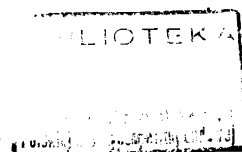


20 marca 1926 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY C13k. 1/02

Nr 3125.

Kl. 89 i 1.

Henri Terrisse i Marcel Levy
(Genewa, Szwajcaria).

**Sposób i urządzenie do przetwarzania celulozy i ciał zawierających celulozę
w dekstrynę i glukozę.**

Zgłoszono 28 września 1920 r.

Udzielono 5 października 1925 r.

Pierwszeństwo: 13 maja 1919 r. dla zastrz. 1, 2, 4; 15 listopada 1919 r.

dla zastrz. 6 (Szwajcaria); 10 stycznia 1920 r. dla zastrz. 3, 5, 7 (Niemcy).

Oddawna już wiadomo, że scukrzenie celulozy można przeprowadzać zapomocą stężonego kwasu solnego. Sposoby te są mniej lub więcej podobne do sposobu Dangevillier (patent niemiecki Nr 11836), który to sposób jest najstarszym.

Przy hydrolizie wchodzą w grę dwa czynniki, a mianowicie: ilość wody w postaci stężonego kwasu solnego i stopień nasycenia tego kwasu. Im bardziej woda jest nasycona kwasem, tem mniejsza ilość wody wystarcza do hydrolizy. Aby utrzymać mocne nasycenie wody kwasem solnym, należy albo obniżyć temperaturę masy poddanej scukrzaniu, albo też podnieść ciśnienie gazu kwasu solnego. Ponieważ ciała,

zawierające celulozę, a szczególnie najczęściej tu stosowana mączka drzewna lub trociny, są złemi przewodnikami ciepła, przeto ochłodzenie tych ciał, użytych w większych ilościach, jest nadzwyczaj trudne. Wskutek tego w patencie niemieckim Nr 304399 zaniechano zupełnie chłodzenia masy, poddanej scukrzaniu, a powiększono ilość wody, niezbędnej do osiągnięcia pomysłnej hydrolizy.

Gdy do scukrzonej masy użyć dużej ilości wody, to otrzyma się wkońcu produkt ciastowaty. W ten sposób otrzymał Schwalbe (patent niemiecki Nr 305690), podobnie jak Dangevillier, używając tylko mniejszej ilości wody, której ciężar jest

mniej niż ciężar trocin, produkt końcowy o postaci, po zakończonem scukrzeniu, ciastowatej, jak to wynika z jego własnych danych. Willstaetter stosował na 10 części suchych trocin około 40 części wody. Według patentu niemieckiego Nr 304399 stosuje się do tej samej ilości trocin 13 części wody.

Wszystkie znane dotychczas sposoby, z wyjątkiem sposobu Willstaetter'a, znamionują się ponadto tem, że stosują wielkie ilości kwasu solnego w stanie gazowym, wskutek czego powstają znaczne trudności tak przy roztwarzaniu w masie poddanej scukrzeniu, jak również przy odzyskiwaniu gazu zpowrotem.

Roztwarzanie się kwasu solnego gazowego w rzeczonyj masie wytwarza znaczne ilości ciepła. Przeto aby osiągnąć wysoką koncentrację kwasu, należy masę ochłodzić, co będzie tem trudniejsze, im większe ilości kwasu solnego wchodzi w grę. Przeciwnie zaś, jeśli pozwolić na ogrzanie się masy poddanej nasyceniu, to im wyższą jest temperatura, tem łatwiej otrzymać produkt ciastowaty. Przy zbyt wysokiej zawartości wody celuloza zyskuje postać masy ciastowatej, która z trudnością tylko się porusza. Dalszem następstwem ciastowatości masy reagującej jest niedostateczne oddziaływanie gazowego kwasu solnego na włókna drzewne i utrudnione wydobyć zpowrotem kwasu solnego z ciasta, który to kwas naturalnie może być odzyskany tylko w stanie rozcieńczonym.

Aby zapobiec tym niedogodnościom, wynalazek niniejszy ogranicza powstawanie ciepła do ilości teoretycznie minimalnej. Osiąga się to w ten sposób, że mączkę drzewną lub trociny przede wszystkim wysusza się silnie a następnie przepaja 40%-ym kwasem solnym. Masę w ten sposób otrzymaną można przerabiać na rozmaitych przyrządach w warstwach cienkich. Należy jednak uważać aby ma-

sa tak podczas scukrzania, jako też i podczas odzyskiwania kwasu zachowała postać proszku, co właśnie osiąga się przez stosowanie warstw cienkich.

Wynalazek dotyczy metody i przyrządów do przeprowadzenia tego procesu, które czynią zadość powyższym wymaganiom i usuwają braki, wyżej przytoczone.

Ciało wysuszone o zawartości wody około 5% zostaje zmieszane w naczyniu zamkniętem przy ochładzaniu ze stosunkowo nieznaczną ilością 40%-ego kwasu solnego wodnego przy jednoczesnem traktowaniu gazowym kwasem solnym, przyczem należy stosować nieznaczne nadciśnienie i materiał przesuwac cienkimi warstwami.

Zastosowanie mocno wysuszonego materiału wyjściowego zapewnia tę korzyść, że przy postępowaniu podobnem materiał wymaga mniej gazowego kwasu solnego i więcej 40%-go kwasu solnego wodnego, potrzeba bowiem określonej ilości wody dla uzyskania dostatecznej wydajności dekstryny.

Ponieważ masa reagująca pozostaje pulchną, więc kwas solny oddziałuje na zwiększoną powierzchnię, zarazem masa ta łatwo przechodzi przez zawierający ją zbiornik. Jak to już wzmiankowano, nieznaczne ilości gazowego kwasu solnego można z łatwością odpędzać i odzyskiwać zpowrotem bez trudności, jakie towarzyszyły sposobom dawniejszym, gdzie kwas wypadało odzyskiwać z masy ciastowatej. W celu osiągnięcia wydajności 63% cukrów, wystarczy dodanie 70% wodnego roztworu 40%-go kwasu solnego, przyczem strata kwasu solnego, obliczona w stosunku do ilości celulozy przeprowadzanej w cukry, nie przekracza 5%.

Przy urzeczywistnieniu niniejszego sposobu celuloza i ciała, zawierające celulozę, jak mączka drzewna, trociny i t. p. materiały doprowadzane zostają do jednostajnej suchości z zawartością wody około 5%.

10 części wagowych tak wysuszonego materiału w cienkich warstwach zostaje zmieszane przy jednoczesnym ochładzaniu z 7—11 częściami wagowymi kwasu solnego, płynnego, dobrze rozpylnego, i przepojone 2 częściami wagowymi gazowego kwasu solnego. Następnie masa zostaje poddana w cienkich warstwach wytrawianiu, co w temperaturze od 12 do 50° C, trwa w zależności od temperatury do 11 godzin, a przy niskiej bardzo temperaturze, jeszcze dłużej przyczem celowem jest podniesienie ciśnienia gazowego kwasu solnego o kilka centymetrów słupa gazu siarkowego, lub też podniesienie temperatury masy nasyconej o kilka stopni ponad temperaturę nasycenia, aby otrzymać nadwyżkę ciśnienia. Tym sposobem tworzenie dekstryny zostaje zakończone zupełnie, co np. przy traktowaniu trocin prowadzi do otrzymania masy mocno dymiącej na powietrzu, pulchnej o barwie brunatno-czarnej.

Co się tyczy odzyskiwania kwasu solnego, to skutecznia się to przedewszystkiem częściowo, po przeprowadzeniu masy ze zbiornika, w którym zachodzi trawienie, do dalszego zbiornika, w którym utrzymuje się temperaturę między 15 i 30° C i łączy się z przewietrznikiem, który sse łatwo dające się odciągnąć gazy kwasu solnego i prowadzi je do sprężarki, gdzie ulegają ściskaniu, lub też wprowadza do zbiornika-płóczki. W ten sposób uwolnioną częściowo od gazowego kwasu solnego masę przeprowadza się w temperaturze około 50° C do trzeciego zbiornika, w którym utrzymuje się rozrzedzenie równe 1—6 centymetrów słupa rtęci, lub wprowadza się prąd powietrza gorącego i łączy ten zbiornik z kadzią, napełnioną wodą lub słabym roztworem kwasu solnego w celu przedestylowania pozostałego w masie gazowego kwasu solnego.

Zarówno sprężony kwas solny gazowy, jako też i kwas płynny, po odzyskaniu zpo-

wrotem, może być zużyty do przesycania celulozy, zmoczonej kwasem solnym, lub do zmoczenia celulozy wysuszonej.

Masa, uwolniona w ten sposób prawie całkowicie od nadmiaru kwasu solnego, zostaje, jak zwykle, gotowana w dużych kotłach z dodaniem wody w celu przekształcenia dekstryny na glukozę. Tą drogą otrzymuje się roztwór glukozy, zawierający tylko ślady kwasu solnego. Przy przeróbce odpadków drzewnych pozostaje ponadto usunąć zawieszinę ligninową, której przekształcić nie można. W tym celu zobojętnia się wapnem i poddaje fermentacji lub też cedzi i dopiero ciecz przece-dzoną poddaje fermentacji. Lignina oddzielona jest zupełnie pozbawiona smoły i dość czysta. Skoro chodzi o otrzymanie tylko dekstryny, to cedzi się i zobojętnia całkowicie roztwory stężone i rozpuszczalnik odparowuje w próżni.

Sposób opisany powyżej daje tę korzyść, że, wychodząc z materiału surowego, równomiernie przedtem wysuszonego, unika się nieprawidłowości przy wytwarzaniu. Zaoszczędza się też gazowego kwasu solnego do przesycania, i potrzeba mniej aparatów, gdyż wydziela się przy reakcji mniej ciepła. Im szybciej osiąga się roztwór stężony, tem mniejsze jest ciepło, wywiązujące się w czasie przesycania. Gazowy kwas solny i roztwór stężony kwasu odzyskuje się zpowrotem podczas procesu w tej postaci, w jakiej były użyte na początku. Nie osiąga się tego w żadnym ze sposobów obecnych.

Wskutek uproszczenia przebiegu, proces można prowadzić częściowo, lub do fermentacji całkowitej bez żadnych przerw. Korzyści, wynikające z ciągłego prowadzenia pracy, polegają głównie na tem, że straty stężonego kwasu solnego prawie że zostają wyłączone.

Przy użyciu mączki drzewnej otrzymuje się po scukrzeniu produkt ostateczny

nie spiekający się, zachowujący wszelkie własności proszku pulchnego, co w sposobach dotychczas znanych nie było możliwe. Dzięki tym własnościom otrzymanego wytworu można odzyskiwać kwas solny prawie całkowicie. Przeciwnie przy innych sposobach otrzymuje się po uskutecznionem przetrawieniu celulozy i przekształceniu jej na dekstrynę, masę ciastowatą, z której zużyty kwas solny może być odzyskany zpowrotem tylko z trudnością i zwykle w stanie rozcieńczonym.

Rysunek uwidocznia na fig. 1 i 2, jako przykład, urządzenie, służące do prowadzenia procesu sposobem ciągłym, podług wynalazku.

Aparat A (fig. 1) służy do mieszania ciał, zawierających celulozę, np. mączki drzewnej z płynnym kwasem solnym i następnie do przesycań mieszaniny gazowym kwasem solnym. Mączkę drzewną przed załadowaniem do aparatu A należy silnie wysuszyć.

Aparat mieszalny składa się z trzech połączonych między sobą kolanami zygzakowatych rur 1a, 1b, 1c z materiału odpornego na działanie kwasów, np. kamionkowych. Każda z tych rur zaopatrzona jest w przenośnik ślimakowy 2, który mączkę drzewną miesza i przepycha przez odpowiednią rurę. Na końcu swobodnym rury 1a osadzony jest lej 3 (z mieszałem ślimakowym) na podsuszoną mączkę drzewną. Na stronie górnej do każdej z rur 1a, 1b, 1c przyłączony jest króciec 5, w którym mieści się zaopatrzona w otwory rura 6, również z tworzywa odpornego na działanie kwasów.

Rura 6 cylindra mieszalnego połączona jest ze zbiornikiem (nie uwidocznionym na rysunku) ze stężonym 40%-ym kwasem solnym. W ten sposób mączka drzewna w czasie przechodzenia przez rury zostaje na całej długości tych ostatnich przesycona tym kwasem. Dopływ kwasu zostaje

regulowany odpowiednio do ilości mączki, przeprowadzanej przez rurę. Rury mieszalne 1b, 1c, znajdujące się w króćcach 5, są połączone z (również nieurwidocznionym) zbiornikiem z gazowym kwasem solnym w celu przesycań nim mączki. Przy tem stężeniu zostaje przeprowadzona hydratacja (nawodnienie) celulozy drzewnej, przyczem przy dalszem przesuwaniu się celuloza się kurczy, tracąc na swej objętości, dzięki czemu w okresie następnym reakcji można stosować dygestor znacznie mniejszy, niżby to odpowiadało objętości wprowadzonej do leja 3 mączki drzewnej. Podczas mieszania rury 1a, 1b, 1c są stale chłodzone z zewnątrz wodą zimną lub w inny sposób, aby utrzymać masę w temperaturze niższej, przyczem ilość masy, doprowadzanej do leja 3 w danym czasie oraz prześwit między przyrządem ślimakowym i ścianką rury, służącej do mierzenia, można ustosunkować w ten sposób, aby masa poddawana przepojeniu i nasyceniu w aparacie mieszającym płynęła stale cienką tylko warstwą.

Przez zawór 7 króćca przesycona kwasem solnym mączka drzewna przedostaje się do dygestora B z materiału odpornego na działanie kwasów. W aparacie tym drzewnik zostaje przekształcony na mieszaninę glukozy i dekstryny. Skrzynia zamknięta 8 aparatu B zawiera kilka taśm bez końca 10a—10f, umieszczonych jedna nad drugą, lecz połączonych ze sobą i obiegających krążki 9. Przez zawór zamykalny 7 przesycona masa przedostaje się na taśmę 10a. Ta ostatnia, przesuwając się w kierunku strzałki, chwytą masę i przenosi ją w 11 na taśmę 10b i tak dalej, aż tworzywo dotrze do zamykalnego otworu wylotowego 13. Ruch taśm 10a—10f miarkuje się w ten sposób, aby masa mogła pozostać w aparacie przetwarzającym do zupełnego scukrzenia celulozy.

Skoro tylko proces scukrzania zostaje

ukończony, masa przechodzi przez zawór samoczynny 13 do aparatu C, służącego do odzyskiwania kwasu solnego. Aparat ten składa się z cylindra pochylego 14 z tworzywa odpornego na działanie kwasów i wytrzymałego na ciśnienie. Cylinder 14 zaopatrzony jest w pewną ilość płyt 15a—15g również odpornych na działanie kwasów pustych i ogrzewanych wodą gorącą lub takież powietrzem, doprowadzanymi przewodem 17 i odprowadzanymi przewodem 16. Płyta 15a posiada w środku otwór 18 i otoczona jest wystającą krawędzią 19. Następnie płyta posiada średnicę mniejszą oraz pozbawiona jest otworu środkowego i krawędzi. Płyta 15c jest zbudowana znowu tak samo, jak płyta 15a, i w ten sposób płyty są ustawione kolejno. Ponad każdą z płyt 15a—15g wirują osadzone na podwójnym ramieniu 10 przestawione względem siebie strychulce 21. Ramiona podwójne 20 umocowane są na wałku pionowym 22, biegnącym wzdłuż osi skrzynki 14 i napędzanym zapomocą przekładni trybowej 23 na dnie skrzynki. Łopatkę 21 są w ten sposób nachylone na ramieniu w stosunku do kierunku obrotu, aby masa, przedostająca się przez zawór 13 do skrzynki, dopływała cienkimi warstwami na płyty 15a, 15c, 15e i 15g i przez otwór środkowy 18 na płyty 15b, 15d i 15f i do brzegów, przyczem masa, spadając z jednej płyty na płytę umieszczoną niżej i tak dalej, dociera do króćca wypustowego 24, połączonego z drugim aparatem, nie uwidocznionym na rysunku, o budowie podobnej do aparatu C. W aparacie tym, jak wzmiankowano powyżej, masa poddana zostaje działaniu temperatury wyższej przy większym rozrzedzeniu niż w C, aby możliwie całkowicie usunąć kwas solny. Z aparatu tego masa przechodzi do zbiornika, również nie uwidocznionego na rysunku.

Wydzielająca się przy przechodzeniu masy przez nagrzane płyty w aparacie C

para kwasu solnego i wody zostaje w sposób odpowiedni przez króciec 25 wessana i odzyskany kwas solny odpływa zpowrotem do zbiornika, zasilającego kwasem solnym dziurkowaną rurę 6.

Traktowanie i przekształcenie masy, zawierającej celulozę, i odzyskiwanie kwasu solnego odbywa się, jak opisano, sposobem ciągłym. Można też przyrządy zbudować i w inny sposób. Tak np. zamiast opisanego dygestora z przenośnikami taśmowymi 10a—10f można użyć innego, podobnego do aparatu C, lecz bez przyrządów grzejnych.

Opisany sposób i przedstawione urządzenie, służące do wykonania tegoż, posiadają w porównaniu ze sposobami i urządzeniami dotychczas znanymi zalety następujące:

1) stosowanie materiału wyjściowego w stanie suchym; 2) możliwość prowadzenia procesu od początku do końca sposobem ciągłym, a mianowicie od potraktowania produktu wyjściowego kwasem solnym aż do otrzymania produktu scukrzonego zdolnego do fermentacji; 3) możliwość odzyskiwania kwasu solnego tak w stanie gazowym, jako też i w roztworze zpowrotem i bezpośredniego zastosowania w procesie.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób przetwarzania celulozy i ciał zawierających celulozę w dekstrynę i glukozę zapomocą przepojenia materiału roztworem 40%-ym, a następnie nasyceńia kwasem solnym, w stanie gazowym, znamienny tem, że materiał po uprzednim starannem wysuszeniu zostaje, przy jednoczesnem ochładzaniu w warstwach cienkich, zmieszany z kwasem solnym płynnym i nasycony kwasem solnym gazowym, poczem otrzymaną masę poddaje się w cienkich warstwach, w temperaturze 12 do 50° C, przy ciśnieniu nieco wzmożonem,

wytrawianiu i wyciąga z niej, po odzyskaniu zpowrotem kwasu solnego, dekstrynę oraz cukier.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że 10 części wagowych wysuszonego materiału zostają zmieszane w przybliżeniu z 7 do 11 częściami 40%-go kwasu solnego i zarazem, przy jednoczesnem chłodzeniu, nasycone dwiema częściami wagowymi kwasu solnego w stanie gazowym.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że proces od zwilżania celulozy kwasem solnym, aż do otrzymania dekstryny i roztworu cukru, włączając i odzyskiwanie kwasu solnego, prowadzony jest sposobem ciągłym.

4. Aparat do mieszania i nasycania uprzednio wysuszonego materiału surowego kwasem solnym płynnym i gazowym, składający się z jednego lub kilku zaopatrzonych w urządzenia ślimakowe i w urządzenia do chłodzenia cylindrów do mieszania, i służący do wykonania sposobu według zastrz. 1, znamienny tem, że rury (6) są przystosowane do jednoczesnego wprowadzania kwasu solnego lecz oddzielnie w stanie płynnym i gazowym.

5. Aparat do trawienia masy nasyconej kwasem solnym, służący do wykonania sposobu według zastrz. 1, znamienny tem, że zaopatrzony jest w taśmy ruchome (10a do 10f), które przeprowadzają materiał przez aparat stopniowo do zupełnego scukrzenia.

6. Aparat do odzyskiwania kwasu solnego, służący do wykonania sposobu według zastrz. 1, znamienny tem, że zbiornik (C) zaopatrzony jest w płyty wewnątrz puste, ogrzewane zapomocą wody lub powietrza gorącego i posiadające naprzemiennie otwory to w środku, to na obwodzie dla przejścia masy, poruszanej łopatkami, osadzonemi ponad płytami pod odpowiednim kątem.

7. Zastosowanie aparatu według zastrz. 6 do wytrawiania lub scukrzania materiału surowego, zmieszanego i nasyconego kwasem solnym.

Henri Terrisse.

Marcel Levy.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

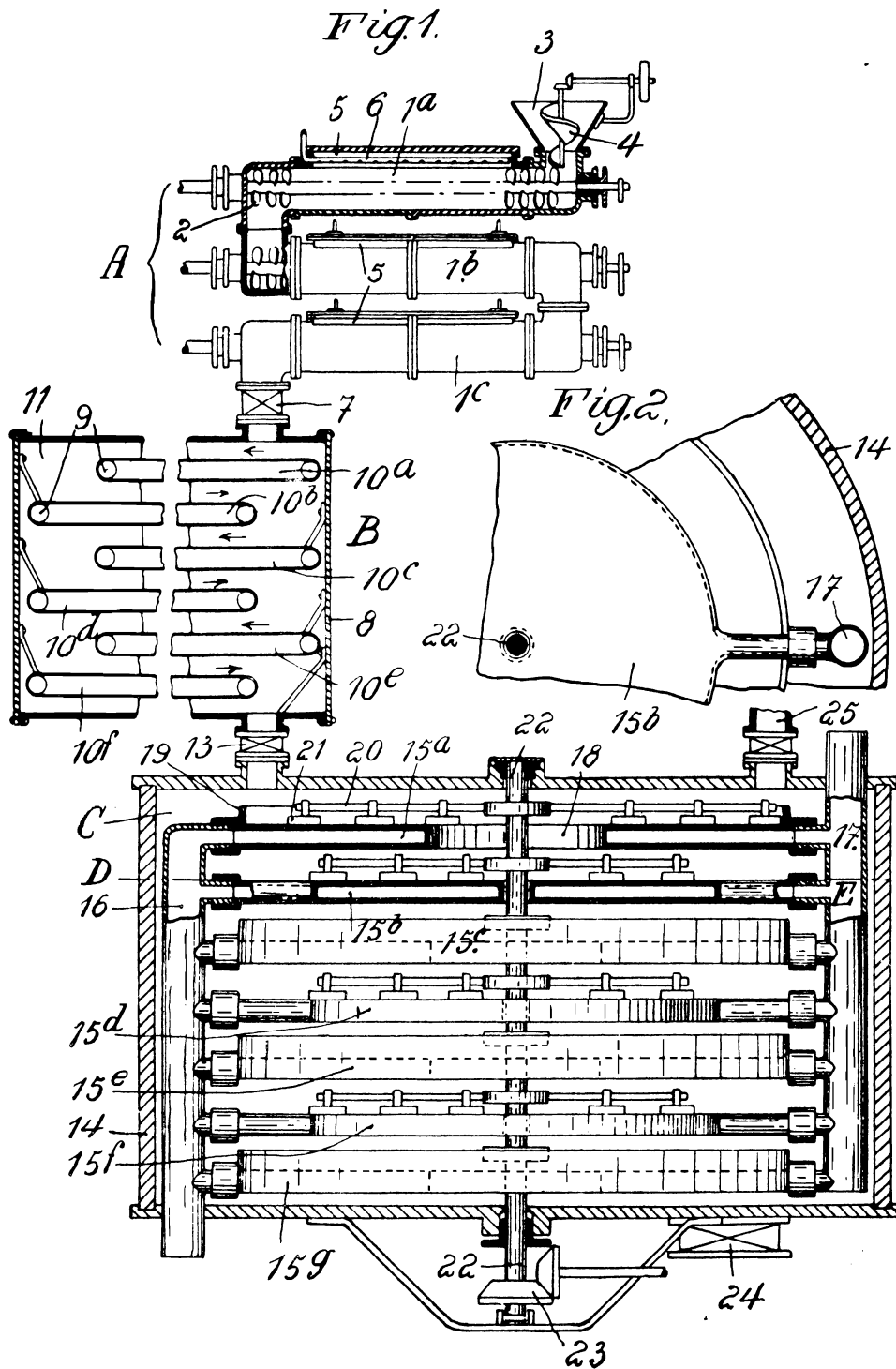


Fig. 2.

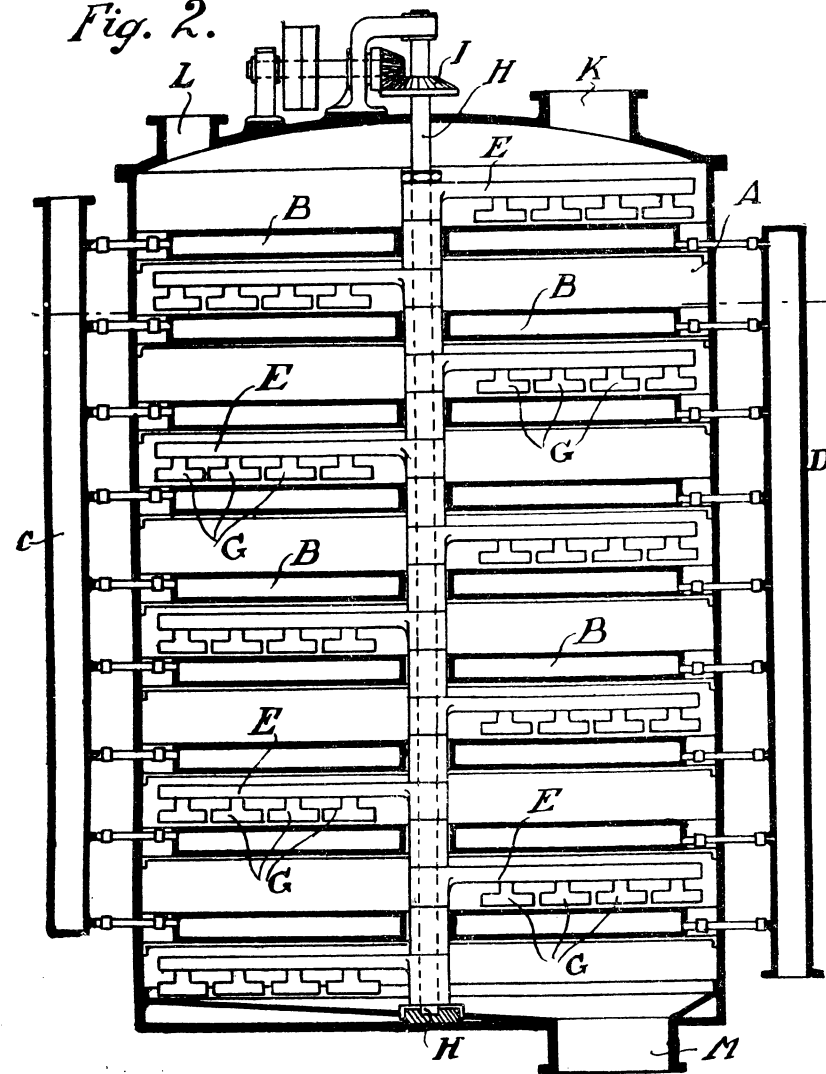


Fig. 3.

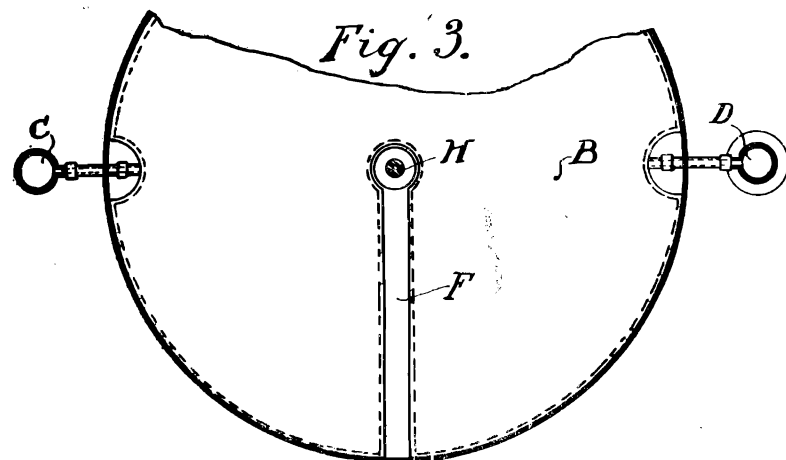


Fig. 4.

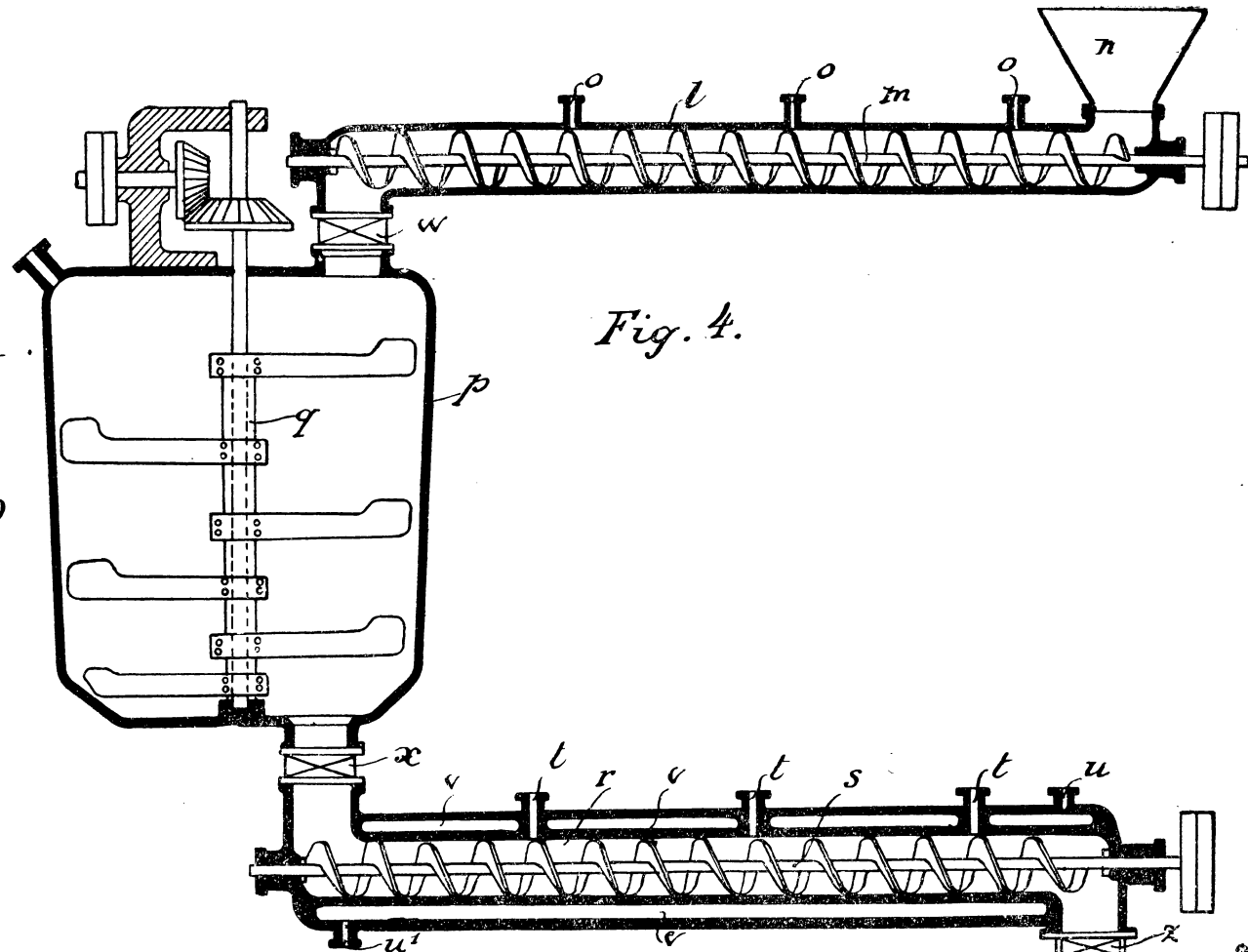


Fig. 5.

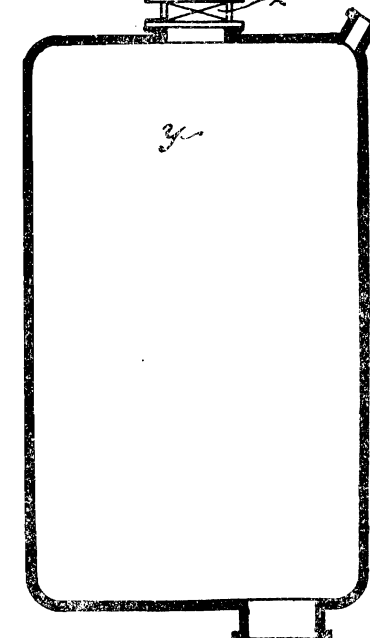
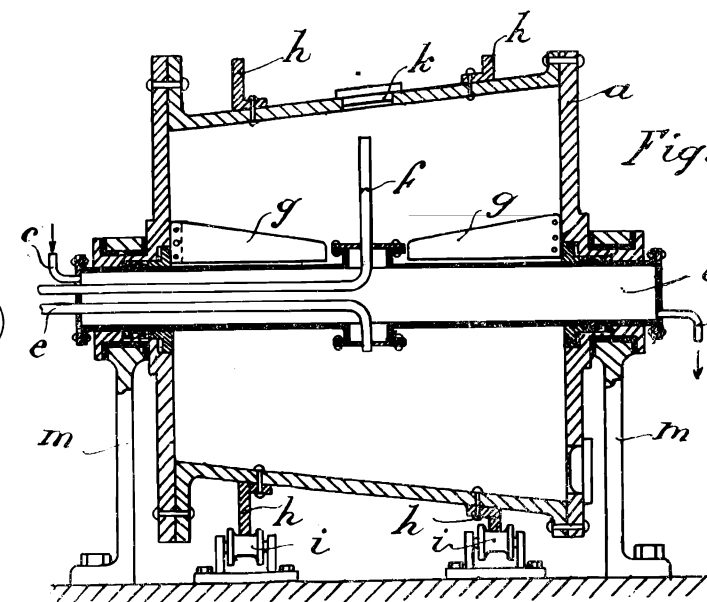


Fig. 6.

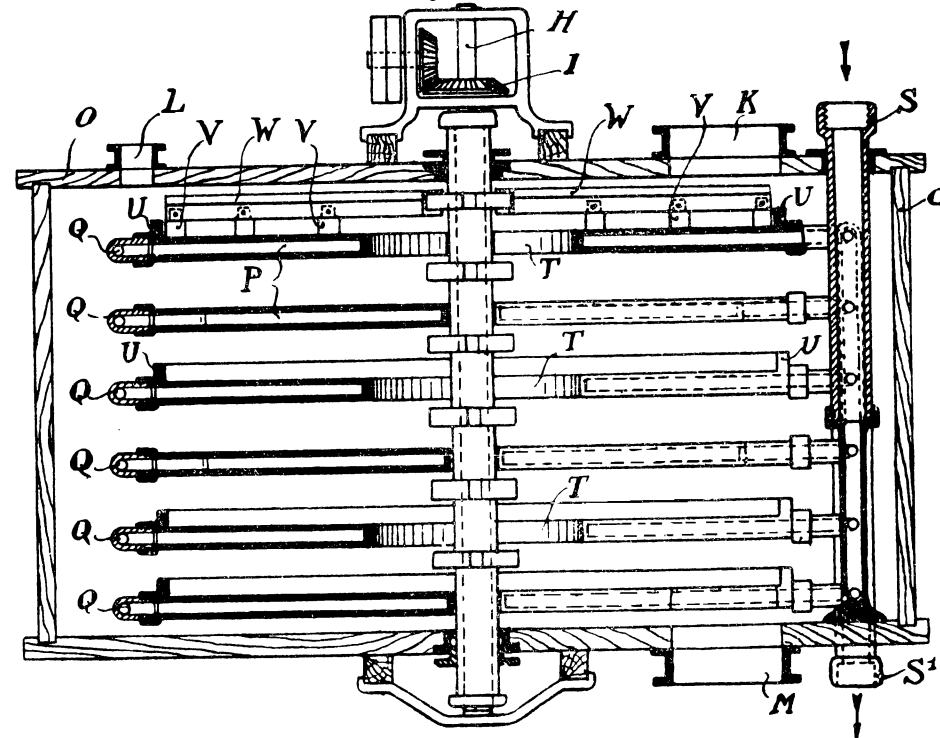


Fig. 7.

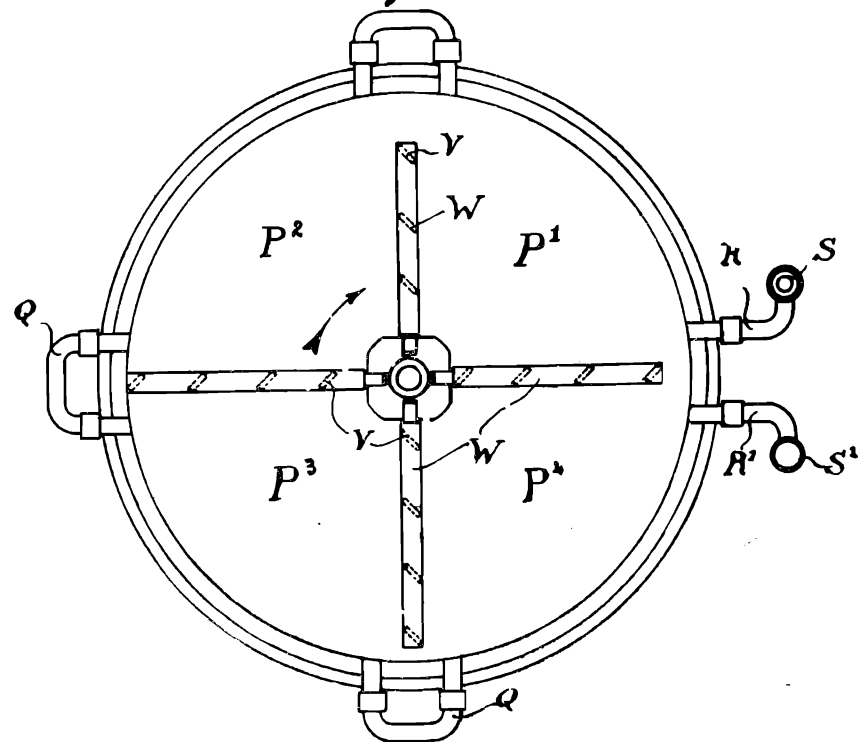


Fig. 1.

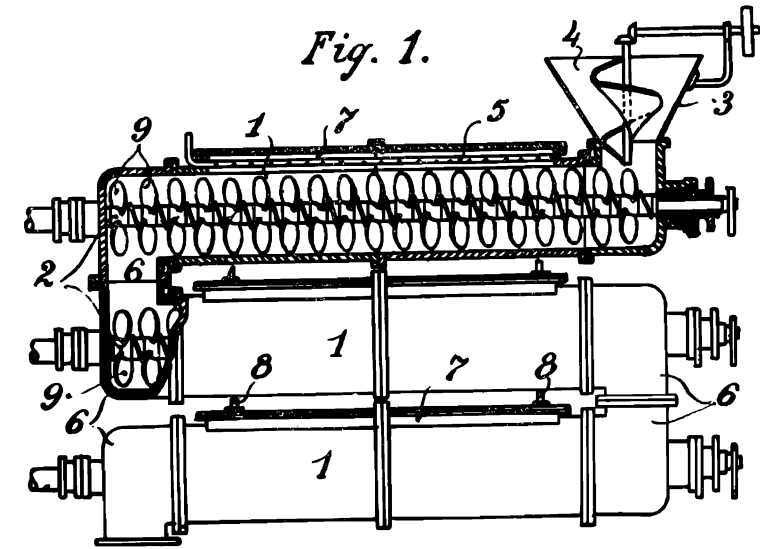


Fig. 8.

