

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 55 (3)

Izdan 1. Februara 1930.

PATENTNI SPIS BR. 6732

Vickers Limited, London.

Postupak za izradu celuloze i za obradu kaustičnom sodom biljnog materijala.

Prijava od 28. novembra 1928.

Važi od 1. juna 1929.

Ovaj se pronalazak odnosi na izradu celuloze iz biljnih iskorišćenih proizvoda (otpadaka) koji sadrže celulozu, pektu celulozu ili imaju osnovu ligno celuloznu, kao što je slama od lana, pšenice i drugog podesnog materijala i tako isto odnosi se na obradu kaustičnom sodom biljnih materija. Glavni cilj pronalaska je proizvodnja celuloze u obliku, u kome se ona može upotrebiti za izradu hartije ili kartona, a ako se smeša sa sitentličkim smolama na pr. bakelitom, onda se upotrebljuje za izolacioni materijal. Furfurol tako isto se proizvodi u postupku i on je koristan sporedni proizvod, koji u praksi omogućava glavni cilj pronalaska t. j. ekonomičnu proizvodnju celulove.

Do sad su se za proizvodnju celuloze biljni otpatci (sa ili bez prethodnog kuvanja u vodi na 100°C) kovali obično sa kaustičnom sodom različitih jačina, obično oko 5% na temperaturama od oko 160°C do 170°C , i na odgovarajućim pritiscima. Za proizvodnju furfurola biljna materija obrađivana je sa sumpornom kiselinom na skoro istim temperaturama i pritiscima ali u ovom slučaju zaostali materijal nije bio iskoristljiv za izradu prvoklasne celuloze. Iskorišćenje u furfurolu tim postupkom a iz slame dobre kakvoće na pr. iz lanene slame bilo je oko 5% od težine obrađene slame.

Po ovom pronalasku biljni materijal se prvo kuva sa vodom na pr. na temperaturi nešto malo iznad 180°C i odgovarajućem

pritisku, posle čega se dobija furfurol postupkom destilacije iz kaše, koja se destilacija nastavlja sve dokle se ne otera jedna trećina od prvobitne količine tečnosti. Vrela kaustična soda se potom dodaje takve jačine, da se sa tečnošću zaostalom u kotlu, pravi koncentracija od 3% do 5% i obrada se nastavlja za dobijanje celuloze na uobičajeni način. Ako se pak želi proizvodnja bele celuloze, bolje je materijal oprati vodom posle faze za vreme koje se proizvodi furfurol, i pre obrade kaustičnom sodom. Ovo pranje može se izvesti bez uklanja materijala iz autoklava. Po daljoj karakteristici pronalaska zaostale tečnosti po izparavanju podvrgavaju se suvoj destilaciji u kojoj se destilatu korisni spredni proizvodi, posle čega se može regenerisati rastvor kaustične sode.

Za najbolji period kuvanja za brzo pripremanje vlakna za obradu kaustičnom sodom nađeno je da je $2\frac{1}{2}$ do 3 časa na 180°C , ali ako koncentracija furfurola nije smanjena destilacijom posle 1 časa onda se deo proizvedenog furfurola neprekidno uništava, i ne dobija se najbolje iskorišćenje furfurola. Kuvanje materijala sa vodom nastavlja se iz tog razloga za vreme od jednog časa i destilacija ide odmah za tim. Destilacija se nastavlja dok se stvarno sav furfurol ne ispari zajedno sa jednom trećinom vod uvedene u autoklav. Ova destilacija traje oko $1\frac{1}{2}$ čas. Materijal se potom obrađuje sa kaustičnom sodom (tečnom) na temperaturi od oko 160° do 170°C i odgo-

varajućim pritiskom za vreme od oko 6 časova i potom se proizvodi celuloza na običan način. Količina upotrebljene tečnosti u oba slučaja jeste pet do osam puta od težine materijala za obradu.

Koncentracija i prečišćavanje furfurola izvodi se prema uobičajenoj praksi.

Sodni rastvor može se upotrebiti da hladi paru ispuštenu, tako da upija deo njene toplote.

Mi smo našli upotrebom ovog postupka, i ako je iskorišćenje furfurola smanjeno za oko 3%, da je ostali materijal, koji ide za obradu u celulozu, bolji za tu svrhu nego sveži materijal iz koga nije furfurool izvučen, i vreme za naknadnu obradu sodom može se smanjiti, t. j. za vreme od jednog do tri časa prema prirodi obrađenog materijala.

Kod postupka obrade zelenog lanenog vlakna u cilju izrade gotovog lanenog vlakna, sodni rastvor 1% upotrebljuje se za velike količine. Kod izrade veštačke svile iz lana upotrebljuje se sodni rastvor od 1% do 5%. Kod obrade odpadaka biljne materije za izradu celuloze 5% rastvori se upotrebljuju. Za vreme ovih procesa ove tečnosti rastvaraju, ili se jedine sa nekim telima u materijalu obrade, na pr. pektini, smole ili gumena tela, sa rezultatom, što tečnosti posljaju tamno mrke i soda je u znatnoj meri neutralisana tako, da dalje nije upotrebljiva za dejstvo. Da bi se ove tečnosti korisno regenerisale, one se koncentrišu do suvoće na slojevnom isparivaču ili na koji drugi način, pri čem valja voditi računa da se ne pređe temperatura od 100°C. Rezultujući materijal u ovom suvom stanju stavlja se u podesnu zatvorenu retortu sa običnim aparatom za kondenzovanje. Destiliranje se nastavlja sve dok ne prestane stvaranje pare koja se kondenzuje. Temperatura može biti između 300—450°C. Materija u retorti se sad sastoji poglavito iz natrijom karbonata pomešanog sa ugljenikom ili malom količinom silikatne materije. Ovaj se materijal onda zagreva u jednoj otvorenoj retorti obično rotacionog tipa u oksidacionoj atmosferi, dok ugljenik potpuno ne sagori ostavljajući srazmerno čist ostatak sode. Ova soda (natrijom karbonat) se onda regeneriše u kaustičnu sodu obradom kreča na običan način. Za vreme ovog procesa silikatne materije padaju dalje sa recipitiranim kalcijum karbonatom.

V mesto sagorevanja ugljenika materijal se po izvršenoj destilaciji u retorti može direktno obrađivati krečom radi ponovnog kausticiranja. U ovom slučaju se ugljenik precipitira sa kalcijum karbonatom i silikatom. Ovaj precipitat može se oprati i osušiti ako je raspodeljeni ugljenik jako aktiviran. Čist ugljenik može se dobiti rastva-

ranjem kalcijum-karbonata sa hlorovodoničnom kiselinom pranjem i sušenjem na običan način, ostavljajući unutra izvesnu malu količinu silikata, čije je dejstvo zanemarljivo.

Koncentrisanje upotrebljenog krečnog mleka podešeno je tako da daje 5% koncentraciju rastvora kaustične sode, tako da je regenerisana tečnost ogotova odmah za dalju upotrebu i to rastvorena ili ne rastvorena. Za vreme procesa suve destilacije dobiveni kondenzat sastoji se iz dva dela naime is vodenog dela i uljnoga dela, prvi iznosi sedam puta koliko drugi. Vodeni rastvor daje aceton i metil alkohol. Uljni deo daje više alkohola i aromatične ugljovodonike.

U jednom primeru nađeno je da 15 lit 5% kaustične sode (prodajne) sadrže 559 grama kaustične sode. Pošto je tečnost upotrebljena za obradu biljne materije i isparena do suvog stanja, ostatak je merio oko 1330 grama. Pri suvoj destilaciji ovo je davalo uljnu frakciju od 36 grama, vodenu frakciju od 240 grama i ostatak od 1050 grama. Destilacija je izvođena do 450°C. Posle sagorevanja ugljenika ostatak od 648 grama ostaje, pri čem je 402 gr. ugljenika izčezlo. Ovih 648 gr daju pri analizi 596 gr natrijum-karbonata i 35 gr nepromenjene kaustične sode. Ovo pri ponovnom kausticiranju sa krečom daje celulozno iskorišćenje od 89,4% od prvobitne količine kaustične sode.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu celuloze, naznačen time, što se biljni materijal prvo kuva sa vrelom vodom pod pritiskom, potom furfurool destilira iz mase i ostatak tretira sa tečnom kaustičnom sodom.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačena time, što se zaostala tečnost iz postupka otače, materijal pere vodom pa potom ova otače i unosi rastvor kaustične sode u sud u kome se nalazi materijal.

3. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se zaostale tečnosti iz obrade kaustičnom sodom biljnih materija po isparavanju podvrgavaju suvoj destilaciji, u kojoj se destiliraju sporedni proizvodi, našta se soda regeneriše.

4. Postupak po zahtevu 1—3, naznačen time, što se zaostale tečnosti iz obrade kaustičnom sodom biljnih materija koncentrišu do suvog stanja na slojevnom isparivaču ili kojim drugim podesnim sredstvom, pri čem valja voditi računa o tome da isparivanje ne biva na temperaturi većoj od 100°C, našta se rezultujući materijal u suvom sta-

nju destilira u podesnoj zatvorenoj retortli, koja ima običan kondenzacioni aparat.

5. Postupak po zahtevu 4, naznačen time, što se destilisanje izvodi na temperaturi između 300 C do 450°C.

6. Postupak po zahtevu 5, naznačen time, što se suvi materijal po destilaciji zagreva u otvorenoj retortli u oksidacionoj

atmosfera dok ugljenik ne sagori i ostatak ne regeneriše u kausičnu sodu.

7. Postupak po zahtevu 6, naznačen time, što se koncentracija krečnog mleka reguliše tako, da daje 5 /₀ koncentracije rastvora kaustične sode, tako da je regenerisana tečnost odmah gotova za dalju upotrebu, rastvorena ili ne rastvorena.

PATENTNI SPIS BR. 6916

Carl Welsshubn & Söhne, Opeva, Č. S. R.

Postupak za proizvodnja polusceluloze iz drveta ili odvrvenih vegetabilnih vlaknastih materija za proizvodnju hartije, kartona i lome sl.

Prijavo od 23. maja 1929.

Velj od 4. novembra 1929.

Kod do sada poznatih, raznih postupaka za proizvodnja polusceluloze (sirovine) iz drveta ili odvrvenih vegetabilnih vlaknastih materija za proizvodnju hartije, kartona ili loma sl. bilo za ove sirovine, većinom u svome prirodnom stanju, prema poznatim metodama razdvajanja, na pr. pomoću klorida sa sivo ili postupkom gaženja itd. proizvedene u vlaknato taču podeseu kao sirovina, koje se ipak, osim pri proizvodnji hartije, po pravilu mogla preraditi u u potrebitiji krajnji proizvod date vrste, bez dodavanja celuloznih vlakna.

Prema drugim poznatim postupcima, dotične sirovine, pre razdvajanja u vlakna bile su, radi omekšanja i rastvaranja vlakna ili kuvane u vodi ili podvrgavane pari, pri čemu se kod pojedinih poznatih postupaka na pr. kod prvo pomenulog procesa kuvanja, prema slučaju, dodaju još razne podesne hemikalije radi boljeg razdvajanja očvrstih delova; pri tome se, prema prethodno vrtili usklađivanje sirovine posebnim mašinama, da bi se omogućila potpuno prodiranje hemikalija. Poslednja metoda proizvodnja, naročito primenjena kod proizvodnje celuloze, su vrlo zamorne i zahtevaju obilne aparate. Pri proizvodnji sirovine isključivo pazenjem se osla se potpuno izbeći kulinu drvenih sastanaka u sled oksidacionog procesa izravnog zagrevanjem, tako, da se po razdvajavanju dobijena polusirovina može obraditi samo u mrke ili žute hartije ili u visokosti od-

poznato mrke ili žute kartona ili lome sl.

Glavna promislaska je sada taj, da se odgovarajućim, na svoje skupim postupakom pomenutih sirovina, ove materije, dodaje isto tako dejstvom toplote, na pr. pomoću pare pod naponom, no ipak izbegavajući usklađivanje i nepravilno kulinu, tako omekšaju, da se docnijim procesom razdvajanja dobije, kvalitetno visoke vrednosti, dopadnih vlakna i celulozna, polusirovina vrste celuloze, koja je tođe odgovarajuć podeseu i za proizvodnju belih i obojenih hartija visoke vrednosti, kartona i lome sl.

Suština promislaska sastoji se u tome, što su dotične sirovine u svome trgovlaskom obliku, na pr. kod drveta, parčad drveta za loženje običnog prečnika i obične dužine, a neusklojenom stanju prethodno suđe radi sklanjanja ukupne prirodne slege po proizvodnju poznatih metodama se umerenom dejstvom toplote, tako bi pri docnijem postupku bilo izvršenje volje vodnjikave rastvora hemikalija. Po svetskom procesu sušenja postupaju se sirovine duže vreme vodnjikavim rastvorom poznatih hemikalija sa redukujućim dejstvom, na pr. sa rastvorom natrium-bisulfitu, do potpunog napaanja i tako se u kratkome poznate vrste duže vremena, po prilici pomoću pare pod naponom, izliza, prema svetskoj sirovine, jačem ili slabijem zagrevanju radi omekšanja i delimičnog rastvaranja očvrstelih,

