

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 89 (2)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Jula 1930.

PATENTNI SPIS BR. 7149

The Commercial Alcohol Company Ltd., London, Engleska.

Postupak za dobijanje šećera iz celuloze odnosno materije, koje sadrže celulozu.

Prijava od 2. oktobra 1929.

Važi od 1. januara 1930.

Traženo pravo prvenstva od 2. oktobra 1928. (Nemačka).

Poznato je već, da se materijal, koji sadrži celulozu, na pr. drvo u prisustvu malih količina tečnosti sa gasovitim kiselinama na pr. hlorovodoničnom kiselinom pri hlađenju rastavlja i da se dobro rastavljen posle uklanjanja hlorovodonične kiseline prelaže dalje i šećer. Po jednom poznatom predlogu radi se na pr. tako, da se polazna materija koja sadrži celulozu na pr. drvo dovede do jedne količine tečnosti koja ne premaša upotrebljenu količinu drveta, zatim pri hlađenju na pr. do sobne temperature dejstvuje hlorovodoničnom kiselinom dok drvo nabubra t. j. dok se drvo ne prevede u jednu sluzastu masu. Posle stajanja od nekoliko časova udaljuje se hlorovodonična kiselina na pr. vakuumom ili izduvanjem a zaostala sluzasta materija sa dodatkom vode zagreva se $1\frac{1}{2}$ časa pod pritiskom na 125°C i time prevodi u šećer.

Ovaj postupak ima znatne nezgode. Zbog drugog dejstva jake hlorovodonične kiseline na materijal, koji se rastavlja, razbijaju se neželjeni procesi na pr. takvi, da se nagrađena glukoza pretvara u polisaharide, koji ne mogu previrati ili se razorava. Postoji i opasnost, da se rastavljena celuloza pri udaljavanju hlorovodonične kiseline opet povraća u njeno prolazno stanje. Prevođenje proizvoda u sluzastu materiju stvara i izvesne teškoće u vezi sa udaljavanjem hlorovodonične kiseline. Ovaj postupak vodi kao što su proveravanja podnosioca predstojećeg pronalaska pokazala,

do jednog proizvoda, koji se u glavnom sastoji iz polisaharida, koji ne mogu previrati.

Dalje je poznat jedan postupak, po kome se početna materija na pr. drvo, jednim naročitim procesom sušenja suši, dok mu količina vode ne spadne do 5%, zatim prelije sa jednakim težinskim delom presićene hlorovodonične kiseline od 40%, a zatim sprovodi gasovita hlorovodonična kiselina, dok se celokupna tečnost ne presili. Zatim se masa u tankim slojevima na temperaturi između 12 i 50°C , 11 sati i duže digerira, da bi se nagrađio dekstrin, posle udaljavanja hlorovodonične kiseline, dodaje se voda i kuva, da bi se dekstrin preveo u glukozu.

Po ovom postupku istina moguće je rastavljanje bez prevođenja drveta u sluzastu materiju, ali ima taj veliki nedostatak, da iziskuje mnogo vremena i rada, a jaka hlorovodonična kiselina dejstvuje u toku mnogih časova na razrađene proizvode raspadanja i time izaziva neželjene izmene i razoravanja. I ovaj postupak vodi do jednog proizvoda, koji se u glavnom sastoji iz polisaharida, koji ne mogu da previru.

Prijavilac je stavio sebi u zadatak da otpalke celuloze i materije, koje sadrže celulozu naročito drvo na jedan jednostavan i jeftin način preradi u šećer tako da se krajnji proizvod u glavnom sastoji iz šećera, koji može da previre.

U izvođenju ovog pronalaska može se

na pr. tako postupiti da se iverje, strugotine i tome sličan polazni materijal sa svojom prirodnom vlagom na pr. sa 20–40% vlage na težinu polaznog materijala ili i sa manjom vlagom na pr. sa samo 10–20% vlage, izloži dejstvu gasovite hlorovodonične kiseline u prisustvu ili bez katalizatora, pri hlađenju celishodno jakom hlađenju, celishodno pri umerenom pokretanju dobra na pr. u cilindrima, koji sabiraju i materije, koje se rastavljaju, u prisustvu jake hlorovodonične kiseline za kratko vreme izloži hidrolizi (brza hidroliza) posle čega se u manjoj ili potpunijoj meri od hlorovodonične kiseline oslobođeno dobro, na već za sebe poznat način na pr. zagrevanjem u prisustvu vode, može prevesti u krajnji proizvod, koji se u glavnom iz monoza (glukoze) sastoji.

Zbog malih količina tečnosti ostavljene početnom materijalu i podesnim hlađenjem, uspeva se, da se rastavljanje izvrši za relativno kratko vreme, na pr. za 45–60 minuta a izbegne građenje šećera pre vremena i neželjenog postajanja sluzaste materije, na pr. tako, da rastavljena materija zadrži strukturu upotrebljenih delića drveta, predstavlja, dakle jednu rastresenu masu, sa kojom je dalji rad lak. Da bi se ovo postiglo pokazalo se, da je korisno, da se materijal koji se rastavlja, direktno hladi, na pr. tako, da se gasovita hlorovodonična kiselina jako hlađena u danom slučaju u smeši sa indiferentnim gasovima na pr. pomešana sa jako hlađenim vazduhom, uvodi u sud za rastavljanje. Hlorovodonična kiselina odn. smeša gasova koja sadrži hlorovodoničnu kiselinu može se ohladiti do 10°C ili i niže, ili se može upotrebiti i tečan hlorovodonik, a snižavanje temperature, koja kod ekspanzije nastaje, upotrebi za željeno direktno hlađenje materije, koja se rastavlja.

Korisno je rastavljanje vršiti u jednom sudu, koji se može i spolja hladiti na pr. u jednom rotirajućem cilindru sa duplim zidovima, tako, da se kroz međuprostor može provoditi tečnost za hlađenje. Na ovaj način moguće je kombinovano primeniti spoljašnje i unutarne hlađenje. Zbog ovog moguće je rastavljanje sasvim ili delimično na sasvim niskim temperaturama, na pr. ispod 0°C izvesti, i sa time onemogućiti prevremeno građenje šećera, koje je po ovom pronalasku neželjeno. Isto tako se može izbeći neželjeno građenje sluzi a da se ne preduzimaju u početku izložene mere, kao na pr. skoro potpuno prethodno sušenje drveta i naknadno kvašenje osušenog polaznog materijala sa presićenom hlorovodoničnom kiselinom, od koje su relativno znatne količine potrebne. Mere, koje mogu

povoljno uticati na građenje sluzi kao na pr. suviše živo mešanje samo se po sebi razume, da će se kod ovog načina rada izbegavati.

Po jednom načinu izvođenja ovog pronalaska hlorovodnik se dovodi pod priliškom a istovremeno se i hladi. Na ovaj se način vreme rastavljanja i znatno skraćuje.

Rastavljene materije mogu se na pr. tako dalje prerađivati, da se zagreje na temperaturi iznad 50°C celishodno oko 70°C (na pr. između 65–75°C). Kao naročito podesne temperature pokazale se na pr. one između 68–71°C. Proces prevođenja rastavljene materije u šećer može se i na višim temperaturama izvoditi na primer 71–100°C. Korisno je tada po svršetku hidrolize odmah hladiti, da bi se izbeglo razoravanje nagrađenog šećera.

Za hidrolizu potrebna toplota može se indirektno na pr. kroz zidove suda dovesti. Da bi se što ravnomernije vršila podela toplote, potrebno je starati se, da sve nove i nove količine materije dođu u dodir sa zagrevanim površinama a za ravnomernu podelu toplote u masi, potrebno je dobro mešati.

Kod indirektnog zagrevanja postoji opasnost da neposredno suviše hlorovodonika ispari, što može da izazove taloženje celuloze. Da bi se ovo izbeglo, može se na pr. tako postupiti, da se rastavljena materija u zatvorenom sudu zagreje, do pom. temperature najzgodnije na temperaturu oko 70°C. Onda u sudu porasti napon, koji primorava jedan deo gasa da ostane u rastvoru. Posle prethodnog zagrevanja može se hidroliza u otvorenim sudovima nastaviti, pri čemu odlazi gasovita hlorovodonična kiselina, koja se ponovo može upotrebiti.

Pri gore opisanom načinu rada, naročito na temperaturama oko 70°C izvršuje se hidroliza vrlo brzo na pr. za 20–30 minuta.

Gore opisan način hidrolize korisno se može upotrebiti i na rastavljene produkte, koji su dobiveni iz materija, koje sadrže celulozu i na drugi način nego, što je gore izloženo.

Po završenoj hidrolizi može se udaljiti zaostala hlorovodonična kiselina, na uobičajeni način, na pr. izduvavanjem sa indiferentnim gasovima, ili sa vakuumom ili upotrebom oba ova načina. Pošto se rastavljanje i brza hidroliza rastavljene materije može tako izvršiti da u šećer prevedene materije još uvek predstavljaju jednu labavu masu, to udaljšavanje hlorovodonične kiseline ide relativno lako. Može se na pr. i tako postupiti da se materijal posle hidrolize vodom ekstrahuje, gde se voda ranijih ispiranja celishodno upotrebljava za nova

ekstrahovanja, dok rastvor šećera ne dostigne željenu koncentraciju, zatim se odvaja od nerastvornog ostatka (lignina i tome slično) i od odvojenog šećernog rastvora otera kiselina. Ovo se može na pr. tako izvesti, da se u rastvor šećera, koji se nalazi u jednom cilindričnom sudu sa duplim zidovima, uduvaju inertni gasovi na pr. na 90 do 100° zagrejani vazduh a tečnost u međuprostoru drži na 65° C. Temperatura mase ne treba da značajno pređe 70° C celishodno je da ispod 65° C ostane. Pri upotrebi jakog vakuumu može se na znatno nižim temperaturama raditi na pr. na 45° C.

Pri udaljavanju kiseline istovremeno se vrši i koncentrovanje šećernog rastvora.

Predstojeći postupak ima tu prednost, da je za izvanredno kratko vreme izvodljiv i da su zbog tog izbegnute neželjene transformacije i razaranja proizvoda rastavljene celuloze. Po ovom pronalasku rastavljeni, brzom hidrolizi podvrgnuti i u glavnom od kiseline oslobođeni materijal istina još uvek je smeša monosa i polisaharida. Ali se ova smeša šećera u osnovi razlikuje od drugih poznatih načina — naročito od na u početku izloženog načina dobivanja što se zagrevanjem u prisustvu vode i malih količina kiselina prevodi u jedan krajni proizvod, koji se skoro potpuno sastoji iz monoze, koje mogu da previru. Prevođenje polisaharida u monoze može se izvesti na opšte poznat način kuvanjem u prisustvu vode i malih količina kiselina na običnom ili povećanom pritisku. Kuvanjem na običnom pritisku transformacija je izvršena za 30—40 minuta.

Po ovom pronalasku 90% od celuloze, koja se nalazi u prolaznom materijalu, može se prevesti u monoze, koje mogu previrati.

Izvođenje brze hidrolize sa direktnim dejstvom vodene pare, ili smeše gasova ili para, koji sadrže vodenu paru na rastavljene proizvode, koji su predmet jednog drugog patenta prijavioca ne iskorišćuju se ovde.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobijanje šećera iz celuloze odn. materije, koje sadrže celulozu naznačen time, što se polazni materijal, koji sadrži celulozu na pr. isitnjeno drvo na za sebe već poznati način, izloži dej-

stvu kiselina, u gasnom agregatnom stanju naročito gasovitoj hlorovodoničnoj kiselini u prisustvu malih količina tečnosti i pri hlađenju i rastavljene materije izlože brzom hidrolizi zagrevanjem na temperaturama iznad 50° C celishodno u blizini 70° C isključujući direktnu upotrebu vodene pare ili smeše gasova, koji sadrže vodenu paru.

2. Postupak po patentnom zahtevu 1, naznačen time, što se početna materija, koja sadrži celulozu na pr. drvo, sa njegovom prirodnom vlagom ili vlagom na pr. na 10 do 20% redukovanom, izloži dejstvu gasovite hlorovodonične kiseline i pri tome hladi.

3. Postupak po zahtevima 1—2 naznačen time, što se rastavljanje vrši pri direktnom hlađenju materije, koje se rastavlja na pr. tako, da se hlorovodonik ili smeša gasova koja sadrži hlorovodonika u jako hlađenom stanju, na pr. ispod —10° C u vodi u sud za rastavljanje, pri čemu se unutrašnje hlađenje korisno još sa spoljašnjim potpomaže.

4. Postupak po zahtevu 1—3 naznačen time, što se upotrebi tečan hlorovodonik s time, da se usled ekspanzije oslobođena hladnjača iskoristi za unutrašnje hlađenje.

5. Postupak po zahtevu 1—4 naznačen time, što se proces rastavljanja potpuno ili delimično vrši na temperaturama ispod 0° C.

6. Postupak po zahtevima 1—5 naznačen time, što se proces rastavljanja tako vrši, da se izbegne prevođenje materije, koje se rastavlja u sluzastu materiju na pr. tako da rastavljena masa predstavlja jednu labavu materiju.

7. Postupak po zahtevima 1—6 naznačen time, što se gasovita hlorovodonična kiselina pod pritiskom pusti da dejstvuje na celulozu odn. na materijal, koji sadrži celulozu.

8. Postupak po zahtevima 1—7 naznačen time, što se pri izvođenju brze hidrolize pri indirektnom zagrevanju rastavljenog materijala isprva u zatvorenim sudovima radi, s time, da se rad u otvorenim sudovima može da nastavi.

9. Postupak po zahtevima 1—8 naznačen time, što se posle hidrolizovanja hladi materijal, koji je hidrolizovan, naročito onda kada je hidrolizovanje vršeno na temperaturama iznad 70° C.

