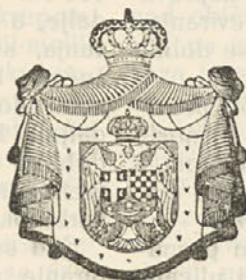


KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 12 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Maja 1930.

PATENTNI SPIS BR. 6973

Thomas Hermanus Verhave Senior, Delft, Holandija.

Postupak za spravljanje acetil-metil-karbinola.

Prijava od 3. jula 1929.

Važi od 1. novembra 1929.

Traženo pravo prvenstva od 10. jula 1928. (Holandija).

I ako je odavno poznato da se acetil-metil-karbinol obrazuje kod raznih mikrobioloških pretvaranja vrlo različitih materija, na pr. ugljenih hidrata, organskih kiselina, aldehida, oksikiselina, alkohola, keto-kiselina i sličnog, ipak je dobijena količina suviše mala, da bi se na tome osnivao kakav tehnički postupak za spravljanje tog karbinola.

Čak i u slučajevima u kojima se obrazuju vrlo velika količina srodnog 2. 3. butilenglikola pri takvom bakterijskom pretvaranju na pr. pri previranju šećera pomoću bakterija kao aerobacter aerogenes, clostridium polymyxa i mnoge druge, gde se taj glikol obrazuje u velikim količinama u više od 30% previranog šećera, iznosi količina obrazovanog acetil-metilkarbinola retko više od 1% previranog šećera.

Kod tako malog dobitka ne može doći u obzir tehnička primena tog načina za spravljanje karbinola.

Pretpostavlja se da 2. 3. butilenglikol, koji se pojavljuje u pomenulim procesima previranja, nastaje radi redukcije acetil-metilkarbinola, a koji se najpre obrazuje pri previranju, ali do sad nije uspelo da se taj karbinol zaštiti od promene za vreme previranja.

Walpole je pokušavao da spravi znatne količine karbinola na taj način, što je sprovodio kiseonik u rastvor 2. 3. butilenglikola, koji je omajen pomoću aerobacter aerogenes. Posle 22-dnevnog sprovođenja čistog

kiseonika kroz prekrupu (mašu) pretvoreno je samo 7% glikola u karbinol.

Prema ovom pronalasku spravlja se karbinol od šećera sa iskorišćavanjem 35% i više, na taj način, što se propuštaju velike količine vazduha kroz prekrupu, a to pri previranju, koje bi pod normalnim uslovima dalo 2. 3. butilenglikol. Taj je rezultat u toliko iznenađujući, što količine vazduha, koje se mogu označiti kao velike količine, npr. 2,4 cm³ vazduha na sat za svaki hektolitar prekrupe, ostaju bez ikakvog znatnog dejstva na kakvoću proizvoda previranja. Samo kad se znatno povisi ta količina vazduha, npr. na 25 sm³ na sat za svaki hektolitar, tek onda se dobijaju veliki dobitci u karbinolu. Na ovaj način mogu se 35 i više težinskih procenata šećera, koji se nalazi u prekrupi, pretvoriti u acetil-metil-karbinol.

Utvrđeno je da nije potrebno, da se pretvaranje vrši tako jako, da se za vreme previranja potpuno spreči obrazovanje butilenglikola, pošto glikol, koji se obrazuje zbog nedovoljnog provetravanja, može posle glavne periode previranja, pretvoriti u acetil-metil-karbinol, nastavljanjem jakog provetravanja tečnosti.

Da bi se postiglo pomenuto veliko iskorišćavanje, pokazalo se, da je potrebno, da se vazduh, koji izlazi, ispira u jednoj ili u više naprava za ispiranje.

Pomenute količine vazduha navedene su samo radi primera, pošto je ustanovljeno, da je moguće da se štedi na količinama

vazduha na taj način, što se uveliča dodir između vazduha i prekrupe, koja se nalaze u previranju, primenom naročitih naprava za raspodelu vazduha u sudu za previranje.

Primenom ovog postupka može se dobiti acetil-metil-karbinol u tehničkoj meri.

Acetil-metil-karbinol dobija se od previrane prekrupe i od apsorpcione tečnosti od tečnosti za ispiranje ili destilacijom i rektifikacijom ili ekstrakcijom pomoću pomoću podesnih rastvornih sredstava.

Osim toga može se prema ovom pronalasku previrana prekrupa podvrgnuti uticaju oksidacionih sredstava i to koliko biološkim toliko hemiskim. Time je moguće da se acetil-metil-karbinol kvantitativno pretvori u diacetil, koji se takođe može odvojiti destilacijom ili rektifikacijom.

Primer 1. 500 kg. melase od šećerne repe u 500 litara vode doda se 20 kg. fosforita i 23 kg. samlevenog kalciumkarbonata, zagreju se pomoću neposredne pare na temperaturu vrenja pa kad se ohlade, smeste se u neki prethodno sterilizovan zatvoren sud za previranje. Pošto se prekrupa ohladi na 40° C, unese se 500 litara matične kulture aerobacter aerogenes u sladovoj prekrupi. Pošto se primeti početak previranja razvijanjem gasova, što obično biva posle 8 do 10 časova, prodivava se vazduh u količini od 100 sm³ na sat. Ta se brzina vazduha postepeno povisuje, preimućstveno tako, da se brzina, kojom se propušta vazduh, svake četvrtine sata povisi sa 100 sm³ dok ona ne postigne 1200 sm³ na sat. Ta se brzina održava do kraja previranja pa se zatim previrana prekrupa ekstrahira pomoću tetrahlorida ugljenika u kakvom kotlu za ekstrakcije. Zatim se ugljenički-tetrahlorid ukloni destilacijom i rektifikacijom. Na ovaj način dobijaju se 72 kg. acetil-metil-karbinola u praktično čistom stanju.

Primer 2. 4000 kgr. koruna (krompira) sa sadržinom škroba od 17% treliraju se lako u nekom autoklavu, da se u 45 minuta postigne pritisak od 3,5 atmosfere. Sad se na uobičajan način rastopljen škrob prekrupi u kakvom kotlu sa 90 kgr. sladi. Posle saharifikacije zagreje se prekrupa otprilike na temperaturu vrenja, pa se zatim ohladi u nekoj zatvorenoj, prethodno sterilizovanoj napravi za previranje i ohladi na 37 C. Onda se doda 30 kgr. superfosfata i 40 kgr. prosejanog krečnjaka, pa se sve to omaji matičnom kulturom aerobacter aerogenes u prekrupi od razne sladi. Zatim se počinje sa prodivavanjem prekrupe. Propušta se količina od 60 sm³ vazduha na sat. Gasovi, koji izlaze iz zatvorenog suda za previranje, sprovođe se u stub za ispiranje sa krečnom vodom, a u tom se stubu zadržava acetil-metil-karbinol, koji gasovi nose sobom

iz suda za previranje. Posle 15-časovnog previranja povisuje se količina vazduha na 110 sm³ na sat. Previranje prekrupe vrši se dalje, a da se ne menja jačina prodivavanja, sve dok posle 36 sata ne nestane šećera. Sad se pojačava prodivavanje tečnosti do 600 m³ na sat, pa se nastavlja daljnjih 12 sati, dok se butilenglikol, koji je dobijen previranjem šećera, pored acetil-metil-karbinola ne pretvori u acetil-metil-karbinol.

Sad se previrana tečnost i tečnost za ispiranje precrpljuju u poolovljenu železnu napravu za destilaciju, pa se doda 600 kgr. železnog hlorida bez vode. Destilacioni kotao zagreva se posrednom parom, pa se razvijene pare rektificiraju, čime se dobija 270 kg. diacetila sa 13 /_o sadržine vode.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za spravljanje acetil-metil-karbinola previranjem, naznačen time, što se kakva podesna prekrupa od ugljenih hidrata omaji kulturom mikroba, koja pri povoljnim uslovima daje 2.3. butilenglikol, pa se prekrupa, koja previre jako prodivava i odvoji se obrazovan acetil-metil-karbinol.

2. Postupak prema zahtevu 1, naznačen time, što ta prekrupa sadrži osim ugljenih hidrata (preimućstveno šećera) istovremeno i azotna jedinjenja, fosfate i karbonate.

3. Postupak prema zahtevu 1 ili 2, naznačen time, što se prekrupa podvrgava jakom provetranju, kad nekoliko sati posle omajenja previranje postaje primetno razvijanjem gasova.

4. Postupak prema zahtevima 1—3, naznačen time, što se gasni proizvodi vrenja, koji se nalaze u izlaznoj mešavini vazduha i gasova od vrenja, ponovno dobijaju u napravama za ispiranje, pa se njine apsorpcione tečnosti preimućstveno prereduju zajedno sa previranom prekrupom.

5. Postupak prema jednom od zahteva 1—4, naznačen time, što se provetranje prekrupe pojačava za vreme previranja.

6. Postupak za spravljanje acetil-metil-karbinola, naznačen time, što se kakva prekrupa, spravljena od ugljenih hidrata, a koja sadrži azotna jedinjenja, fosfate i karbonate, omaji nekom kulturom mikroba, koja pod običnim uslovima daje velike količine 2.3. butilenglikola, pa kad posle nekoliko sati previranje postane primetno, onda se ta prekrupa podvrgne provetranju, koje se povisuje do 20 sm³ vazduha na sat za svaki hektolitar prekrupe, pa se to provetranje održava, dok se previranje ne dovrši i onda se odvoji obrazovan acetil-metil-karbinol.

7. Postupak prema zahtevu 6, naznačen time, što se gasni proizvodi vrenja, koji se

nalaze u izlaznoj mešavini vazduha i gasova vrenja, ponovno dobijaju u napravama za ispiranje, čije se apsorpcione tečnosti prerađuju zajedno sa previranom prekrupom.

8. Postupak za spravljanje acetil-metil-karbinola, naznačen time, što se kakva podesna prekrupa od ugljenih hidrata omaji nekom kulturom mikroba, koja pod običnim uslovima daje 2.3. butilenglikol, pa se prekrupa, koja previre, pedvrgava provetranju, koje nije dovoljno za sprečavanje obrazovanja butilenglikola, te kad se završi perioda glavnog previranja nastavlja se provetranje, dokle u glavnom ne nastane butilenglikol i ne porasti dobit u acetil-metil-karbinolu.

9. Postupak za spravljanje diacetila, naznačen time, što se kakva podesna prekrupa omaji nekom kulturom mikroba, koja pod običnim uslovima daje 2.3. butilenglikol, pa se prekrupa, koja previre, podvrgava jakom provetranju, pa se obrazovan acetil-metil-karbinol ulicanjem oksidacionih sredstava pretvara u diacetil pa se zatim odvoji obrazovan diacetil.

10. Postupak prema zahtevu 8, naznačen time, što izlazna mešavina vazduha i gasova od previranja ispira apsorpcionim tečnostima, pa se acetil-metil-karbinol, koji se nalazi u previranoj tečnosti i u tečnostima za ispiranje, uticajem oksidacionih sredstava pretvara u diacetil.

Compagnie Internationale pour la Fabrication des Essences à Pétaoles (C. I. F. E. P.) Paris.

Postupak za izparivanje tečnih ili polutečnih teških ugljikovodika u svrhu njih prevrabe
u lakše ugljikovodike ili u svrhu drugih procesov.

Objava z dne 20. jula 1929.

Vešta od 1. decembra 1929.

Zahtevana prvotna prava z dne 30. jula 1928. (Francija).

Zbog je, da se izparivanje oli ne more
vršiti tako navedla kaoa in lednih ostalo
te da se posebna uporabljati sredstva za
postolno odstranjivanje takh ostala in
ostala, kar se zgodi prednostno polom
zgovornja s pomočjo vreloega teka, ka-
terega se goni skozi propozit za izpari-
vanje.

Izparivanje oli se je izvajalo doslej pred-
stano tako, da je bila priprava za izpari-
vanje opremljena s cikcak-ploščami, ali s
tem, da je bil aparat napolnjen z rošči-
skovci.

V opoznanju, da ta proces za oksidacijo
polom zgovornja ne morejo biti razum-
ljivo razvijati ostalo po postolu navedenega
žana uporabe pripravu prevod prostora, je
bilo predloženo, da se v svrhu nagibe
gostih ostala kol teko materialu uporabijo
te cikcak-plošče navede poznane snovi.
Vendar je pokazalo izkušnja, da postolno
gimasta in opremljena kakor tudi ostala
snovi skozi odprline priprave, kjer pridejo
v dotik z te zelo tekočimi oli, prav kmalu
zgorajane; one zakrivajo oline do velike
globine in ne učinkujejo več zgolj s svojo
površino. Olineam žana se vrši izparivanje
v prvem delu priprave vsled dotika oli s
cikcak-ili sličnimi postolnimi ploščami,
kjer pričenju ostala izparivanje brez tvor-
be znatnih ostala in zadrževanje oli, ki so
postala te manj tekoča, se nadaljuje preko

ostala opremljenih snovi in konča tam, kjer se
ostaloje ostaloje v zelo lani gorazdeljeni
obliki, kakor omogoča nalo stedeče po-
polno odstranjivanje ostala polom zgovor-
nja s pomočjo vreloega teka.

Bilna predloža kol primer pripravu za iz-
vedbo navede postopka shematično v po-
določeni pripravi. Zgorja kovinske posode
A je opremljena zgoraj z vršno steno a za
dovod oli, ki naj se izpari kakor tudi v
slučaju potrebe s vršno steno a' za dovod
vodne pare ali vode. Zmax oli in vode
bi se mogla dovajati tudi skozi skupno
cev. V primeru nastanka od gorajšnjih za-
tvora je opremljena posoda z vršno pobo-
vni cikcak-plošč B. Preko perforiranega
dne ali vrške se s primerni višini nakonec
porozne snovi D v obliki plošč ali
valjare in iz gline, kaolina, kremenove
sige in d. Bilna predloža konca pripravu
so razporedjene steno a' za dovod pare in
steno a' za dovod produktov, ki se izpare-
vajo tudi steno a' za dovod zraka ali
tekočine snovi, ki je primerna za oksidi-
vanje ostalih konstantnih substanc polom
zgovornja. Oline, ki vstopa skozi steno a,
nagiba navedeno skozi a' priklapljenjo
vode, izpad razvijajo tako in vode s tam,
da teče preko cikcak-plošč B. Tako dospa
nato v manj tekočim stanju k poroznim
snovem D, kjer se zaključuje izparivanje ne
da bi oli moglo snovi propoziti. Postolno

