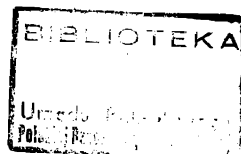


25 czerwca 1932 r.

C 12c 11/00

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr. 16108.

Kl. 6 b 16.

Commercial Solvents Corporation
(Terre Haute, Indiana, Stany Zjednoczone Ameryki).

Sposób otrzymywania normalnego alkoholu butylowego, acetonu i alkoholu etylowego.

Zgłoszono 16 lutego 1929 r.

Udzielono 29 marca 1932 r.

Pierwszeństwo: 17 lutego 1928 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy otrzymywania normalnego alkoholu butylowego w sposób ciągły zapomocą fermentacji węglowodanów, jak kukurydza, pszenica, owies, sorgo, kasawa, melasa i t. d.

Otrzymywanie normalnego alkoholu butylowego i acetonu zapomocą fermentacji węglowodanów prowadzone jest z powodzeniem na szeroką skalę od wielu lat. Proces ten jednak wykonywano w sposób nieciągły, a dotychczasowe próby prowadzenia pracy sposobem innym niż okresami, okazały się przeważnie bezskuteczne.

Normalny alkohol butylowy i aceton o-

trzymywano dawniej zapomocą fermentacji w sposób następujący. Kukurydzę, lub podobny materiał węglowodanowy, rozciera się na grubą mąkę, którą następnie miesza się z wodą w takiej ilości, ażeby otrzymać zacier, zawierający 8% wagowych kukurydzy; w razie potrzeby przed zmieszaniem można usunąć część kielków oraz otrąb. Otrzymaną mieszaninę mąki kukurydżanej z wodą wprowadza się do warników pracujących pod ciśnieniem i zaopatrzonych w mieszałki, gdzie się ją ogrzewa przez dwie godziny parą pod ciśnieniem około 2,1 kg/cm². Zabieg ten ma cel dwójaki, a mia-

nowicie dokładne wyjałowienie zacieru oraz jednoczesne przekształcenie skrobi kukurydżanej na postać bardziej podatną na działanie bakteryj.

Dwie porcje zacieru, złożone każda z 25—480 litrów, otrzymane w opisany sposób, ochładza się w przybliżeniu do 37°C, a następnie wprowadza do uprzednio starannie wyjałowionych kadzi fermentacyjnych o pojemności 227—500 litrów. Następnie zacier zaszczepia się hodowlą bakterji butyloacetonowej, najlepiej *B. clostridium acetobutylicum* (Weizmann). Ilość „szczepionki” może się zmieniać, lecz najlepiej stosować około 2% objętościowych. Następnie w odstępach mniej więcej czterogodzinnych dodaje się zacier dodatkowy porcjami, składającymi się z jednego lub dwu „warów”, zawierających po 25480 litrów, aż kadź fermentacyjna zostanie wypełniona całością siedmiu „warów”. Stąd wynika, że kadź fermentacyjna osiąga wypełnienie swej maksymalnej pojemności dopiero po upływie 12 lub więcej godzin. Normalna fermentacja kończy się zwykle po 52 godzinach od chwili zaszczepienia. W ciągu fermentacji wywiązują się duże ilości wodoru i dwutlenku węgla oraz wytwarzają się ciekłe produkty w stosunku: 6 części normalnego alkoholu butylowego, 3 części acetonu i 1 część alkoholu etylowego. Po skończonej fermentacji, przefermentowany zacier zlewa się do zbiornika, skąd się go przepompowuje w razie potrzeby do aparatów destylacyjnych, stosowanych do oddzielania i oczyszczania różnych składników.

Przed ponowną fermentacją w tej samej kadzi wymaga ona kłopotliwego i żmudnego oczyszczania i wyjaławiania, aby przy następnych ładunkach uniknąć wprowadzenia i hodowania szkodliwych drobnoustrojów, któreby działały jako pasorzyty na bakterje butyloacetonowe lub wytwarzały z materiału węglowodanowego, zawartego w zacierze, substancje różne od normalnego alkoholu butylowego i acetonu, przy-

czem w obu tych przypadkach wydajność żądanych produktów znacznie się obniża. Po wyładowaniu przefermentowanego zacieru przez kadź fermentacyjną, należy przepuścić parę w celu odpędzenia wodoru i dwutlenku węgla, a następnie należy ją starannie wymyć i wyjałowić żywą parą, co trwa kilka godzin, poczem musi ona ostygnąć. Naogół przygotowanie kadzi do nowej fermentacji wymaga co najmniej 12 godzin.

Okazało się, że sposób prowadzenia fermentacji według niniejszego wynalazku pozwala na znaczne zaoszczędzenie czasu i materiału. Zgodnie z wynalazkiem, stosuje się pewną ilość kadzi fermentacyjnych, to jest trzy do pięciu, tego samego typu i rozmiarów, jak i w procesie nieciągłym, połączonych ze sobą szeregowo zapomocą odpowiednich przewodów, które odprowadzają zacier z jednej kadzi, prowadząc go do następnej w szeregu. Wszystkie kadzie fermentacyjne mogą być umieszczone na jednym poziomie, lecz lepiej jest ustawić je w taki sposób, ażeby dna różnych kadzi tej samej grupy znajdowały się o 30 cm niżej, niż dno kadzi bezpośrednio ją poprzedzającej, gdyż ma to na celu ułatwienie przeprowadzenia zacieru. Dobrze jest odprowadzać zacier z pewnej kadzi szeregu wpobliżu jej dna i doprowadzać go do następnej wpobliżu jej pokrywy. Połączenia przewodowe mogą być zresztą urządzone w inny odpowiedni sposób.

Każda z kadzi fermentacyjnych zaopatrzona jest w odpowiednie środki do mieszania zacieru. Można je skutecznie mechanicznie lub wprowadzając wyjałowione powietrze, albo lepiej jeszcze, wyjałowioną mieszaninę gazów wytworzonych podczas fermentacji. Przy pewnych typach fermentacji butyloacetonowej, zależnie od charakteru drobnoustrojów i od rodzaju środowiska, nieprzefermentowany materiał zbiera się w górnej warstwie fermentującego środowiska, tworząc tak zwany „kożuch”. W

innych przypadkach nieprzefermentowany materiał pozostaje rozproszony w środowisku.

Znaleziono obecnie, że korzystnie jest wyżej opisane środki do mieszania zacieru wyzyskać w celu rozbijania i rozdzielania kożucha w środowisku fermentacyjnym przed wyładowaniem go z kadzi.

Przy wykonaniu sposobu według wynalazku naprzód oczyszcza się starannie i wyjaławia w sposób znany w przemyśle cały zespół kadzi fermentacyjnych oraz połączeń między nimi.

Po skończonem wyjaławianiu dwa „war-y” czyli około $\frac{2}{7}$ całej ilości wyjałowionego zacieru potrzebnego do naładowania pierwszej kadzi fermentacyjnej, studzi się do temperatury około 37°C i przez wyjałowione przewody wprowadza się do tej kadzi. Następnie zacier zaszczepia się hodowlą bakterij butyloacetonowych, najlepiej *B. clostridium acetobutylicum* (Weizmann) i poddaje fermentacji. W odstępach mniej więcej czterogodzinnych wprowadza się do tej samej kadzi następne ładunki, każdy złożony z dwóch „warów”, aż zostanie wprowadzona całość, złożona z sześciu „warów”. Dalej prowadzi się fermentację bez przerwy, bez dodawania dalszych ilości surowego materiału przez pewną ilość godzin, aż w środowisku ustali się znaczne stężenie bakterij butyloacetonowych i fermentacja będzie miała przebieg energiczny. Zwykle po upływie 12 godzin od dodania trzeciej porcji surowego materiału do kadzi fermentacyjnej, całkowita ilość rozpuszczalników, zawartych w fermentującym zacierze wynosi od 5 do 8 g na litr zacieru (w tym przypadku 6%-owego), co stanowi 30 do 45% wydajności ostatecznej. Skoro tylko nastąpi fermentacja dość energiczna, zaczyna się znowu dodawanie surowego materiału do kadzi w pewnych określonych odstępach czasu dopóty, dopóki nie przestanie się otrzymywać wydajności optymalnych. Ponieważ pojemność kadzi fermenta-

cyjnej odpowiada tylko 7 „warów”, więc do drugiej kadzi fermentacyjnej w chwili, gdy do pierwszej wprowadzono czwarty ładunek, dodaje się tylko ilość odpowiadającą jednemu „warowi”. Dodawanie wyjałowionego zacieru prowadzi się w dalszym ciągu w podobny sposób, aż do napełniania wszystkich kadzi fermentacyjnych. Od tej chwili dodanie każdej nowej porcji wyjałowionego zacieru do pierwszej kadzi powoduje przepływ takiej samej porcji w każdej z pozostałych kadzi do następnej, wreszcie taka sama porcja całkowicie przefermentowanego zacieru wypływa z ostatniej w szeregu kadzi. Odstępy czasu między dodawaniem świeżego zacieru do pierwszej kadzi zależą w znacznej mierze od kilku czynników, a mianowicie od siły fermentacyjnej poszczególnych hodowli drobnoustrojów, od stężenia zacieru oraz ilości kadzi fermentacyjnych, zastosowanych w danym szeregu. Przy użyciu 6%-ego zacieru i zastosowaniu pięciu kadzi fermentacyjnych w szeregu, najlepiej jest nowy ładunek wprowadzać co 2 godz. 15 min. W tych warunkach otrzymuje się kompletną fermentację w ciągu około 30 godzin w przeciwieństwie do 52 godzin niezbędnych przy pracy sposobem przerywanym.

Na załączonym rysunku przedstawiono schematycznie kilka różnych odmian aparatu odpowiedniego do wykonania sposobu według wynalazku. Fig. 1 przedstawia trzy kadzie fermentacyjne, umieszczone na tym samym poziomie, fig. 2 — przedstawia podobny szereg, którego poszczególne jednostki umieszczone są na różnym poziomie. Na rysunku przedstawiono tylko po trzy kadzie fermentacyjne w szeregu, lecz w razie potrzeby może ich być więcej. Każda z kadzi fermentacyjnych jest zaopatrzona naogół w taki sam sprzęt i przewody łączące, dlatego też przedstawiono je na rysunku jedynie przy pierwszej kadzi. Wyjałowiony zacier wprowadza się do zespołu kadzi przez otwór C, przefermentowany

zaś materiały uchodzi przez zawór *B*. Wodór i dwutlenek węgla, wywiązane podczas fermentacji, wypuszcza się przez uszczelnienie *D*. Wyjałowione powietrze lub gaz, służący do mieszania fermentującego zacieru, można wprowadzać przez rurę *E*. W razie potrzeby do mieszania można również zastosować mieszadło mechaniczne *F*.

Zgodnie z odmianą sposobu według wynalazku można proces prowadzić w sposób następujący. Po napełnieniu całego szeregu kadzi fermentacyjnych, gdy już fermentacja bardzo energiczna jest w pełnym biegu, z ostatniej kadzi szeregu usuwa się pewną ilość całkowicie przefermentowanego zacieru odpowiadającą objętości dwóch „warów”, zanim jeszcze do kadzi tej wejdzie zacier z poprzedniej kadzi. Po skończeniu tego zabiegu równoważna ilość zacieru przenosi się z każdej poprzedniej do następnej kadzi, a tem samem i do ostatniej kadzi szeregu, przyczem nie należy doprowadzać zacieru do danej kadzi z kadzi poprzedzającej każdą przedostatnią w szeregu, dopóki żądany ładunek jest przenoszony do ostatniej kadzi. To przenoszenie można uskutecznić zapomocą pompy wirówkowej, umieszczonej między dwiema kadziami fermentacyjnymi albo zapomocą pary, wyjałowionego powietrza lub zapomocą sprężonego wyjałowionego gazu, wprowadzanego do kadzi, z której ma być usunięty zacier, lub wreszcie umieszczając kadzie na różnych poziomach, zgodnie z fig. 2. Po usunięciu częściowo przefermentowanego zacieru w pierwszej kadzi, wprowadza się do niej nowy ładunek wyjałowionego zacieru. Taki sposób prowadzenia procesu usuwa całkowicie możliwość przejścia zacieru przez którąkolwiek z kadzi fermentacyjnych szeregu bez przefermentowania w niej w żądanym stopniu.

Poniżej podano jeszcze jedną odmianę procesu według wynalazku, odpowiednią do zastosowania w przypadkach, w których niepraktycznem okazało się umieszczenie

kadzi fermentacyjnych na nieco różnych poziomach. Odmiana ta polega na tem, że po napełnieniu całego szeregu kadzi i po ustaleniu się pełnego biegu fermentacji, zamyka się zawór *A* między dwiema ostatnimi kadziami (fig. 1) i z ostatniej kadzi usuwa się ilość zacieru równoważną dwóm „warom”. Następnie zamyka się zawór wypustowy *B* z ostatniej kadzi, a otwiera znowu zawór *A*, poczem do pierwszej kadzi wprowadza się zacier pod słabem ciśnieniem przez otwór, zamykany zaworem *C*. Podczas wyrównywania ciśnienia w szeregu kadzi fermentacyjnych częściowo przefermentowany zacier przetłaczany jest w każdej z poprzednich kadzi do następnej, a ciśnienie w ostatniej kadzi wyrównywa się przez ulatnianie się gazu przez otwór do urządzenia zbiorczego dla wodoru i dwutlenku węgla, albo też gazy te mogą się ulatniać bezpośrednio do atmosfery przez wyjałowioną poduszkę z gazy bawełnianej lub przez uszczelnienie parowe lub wodne, podobne do zaznaczonego literą *D* przy pierwszej kadzi fermentacyjnej.

Pracując według niniejszego sposobu można fermentację prowadzić bez przerwy przez długi okres czasu, na przykład przez 30 dni. W ciągu całego procesu fermentacji na każdych 65 godzinach zaoszczędza się około 12 godzin dzięki temu, że w ten sposób prowadzony proces nie wymaga tak częstego wyjaławiania aparatu, jak przy pracy znanymi nieciągłymi sposobami. Prowadząc pracę według niniejszego sposobu, zaoszczędza się dodatkowe 10 lub 12 godz. na każdym pełnym cyklu, dokonanym w aparacie w kadzi pracującej sposobem nieciągłym, dzięki temu, że po ustaleniu ciągłości procesu niema już okresów wylęgania ani przerw przy osiągnięciu maximum natężenia fermentacji. Przy zastosowaniu normalnego procesu nieciągłego w pięciu kadziach fermentacyjnych można w ciągu 30 dni dokonać około 55 cyklów fermentacji, zaś przy zastosowaniu niniejszego sposobu moż-

nia w ciągu tego samego czasu przeprowadzić 67 procesów przy tej samej ilości kadzi fermentacyjnych; w razie jeśli pożądane jest nastawianie nowej fermentacji co każde piętnaście, zamiast co trzydzieści dni, to przez 30 dni w tych samych pięciu kadziach fermentacyjnych można przeprowadzić 56 fermentacji. Z danych tych wynika, że sposób według wynalazku, w porównaniu z metodami dotychczas znanymi, pozwala na znaczne zwiększenie wydajności. Podobnie zyskuje się znaczną oszczędność pracy, pary, energii oraz innych czynników niezbędnych do przeprowadzenia procesu.

Sposób według wynalazku daje inne jeszcze korzyści. Normalny alkohol butylowy, aceton i alkohol etylowy oraz inne substancje, wytworzone w mniejszych ilościach podczas fermentacji, prowadzonej według znanych sposobów, działają jako trucizny hamujące rozwój bakterij butyloacetonowych, i dlatego przy większym stężeniu ciała te wpływają szkodliwie na przebieg fermentacji. Przy zastosowaniu niniejszego ciągłego sposobu częste dodawanie świeżego wyjałowionego zacieru do pierwszej kadzi fermentacyjnej powoduje przeprowadzanie rozpuszczalników i innych materiałów, wytworzonych podczas fermentacji, do ostatniej kadzi układu. W ten sposób ilość substancji toksycznych, zawartych w dwóch pierwszych kadziach fermentacyjnych, podczas najenergiczniejszej fermentacji spowodowana zostaje do minimum. Dzięki temu w najważniejszym stadium procesu można utrzymać potrzebną hodowlę drobnoustrojów w stanie silnej aktywności.

Fakt, że do pierwszej kadzi fermentacyjnej wprowadza się stosunkowo małe dodatki surowego materiału, poczem każda ta, skoro zespół raz zacznie pracować, zawiera wysokie stężenie *B. clostridium acetobutylicum* (Weizmann) lub innej bakterji, powodującej fermentację butyloacetonową, co wpływa znacznie na przyspieszenie fermentacji,

stanowi jeszcze jedną zaletę wynalazku. Albowiem przy pracy według znanego dotychczas nieciągłego procesu znaczną stratę czasu powodował czas trwania wzrostu stężenia drobnoustrojów, koniecznego do osiągnięcia maksymalnego natężenia fermentacji.

Należy zaznaczyć, że niniejszy sposób otrzymywania normalnego alkoholu butylowego, acetonu oraz alkoholu etylowego nie ogranicza się do wyłącznego stosowania *B. clostridium acetobutylicum* (Weizmann), lecz posiłkuje się również innymi drobnoustrojami, zalecanymi do tego celu, jak np. *B. butylo-aceticum*, *B. butylicum* B. F., *B. granulobacter pectinovorum* i t. d. Oczywiście wynalazek nie ogranicza się również do stosowania powyżej opisanego aparatu, który przytoczono jedynie jako przykład wykonania sposobu według wynalazku, lecz może być wykonany przy możliwie małych zmianach w dotychczas używanych urządzeniach.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania normalnego alkoholu butylowego, acetonu i alkoholu etylowego zapomocą butylo-acetonowej fermentacji węglowodanów, znamienny tem, że proces prowadzi się w sposób ciągły w pewnej ilości kadzi fermentacyjnych, połączonych w szeregi, przyczem świeży zacier dodaje się do pierwszej z wymienionych kadzi, a zacier przefermentowany odprowadza się z ostatniej kadzi szeregu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że do pierwszej kadzi fermentacyjnej wprowadza się wyjałowiony zacier, następnie zaszczepia się go bakterjami butylo-acetonowymi, poczem do kadzi tej wprowadza się porcje wyjałowionego zacieru, skutkiem czego częściowo przefermentowany zacier płynie z pierwszej kadzi przez następne kadzie szeregu, aż wszystkie zostaną nim wypełnione, wtedy z ostatniej

kadzi szeregu odprowadza się określoną porcję zacieru przefermentowanego, zapobiegając przytem przepływowi zacieru częściowo przefermentowanego do tej kadzi, wreszcie do pierwszej kadzi dodaje się pewną ilość świeżego zacieru, równoważną objętości zacieru przefermentowanego usuniętej z ostatniej kadzi.

3. Sposób według zastrz. 2, znamien-ny tem, że pewną ilość częściowo przefermentowanego zacieru, równoważną ilości całkowicie przefermentowanego zacieru u-

suniętego z ostatniej kadzi, przeprowadza się z każdej poprzedniej kadzi do najbliższej następnej.

4. Sposób według zastrz. 1 do 3, znamien-ny tem, że stosuje się od trzech do pięciu kadzi fermentacyjnych.

Commercial Solvents
Corporation.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.

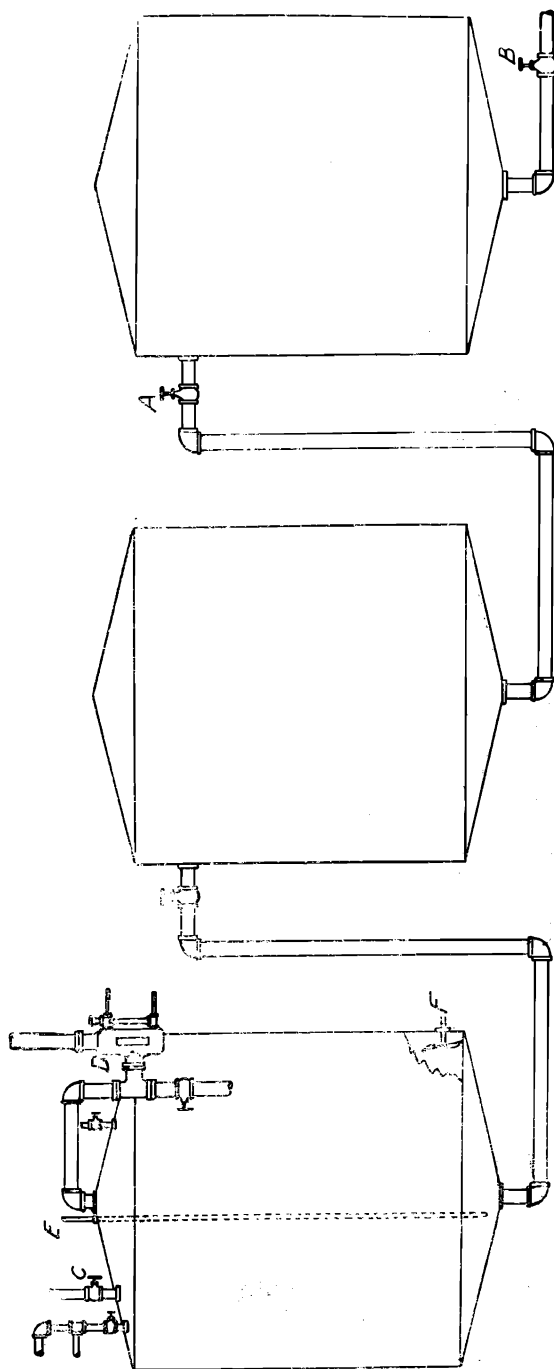


Fig. 1.

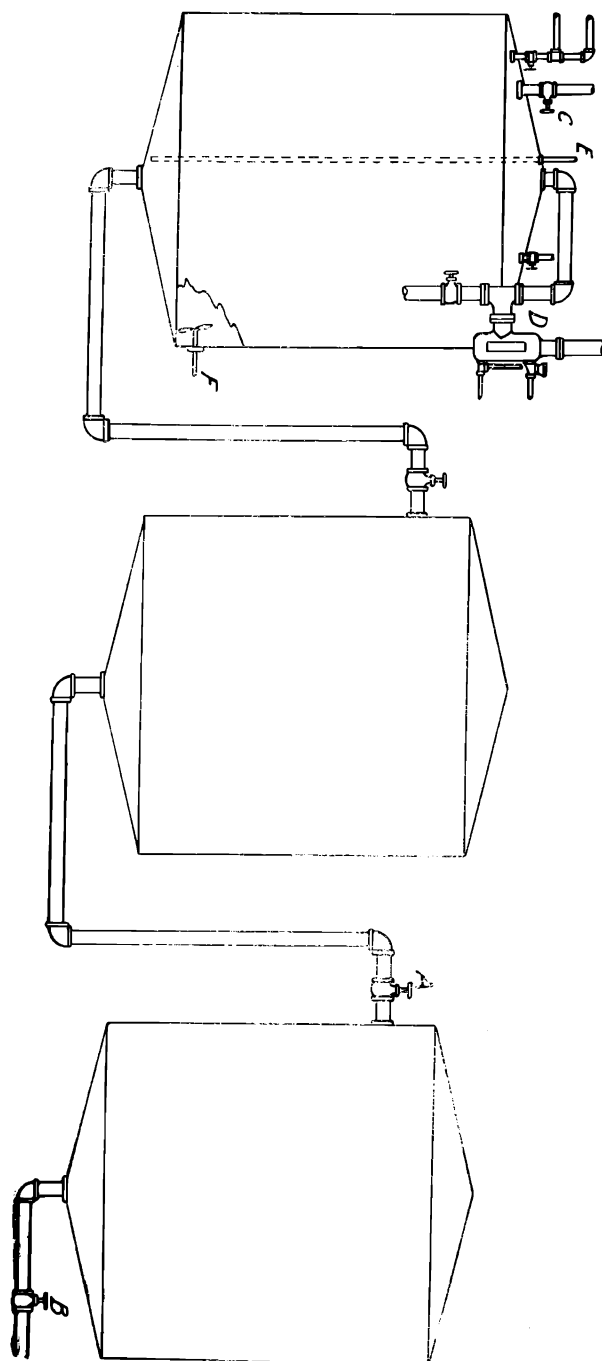


Fig. 2.