de furfural por carga del digestor.

20 Por los procedimientos mejorados de la invención se puede producir furfural más económicamente y con rendimientos superiores. Además, al hacer posible el empleo de vasijas de tratamiento previo con vapor de agua de peso menor y de más bajo coste

25

30

237 144

= 4 S



aparte de los digestores de vapor de agua se puede efectuar un considerable ahorro en la inversión de capital necesario para producir una cantidad dada de furfural.

5 A todos aquellos impuestos en el arte de la fabricación de furfural se les ocurrirán modificaciones evidentes de la presente invención. Tales modificaciones han de ser consideradas como comprendidas dentro de los límites de la presente invención.

10 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 4 de Diciembre de 1956, bajo el num. 626.091, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

20 1ª.- Un procedimiento mejorado para producir furfural por digestión con vapor de agua de un material bruto que contiene pentosanos en presencia de un catalizador ácido no-volátil, caracterizado porque dicho material bruto, antes de dicha digestión, se somete al flujo de vapor de agua a su través a una presión de vapor de agua menor que la necesaria para producir la digestión de dicho material bruto.

25 2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado porque dicho material bruto, antes de dicha digestión, se somete al flujo continuo de vapor de agua a su través bajo una presión de vapor de agua de aproximadamente 1,40 Kg./cm², preferiblemente no mayor de aproximadamente 1,05 Kg./cm², y durante un periodo de tiempo de unos 15 a unos 75 minutos, preferiblemente unos 30 a

237 144



957

unos 60 minutos.

3º.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado porque dicho material bruto, antes de dicha digestión, se somete al flujo continuo de vapor de agua a su través bajo una presión de vapor de agua sustancialmente no superior a la presión atmosférica durante un periodo de tiempo de unos 60 minutos.

4º.- Un procedimiento mejorado para producir furfural.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

4 SEP. 1957.

P. A.

Alberto de Elzaburu

Por Poder.