

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRISKE SVOJINE

Klasa 89 (1).

Izdan 1 juna 1935.

PATENTNI SPIS BR. 11617

Teatini Dario, Houagaerde, Belgija.

Postupak za prečišćavanje sokova u šećernim fabrikama i rafinerijama.

Prijava od 18 maja 1934.

Važi od 1 novembra 1934.

Traženo pravo prvenstva od 19 maja 1933 (Engleska).

Ovaj se pronalazak odnosi na postupak za prečišćavanje sokova u fabrikama šećera i rafinerijama.

Poznat je postupak u kome se u jednom stupnju za prečišćavanje šećernoga soka dodaje krečno mleko šećernom soku na poznatoj optimalnoj temperaturi i u količini, dovoljnoj da ga učini alkalnim, čak i preko onog stepena alkalnosti, koji odgovara procentualnoj vrednosti koncentracije vodonikovih jonova koja karakteriše izoelektričnu tačku koloida u soku, posle čega se sumporni dioksid ili tome slično dodaje u dovoljnoj količini, da se sok dovede na taj određeni stepen alkalnosti.

Ova optimalna izoelektrična tačka odgovara procentualnoj vrednosti koncentracije vodonikovih jonova jednakoj približno 10,6 do 12 i prema uslovima, koji proizlaze u tome poznatom postupku, obavlja se neprekretljivo zgrušavanje koloidnih nečistoća. U jednom primeru izvođenja toga postupka šećerni sok trestira se sa od prilike 0,18 do 0,25 gr. krečnog mleka na 100 cm.³ šećernoga soka i potrebnom količinom sumpornog dioksid-a. Posle ponovnog zagrevanja dodaju se nove količine kreča, na pr. u količini između 0,4 do 1 grm. na 100 cm.³ šećernog soka. Ovom dodavanju kreča sleduje normalni postupak ugljenične flotacije, filtriranja i koncentracije.

Pri praktičnom izvođenju ovoga postupka bio je običaj da se šećerni sok

procisti posle zgrušavanja koloida dodavanjem 0,4 do 1 gr. kreča na 100 cm.³ soka. U jednoj mojoj ranijoj prijavi sam opisao jedan postupak po kome je moguće pri preradi šećernih sokova, čiji se koloidi mogu potpuno zgrušati krečom, ovo zgrušavanje u potpunosti izvesti bez upotrebe sumpornog dioksid-a.

U praktičnom izvođenju toga pokusa bio je običaj takodje da se sok prečisti posle zgrušavanja koloida dodavanjem novih količina kalcijumoksida, tako da ukupna količina dodatog kreča iznosi između 0,7% do 1%.

Ja sam sada našao da se još i dalje uštede pri prečišćavanju šećera mogu postići preinačenjem postupka opisanog u tim prijavama.

Prema tome, ovaj se postupak odnosi na prečišćavanje sokova u šećernim fabrikama i rafinerijama i sastoji se u tome, što se kreč ili tome odgovarajuće alkalije, pa ako je potrebno i sumporni dioksid ili elektrolično-ekvivalentne materije, kao što će to docnije biti definisano, dodaju u količinama, koje su dovoljne da se sokovi dovedu na optimalnu izoelektričnu tačku u opsegu alkalnosti koloidalnih nečistoća, koje se imaju zgrušati; što se zatim doda nova manja količina kreča ili ekvivalentnih alkalija, da bi rastvorljiva alkalnost sokova postala optimalna za naknadno otklanjanje zgrušanih nečistoća iz tečnosti, i što se sokovi zagrevaju do temperature zgrušavanja pa posle od-

vajanja zgrušanih nečistoća, preradjuju sa sumpornim dioksidom ili ugljen dioksidom ili nekom drugom kiselinom, sve dok se alkalnost sokova ne dovede do fabričkih potreba. Može se videti, da prema ovom postupku, po kome se filtriranje vrši odmah posle zgrušavanja koloidnih nečistoća i podešavanja alkalnosti, stupanj prečišćavanja sokova naknadnim dodavanjem kreča ne postoji.

U ovom opisu i zahtevima izraz „sumporni dioksid ili ekvivalentna elektrolitična materija“ označava neki kiselinski gas, na primer, sumporni dioksid ili ugljen dioksid, neku kiselinu ili kiselu materiju, koja je (a) elektrolit, (b) koja se vrlo lako razredjuje u jonskom obliku kroz celu masu sokova, tako da jonovi dejstvuju na nezgrušane koloide, (v) da pod uslovima koji pri tretiraju vladaju, ne dejstvuju kao hemijski reagens (t. j. neće obrazovati soli sa alkalijama), i (g) koje su sposobne da dadu vrlo velike i trenutne koncentracije jonova (SO_2 , SO_3 , SO_4 , CO_2 , P_2O_5 , CO_3 , PO_3) koji svojim negativnim punjenjem neutrališu pozitivno punjenje, koje nose anion koloidi, koji nisu još zgrušani alkalnim jonovima. Nadjeno je, da kad se proizvede jako trenutno koncentrisanje jonova, oni onda teže da elektrolitički dejstvuju prema koloidnim delićima radije, nego da hemijski reagiraju sa krečom radi stvaranja nerasvodnih jedinjenja.

Kao primer izvesnih materija, koje se mogu za to upotrebiliti, neka služi sumporni triksid, koji se daje stvorili pod izvesnim uslovima hidratisanjem supornog dioksida vodom, kojom se prilikom dobija jedan kompleksni sastav, SO_4 — ionovi mogu se dobiti od razblažene sumporne kiseline; CO_3 — ionovi dobijaju se od ugljen dioksida stvarajući jedan od njegovih hidratisanih kompleksa sa vodom, a P_2O_5 — ionovi mogu se dobiti od fosfornog pentoksida.

Izraz „do fabričkih potreba“ znači onaj stepen alkalnosti, koji takva fabrika upotrebljava za naredne postupke dekolorizacije, prečišćavanje, evaporaciju i završnu kristalizaciju, i koji zavisi od (a) vrste završnog proizvoda, koji se želi, (b) vrste i konstrukcije fabrične opreme, i (v) uvidljavnosti onih, koji postupkom rukuju, a izraz „temperatura zgrušavanja“ znači ona temperatura na kojoj su zgrušani delići potpuno postojani, i koja obično leži izmedju 80°C . i 95°C . za sok od šećerne repe.

Izraz „kreč ili ekvivalentne alkalije“ obuhvata odgovarajuće okside i hidrokside

alkalija ili zemno-alkalija, ili karbonate alkalija, ili njihove mešavine.

Izraz „optimalna izoelektrična tačka“ označava one uslove procentualnosti i alkalnosti, pod kojim ukupna količina zgrušanih koloidnih nečistoća iznosi maksimum, t. j. uslove, pod kojim se maksimalna količina koloidnih nečistoća dovodi na izoelektričnu tačku. Takvi uslovi procentualnosti i alkalnosti mogu se lako utvrditi, na pr., serijom proba na način, kako je niže navedeno.

Iznos procenta, koji odgovara optimalnoj izoelektričnoj tačci u opsegu alkalnosti kod sokova od šećerne repe, leži bitno izmedju 10,6 i 12,0 a u slučaju sokova od šećerne repe taj će iznos takodje ležati u opsegu alkalnosti. Kada se prečišćavaju sokovi od šećerne repe, količina dodatog kreča može iznositi izmedju 0,15 i 0,35% po težini soka.

Kreč se može zameniti, ako se želi, nekim ekvivalentnim alkalijem, na pr., natrijum karbonatom ili kaustičnom sodom, a količina tako dodatog alkalija mora biti ona, koja je potrebna da se dostigne procenat, karakterističan za optimalnu izoelektričnu tačku.

U onim slučajevima gde se koloidne nečistoće u šećernom soku polpuno zgrušavaju jedino krečom ili ekvivalentnim alkalijama, može se potpuno izostaviti dodavanje sumpornog dioksida ili ekvivalentnog elektrolita posle prvog dodavanja kreča. Kada se upotrebljava sumporni dioksid on se može dodavati u tečnost u obliku gase pod relativno visokim pritiskom da bi se osiguralo veliko i momentano zgrušavanje jonova, koje je gore bilo pomenuto. Pod tim uslovima dobija se brzo i nepromenjivo, odnosno, neprevrlnjivo zgrušavanje koloidnih nečistoća u šećernom soku.

Nadjeno je da se izdvajanje zgrušanih delića i naknadna klarifikacija i koncentracija sokova najlakše i najbolje daje izvršiti kada je iznos alkalnosti soka posle filtracije (rastvorljiva alkalnost) na optimalnoj vrednosti.

Pošto se šećerni sok dovede do optimalne izoelektrične tačke u opsegu alkalnosti koloidnih nečistoća (tako da se vrši zgrušavanje nečistoća), načini se proba o rastvorljivoj alkalnosti, pa se potrebna količina kreča ili ekvivalentnih alkalija doda, da bi se rastvorljiva alkalnost soka dovela do optimuma potrebnog za filtraciju. Optimalna vrednost menja se prema sastavu samoga soka a i prema uslovima rada. Količina dodatog kreča može iznositi, kod sirovog soka od šećerne repe, od 0,08 do

0,13% po težini soka, pa da se postigne potrebna alkalnost.

Pošto se sokovi dovedu na njihovu optimalnu rastvorljivu alkaličnost, zgrušane se nečistoće odvoje ma kojim od poznatih načina, na pr., filtracijom, prelivanjem, ocedjivanjem ili centrifugom, ili makar kojim drugim pogodnim postupkom za odvajanje. Sokovi se posle toga dovedu na optimalnu alkaličnost za dalju klarifikaciju i koncentraciju, dodavanjem kakve kiseline. Ova se kiselina može zgodno sastojati od ugljen-dioksida, ili sumpornog dioksida, ili fosforne kiseline, i u pogledu ugljen-dioksida, on se može dobijati od gasova iz dimnjaka. Tada se sokovi iznova filtruju i nastala pena može se vrlo korisno upotrebiti, dodavajući je sokovima, iz kojih zgrušane nečistoće još nisu izdvojene.

Ima se razumeti da se sokovi mogu zagrevati po želji izmedju narednih stupnjeva u postupku, već prema ustrojstvu uredjaja u takvim fabrikama i prema sadržaju šećerne repe ili šećerne trske, koji se preraduju. Kao što je gore bilo rečeno, temperature obično leže negde od 80° do 95° C., pri preradi sirovog šećernog soka.

U sledećem dajemo primera radi, opis dva načina za izvodjenje ovog pronaleta u delo.

Prvi primer. Šećerni sokovi, koji se imaju prečistili, treliraju se, još dok su vreli (recimo na 85°C.), uzastopno sa krećom i tečnim sumpornim dioksidom, da bi se doveli do optimalne izoelektrične tačke koloidalnih nečistoća, koje se u sokovima nalaze, te da se obavi ne povraćno zgrušavanje tih koloidalnih nečistoća, pri čemu se tačna količina alkalija i tečnog sumpornog dioksida utvrđuje serijom proba, koje se prethodno u laboratoriji izvrše a sokovima dobijenim od repe, bitno iste onakve, kakva se u fabrici preraduju.

Izvrše se tom prilikom pet serija eksperimenata, od kojih svaki sa po pet uzoraka od po pola litra. Prva serija uzorka alkališe se do 0,10% kalcijum oksida (fenolftalein kao indikator), pa se onda razni uzorci treliraju sa sve većim količinama sumporovog dioksida u obliku vodenog rastvora od približno 4% jačine, i tačno odmerenim pomoću birete.

Druga serija se alkališe do 0,15% kalcijum oksida, pa se razni uzorci tretiraju istim količinama sumporovog dioksida kao i uzorci iz prve serije.

Treća serija alkališe se do 0,20% kalcijum oksida pa se razni uzorci tretiraju sa istim količinama sumporovog dioksida kao i u prethodne dve serije.

Cetvrti i peti serija tretiraju se na isti način, sa sokovima alkalisanim do 0,25% i 0,30% kalcijum oksida. Svi se uzorci zajedno zagreju do iste temperature i pod istim uslovima.

U svima uzorcima javiće se zgrušavanje. Vreme taloženja mora se zapisati i oni uzorci odabrani, kod kojih se taloženje najbrže izvršilo, i zaostala tečnost ostala najprovidnija.

Broj serija i njihov opseg može se menjati po volji.

Posle brižljivog mešanja, delovi tih uzoraka (odabranih kao što je gore rečeno) zagrevaju se do temperature od 85° do 90° C., pa se izvrši proba u pogledu rastvorljive alkalnosti. Pri tome se doda vrlo mala količina kreča da se rastvorit probistre. Na primer, u gore naznačenim serijama proba, nadjeno je da je treća serija, t. j. ona, koja je alkalisana do sadržaja od 0,20% kalcijum oksida, dala najpovoljnije rezultate, a od tih uzoraka odabran je jedan, koji je, uz dodatak od 0,1 gr., sumpor dioksida po litru soka, pokazao najbolji rezultat. Taj uzorak zagrejan je do temperature od 85° do 95° C. i jedan njegov deo filtrovan. Alkalnost filtrata nadjena je da iznosi 0,09%. Ostatak tog uzorka podeljen je u nekoliko jednakih delova, i svakom od njih dodata je mala količina kalcijum oksida u iznosima od 0,02 do 0,05% kalcijum oksida prema repi. Ovako raspodeljeni uzorci ponovo se zagrevaju i filtruju pod istovetnim okolnostima. Nadjeno je da alkalnost ovih uzoraka ide od 0,11 do 0,14, i pri gornjim probama utvrđeno je da uzorak, koji je tretiran sa dodatom količinom od 0,04% kalcijum oksida, najbrže se filterao i da mu je alkalnost bila 0,13% kalcijum oksida. Vidljiva čistoća svakog od tih filtrata utvrđena je bila dobro poznatim laboratorijskim postupkom, i onaj uzorak, koji pokazuje najveće poboljšanje u vidljivoj čistoći u odnosu na nepreradjeni sok, uzima se da predstavlja najbolji rezultat, odnosno, ukazuje na optimalne količine kreča i sumporovog dioksida za zgrušavanje koloidalnih nečistoća. Kreč i sumporov dioksid u tim proporcijama dodaje se glavnoj količini soka, koji se ima pročistili. Posle toga, sokovima se dodaje još i mala količina kalcijum oksida da se dovede u rastvorljivu alkalnost do vrednosti, koja je utvrđena na gore opisani način da daje najbolje rezultate pri filtraciji. Tako tretirani sokovi zagreju se sada do temperature od 85° do 90° C., pa se filtruju.

Posle filterovanja, sokovi se tretiraju sa ugljendioksidom da bi se alkalnost sokova dovela na optimalnu vrednost (ekvivalentna

0,01 do 0,02% kreča) pre vršenja koncentracije, pa se sokovi ponovo filtruju. Pena, koja se javlja prilikom ove klasifikacije, vraća se natrag u uredjaje, i meša se sa sokovima, koji još nijedanput nisu bili filtervani. Najzad su prečišćeni sokovi koncentrišu i prečišćavante sproveđe prema poznatim postupcima.

U odnosu na dosada poznate postupke, ovaj postupak predstavlja vrlo značne uštede u kreču i ugljen dioksidu ili tome sličnom, koji su potrebni za naredna taženja.

Drugi primer. Sokovi od šećerne repe, čije se koloidalne nečistoće mogu potpuno zgrušati upotrebljavajući jedino kalcijski oksid, tretiraju se sa količinom kreča, utvrđenom putem napred opisane serije proba. Utvrđi se optimalna rastvorljiva alkalnost sokova na gore opisani način, pa se odgovarajuća količina kreča doda, da bi se rastvorljiva alkalnost dovela do iznosa, koji, kako je gore opisano, predstavlja optimum za filtriranje. Zatim se sokovi zagreju i filtruju, kao u prethodnom primeru, pa se sokovi tretiraju sa sumporovim dioksidom, filtruju i koncentrišu.

Sokovi se mogu ponova zagrejati između raznih stupnjeva opisanih u gore navedenim primerima.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika i rafinerija, naznačen time, što se sokovima dodaje kreča ili ekvivalentnih alkalija, a po potrebi i sumpornog dioksida ili elektrolitično ekvivalentne materije u količinama, dovoljnim da dovedu sokove na optimalnu izoelektričnu tačku u opsegu alkalnosti koloidalnih nečistoća, koje se imaju zgrušavali; što se zatim dodaje izvesna mala količina kreča ili ekvivalentnog alkalija, tako da se rastvorljiva alkalnost sokova dovede na optimum za naknadno otklanjanje zgrušanih nečistoća iz tečnosti; što se sokovi zagrevaju do temperature zgrušavanja i što se sokovi tretiraju sa sumporovim dioksidom ili ugljen-dioksidom ili nekom drugom kiselinom, koja ne stvara toksične proizvode u cilju da smanji alkaličnost sokova do vrednosti pogodne za dalji fabrički rad, pri čemu se stupanj izbistranja sokova putem dodavanja daljih količina kreča potpuno izostavlja.

2. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika ili rafinerija prema zahtevu 1, naznačen time, što se, posle dovodenja sokova na optimalnu izoelektričnu tačku u opsegu alkalnosti koloidalnih nečistoća (tako da se zgrušavanje

nečistoća obavi), načini proba u pogledu rastvorljivih alkalnosti da bi se mogla dodati potrebna količina kreča i ekvivalentnog alkalija u cilju da se rastvorljiva alkalnost sokova dovede do optimuma potrebnog za filtraciju, usled čega se stupanj bistrenja sokova daljim dodavanjem kreča može potpuno izostaviti.

3. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika i rafinerija prema zahtevu 1 ili 2, naznačen time, što se sok od šećerne repe tretira sa 0,15 do 0,35% CaO (ili odgovarajućom količinom nekog ekvivalentnog proizvoda) da se postigne procentualna koncentracija vodonikovih jonova u granicama vrednosti 10,6 i 12,0.

4. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika ili rafinerija prema zahtevu 1, 2 ili 3, naznačen time, što se sumporov dioksid upotrebljava da se šećerni sokovi dovedu na optimalnu izoelektričnu tačku njihovih koloidalnih nečistoća, pri čemu se on dodaje u obliku tečnosti ili gasa pod relativno visokim pritiskom.

5. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika ili rafinerija prema ma kojem od prednjih zahteva, naznačen time, što je količina kreča ili ekvivalentnog alkalija, koja se dodaje sokovima u cilju da se postigne optimalna rastvorljiva alkalnost tolika, koliko je potrebno da se postigne vrednost rastvorljive alkalnosti od 0,08 do 0,15% kreča u odnosu na težinu sokova.

6. Posupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika ili rafinerija prema ma kojem od prednjih zahteva, naznačen time, što se zgrušane nečistoće, izdvajaju iz sokova putem filtracije, ocedjivanjem ili pomoću centrifuga, pri čemu se izbistranje sokova daljim dodavanjem kreča potpuno izostavlja.

7. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika ili rafinerija prema ma kojem od prednjih zahteva, naznačen time, što se kao kiselina, koja se soku dodaje da bi njegovu alkalnost dovela do optimalne vrednosti za bistrenje i koncentraciju, upotrebljava ugljen-dioksid iz dimnjačkih gasova kollovnice.

8. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika ili rafinerija prema ma kojem od prednjih zahteva, naznačen time, što se pena, koja se dobija pri bistrenju sokova posle tretiranja sa sumporovim dioksidom, ugljen dioksidom ili nekom drugom kiselinom, na pr. fosfornom kiselinom, dodaje drugim količinama soka iz kojeg zgrušane nečistoće nisu još izdvojene.

9. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika i rafinerija prema ko-

jem od prednjih zahteva, naznačen time, što se sokovi zagrevaju izmedju narednih stupnjeva postupka, na pr. do temperature izmedju 80° i 95° C.

10. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika i rafinerija prema zahtevu 1, naznačen time, što obuhvata i stupanj probanja šećernog soka, koji se sastoji u dodavanju izvesnom broju serija proba tog soka sve većih količina kreča, a svakom pojedinom članu svake serije sve većih količina sumpor-dioksida; što se zatim izvrši odabiranje one probe u kojoj je taloženje bilo najbrže a preostala tečnost najsvetlijia, što se tako odabrana proba ili probe isprobaju u pogledu rastvorljive alkalnosti, što se nanovo doda mala količina kreča razblaženim delovima preostalog dela izabrane probe, što se utvrđi vidljiva čistoća filtrata dobijenih od svake od tih proba i što se tako utvrđene optimalne količine kreča i sumporovog dioksida primenjuju pri tretiraju glavne količine šećernog soka (zagrejanog do 85°C), što se tako tretirani sok filtruje i tretira sa ugljenim oksidom tako da se dovede

rastvorljiva alkalnost tečnosti na optimalnu tačku pre koncentracije posle čega se izvrši ponovno filtriranje.

11. Postupak za prečišćavanje sokova šećernih fabrika i rafinerija prema zahtevu 1, naznačen time, što obuhvata stupanj probe šećernog soka, koji se sastoji u dodavanju jednoj seriji proba tog soka sve većih količina kreča, što se prema brzini taloženja i čistoći preostale tečnosti nad talogom odabere optimalna količina kreča, što se odabere proba, u kojoj se izvršilo optimalno taloženje, što se ta odabrana proba isprobava u pogledu rastvorljive alkalnosti, što se preostalim i razblaženim delovima te probe dodaju naknadno male količine kreča i pri tome zabeleži ona proba, kod koje se pokaže najveće povećanje u vidljivoj čistoći, i što se glavna količina šećernog soka tretira sa optimalnom količinom kreča utvrđenom pomoću gornjih proba, što se sok zagreje i filtruje, što se profiltrovani sok dovede do optimalne rastvorljive alkalnosti, posle čega se izvrši koncentracija.

