

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 55 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Juna 1931.

## PATENTNI SPIS BR. 7977

**Junien Maurice, inženjer, Paris, Francuska.**

Postupak i uređaj za obradu celuloznih proizvoda radi što većeg dobijanja reduktora, koji su sposobni za vrenje, kao i isparljivih poluproizvoda.

Prijava od 14. juna 1930.

Važi od 1. septembra 1930.

Traženo pravo prvenstva od 14. juna 1929. (Francuska.)

Cilj je ovom pronalasku postupak i uređaj za dobijanje velikih količine za vrenje sposobnih reduktora i isparljivih sporednih proizvoda, pri obradi celuloznih proizvoda.

Ovaj postupak počiva na sledećim činjenicama: 1) što se pre kiseljenja (audificiranja) uklanja slobodan kiseonik, koji se nalazi u materiji, koja se obrađuje. 2) što se vrši na toplo hidroliza pomoću razblažene sumporne kiseline, u sredini, koja je prilično prezasićena vodom, sa parama čija temperatura rasti dejstvujući zagrevanom površinom, koja je specialno obrazovana i obuhvaćena ovim pronalaskom; 3) što se isparljivi sporedni proizvodi dobijaju u dvema fazama; u hidrolizi i destilaciji lignina, pri čem se para ovih dveju faza neutrališu, zatim iskorišćuju, delom sa strojnim, delom sa jednostupnim dejstvom, time što se temperature automatski regulišu, da bi se te pare najzad, pošto im se iskoristi toplota i kondenzuju, destilirale samim lim u jednom destilacionom stubu pri vakuumu; 4) što se isparljive kiseline u samom saharifikatoru preobraćuju u etere i druge isparljive soli.

Opazeno je sledeće:

a) da prisustvo slobodnog kiseonika uz dejstvo sumporne kiseline i toplote, izaziva brzo uništavanje reduktora, jer se obrazuje mravlja kiselina od samog početka zagrevanja. Ovo se uništavanje izbegava ukla-

njanjem vazduha ili kiseonika, koji se nalazi u materiji za obradu:

b) da je hidroliza u toliko potpunija i uništavanje obrazovanih reduktora u toliko slabije u koliko je brže kruženje zakišeljene vode na obrađivanom proizvodu. Da bi se ovo postiglo, treba raditi u takvoj sredini koja je dobro prezasićena vodom a da se pri tome ne promeni stepen sumporne kiselosti smeše, koja odgovara materiji za obradu. Ovo se može izvesti samo poslednjim zagrevanjem, koje je radialno kombinovano:

c) što se sve kalorije, nagomilane u saharifikatoru, čiji je tok rada prekidni, mogu ponovo dobiti u neprekidnom toku rada, koji se postiže upotrebom baterija iz tri ili više od tri saharifikatora. Na ovaj način, moguće je dobiti toplotu prostim, dvojnim i trojnim dejstvom. Usled ovog iskorišćenja toplote, voda potrebna za hidrolizu, zagreva se oko 90', automatski se vrši odvajanje kondenzata na raznim temperaturama, pri hlađenju do vrlo visokog vakuuma; zatim se destilira i najzad u vakuumu, vrši rektificiranje furfuralnih i metilenskih voda, izvlači najveći deo isparljivih kiselina koje se nalaze u parama i u zaslađenim sokovima, i to u vidu rastvora acetata, i vrši koncentracija ovih acetalnih rastvora bez ponovnog znatnog utroška pare;



d) što posle izlačenja reduktora luženjem, dobiveni lignini obrađeni sumpornom kiselinom, u količini, potrebnoj za hidrolizu početne materije, mogu još proizvesti veliku količinu sporednih proizvoda jednom operacijom, koja je slična prvoj, pri čem se prema upotrebljenoj materiji, menja temperatura i trajanje reakcije, posle čega dolazi destilacija od 25 do 30% vode koja, se nalazi u ligninu.

e) što se posle ovog rada t. j. luženja, prvenstveno izvedenog sa aparatom, koji je pronalazač zaštitio ranije, omogućava ponovno dobijanje upotrebljene sumporne kiseline, koja potom služi za hidrolizu početne materije, tako, da ista količina kiseline služi za dve operacije.

Pre nego što pređemo na način rada izvođenja pronalaska, opisaćemo jedan oblik izvođenja aparata za hidrolizu i to kao primer. Jedna jedina slika, u vertikalnom preseku, prestavlja aparat, koji se sastoji iz autoklava 1, koga kiseline ne nagrizaju, a koji ima unutarnju cevastu zagrevnu površinu koja je obrazovana iz jednog ili više niza koncentričnih cevi 2, od kojih su samo dve pokazane. Ove cevi su na svom gornjem kraju zatvorene dok im je donji kraj vezan za povratno odeljenje 3 za vodu.

Cevi 4, koje su koncentrične cevima 2 i koje su otvorene na oba kraja, vezane su za zagrevno odeljenje 5, koja se napaja parom. Para se dovodi na taj način u gornji deo cevi 2 čime je omogućeno najbolje iskorišćenje zagrevne površine.

Središnja cev 10, koja je dole otvorena, postavljena je vertikalno, njen gornji deo, koji ima sito, propušta zagrejanu tečnost da ide kroz cev na dole ka masi ne nailazeći na otpor i nešireći se na dole. Ova se tečnost penje na više usled građenja vertikalnih cevi. Energično kruženje, koje nastaje usled ove naročite konstrukcije je vrlo povoljno za hidrolizu. Ma kakav podesan sistem hvatanja omogućava podizanje filter-korpe 8 i cevi 10 i ostavljanje njihovo na odvojeno mesto. Nosač 11 drži cev 10.

Obim aparata obično se opasuje omostom, koji nije pokazan, pomoću koga se može vršiti spoljne zagrevanje.

Pomenuti aparat osim toga nosi organ 6 za pražnjenje, organ za punjenje 7 ispod koga se nalazi podesna filtrajuća površina 8.

Cevasti nastavci su predviđeni na podesnim mestima za prijem slavine za vazduh, za vodu, za skupljanje pare, za zagrevanje parom, za vraćanje vode i t. d. naravno aparat je snabdeven svima organim sigurnosti i za potrebna merenja.

Ovaj se uređaj apotrebljuje na sledeći način :

Aparat se puni slrugolinama od borovine, potom se uvodi jedan deo tople vode na pr. 3/5 od celokupne vode potrebne za dobijanje željene prezasićenosti (za finu borovu strugotinu 530 i 700% od suvog stanja). Sad se aparat zatvori i stvara vakuum. Voda ulazi ključajući, strugotina, koja pliva pada na dno u onoj meri, u kojoj se oslobađa vazduh, koji sadrži, zatim otpočinje postupno zagrevanje i čim padne vakuum otvara se slavina za vazduh. Zaostali vazduh izlazi i po mirisu gasa i para poznaje se da li još ima vazduha. Na ovaj se način osvedočava da li je sav vazduh i slobodan kiseonik izveden napolje. Sad se unosi ostali deo zakišeljene sumporne vode koja je potrebna za hidrolizu. U koliko je moguće ova se zakišeljena voda uvodi na na istoj temperaturi kao i materija za obradu. Pošto se povećava temperatura time, što se prvo dodaju izlazne pare na oko 130°, jer ova temperatura ne uništava reduktore u aparatu za brzu cirkulaciju. Sad se u masi stvara tečna struja, koja pere materiju, razlaže reduktor u koliko se isti obrazuje, usporava njegovo uništavanje usled topolote i olakšava obrazovanje sporednih proizvoda iz lignina. Čim se završi hidroliza, počinje se sa postupnim skupljanjem pare time, što se automatski pomoću temperaturskih regulatora upravljaju na većem broju ekspanzionih i kondenzacionih korpi. gde valja postići što veći vakuum, koji se onda održava stalnim izvlačenjem gasa, koji se ne mogu kondenzovati pomoću vakuum crpke.

Skupljanje isparljivih materija u vakuumu olakšano je, obično, krajnjom kondenzacijom sa kruženjem ledene vode u zatvorenom ciklusu.

Prema svojoj temperaturi pare se potom upravljaju u aparate za zagrevanje i isparavanje, gde one rade sa prostim, dvojnim i trojnim dejstvom.

Lignini se obrađuju u jednom drugom autoklavu na način sličan gore opisanom, t. j. destilirajući 25 do 30% vode, koja se u njima nalazi. Na taj način dobija se nova količina para, koje sadrže sporedne, isparljive proizvode, koji se automatski, prema svojoj temperaturi priključuju parama iz hidrolize. Krajnja vlažnost i temperature destilacije određuju se za svaku materiju ili drvene materije.

Lignini dobijaju sumpornu kiselinu u količini, potrebnoj za hidrolizu, iz koje izlaze. Luženjem ovih destiliranih lignina potpuno se ponovo dobija sumporna kiselina u vidu zakišeljene vode, koja prestavlja dopu-



nujuću količinu, koja je potrebna za hidrolizu početne materije.

Ovaj postupak hidrolize, praćen obradom lignina, i to destilatom, može dati reduktore oko 70 do 90% od celuloze rastvorljive u reaktivu Schweitzer, prema početnoj sirovini.

Ovi reduktori mogu vreti pomoću kvasca za više od 80% i pomoću bitiričnih fermenta za više od 90%.

Ako bi se želelo preobraćanje u saharifikatoru isparljivih kiselina, u etere ili druge isparljive soli, onda treba ukloniti filter iznad središne cevi i iskoristiti penjuću cirkulaciju u središnjoj cevi za vreme cele periode ekspanzije ili skupljanja za pridodavanje masi tečnosti, koja treba da se jedini sa isparljivim kiselinama.

Da bi se ova kombinacija ostvarila treba izabrati na ekspanzionoj krivoj, u granicama između 160° i 50°C, temperaturu, na kojoj se može uprašena ili u vidu tečnosti uneti tečnost za kombinovanje, tako da se izbegne nagli skok pritiska ili temperature. Ako se na pr. radi o etil-alkoholu, onda će ovaj biti unet na temperaturi od oko 90°C i u malim količinama, proteći vrlo pažljivo promene pritiska. Širenje bi se moglo produžiti do najnižeg pritiska i za sve vreme ovog širenja uvedeni alkohol će se odmah jedinili sa isparljivim kiselinama, u čijem će se prisustvu obrazovati eteri. Ovi eteri će se odmah skupiti kondenzovanjem. Uređaj za uvođenje tečnosti ili para može biti svaki proizvoljan ali je bolje upotrebiti upust u sredinu cev, da bi se obezbedio blizak dodir proizvoda za jedinjenje.

#### Patentni zahtevi:

1. Postupak za obradu celuloznih proizvoda radi dobijanja najveće količine reduktora, koji mogu vreti, kao i sporednih proizvoda, naznačen time, što se pre kišljenja zagrevanjem i gde ključanje počinje u vakuumu, vrši uklanjanje slabodnog kiseonika iz materije za obradu.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se vrši na toplo hidroliza materije pomoću razblažene sumporne kisemine ali u sredini, koja je prezasićena parama sa rastućim temperaturama, time što se deluje naročitom grejnom površinom, koja obezbeđuje jako kruženje tečnosti u masi.

3. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se isparljivi sporedni proizvodi skupljaju u dvema fazama pri hidrolizi i destilaciji lignina, pri čem se kiselina potrebna za hidrolizu u prvoj fazi, prvo upotrebljava za drugu fazu, odakle se dobija ponovo luženjem, našta se pare ovih dveju faza neutrališu, zatim koriste delom trostrukim, delom dvojnim, delom prostim dejstvom pomoću automatskog regulisanja temperature, i što se kondensati najzad destilišu poslednjim dejstvom, koje se sastoji iz jednog stuba za destilaciju i rektifikaciju u vakuumu.

4. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se dobivene isparljive kiseline preobraćaju u etere ili druge isparljive soli pomoću svake podesne tečnosti, pri čem se ti eteri i drugo odmah izvlače kondensovanjem.

5. Aparat za hidrolizu za izvođenje postupka po zahtevu 1, naznačen time, što se sastoji iz jednog autoklava, snabdevenog grejnom cevastom, naročitom unutarjom površinom, koji se po potrebi može snabdeli i uređajem za spoljne zagrevanje, pri čem ovaj autoklav ima organe za pražnjenje, za punjenje, upust vode, upust vazduha za skupljanje pare, za zagrevanje parom, vraćanje vode i t. d. kao i uređaje signosti i uređaje za podesna merenja.

6. Aparat po zahtevu 5 koji ima saharifikator za preobraćanje isparljivih kiselina u etere ili druge isparljive soli, naznačen time, što je filter iznad središne cevi odstranjen pri čem se struja, koja se penje na gore iskorišćuje za uvođenje u masu tečnosti za jedinjenje i to uprašivanjem ili tome slično,





Ad patent broj 7977.





