



# PATENTNI SPIS BR. 5447.

## Verein Für Chemische Industrie Aktiengesellschaft Frankfurt na Majni Nemačka.

Postupak za dobijanje celuloze iz jako drvenastih ili teško rastvorljivih biljaka sviju vrsta na pr. bukovina, bambus i t. d.

Prijava od 4. maja 1927.

Važi od 1. oktobra 1927.

Traženo pravo prvenstva od 20. maja 1926. (Nemačka).

Dosadnji pokušaji tehničkog dobijanja celuloze iz jako drvenastih biljaka sviju vrsta, na pr. bukovina, nisu uspevali do sada usled nedovoljne ekonomije postupka, delimično i usled slabog kvaliteta proizvoda. Kod alkalnih ogleda rastvaranja, velikoj potrošnji hemikalija, usled osetljivosti celuloze od bukovine, protivstajalo je malo iskorišćavanje, a kod kiselih ogleda pokazala se celuloza, da nije sposobna za belenje ili belenje je imalo neznatnu postojanost. Slični neuspesi stajali su na putu i uvodjenju bambusa za izradu celuloze.

Nova odlika pri rastvaranju drveta pomenute vrste je u tome, što se sirovine, najpre isitnjene na poznati način i omekšane u baznim ili kiselim tečnostima i koje pokazuju elastične, meke osobine, pretvaraju u vlakna i izlažu više puta oksidisanju i hlorisanju i zatim, što se iz sirovine, izložene oksidisanju i hlorisanju, izvlači reakciona tečnost koja se zatim obnovljena ponovo dodaje.

Do sada nije uspelo, da se metoda rastvaranja pomoću hlora, koja je već značajna za dobijanje celuloze iz trava, praktično prenese na jako drvenaste sirovine, kao tvrdo drvo. Neznatno delovanje hlora u unutrašnjosti iziskuje potpuno sitnjenje drveta, usled čega ova metoda u napred izgleda neekonomična, prvo zbog troškova sitnjenja, dalje i zbog mnogih presečenih

vlakana (na pr. drvena vuna), čime se smanjuje iskorišćavanje i kvalitet.

Novi postupak izbegava ove nedostatke i posle pogodnog tretiranja sa hlorom kao glavnim sredstvom za rastvaranje vodi do tako snažnog, pri tom štedećeg dejstva, da se vrši brže, ravnomernije rastvaranje.

Kao hemikalije za ove rastvore dolaze u obzir alkalne ili kisele u rastvoru reagirajuće tečnosti, kao alkalne na primer hidroksidi alkalija i zemno-alkalija, kao i soda, kao kisele pored izvesnih kiselina hidrolitički disocirane soli, kao hlor-cink, hlor-magnezium, kalcium-rodanid. Takodje fenoli i fenolni rastvori i t. d. dolaze u obzir.

Nije potrebno, da ove materije već delimično aktiviraju rastvaranje, t. j. udaljšavanje kore, već je za primenu merodavno isključivo njihovo omekšavajuće dejstvo do unutrašnjosti. Naročito osobinom primenjenih hemikalija, koje ne smeju nepadati celulozu, menja se vreme trajanja zagrevanja i primenjena temperatura.

Potrebna koncentracija ovih rastvora, koji se više puta ponovo mogu upotrebiti i obnoviti, menja se sa načinom primenjenih hemikalija i sa trajanjem kuvanja. Za 5-časovno kuvanje iznosi koncentracija natrium hidroksida do 5%, ako se na 200 gr. apsolutno suvog drveta primeni 1000 gr. rastvora kao tečnosti za kuvanje.

Na gore pomenut način omekšan mate-

rijal fino se rastvara u vlakna u pogodnim napravama, na pr. Kolerovi hodovi, za kratko vreme bez kvara celuloze, tako da je pogodan za sledeće procese hloriranja.

Hloriranje se sada izvodi u više stupnjeva i to tako, da se najpre u masu vlakna, razdeljenu u vodi, mešajući stalno uvodi hlor u gasu, dok se ne pokaže reakcija dodavanjem alkalija radi pojavljivanja mrko-crvene boje, koja se ravnomerno pokazuje po celoj masi vlakna. Napredovanje hloriranja može se vršiti i titrimetrijskim odredjivanjem obrazovane sone kiseline. Od prilike posle jednočasovnog hloriranja prekida se dovod hlora i masa odvaja od tečnosti. Ovo uklanjanje tečnosti sastoji se u tome, što se u odmakloj fazi hlorirajućeg i oksidirajućeg procesa, u kojoj je materijal primio pogodan, najbolje elastičan ili mek oblik, uklanja reakcionu smešu u mesto ispiranjem sa vodom presovanjem ili tretiranjem u mašinama za uklanjanje vode ili tome sl., dok se ne postigne suvoća od prilike 25—50%.

Hlorirana masa vlakna, potpuno odvojena od tečnosti, pokretana u slabo alkalnom kupatilu, daje brzo znatne količine celuloze tamno-mrke boje. Ako se zatim ponovo odvaja od tečnosti i u masu vlakna, koja se ponovo rastvara razblaženom alkalijom, mešajući uvodi hlor u gasu, to se vlakna bele i u danom slučaju postiže se već u ovom stupnju puno belenje još pre nastupa kisele reakcije.

Ako se pak, što zavisi od osobine primenjene sirovine, pokazuju velike količine ostataka drveta i vlaknastih svežnjeva, onda se ponavlja tretiranje ponovnim presovanjem ili vadjanjem tečnosti, hloriranjem, cedjenjem i zatim tretiranjem sa alkalijama.

Pri hloriranju mogu se primeniti izvesni prenosoci hlora, kao na pr. kalajni hlorir. Proces se ubrzava primenom takvih prenosioaca.

Gotova izbeljena celuloza, koja još sadrži izvestan procenat drvenih ostataka, odvaja se na poznati način od istih i dalje tretira.

Bukovina na pr. daje toliku količinu, koja odgovara količini borovog drveta.

Radi boljeg objašnjenja procesa rastvaranja služe sledeći primeri:

1. 200 kg. isitnjene bukovine u 1000 litara vode, u kojoj su rastvoreni 25 kg. natriumove lužine 125 kg. negašenog kreča, zagreva se do ključanja u sudu sa cevi za isticanje pod atmosferskim pritiskom od prilike za vreme 8 časova. Meka masa odvaja se zatim od tečnosti i u jednom Kolerovom hodu za kratko vreme

prevodi u fino vlaknasti oblik. Zatim dolazi vlaknasta masa impregnirana alkalijom u jedan sud za mešanje kakve vrste napunjen vodom, u koji se neprekidno u umejenoj struji uvodi hlor, ito dotle, dok posle nastupanja kisele reakcije pri probi, vlaknasta masa pri dodatku alkalija ne primi mrko-crvenu boju. Posle ovog vremena zauzavljaju se dovod hlora, tečnost se uklanja u jednoj centrifugi i vlaknasta masa unosi od prilike u 2.000 litara jedne 0,5 do 1% natriumove lužine i u ovoj pokreće na pr. u jednom holenderu. Najveći deo mrko-crvenog vlaknastog svežnja raspada se pri dodiru sa alkalijom za kratko vreme u fino vlaknast materijal, koji posle ponovnog vadjanja vode i obnovljenog potapanja u lužini sa laganim uvodjenjem hlora prema prvobitnom stepenu razlaganja u vlakna i drugih osobina sirovine, već sada ili posle drugih stupnjeva tretiranja pada kao čista bela celuloza.

2. 200 kg. isitnjenog bambusovog drveta zagreva se do ključanja dva časa sa 1m<sup>3</sup> 50% rastvora cinkovog hlorida. Po razdvajanju od tečnosti masa se, kao u primeru 1. potpuno rastvara u vlakna. Zatim se unosi u 2—3000 litara vode i od prilike jedan čas uvodi hlor kao u primeru 1. Pošto se zatim isto kao u prvom primeru presuje ili vadi voda, vrši se tretiranje sa 2—3 m<sup>3</sup> jedne 1/2—1% alkalne lužine, dok se ne pojavi čisto bela celuloza, koja se pri uvodjenju hlora u ovu masu, u danom slučaju dobija posle ponovljenog tretiranja.

### Patentni zahtevi:

1. Postupak za rastvaranje biljnih sirovina sa jakim korom ili jako drvenastih, kao na pr. bukovina, bambusova cev ili tome sl., naznačen time, što se najpre rastvara u isitnjena vlakna u baznim ili kiselim tečnostima, a zatim omekšana sirovina izlaže višestupnom oksidacionom i hlorirajućem procesu.

2. Postupak po zahtevu 1. naznačen time, što se sirovinama, izloženim višestupnom procesu oksidisanja i hloriranja, posle svakog tretiranja oduzima reakcionu tečnost i zatim dodaje ponovo obnovljena reakcionu tečnost.

3. Postupak po zahtevu 1. i 2. naznačen time, što se hloriranje tako izvodi, da se najpre na poznati način u masu vlakna, potopljen u vodi, uvodi hlor, zatim u jednom pogodnom trenutku reakcije oduzima voda ili cedi, tretira sa bazama i ponovo oduzima voda ili cedi.

4. Postupak po zahtevu 1., 2. i 3. naznačen time, što se oksidisanje, hloriranje,



