

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

KLASA 23 (1)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 1. OKTOBRA 1926.

PATENTNI SPIS BR. 3877.

Dipl. ing. Georg Scheib, Berlin.

Postupak za dobijanje čistog sinalbinovog ulja,

Prijava od 31. oktobra 1924.

Važi od 1. juna 1925.

Traženo pravo prvenstva od 6. novembra 1923. (Nemačka).

Sinalbinovo ulje nije isparljivo za razliku od eteričnog ulja od slačice (oleum sinapsis) te se ne može kao ovo dobiti destilacijom. Kod dosadanjeg, poznatog, samo u laboratoriji izvodjenog postupka za dobijanje čistog sinalbinovog ulja, odvađa se prvo sinalbin i mirozin iz semena bele slačice, zatim se rastvor sinalbina u vodi meša sa vodenim rastvorom mirozina, čime se sinalbin dejstvom mirozina cepa u ulje sinalbinovo, u sinalbin sulfat i glikozu. Iz taloga, koji se većim delom sastoji iz belančevinastih tela, kome je pridodato sinalbinovo ulje, dobija se filtriranjem, izvlačenjem filtrovanih rezidua pomoću alkohola mešanjem alkoholnog rastvora sinalbinovog ulja sa vodom i izručivanjem tečnosti sa etrom, jedan eterični rastvor ulja, koji po isparenju etra ostavlja sinalbinovo ulje kao žuto obojeno, žitko ulje.

Kod jednog drugog, tako isto u malim količinama, dakle samo za dodijanje vrlo malih količina sinalbinovog ulja, primenjenog postupka, kvasi se vodom sasitnjeno seme, oslobodjeno od masnih ulja, bele slačice. Po obrazovanju sinalbinovog ulja dobija se iz smeše eventualno po predhodnom dodavanju natrium sulfata i pomoću etra tako isto eteričan rastvor sinalbinovog ulja, iz koga se isparavanjem etra odvađa kao ostatak sinalbinovo ulje.

Prvi postupak za dobijanje čistog sinalbinovog ulja iz semena bele slačice nije samo vrlo zametan, već i skup, pošto se za izradu sinalbina kao i mirozina, zatim

i za odvajanje sinalbinovog ulja upotrebljava skupi alkohol, koji se naročito zbog odvajanja mirozina mora osim toga toliko razblažiti da se njegovo ponovno dobijanje ne isplaćuje, tako, da se samo za odvajanje sinalbina upotrebljeni apsolutni alkohol može ponovo upotrebiti za proces. Zatim dolazi kao druga nezgoda i ta okolnost, što mirozin, usled toplote, koja je potrebna za izradu sinalbina, gubi svoju vrednost kao kontaktna masa za cepanje sinalbina, što izaziva ili odgovarajuće manje dobijanje sinalbinovog ulja ili traži naročitu upotrebu mirozina, koji je načinjen nezavisno od dobijanja sinalbina.

Druga poznata metoda za dobijanje čistog sinalbinovog ulja izgleda da je prosta, ali ona daje vrlo malo sinalbinovog ulja, pošto naročiti sklop sa vodom nakuvašene, kašaste slačične mase dopušta samo delimično dobijanje pom. ulja dejstvom etra.

Mezgode, koje prate poznata iskustva, zametnost, veliki troškovi održanja, nepotpuno iskorišćavanje i drugo, razlog su, pre svega, za to, što je se sinalbinovo ulje dobijalo samo za laboratorije i opite, te se nije ni pomišljalo na njegovu fabrikaciju.

Predmet pronalaska je postupak za dobijanje čistog sinalbinovog ulja iz semena bele slačice, koji omogućava prostim izvodjenjem i mogućnošću iskorišćenja bez ostataka da se sinalbinovo ulje upotrebljuje u većoj meri za izradu većih količina

istog. Kod novog postupka otpada pre svega dugotrajno i skupo izolovanje sinalbina i mirozina iz semena bele slačice. Troškovi za postupak redukuju se do najnižih granica time, što se ne povećava temperatura, čime otpadaju gubitci u dejstvu mirozina i sinalbinovog ulja, i što se sirovine za proizvodnju tog ulja mogu bez naročitih troškova nabavljati, i što bez ikakvog gubitka mogu ponovo dobiti. Iskorišćenje bez ostatka omogućava se po ovom postupku time, što se slačica odvajanjem mirozinske kaše od drugih sastojaka u semenu, n. pr. luskica i tome slično, prevodi u stanje, koje omogućava potpuno oslobodjenje mirozina i drugih otataka od sinalbinovog ulja na jeftiniji, prosti i brzi način.

Ovaj postupak izvodi se na sledeći način: Sitno seme bele slačice, oslobodjeno od masnih ulja, benzinom, petrolejskim etrom ili presovanjem, maša se takvom količinom obične vode, da sa ovom obrazuje pokretnu žitku masu pa se ta masa stavlja na miru 24—48 časova, da bi se sinalbin odvojio od mirozina t. j. da bi mogao nastati proces obrazovanja sinalbinovog ulja. Po izvršenom obrazovanju ovog ulja slačica se po mogućstvu suho presije. Presovana gusta tečnost pored vode sadrži još mirozin, bisulfat-sinalbina i glikozu i, pošto se sinalbinovo ulje ne rastvara u koli ko se ovo mehaničkim uticajima popovuču sa semenom, kao što je to i opifima pokazano. Ocedjena, gusta i po pravilu slabo kiselo reagirajuća tečnost ne može se filtrirati. Ova se pak podešava za filtriranje sipanjem vode u istu, jer se usled toga obrazuju pahuljice i time se mirozin odvoja i istovremeno i sinalbinovo ulje. Tečnost se posle kratkog stajanja može filtrirati. Jasan, nešto žučkasti ostatak filtra pere se po sušenju etrom, što se može vršiti spravom za gnječenje. Pravo dobijanje sinalbinovog ulja dobija se kod ovog oblika izvodjenja iz presovanog i po mogućstvu od mirozina oslobodjenog semena slačice, koje skoro sve ulje sadrži vadeći isto pomoću etra. Eterni rastvor sinalbinovog ulja može se eventualno bez naročito filtriranja samo otopiti i po isparenju ili cedjenju etra dobija se čisto sinalbinovo ulje kao ostatak, pošto se sulfat sinalbina i koagilirani ostatak mirozina ne rastvaraju u etru.

Dalji oblik izvodjenja postupka sastoji se u tome, što se po izvršenom odvajanju sinalbina i obrazovanju sinalbinovog ulja isto toliko ili nešto manje dodaje etar smeši koliko i voda ranije. Ova se smeša tako isto ostavlja neko vreme na miru pri čem se češćim mešanjem etar meša sa

slačicom, tako da ova manje ili više upije etra. Po tom se slačica suho presuje (cedi). Ocedjena tečnost se, koja osim drugih sastojaka sadrži još i etar, podešava dodavanjem vode za filtriranje i po izlučivanju mirozina filtruje. Ostatak od filtra ima u naslaganom mirozinu sinalbinovog ulja. U ovom postupku mirozin je žut prema ulju sinalbina. Ostatak se ostavi da se malo osuši, tako da ne pravi testo, pa se potom pere etrom kao i kod prvog postupka. Tako postali eterni žuti rastvor ostavlja po isparenju etra čisto sinalbinovo ulje. Isto sa gvozdanim hloridom daje samo reakciju rodana po predhodnom zagrejanju sa amonijakom ili natronovoj cedji i na pr. hlorovodoničnom kiselinom; sa gvozdanim hloridom samo sinalbinovo ulje ne pokazuje nikakvu reakciju rodana. Eter se može kako iz vodenog prilično bistrog filtrata, isto pri odvajanju ulja od slačice dobiti ponovo skoro bez gubitaka na vrlo prost način, odnosno može se filtrat upotrebiti za dalje izdvajanje mirozina.

Svaki oblik izvodjenja ovog postupka omogućava da se seme slačice potpuno oslobodi od ulja sinalbinovog. Po mogućstvu suho ocedjeni, u glavnom od mirozina oslobodjeni materijal može se u oba slučaja jednom ili više puta oprati etrom, dok se kao znak da je ovo sinalbinovo ulje izvučeno, ne izgubi žuta boja etra. Svaki gubitak u etri u sinalbinovom ulju može se izbeći, ako se etar odnosno eterni rastvor slačice iscedi iz ostatka i potom odvoji sav etar i sinalbinovo ulje.

Zgrušavajuće dejstvo kiseline sinalbin-bisulfata na mirozin može se u danom slučaju pojačati još i malim dodatkom kiseline pre dodavanja vode u cilju izdvajanja mirozina, kao što se za tu svrhu iz ostalog filtrata može iskoristiti dobiveni sinapin-bisulfat.

Prema tome, kako se želi, da se dobije jedan ili drugi otpadak n. pr. mirozin ili ostatak semena slačice i to potpuno slobodan od sinalbinovog ulja valja izabrati jedan ili drugi oblik izvodjenja ili kombinovati oba oblika izvodjenja postupka.

Upotreba alkohola za neposredno dobijanje čistog sinalbinovog ulja iz semena slačice, razume se, nemogućna je kod jednog od ova dva oblika izvodjenja, jer se alkoholom dobivaju samo srazmerno slabi rastvori sinalbinovog ulja, koji sadrži još i druge primese, što pokazuje skoro crvena boja jednog takvog alkoholnog lučenja. Za dobijanje čistog sinalbinovog ulja iz takvog rastvora mora se uvek upotrebljavati etar i pri tom se ne bi mogli izbeći veliki gubitci u alkoholu, jer se ponovo

dobijanje alkohola iz upotrebljivanih, srazmerno slabih rastvora ne isplaćuje. Osim toga bi alkohol uvek davao prijavi preparat, koji bi se još jednom morao čistiti.

Kašasta struktura sa vodom izmešane slačice i higroskopske osobine mirozina u istoj onemogućavaju, pošto se ulje od slačice razlaže već na srazmerno niskoj temperaturi, da se iste i izvlače pomoću etra iz kašaste mase.

Do sada industrijski uopšte ne upotrebljavano sinalbinovo ulje ima na suprot alil-slačičnog ulja, koje se dobija iz crnog semena razne osobine, koje su bolje od osobina poslednjeg ulja, na pr. nema mirisa i nije isparljivo; zatim se razlikuje sinalbinovo ulje, koje je manje ljuto od alil-slačičnog ulja, što se prvo raspada već na umerenoj temperaturi i gubi svoju ljutinu dok je po sebi ljuće alil-slačično ulje na većoj temperaturi nerazloženo sa vodenim parama, isparljivo i zadržava svoju ljutinu. Primena sinalbinovog ulja zgodna je naročito onde, gde je potreban jak miris i neisparljivost. Važno je zatim i za izvesne svrhe, da se već na srazmerno niskim temperaturama izazove raspadanje sinalbinovog ulja u vezi sa gubitkom ljutine, što ne smeta ništa primeni sinalbinovog ulja, dok je alil-slačično ulje usled svoje postojanosti čak i na većim temperaturama manje ili više otrovno te njegova primena nije baš preporučljiva. Lako i na niskim temperaturama raspadljivo sinalbinovo ulje pruža mogućnost, u danom slučaju povećanjem temperature ili dovodom toplote, da se oslabi ljutina istog t. j. ukloni dejstvo istog.

Materije, načinjene upotrebom sinalbi-

novog ulja jesu usled neisparljivosti mnogo izdržljivije kao i prostije, lakše i trajnije nego sa upotrebom praha od slačice ili slačinog ulja spravljani proizvodi, pri čem od praha načinjeni preparati pokazuju higroskopičnu težnju.

Priprema sinalbinovog ulja ne ograničava se samo na već uobičajene preparate od slačice, već svuda se može upotrebiti mesto praha i alil-slačičnog ulja, gde se radi o tome, da nema mirisa i isparljive primese ljutine od slačice.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobijanje čistog sinalbinovog ulja iz semena bele slačice, kod koga se, na poznati način od masnih ulja oslobodjeno, sasitnjeno seme slačice u cilju odvajanja sinalbina i obrazovanja njegovog ulja meša sa vodom i čisto sinalbinovo ulje dobija iz eternog rastvora pomenutog ulja uklanjajući etar odvajanjem ulja, naznačen time što se slačica po obrazovanju sinalbinovog ulja cedi (presuje), iz ocedjene tečnosti odvaja mirozin dodavanjem vode i naknadnim filtriranjem, iz osušenog mirozina uklanja ispiranjem etrom sinalbinovo ulje i iz ostataka semena pomoću etra izdvaja sinalbinovo ulje.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se slačica po obrazovanju sinalbinovog ulja meša sa etrom i vrši presovanje tek posle dobrog mešanja etra sa smešom.

3. Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se za izdvajanje mirozina iz presovane kaše upotrebljena voda zakiseli malo, odnosno što se upotrebljava sinapin-bisulfat iz filtrata ili sam filtrat.

Podrazumeva se, da ove iste pojave ima da se dovedu u vezu ne samo sa samim ugljovodoničima, nego i sa jedinjenjima, sadržanim u ovim koji sadržavaju pokraj ugljenika i vodonika još azot, azot ili sumpor, dakle naročito tela, koja sadržavaju kiseonik, kao na pr. furan i njegovi homolozi, i tela koja sadržavaju azot kao na pr. pirol i njegovi homolozi, kao i derivati ovih jedinjenja.

Kod do sad uobičajenog postupka rafiniranja, kao na pr. rafiniranja sa sumpornom kiselinom pokraj ovih poglavito štetnih sastojaka nagrizaju se i odvajaju i o-telini, koji često mogu da se oslave bez štete u ulju. Time izazvani gubici su vrlo veliki naročito kod ulja, koja sadrže mnogo nezasićenih sastojaka na pr. sumporasti produkti i produkti zgure. Dakle kod ovih postupaka čišćenja nastupaju veliki gubici dragocenog materijala.

Dalje je nađeno, da sastojci, proutrokuju bojanje i obrazovanje smola i taloga ili koj sepijano mirisu, ključaju na sasvim

kratkim predopitom kod prerađene materije odvojenim zahvatanjem destilata, koji prelazi od stupnja ka stupnju ili uže, utvrdi, koje frakcije sadrže škodljive sastojke, koje se kratko da se označe kao frakcije, koje stvaraju smolu. Odvajanjem ovih frakcija kod destilacije u tehničkom radu moguće je dakle, da se prostim procesom lačnog frakcioniranja rafinira i sasvim ili velikim delom izbegne obično uobičajeno hemisko čišćenje.

Pošto temperatura ključanja materija, koje stvaraju smolu zavisi od pritiska, probilačno je da se pritisak pri destilaciji održava stalnim.

U mnogim slučajevima, naročito kod ulja, koja ključaju na višoj temperaturi, može da bude korisno, da se radi u vakuumu pošto menjanjem pritiska nastupa pomeranje temperature ključanja stvaraoća smole, ovim se u mnogim slučajevima omogućava da se spreči istovremeno prelaženje drugih materija, koje prvizae kao smolna frakcija, pri određenom pritisku.

