

URZĄD PATENTOWY



A23k 1/12

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 22891.

Kl. 53 g, 4/01.

Firma J. W. Darboven
(Harburg-Wilhelmsburg, Niemcy).

Sposób rozkładania materiałów, zawierających celulozę, zapomocą roztworu chlorowodoru w rozpuszczalniku organicznym.

Zgłoszono 6 listopada 1934 r.

Udzielono 28 lutego 1936 r.

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu rozkładania celulozy i materiałów, zawierających celulozę, przez działanie chlorowodem. Stosowanie roztworu chlorowodoru w rozpuszczalniku organicznym do rozkładania wymienionych materiałów wywołuje następnie potrzebę odkwaszania ich i usuwania z nich rozpuszczalnika organicznego, przyczem nader ważny przy takiej przeróbce materiału jest stan, w jakim znajduje się materiał ten przy poddawaniu go odkwaszaniu w celu otrzymania pożądaných produktów.

Znane są różne sposoby rozkładania celulozy. Wspólną cechą tych sposobów jest stosowanie mocnych kwasów. Zapo-

mocą znanych tych sposobów można uzyskać dobrą wydajność, jednak duże trudności prawie zawsze nastroczą usuwanie kwasu. Przy użyciu kwasu solnego należy stosować silne chłodzenie, aby po pierwsze wytworzyć kwas przesycony, a po drugie uniknąć zwęglenia materiału traktowanego. Ponadto znane jest rozkładanie celulozy zapomocą kwasu chlorosulfonowego, rozcieńczonego ewentualnie rozpuszczalnikiem organicznym. Kwas chlorosulfonowy stosuje się przytem jako czynnik chemiczny i część niezużyta musi być odzyskana. Z wieloma rozpuszczalnikami organicznymi (benzenem, toluenem, alkoholem i t. d.) reaguje jednakowoż kwas chlorosulfonowy

mniej lub bardziej gwałtownie tak, iż sposób powyższy jest ograniczony do nielicznych rozpuszczalników (chloroformu). Znane jest ponadto stosowanie kwasu solnego w rozpuszczalnikach organicznych oraz usuwanie kwasu i rozpuszczalnika z uzyskanego stałego produktu, składającego się z mieszaniny ligniny i cukru, przez ogrzewanie ewentualnie pod ciśnieniem. Cukier względnie glukozę ekstrahuje się z tak otrzymanego produktu stałego sposobem znanym.

Podczas gdy usuwanie kwasu z uzyskanego produktu uskuteczniało zapomocą rozpuszczalników organicznych, w myśl wynalazku niniejszego odkwaszanie i usuwanie rozpuszczalników organicznych uskutecznia się zapomocą przegrzanej pary wodnej. Do pewnych celów jest to specjalnie wskazane.

Wynalazek niniejszy przeprowadza się np. w sposób następujący.

Przykład I. Niesuszoną mąkę z drzewa świerkowego, zawierającą mniej więcej 25% wody, wprowadza się w temperaturze 0°C, mieszając, do 2 — 3-krotnej ilości benzyny, zawierającej chlorowódor, pod pewnym nadciśnieniem (np. 0,1 atm). Wprowadzanie mąki drzewnej w temperaturze pokojowej wymaga tylko nieco większego ciśnienia. Ponieważ taka wodna zawiesina drzewa pochłania chlorowódor, należy przez wtłaczanie chlorowodoru stale dbać o to, aby stężenie chlorowodoru w benzynie było stałe. Podczas tego zabiegu mąka drzewna przybiera ciemnozieloną barwę. Po jednogodzinnem działaniu chlorowodoru miazgę wyciska się; roztwór chlorowodoru w benzynie można stosować ponownie. Tak otrzymany produkt reakcji wprowadza się na sito. Przez powyższe sito przedmucha się zdołu, a zatem w przeciwną stronę, przegrzaną parę wodną o temperaturze mniej więcej 160°C. Ponad tem sitem znajduje się drugie sito, zatrzymujące produkt reakcji, lecz przepuszcza-

jące parę wodną, porywającą rozpuszczalnik i kwas solny. Produkt reakcji o wyglądzie podobnym do wyglądu pierwotnej mąki drzewnej, tylko nieco ciemniejszego koloru, układa się na sicie warstwą stosunkowo cienką (o grubości mniej więcej 20 cm). Warstwę tę przedmucha się parą wodną w ciągu mniej więcej 2 minut, przyczem warstwa ta zostaje zbełtana. Szybkość przeładunku materiału zależy od wielkości urządzenia. Może ona np. wynosić 10 kg w ciągu 2 minut. Odpędzony rozpuszczalnik i kwas solny skrapla się w chłodnicy.

Przy mniejszej grubości warstwy traktowanej skraca się oczywiście czas działania pary wodną. Czas ten zależy również od wielkości ziarn użytego materiału. Przy grubszym materiale proces trwa odpowiednio dłużej, niż przy materiale bardziej rozdrobnionym. Proponowano już odkwaszanie mas celulozowych, traktowanych stężonym kwasem, zapomocą gorących gazów obojętnych. W przeciwstawieniu do tego znanego sposobu można odkwaszanie parą wodną dzięki lepszemu i dokładniejszemu działaniu (polegającemu na chemicznym powinowactwie pary wodnej do chlorowodoru) przeprowadzić znacznie prędzej. Odkwaszanie, uskuteczniające zapomocą powietrza względnie gazów obojętnych, jest długotrwałe i wskutek tego nieekonomiczne.

W celu usunięcia ostatnich śladów kwasu można gorący jeszcze materiał — zwłaszcza gdy chodzi o materiał gruboziarnisty — przeprowadzić do naczynia, w którym panuje próżnia, albo z którego wypompowuje się powietrze. W naczyniu tem usuwa się ostatnie ślady kwasu. Powyższy zabieg jest jednak naogół zbędny.

Otrzymany produkt jest praktycznie całkowicie odkwaszony i nie wykazuje smaku kwaśnego. Posiada on jasno brązową barwę i może być użyty bezpośrednio jako pasza. Można z niego jednako-

woż usunąć rozpuszczalny cukier w sposób znany przez wyługowanie wodą.

Rozkład celulozy dochodzi praktycznie biorąc do 100%.

Przykład II. 100 kg drzewa, gotowego do przeróbki, zawierającego mniej więcej 40% wody, wprowadza się w temperaturze 0°C, mieszając, do 2 — 3 krotnej ilości benzyny, zawierającej chlorowódór, pod pewnem nadciśnieniem (np. 0,1 atm). Powyższa obróbka drzewa w temperaturze pokojowej wymaga tylko nieznacznie większego ciśnienia. Ponieważ drzewo w tym stanie pochłania chlorowódór, należy przy wtłaczaniu chlorowodoru stale dbać o to, aby stężenie chlorowodoru w benzynie było stałe. Podczas tego zabiegu przybiera drzewo barwę ciemnozieloną. 100 kg drzewa, gotowego do przeróbki, pochłania 16 kg chlorowodoru. Uzyskany produkt, który stanowi lignina i rozpuszczona celuloza i który zawiera mniej więcej 13,8% chlorowodoru, poddaje się działaniu przegrzanej pary wodnej. Po traktowaniu prze-

grzaną parą wodną zawiera on jeszcze 0,2% chlorowodoru.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób rozkładania materiałów, zawierających celulozę, zapomocą roztworu chlorowodoru w rozpuszczalniku organicznym, znamienny tem, że do odkwaszania wymienionych materiałów i usuwania rozpuszczalnika organicznego stosuje się przegrzaną parę wodną.

2. Sposób według zastrz. 1, zwłaszcza w zastosowaniu do przeróbki materiału grubszego, znamienny tem, że materiał, po-traktowany według zastrz. 1, wprowadza się w stanie jeszcze gorącym do naczynia, w którym znany sposób odkwasza się go całkowicie przy użyciu próżni.

Firma J. W. Darboven.

Zastępca: Inż. F. Winnicki,
rzecznik patentowy.