

Warszawa, 20 maja 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



001/c 1/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 26329.

Kl. 29 b, 2.

„Snia - Viscosa” Società Nazionale Industria Applicazioni Viscosa
(Mediolan, Włochy).

**Sposób wytwarzania z łądyg roślin jednorocznych celulozy
do wyrobu sztucznego jedwabiu wiskozowego i papieru.**

Zgłoszono 21 grudnia 1936 r.

Udzielono 10 marca 1938 r.

Pierwszeństwo: 24 grudnia 1935 r. (Włochy).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wytwarzania celulozy z łądyg roślin jednorocznych do wyrobu sztucznego jedwabiu wiskozowego i papieru.

Wiadomo, że celuloza, używana do wyrobu sztucznego jedwabiu wiskozowego, musi posiadać pewne właściwości chemiczne i fizyczne. Szczególnie ważną rzeczą jest, aby zawartość α - celulozy nie była niższa od 85 — 86% substancji suchej, a procentowa zawartość popiołu nie przekraczała 0,24 — 0,25% tejże substancji suchej. Bardzo ważną jest również lepkość roztworów, otrzymywanych przy normalnej przeróbce tej celulozy.

Wiadomo również, że spośród rozmaitych tak zwanych kwaśnych i zasadowych sposobów, którymi wytwarza się celulozę z materiałów pochodzenia roślinnego, tylko kwaśne sposoby przy użyciu dwusiarczynów potasowcowych lub wapniowcowych pozwalają na otrzymywanie celulozy, która odpowiada powyżej wspomnianym wymaganiom, przy czym również i te sposoby znajdują zastosowanie wyłącznie do przeróbki materiałów wyjściowych, stanowiących niektóre odmiany drzew szerokolistnych.

Natomiast sposobów tych nie można zastosować do przeróbki materiałów wyj-

ściowych o dużej zawartości krzemu, np. łodyg roślin jednorocznych, jak kukurydzy, słomy i t. d., ponieważ kwasowość roztworów czyni nierozpuszczalnymi substancje zawierające krzem, wskutek czego otrzymana celuloza posiada dużo popiołu. Z drugiej strony nie stosuje się obecnie sposobów zasadowych przy użyciu NaOH , które lepiej nadają się do obróbki bogatych w kwas krzemowy materiałów wyjściowych, ponieważ pominiawszy już bardzo małą wydajność (35 — 36%) wskutek wywołującego rozpuszczalność działania, jakie ług sodowy wywiera na celulozę w wysokich temperaturach i pod wysokim ciśnieniem, sposobami tymi otrzymuje się celulozę, ubogą w α - celulozę (79 — 80% substancji suchej).

Sposób według wynalazku niniejszego dzięki zastosowaniu pewnych środków pozwala na zużytkowanie bogatych w kwas krzemowy łodyg roślin, zwłaszcza łodyg kukurydzy, w celu otrzymywania celulozy do wyrobu jedwabiu wiskozowego przez zasadową obróbkę ich za pomocą NaOH .

Sposób jest znamienny tym, że obróbka zasadowa dzieli się przede wszystkim na dwa zabiegi, z których pierwszy przeprowadza się pod wysokim ciśnieniem i w wysokiej temperaturze przy użyciu słabego roztworu NaOH , do którego dodaje się pewną ilość hemicelulozy, równą przynajmniej 50% użytego ługu NaOH , podczas gdy drugi zabieg przeprowadza się pod ciśnieniem atmosferycznym i w niższej temperaturze przy użyciu stężonego roztworu NaOH . Dodawanie hemicelulozy, w ilości przynajmniej 50% użytego NaOH , chroni celulozę przed rozpuszczaniem jej przez ług sodowy.

Według wynalazku lepkość celulozy, która przy stosowaniu sposobu, w którym używa się NaOH , jest zawsze bardzo duża, zmniejsza się do pożądanego stopnia przez traktowanie słabym roztworem kwasu nieorganicznego (najlepiej HCl) w tem-

peraturze 60 — 80°C, przy czym p_H roztworu wynosi 0,6 — 1.

Sposób według niniejszego wynalazku przeprowadza się w dwóch zabiegach. Pierwszy zabieg przeprowadza się w temperaturze 160 — 140°C i pod ciśnieniem 3 — 5 kg/cm² w ciągu 4 — 6 godzin stosując 1,5 — 2%-owy roztwór NaOH , który zawiera pewną ilość hemicelulozy, równą przynajmniej 50% użytego NaOH . Wywierane przez hemicelulozę działanie ochronne pozwala na uzyskanie wydajności = 42 — 43%, podczas gdy przy użyciu roztworu o tym samym stężeniu, lecz bez hemicelulozy wydajność wynosi tylko 35 — 36%. Przez wyciśnięcie surowej miazgi celulozowej, otrzymanej po tej pierwszej obróbce, odzyskuje się z powrotem roztwór, który zawiera jeszcze 8 — 12 g/l NaOH i który można korzystnie zużytkować przy otrzymywaniu celulozy do wytwarzania papieru. Drugą obróbkę przeprowadza się w temperaturze 80 — 90°C w ciągu 1 — 2 godzin przy użyciu 2 — 4%-owego roztworu NaOH . Roztwór ten pochłania znaczną ilość hemicelulozy i zwiększa ilość α - celulozy z 80 — 81% do 85 — 86%. Następnie celulozę poddaje się działaniu słabego roztworu HCl , którego p^H wynosi 0,6 — 1 w temperaturze 60 — 80°C, która zmienia się odpowiednio do lepkości, jaką chce się nadać celulozie. Celulozę można odbarwiać jednym ze zwykłych sposobów zarówno po pierwszej, jak i po drugiej obróbce, jak również po obróbce roztworem kwasu.

Sposób według niniejszego wynalazku nadaje się również do wytwarzania celulozy, służącej do wyrobu papieru, jeżeli obróbkę zasadową ograniczy się tylko do pierwszego zabiegu, który przeprowadza się w autoklawie w temperaturze 140 — 160°C, bądź przy użyciu 0,8 — 2%-owych roztworów NaOH , do których dodaje się pewną ilość hemicelulozy, równą 50% użytego NaOH , bądź też przy użyciu częściowo wyczerpanego roztworu, który od-

zyskano przez wyciśnięcie surowej miazgi celulozowej, którą poddano w autoklawie pierwszej obróbce zasadowej. Po tej obróbce celulozę odbarwia się i płucze zwykłymi sposobami. W ten sposób otrzymuje się celulozę, zawierającą 79 — 80% α -celulozy i 0,5 — 0,6% popiołu oraz znajdującą praktyczne zastosowanie w przemyśle papierniczym.

Sposób ten przeprowadza się jak następuje.

Łodygi kukurydzy, wypłukane wstępnie w celu usunięcia resztek ziemi, obrabia się w autoklawie w przeciągu 4 — 6 godzin w temperaturze 140 — 150°C i pod ciśnieniem 3 — 4 kg/cm² roztworem, który zawiera 15 — 17 g/l NaOH i 8 — 10 g/l hemicelulozy. Celulozę prasuje się w celu odzyskania częściowo wyczerpanego roztworu, którego można użyć do wytwarzania celulozy do wyrobu papieru. Następnie po wypłukaniu celulozy odbarwia się ją w zwykły sposób, do czego stosuje się najkorzystniej 0,6 — 0,8%-owy roztwór podchlorynu wapnia. Następnie celulozę obrabia się w temperaturze 80 — 90°C w ciągu 1 — 2 godzin 2 — 3%-owym roztworem NaOH . Roztwór NaOH , który służył do tej obróbki i został wzbogacony hemicelulozą, odzyskuje się z powrotem po większej części przez wyciśnięcie celulozy i po doprowadzeniu go do wymaganego stężenia NaOH i hemicelulozy zużytkowuje się do pierwszej obróbki następnej partii w autoklawie. Po dokładnym wypłukaniu celulozę obrabia się w temperaturze 60 — 80°C w ciągu godziny 0,4 — 0,6%-owym roztworem kwasu solnego.

Otrzymaną celulozę, która zawiera 85

— 86% α -celulozy i 0,22 — 0,25% popiołu, jak również lepkość, odpowiednią do wyrobu jedwabiu wiskozowego normalnymi sposobami, płucze się i w zwykły sposób stłacza w arkusze.

Zależnie od materiałów wyjściowych i warunków pracy powyżej podane liczby mogą się zmieniać w pewnych granicach.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania z łodyg roślin jednorocznych celulozy do wyrobu sztucznego jedwabiu wiskozowego i papieru przy użyciu roztworu ługu sodowego, znamieny tym, że obróbkę tym roztworem przeprowadza się w dwóch zabiegach, z których pierwszy przeprowadza się pod dużym ciśnieniem i w wysokiej temperaturze przy użyciu słabego roztworu NaOH , zmieszanego z hemicelulozą, wziętą w ilości wynoszącej przynajmniej 50% użytego ługu sodowego, a drugi zabieg przeprowadza się pod ciśnieniem atmosferycznym i w niższej temperaturze przy użyciu stężonego roztworu ługu sodowego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że w celu zmniejszenia lepkości celulozy wytworzoną miazgę celulozową obrabia się na ciepło roztworem kwasu o wartości p_H , równej 0,6 — 1.

„Snia - Viscosa”
Società Nazionale
Industria Applicazioni
Viscosa.

Zastępca: Inż. J. Stark,
rzecznik patentowy.