

Warszawa, 14 kwietnia 1934 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 19657.

Kl. 89 i, 1/02.

Holzhydrolyse Aktiengesellschaft
(Heidelberg, Niemcy).

Sposób otrzymywania rozmaitego rodzaju cukrów z zawierających błonnik materiałów roślinnych.

Zgłoszono 29 sierpnia 1932 r.

Udzielono 24 stycznia 1934 r.

Roślinne materiały wyjściowe do otrzymywania rozpuszczalnych węglowodanów (cukrów) można podzielić na dwie grupy. Jedna grupa zawiera przeważnie heksozany i tylko nieznaczną ilość pentozanów; druga zaś przeciwnie obfituje w pentozany. Do pierwszej grupy należą drzewa iglaste, do drugiej liściaste i drzewiaste części traw, również ich łodyg i nasiona. Oba rodzaje węglowodanów są niejednakowo odporne na działanie środków zwykle stosowanych do reakcji, a mianowicie stężonego kwasu mineralnego. Podczas gdy rośliny pierwszej grupy można traktować wprost

stężonym kwasem mineralnym aż do całkowitego scukrzenia, to przy obróbce roślin drugiej grupy występują trudności i powstają straty węglowodanów wskutek rozkładu pentoz.

Materiały wyjściowe, zawierające znaczne ilości pentozanów przeprowadza się według wynalazku w cukier, traktując je początkowo umiarkowanie rozcieńczonym kwasem gorącym, mianowicie o stężeniu 12 — 30% i w temperaturach bliskich punktowi wrzenia roztworów wodnych. W ten sposób większą część pentozanów i to oddzielnie od heksozanów udaje się prze-

prować w postać rozpuszczalną tak, iż zawierającą heksozany pozostałość można w znany sposób scukrzyć do końca.

Drzewo bukowe traktuje się na przykład w każdym z naczyń szeregu tworzących baterję, w ciągu 15 — 30 minut ogrzanym do 95° 30%-owym kwasem siarkowym. Roztwór z pierwszego naczynia przeprowadza się przytem do drugiego, gdzie ze świeżego materiału roślinnego pobiera on ponownie pentozany i w ten sposób ulega stężeniu. Czynność tę powtarza się w większej ilości naczyń dopóty, dopóki użyty kwas nie wyczerpie całkowicie swej zdolności reakcji. Przy stosowaniu rozcieńczonego kwasu siarkowego np. 18%-owego, należy stosować czas reakcji dwa razy dłuższy niż przy użyciu kwasu 30%-owego.

Pentozy w tych kwasach rozpuszczają się bez rozkładu w temperaturach nieco niższych od punktu wrzenia, zwłaszcza że z drugiej strony wiadomo, iż pentozy zapomocą właśnie tego rodzaju kwasów przeprowadza się w furfuroł. W celu przeprowadzenia ich w furfuroł należy jednak ogrzewać kwasy aż do wrzenia, przyczem należy baczyć, aby z roztworu, w którym powstaje furfuroł, był on szybko usunięty zapomocą przepuszczania pary wodnej lub w inny sposób. Pewna część pentoz pozostaje zawsze w roztworach. Kwas można zużytkować ponownie do opisanej powyżej reakcji po przerobieniu reszty pentoz na furfuroł.

Podobnie jak kwas siarkowy działa również kwas solny o takim samym w przybliżeniu stężeniu. W tym przypadku dalszą przeróbkę prowadzi się początkowo w ten sposób, iż roztwory się odparowuje. Do odparowywania roztworów cukrów w kwasie solnym stosuje się znany sposób ogrzewania zapomocą gorącego oleju, który przez bezpośrednie zetknięcie się z roztworem odparowywanym doprowadza doń niezbędne ciepło. Przytem należy baczyć, aby olej był starannie, równomiernie rozdzielo-

ny. Rozdzielanie to jest jednak utrudnione, gdyż olej podczas odparowywania nasycza się częścią ciał lotnych. Skoro olej, który już służył do odparowywania, po ogrzaniu doprowadzać ponownie zapomocą pompy do parownika, wówczas nie udaje go się rozdzielić równomiernie np. zapomocą dysz talerzowych lub welonowych. Często welon rozrywa się w rozmaitych miejscach i roztwór cukru, wtryskiwany na welon, nie styka się z przenośnikiem ciepła. Niedogodność tę usuwa się, doprowadzając olej ogrzany przed wprowadzeniem go do parownika, do urządzeń rozprężających. Rozprężanie to uskutecznia się na przykład w naczyniu wysoko umieszczonem, połączonem z atmosferą lub z próżnią, w którem olej uwalnia się od pochłoniętych ciał lotnych i przy wejściu do parownika spływają rozdzielając się równomiernie.

Roztwór odparowany suszy się zapomocą rozpylania i uwalnia od pozostałych jeszcze cząstek chlorowodoru. Otrzymuje się pentozy i heksozy bez widocznych strat w postaci nastroszonego proszku. Szybkie usunięcie wody i kwasu przy rozpylaniu w gorącym strumieniu powietrza powoduje szybkie zwiększenie stężenia cukru; w tych warunkach kwas nie działa hydrolizująco, to jest przy wprowadzeniu wody nie rozkłada cukru, lecz działa jako środek kondensujący, przeprowadzając cukier monomeryczny w postać polimeryczną.

Zjawisko to zachodzi nietylko przy roztworach pentoz. Również skoro roztwory cukrowe, zawierające przeważnie heksozy, suszyć zapomocą rozpylania w strumieniu gorącego powietrza, w obecności kilku procentów kwasu solnego, to przeprowadza się przedewszystkiem węglowodany monomeryczne w polimeryczne. Te ostatnie dzięki swej całkowitej i rzeczywistej rozpuszczalności w wodzie przy wysokim ciężarze cząsteczkowym wykazują cenne własności techniczne. Proszki te zawierają jednak

resztę kwasu solnego w postaci trudnej do usunięcia, zaś ich bardzo mały ciężar gątkowy manipulację niemi czyni niedogodną. Obie te niedogodności można usunąć zapomocą obróbki dodatkowej. Drobny proszek węglowodanów poddaje się działaniu strumienia gazu np. powietrza, który posiada zawartość wody, mniejszą od punktu nasycenia. W ten sposób proszek szybko zmniejsza swą objętość i wskutek zmniejszenia swej powierzchni oddaje związany z nim uprzednio chlorowódor. Zapomocą obróbki strumieniem powietrza, zawierającym rozpuszczalnik dla rozpuszczalnego ciała adsorbcyjnego, można również i w innych przypadkach osiągnąć podobne działanie na ciała adsorbowane.

Przy rozpuszczaniu pentoz i heksoz zapomocą gorącego, rozcieńczonego kwasu, poczem zapomocą zimnego stężonego kwasu, nawet przy tej ostatniej metodzie bez uprzedniej obróbki powstaje obok rozpuszczalnych węglowodanów również i kwas octowy, którego ilość zależy od rodzaju materiału roślinnego. Według wynalazku ten kwas octowy wykorzystuje się do reakcji na błonnik, dzięki czemu zmniejsza się ilość potrzebnego do tego celu kwasu. Osiąga się to w ten sposób, iż kwas octowy zawraca się do reakcji dopóty, aż jego stężenie znacznie wzrośnie. Wówczas dopiero oddziela się nowopowstałe ilości kwasu octowego.

Przy soukrzaniu drzewa iglastego zapomocą stężonego kwasu solnego powstaje około 4% kwasu octowego w stosunku do użytej ilości drzewa. Kwaśne roztwory cukrowe, jakie otrzymuje się przy reakcji stężonym kwasem solnym, zawierają około 30% cukrów i około 1,8% kwasu octowego. Przy odparowywaniu tych roztworów większość kwasu octowego przechodzi do destylatu kwasu solnego, który po wzbogaceniu go gazem HCl doprowadza się zpowrotem do reakcji. Stosując w ten sposób według wynalazku odpadkowy kwas solny,

otrzymywany przy soukrzaniu drzewa, przez czas dłuższy do obróbki nowych ilości drzewa, otrzymuje się ciecz, w której zawartość kwasu octowego stopniowo i stale wzrasta. Kwas octowy, jak wykryto, zwiększa zdolność działania kwasu solnego, a mianowicie o tyle, iż na 4 częściach kwasu octowego, obecnego w roztworze, można zaoszczędzić 1 część chlorowodoru, który zwykle jest niezbędny do wytworzenia stężenia potrzebnego do reakcji. Skoro więc np. stężenie kwasu octowego zostanie doprowadzone do 12% wagowych, wówczas roztwór winien zawierać tylko 37% wagowych HCl , aby zdolność reakcji roztworu była równoznaczna ze zdolnością reakcji kwasu solnego, zawierającego 40% HCl i pozbawionego kwasu octowego.

W ten sposób zużycie chlorowodoru, potrzebnego do reakcji, zmniejsza się o 8% w stosunku do ilości HCl będącej zwykle w obiegu. Ponadto roztwory cukrowe, powstałe po wytrawieniu zawierają znacznie mniejsze ilości HCl niż roztwory zwykłe. Dzięki temu odporność i trwałość cukru przy odparowywaniu tych roztworów zwiększa się znacznie.

Skoro osiągnie się to, że roztwór reagujący zawiera najkorzystniejszą ilość kwasu octowego, wówczas zaczyna się usuwać z obiegu te ilości kwasu octowego, jakie przybywają z obróbki nowego materiału. Kwas ten usuwa się np. ze skroplin otrzymywanych przy odparowywaniu roztworów cukrowych zapomocą destylacji frakcyjnej.

Część kwasu octowego zostaje związana przez niesoukrzoną część materiału zawierającego błonnik, gdyż lignina pod działaniem kwasu solnego, zawierającego znaczne ilości kwasu octowego częściowo ulega acetylowaniu. Okoliczność ta stanowi przy użyciu ligniny do pewnych celów szczególną korzyść. Można jednak również związany z ligniną kwas octowy odszczepić, np. ogrzewając ją pod ciśnieniem do

temperatury 110 — 120° z 2%-owym kwasem solnym.

Ta reakcja uboczna z pozostałością drzewa ogranicza jednak możliwość stosowania sposobu. Wobec tego należy kwas octowy, po osiągnięciu przezeń stężenia, najkorzystniejszego do reakcji, usuwać z obiegu. Najkorzystniej można to połączyć z usuwaniem nadmiaru wody z kwasu solnego, który podczas procesu ulega rozcieńczeniu. Połączenie obu tych zabiegów, a mianowicie reakcji przy której wykorzystuje się z jednej strony kwas octowy, powstający podczas obróbki, z ekonomicznym i korzystnym wydzielaniem go podczas obróbki, stanowi doniosły krok naprzód w porównaniu do stosowanych dotychczas sposobów scukrzania.

W celu otrzymania kwasu octowego i usunięcia wody z kwasu solnego, wodne roztwory miesza się z płynami wiążącymi wodę, np. ze stężonym roztworem chlorku wapniowego lub kwasem siarkowym, przy czem według wynalazku uskutecznia się to w dwóch połączonych ze sobą komorach. W jednej komorze wodny roztwór wprowadza się do środka odciągającego wodę (pochłaniacza). W komorze tej ustala się temperaturę w ten sposób, aby ulatniał się tylko przeważnie gaz chlorowodorowy. Pochłaniacz z wodą odciągniętą przepływa następnie do drugiej komory, gdzie zapomocą ogrzewania do temperatury podwyższonej odpędza się zeń wodę i kwas octowy. Wskutek doprowadzania wodnego roztworu z jednej strony i stężania pochłaniacza z drugiej strony wytwarza się obieg rozpuszczalnika, który czyni zbędnem użycie jakiegokolwiek bądź pompy.

Na załączonym rysunku fig. 1 przedstawia schematycznie urządzenie do przeprowadzania sposobu według wynalazku. Komory A i B urządzenia są połączone u dołu rurą RR' , u góry zaś najlepiej rurą U w kształcie litery U. Komory te są napełnione roztworem chlorku wapniowego o cię-

żarze właściwym 1,6. Ze zbiornika zapasowego S przez rurę ss' i kurek H dopływa do dolnej części komory A wodna mieszanina kwasów. W temperaturze 130 — 135° gazowy chlorowódor uchodzi przez przewód gg' do skraplacza K , gdzie kwas solny wraz z porwaną ze sobą wodą osadza się w postaci 38 — 40%-owego kwasu, który odprowadza się do zbiornika V, podczas gdy nadmiar gazu zostaje pochłonięty w pochłaniaczach Q. Rozcieńczony obecnie roztwór chlorku wapniowego przepływa rurą U do komory B, gdzie ogrzewa się do temperatury 150°. Woda i kwas octowy uchodzą przewodem ww' do skraplacza K' i zbiornika V' . Wskutek zwiększania się ciężaru właściwego wywołanego wzrostem stężenia roztwór chlorku wapniowego przepływa rurą RR' do komory A.

W celu dokładniejszego rozdzielenia kwasu octowego od kwasu solnego, dobrze jest włączyć w przewód U zbiornik pośredni F , jak to przedstawiono na fig. 2. W zbiorniku tym rozcieńczony roztwór chlorku wapniowego może jeszcze oddać zapomocą przewodu tt' resztę gazu chlorowodorowego. Ponadto w przewód aa' , służący do odprowadzania odpędzonego gazu chlorowodorowego, jest włączony wymiennik ciepła W^2 i skraplacz K^2 , w którym skrapla się porwana woda, zawierająca nieznaczną ilość kwasu octowego i spływa zpowrotem z rozdzielacza E do komory A, podczas gdy prawie całkowicie suchy gaz chlorowodorowy opuszcza urządzenie przez przewód ee' .

Jeżeli jako materiał wyjściowy stosować wodny roztwór, zawierający 27% chlorowodoru i 9% kwasu octowego, wówczas można w ten sposób otrzymać 98,8% użytego chlorowodoru w postaci gazu suchego i 96,3% użytego kwasu octowego w postaci roztworu wodnego, zawierającego tylko ślady HCl .

Przy reakcji zapomocą lub bez pomocy kwasu octowego jednocześnie z cukrami

wyługowuje się z drzewa ciała zabarwiające, które częściowo tworzą się dodatkowo również z cukrów. Odparowywanie i następujące potem rozpylanie w gorącym strumieniu powietrza daje sposobność do dalszego powstawania z cukrów przeważnie brunatnych barwników. Są one również rozpuszczalne w wodzie jak i same cukry i można je usunąć dopiero po zużyciu znacznych ilości środków odbarwiających.

Zapomocą szczególnej obróbki roztworów cukrowych względnie ponownie rozpuszczonych suchych wydzielonych cukrów udało się większą część barwników przeprowadzić w postać nierozpuszczalną i usunąć zapomocą przesączania. Daje się to osiągnąć zapomocą ogrzewania roztworów cukrowych przy stężeniu 10 — 40% w obecności nieznacznych ilości kwasu. Czas i wysokość temperatury ogrzewania zależą od ilości kwasu w stosunku do stężenia cukru. Na przykład roztwory, zawierające 20% cukru i 2 — 3% kwasu solnego należy ogrzewać do temperatury wrzenia w ciągu godziny. Jeżeli zawartość kwasu jest znacznie mniejsza, np. wynosi 0,5%, wówczas należy ogrzewać pod ciśnieniem do temperatury 130° i ciała barwiące można przeprowadzić w postać nierozpuszczalną już po upływie kilku minut. Jeżeli przy zawartości 30% cukru zawartość kwasu solnego wynosi 4 — 5%, wówczas wystarcza ogrzewanie w temperaturze, bliskiej temperaturze wrzenia, w ciągu 10 minut. Tego rodzaju bardzo stężone roztwory cukrowe winny zawierać w celu uniknięcia rozkładu cukru tylko nieznaczną ilość kwasu solnego, na przykład 45%-owe roztwory cukrowe można oczyszczać jeszcze w obecności 1% kwasu solnego zapomocą ogrzewania w ciągu 3 godzin w temperaturze wrzenia.

Przy tej obróbce jednocześnie pewna część cukru przechodzi w postać monomeryczną. W celu otrzymania go w tej postaci w stanie czystym, należy go wykrystalizować.

Krystalizację przytem jest trudno przeprowadzić w ten sposób, aby kryształły wydzielają się w postaci stałej i aby można je było łatwo oddzielić od ługu macierzystego.

Udać się to osiągnąć, jeżeli przy zagęszczaniu rozcieńczonych roztworów unika się zbyt wysokiego ogrzewania, naprzykład jeżeli pracę prowadzi się w próżni w temperaturach poniżej 80° i nadaje przytem roztworowi określoną niską kwasowość. Cukry monomeryczne nawet przy odczynnie tak zwanym obojętnym nie są całkowicie trwałe; część ich, jakkolwiek nieznaczna, przechodzi w żółte i brunatne barwniki, które ponadto w wysokim stopniu tamują krystalizację. Skoro jednak wartość P_H kwasowości ustalić równą 2 — 3, wówczas przy odparowywaniu w podanych warunkach temperatury roztwór nie zabarwia się wcale lub tylko nieznacznie.

Otrzymane w ten sposób jasne syropy dają również bardzo łatwo duże i twarde kryształły przy zaszczepieniu ich tym rodzajem cukru, jaki jest obecny w ilości przeważającej. Rodzaj ten, zależnie od sposobu reakcji, składa się bądź z glukozy lub z ksylozy; tę ostatnią otrzymuje się wtedy, gdy przerabia się materiały roślinne zawierające znaczne ilości pentozanów zapomocą rozcieńczonych kwasów. W przypadku stosowania materiału wyjściowego obfitującego w heksozy, gdy zechce się wykrystalizować zapomocą zaszczepiania glukozy większą jej część, wówczas należy stosować stężenie syropu między 50 i 70%, zależnie od temperatury, jaką się stosuje i tak na przykład w temperaturze —10° podaje się krystalizacji syrop 50%-owy w temperaturze zaś +20° — 70%-owy. Ługi macierzyste usuwa się zapomocą odciskania lub odwirowywania, znajdujący się jeszcze w nich cukier otrzymuje się zapomocą dalszej krystalizacji. Ponieważ główna ilość glukozy została wydzielona, więc w ługach przeważają pentozy, przedewszystkiem zaś

ksyloza, wobec czego zaszczepia się ksylozę.

Występują tu jednak trudności, gdyż w ługu macierzystym gromadzą się znaczne ilości obecnych w syropie soli. Zdarza się to zwłaszcza wtedy, gdy reakcję przeprowadza się zapomocą kwasu solnego i wskutek tego w roztworach muszą pozostawać reszty chlorków. Wydajność krystalizacji można zwiększyć bardzo znacznie, usuwając jony chlorku zapomocą obróbki roztworów obliczoną ilością węglańu srebrowego. Powstający chlorek srebra w postaci, dającej się dokładnie odsączyć, regeneruje się znanymi metodami i przeprowadza zpowrotem w węglan srebrowy.

Można w wysokim stopniu ułatwić powstawanie dużych, niesklejających się kryształów, dodając alkoholu.

Szczególnie szybko przebiega krystalizacja roztworów ksylozy, otrzymywanych w sposób powyżej wskazany zapomocą rozcieńczonego kwasu solnego. Jeżeli roztwory te odparować, unikając temperatur wyższych od 80° przy kwasowości P_H równej w przybliżeniu 2 — 3, to jest przy kwasowości, przy której zmienia kolor barwnik kon-go, do zawartości 60 — 70% cukru, wówczas można zaszczepić jeszcze gorący syrop, mieszając go z surowcami kryształami, otrzymanymi przy wcześniejszej krystalizacji. Po upływie krótkiego czasu tworzą się wówczas kryształy, gdy dodano około 90%-owego alkoholu, w postaci sypkiej i w postaci twardych placków krystalicznych, gdy krystalizować przy stężeniu ponad 70% bez dodatku alkoholu. Te twarde placki krystaliczne można uwolnić od zanieczyszczeń, obrabiając je nieznaną ilością zimnej wody lub alkoholu. W tym przypadku dobrze jest uskutecznić przemylwanie systematycznie, ponownie zużytkowując otrzymywane przy przemylwaniu ługi.

Sposobem tym otrzymuje się krystaliczne, monomeryczne cukry, jako produkty ostateczne scukrzania drzewa. Można jed-

nak wydzielić również w postaci czystej różne rodzaje cukrów polimerycznych otrzymywanych zapomocą suszenia przez rozpylanie lub podobny sposób suszenia. Wykorzystuje się przytem znaną własność polimerycznych cukrów, polegającą na tem, że reagując z wapnem przechodzą w związki nierozpuszczalne w wodzie. Ze związków tych zapomocą przemylwania można łatwo usunąć rozpuszczalne w wodzie ciała obce, poczem związek wapniowy rozłożyć zpowrotem zapomocą dwutlenku węgla i utrzymać w roztworze oczyszczony cukier. Okazało się przytem, że przeprowadzanie cukru w związek wapniowy połączone jest ze stratami, których można uniknąć, stosując cukier o ściśle określonym stopniu polimeryzacji. Stopień ten znamionuje się zdolnością redukcyjną cukru. Przy produktach o wysokiej bezpośredniej zdolności redukcyjnej straty przy obróbce wapnem są bardzo dotkliwe. Tylko produkty, których zdolności redukcyjne są mniejsze niż 15% wartości obrachowanej dla całej ilości cukru, można przeprowadzać prawie że ilościowo w związek wapniowy i otrzymywać zeń zpowrotem cukier w postaci czystej.

Roztwory tych cukrów polimerycznych nie wykazują skłonności do krystalizacji. Cukry te mogą zmniejszyć znacznie, w pewnych zaś warunkach zupełnie uniemożliwić również zdolność krystalizacyjną czystych roztworów glukozy. Do pewnych celów przemysłowych jest pożądanę posiadać tego rodzaju, zawierające przeważające ilości glukozy roztwory, które nie krystalizują. W celu otrzymania tego rodzaju syropów, wystarcza dodać pewne ilości polimerycznych węglowodorów. Stosunek ilościowy tych mieszanin dobiera się zależnie od wymagań szczególnych, stawianych syropowi. Naprzykład do 100 części roztworu, zawierającego 60 części glukozy dodaje się 20 części polimerycznych węglowodanów. Zmniejszając wysokość tego dodatku, można oddziaływać w sposób określony na lep-

kość i odporność syropu na działanie ciepła. Zamiast dodawać syropu glukozy do produktów polimeryzacji otrzymanych oddzielnie, można również w syropie glukozy osiągnąć częściową polimeryzację, ogrzewając roztwór glukozy w obecności nieznacznej ilości kwasu lub innego środka kondensującego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania rozmaitego rodzaju cukrów z zawierających błonnik materiałów roślinnych działaniem kwasów mineralnych, znamienny tem, że kwas mineralny zastępuje się częściowo wytwarzającym się przy scukrzaniu kwasem octowym i otrzymane węglowodany polimeryzuje zapomocą ogrzewania ich stężonych roztworów w obecności kwasu, poczem z roztworów tych otrzymuje się przez odparowanie bezpostaciowe cukry polimeryczne, które poddaje się hydrolizie zapomocą ogrzewania ich w rozcieńczonym wodnym roztworze i z tak otrzymanych roztworów monomerycznych węglowodanów wydziela heksozy i pentozy zapomocą krystalizacji cząstkowej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że stosuje się mieszaninę kwasów, zawierającą około 12% kwasu octowego i 37% kwasu chlorowodorowego.

3. Sposób scukrzania zawierających błonnik materiałów zapomocą kwasu chlorowodorowego według zastrz. 2, znamienny tem, że usunięty z roztworu cukrowego zapomocą ekstrakcji lub destylacji roztwór wodny mieszaniny obu kwasów doprowadza się do odciągającego wodę środowiska (pochłaniacza), który stosuje się w obiegu okrężnym, w jednym miejscu (A) tego obiegu, a to w celu odpędzenia lotnego kwasu chlorowodorowego, podczas gdy w drugim miejscu (B) tego obiegu odpędza się wodę i kwas octowy.

4. Sposób według zastrz. 3, znamienny

tem, że w miejscu (A) odpędzania chlorowodoru temperaturę pochłaniacza utrzymuje się na poziomie tak niskim, zaś w drugim miejscu (B) do usuwania pochłoniętej wody i kwasu octowego — na poziomie tak wysokim, aby różnica ciężarów właściwych cieczy w obu tych miejscach wprawiała pochłaniacz w obieg okrężny.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamienny tem, że ciecz, przepływająca z miejsca (A) do miejsca (B) przez rurę w kształcie litery U, uwalnia się od porwanego przez nią gazu chlorowodorowego dopiero w naczyniu pośrednim.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamienny tem, że odpędzony gaz chlorowodorowy uwalnia się od porwanych przezeń cząstek cieczy, zawierających kwas octowy, w wymienniku ciepła i skraplaczu.

7. Sposób według zastrz. 1, w zastosowaniu do hydrolizy materiału, zawierającego znaczne ilości pentozanów, znamienny tem, że najpierw wylugowuje się pentozy zapomocą 12 — 30%-owego kwasu w temperaturach, bliskich ich punktowi wrzenia i z pozostałości, nierozpuszczonej zapomocą tej obróbki, wydziela oddzielnie heksozy znanymi sposobami.

8. Sposób według zastrz. 7, znamienny tem, że materiały, zawierające znaczne ilości pentozanów obrabia się w baterjach dyfuzyjnych w każdym z naczyń w ciągu 15—30 minut 30%-owym kwasem siarkowym lub 30—60 minut 18%-owym kwasem siarkowym w temperaturze 95° i po ewentualnem przerobieniu roztworu pentozonego na furforol kwasy, zawierające jeszcze pewne ilości pentozy, stosuje się ponownie do wytrawiania nowych ilości materiału wyjściowego.

9. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że roztwory cukru, otrzymanego z materiałów roślinnych, uwalnia się od większej części lotnych składników zapomocą rozpylania go w strumieniu gorącego powietrza w obecności kwasu i jednocześnie

przeprowadza cukier w postaci polimerycznej.

10. Sposób według zastrz. 1 i 9, znamienny tem, że produkt, wysuszony zapomocą rozpylania, traktuje się strumieniem gazu, zawierającym w nieznacznym stężeniu rozpuszczalnik cukru.

11. Sposób według zastrz. 1, 9 i 10, znamienny tem, że roztwory, zawierające 10% i więcej otrzymanego cukru, ogrzewa się w obecności 1% i więcej kwasu przez czas krótki w temperaturze, bliskiej temperaturze wrzenia, w obecności zaś mniej niż 1% kwasu ogrzewa się dłużej i wydzielone nierozpuszczalne ciała obce usuwa zapomocą przesączania.

12. Sposób według zastrz. 11, znamienny tem, że kwaśnym roztworom cukru przed lub po obróbce nadaje się przy odparowywaniu kwasowość P_H równą w przybliżeniu 2 — 3.

13. Sposób według zastrz. 9—12, przy stosowaniu do bezpośredniego doprowadzania ciepła do odparowywania krążącego gorącego oleju, znamienny tem, że uwalnia się go od pochłoniętych przez nie ciał lotnych zapomocą rozprężania, nim się go doprowadzi zpowrotem do urządzenia rozdzielającego w parowniku.

14. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że z roztworów mieszaniny cukrów, odparowanych w temperaturach poniżej 80° główną część heksoz wykryształizowuje się zapomocą zaszczepiania przy stężeniu, które znajduje się w granicach 50 i 70% zależnie od temperatury, dobranych w granicach od -10° do $+20^\circ$, a ługi macierzyste stęże ponownie i ewentualnie po wykryształizowaniu dalszych ilości heksoz wykryształizowuje z nich zapomocą zaszczepiania pentozy.

15. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że z otrzymanych przy hydrolizie materiałów roślinnych zapomocą stężonego kwasu solnego w roztworach, zawierających kwas solny po ich zobojętnieniu, które

można powstrzymać przy kwasowości, odpowiadającej $P_H = 2$, przy stężeniu wynoszącym w przybliżeniu 70% cukrów wykryształizowuje się przede wszystkim heksozy, a zawierający chlorki ług macierzysty po odcisnięciu lub odwirowaniu poddaje dalszej kryształizacji.

16. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że zawierające chlorki roztwory cukrów monomerycznych przeprowadza się uprzednio w roztwory pozbawione jonów chloru zapomocą obróbki ich obrachowaną ilością węglanu srebrowego.

17. Sposób według zastrz. 1, 14 — 16, znamienny tem, że do roztworów cukrów dodaje się alkoholu w takiej ilości, aby tworzyły się kryształy sypkie.

18. Sposób według zastrz. 1, 14 — 17, znamienny tem, że roztwory pentoz otrzymane z surowców zawierających je w znacznych ilościach działaniem gorących 12 — 30%-ych kwasów mineralnych np. w baterjach dyfuzyjnych zagęszcza się w temperaturach poniżej 80° przy kwasowości odpowiadającej $P_H = 2-3$ do stężenia 60 — 70% i syropy jeszcze gorące zaszczepia, mieszając z kryształami surowcami.

19. Sposób według zastrz. 1, 14 — 17, znamienny tem, że roztwory odparowane tylko do 50 — 60% zadaje się w celu wywołania kryształizacji szczepionką i alkoholem.

20. Sposób według zastrz. 1, 14 — 17, znamienny tem, że roztwory pentozowe odparowuje się do stężenia ponad 70% i zapomocą szczepienia i stopniowego ochładzania wytwarza twarde placki kryształiczne, które oczyszcza się zapomocą przemycania wodą zimną, alkoholem lub ługami, otrzymanymi przy poprzednim przemycaniu.

21. Sposób według zastrz. 20, znamienny tem, że stosuje się go do ługów macierzystych, otrzymywanych po oddzieleniu zapomocą kryształizacji heksoz.

22. Sposób według zastrz. 1, 9 — 12, znamienny tem, że niekrystalizujące rodzaje cukrów przeprowadza się w znany sposób w związki wapniowe po uprzednim spolimeryzowaniu cukrów w takim stopniu, iż ich zdolność redukcyjna wynosi mniej niż 15% wartości obrachowanej dla całej ilości cukrów.

23. Sposób według zastrz. 1, 9 — 12, znamienny tem, że do krystalizujących samych przez się roztworów czystej monomerycznej glukozy, dodaje się polimerycznych węglowodanów, ewentualnie uprzednio

oczyszczonych, w celu otrzymania niekrystalizującego roztworu.

24. Odmiana sposobu według zastrz. 23, znamienna tem, że stężony roztwór glukozy ogrzewa się w obecności nieznacznej ilości kwasu lub innego środka kondensującego, w celu otrzymania niekrystalizującego roztworu.

Holzhydrolyse
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

Fig.1

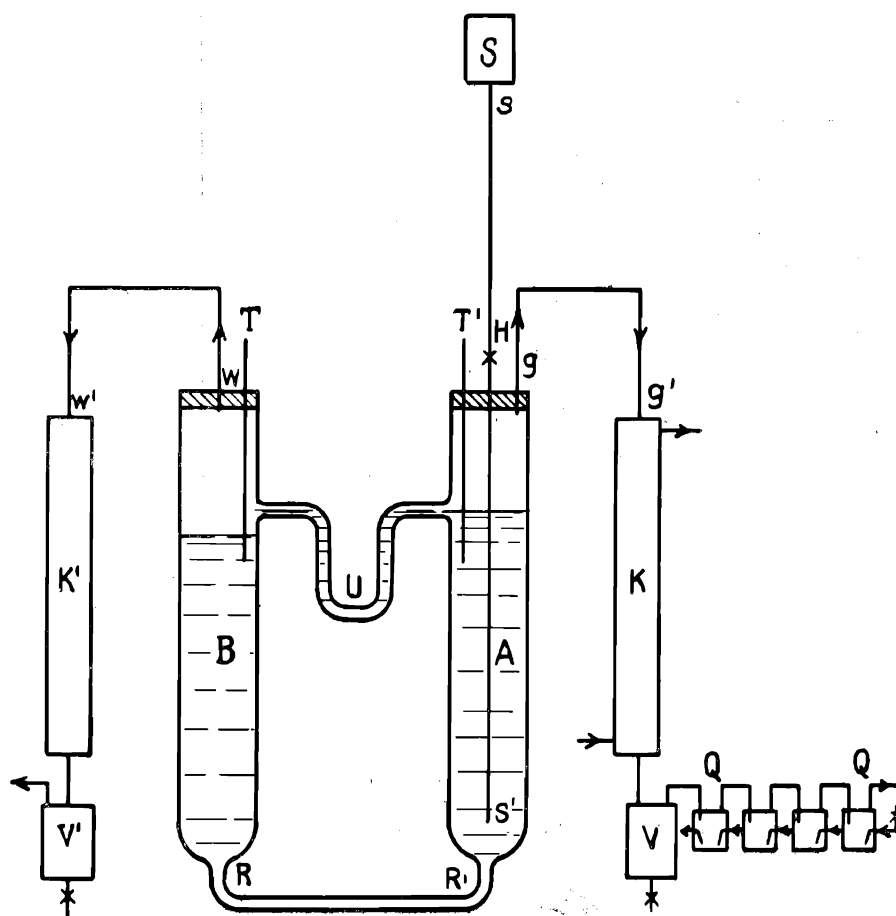


Fig. 2

