

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (5)

IZDAN 1 APRILA 1939.

PATENTNI SPIS BR. 14767

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M., Nemačka.

Postupak za spravljanje alkalnih soli ligninsulfokiseline.

Prijava od 4 marta 1938.

Važi od 1 novembra 1938.

Naročito u štavljenju višestruko upotrebljeni sastojak lužine-otpatka sulfidne celuloze, koja se javlja kod rastavljanja drveta sulfidima, jeste ligninsulfo kiselina, koja se u njoj sadrži kao kiselina kalcijumova so. U pravilnom saznanju, da se ona celishodno mora osloboditi od svih drugih u lužini-otpatku postojećih balastnih materija, da bi se uvek održala sa jednakim svojstvom, činjeni su različiti predlozi za njeno čisto dobijanje. Kod ispoljavanja pomoću alkalnih soli se ove ipak opet javljaju kao nečistoće, što je za mnoge ciljeve neželjeno i čini potrebnim ponovno čišćenje zametnim putem. Ako se želi da se kalcijumove soli ligninsulfo kiseline obaraju iz lužine-otpatka živim krečom, da bi se zatim rezlagale natrium karbonatom, to se pokazuje kao štetno, da neminovno u višku upotrebljeni kalcium hidroksid izvodi kaustifikovanje natrium karbonata. Osim toga se kod obaranja kalciumovih soli zajedno oboreni kalcium sulfid raspada kod tretiranja natrium karbonatom, tako, da natrium sulfid dospeva u rastvor ligninsulfo kiselog natriuma.

Sad je nadeno, da se bez pomenutih nezgoda i zametnosti može na tehnički potpun način izvoditi čisto dobijanje alkalnih soli ligninsulfo kiseline, ako se pri meni sledeći način rada. Lužina-otpadak sulfidne celuloze se tretira viškom kalcium hidroksida, posle čega se izdvajajuće se bazne kalciumove soli ligninsulfo kiseline izdvajaju filtriranjem zajedno sa kalcium sulfidom i kalcium sulfatom i t. d., šlemuju se u vodi i zatim se tretiraju ugljen dioksidom. Pri tome glavna količina prelazi u rastvor, pri čemu teško rastvorljive bazne

soli prelaze u rastvorljive neutralne lignin-sulfonate, a ostala jedinjenja kalciuma pak ostaju u zaostatku. Filtrirani rastvor se zatim tretira natrium karbonatom odnosno kalcium karbonatom, tako, da se uz izdvajanje kalcium karbonata obrazuje dotična alkalna so ligninsulfo kiseline. Istina se već sirova lužina-otpadak sulfidne celuloze tretirala na ovaj način radi prevođenja kalciumovih soli u alkalne soli, ali su pri tome naravno i rastvorljive balastne materije dospevale zajedno u rastvor ligninsulfo kiselog alkalija.

Rastvor ligninsulfo kiselog alkalija, koji sadrži kalcium karbonat kao talog se sad, bez filtriranja, uvođenjem sumporovodonika odnosno zemnoalkalnog sulfida ili kalcium hidrosulfida oslobada od teških metala, osobito od gvožđa. Filtrat pokazuje znatno razvedravanje boje, koje još usled dodavanja malih količina alifatičnih karbonskih kiseline, kao mravlje kiseline, sirćetne kiseline, oksalne kiseline, vinske kiseline, limunove kiseline i t. d., može biti dalje poboljšana.

Dobiveni od soli i metala slobodni rastvori alkaliligninsulfonata, koji k tome ne sadrže nikakav sumpor dioksid, nikakav šećer i takode nikakve produkte degradovanja šećera, celuloze i lignina, daju se proizvoljno koncentrisati i najzad osušiti u nehigroskopne, otvoreno mrke prahove. Oni se stoga mogu održati, bez mirisa su i mogu se upotrebiti za različite ciljeve, za koje su do sada bili upotrebljavani produkti lužine - otpatka na osnovu svoje sadržine ligninsulfo kiseline.

Primer 1. — 100 delova iz lužine otpatka obaranjem kalcium hidroksidom do-

bivene krečne soli ligninsulfo kiseline (30%-na) se zamešuje sa vodom, posle čega se suspenzija pri 70°C tretira ugljenom kiselinom do iščezavanja alkalne reakcije t. j. do p_H vrednosti 8,2. Kod ovog načina rada se izbegava obrazovanje rastvorljivog kalcium bikarbonata. Bistri mrki filtrat se meša sa natrium karbonatom, dok sve u rastvor dospеле kalciumove soli ligninsulfo kiseline ne budu prešle u njene natriumove soli. Po tome se bez filtriranja uvodi sumporovodonik, dok se sve gvožđe ne obori kao ferosulfid. Koncentrisanjem bistrog mrkog filtrata se dobija 33,5 delova sirupa od d = 1,285 sa 59% suve sadržine, odnosno 20 delova mrkosivog, bezmirisnog, nehigroskopskog praha.

Primer 2. — Po primeru 1 dobiveni otvoreno mrki, od kalciuma i gvožđa slobodni filtrat (d = 1,071, suva sadržina 12%) se razvedrava dodavanjem 14cm³ po litru kakvog 20%-nog rastvora vinske kiseline. Naknadno tretiranje je isto kao u primeru 1.

Dalje kod ovog načina rada uspeva takode, da se mešavine u lužini-otpatku nalazeće se ligninsulfo kisele soli razlažu time, što se frakcionisano preduzima tretiranje ugljenom kiselinom. Na ovaj se način dobijaju najprije rastvorljivi udeli nisko-molekularnih odnosno visoko sulfonisanih ligninsulfo kiselina, koje su sklone ka higroskopsnosti. Zatim se rastvaraju više molekularni udeli, dok bojadišuci sastojci najzad zaostaju apsorbirani u zaostatku.

Primer 3. — 100 delova kakve krečne soli ligninsulfo kiselina (30 %) dobivene obaranjem kalcium hidroksidom iz lužine-otpatka sulfitne celuloze se zamešuje sa vodom, posle čega se suspenzija podesno u toploti tretira ugljenom kiselinom, dok ne

dostigne p_H vrednost od približno 9. Filtrat se atim na po sebi poznat način prevodi u alkalne soli. Dobija se 12 težinskih delova jednog sirupa gustizne 1,29 sa suvom sadržinom od 50%. Nerastvoreno ostali udeo bazne krečne soli može po tome biti potpuno pretvoren ugljenom kiselinom, pri čemu se 20 težinskih delova kakvog sirupa gustine 1,285 dobija sa suvom sadržinom od 65%, koji je obojen više mrko i viskozniiji je no gore dobiveni.

Patentni zahtevi:

1.) Postupak za spravljanje alkalnih soli ligninsulfo-kiseline iz, na poznat način obaranjem kalcium hidroksidom iz lužine-otpatka sulfitne celuloze dobivenih teško rastvorljivih, baznih kalciumovih soli ligninsulfokiseline, naznačen time, što se ove sa ugljen dioksidom dovode u rastvor i rastvorljivo postale soli se pomoću alkalnih karbonata prevode u alkalne soli ligninsulfokiseline i rastvor se u datom slučaju koncentriše do suvosti.

2.) Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se za uklanjanje soli teških metala rastvor alkalnih ligninsulfonata meša sa sumporvodonikom, zemnoalkalnim sulfidom odnosno zemnoalkalnim hidrosulfidom.

3.) Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se rastvor alkalnih ligninsulfonata tretiranjem organskim kiselinama razvedrava u boji.

4.) Varijanta postupka po zahtevu 1, naznačena time, što se kalciumove soli ligninsulfo kiseline sa ugljenom kiselinom frakcionisano dovode u rastvor i tako se izvodi rastavljanje u više i niže molekularne odnosno manje ili više sulfonisane produkte.