

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 89 (1)



INDUSTRISKE SVOJINE

Izdan 1. Oktobra 1930.

PATENTNI SPIS BR. 7405

Société Anonyme dite: Brevets Etrangers Lefranc & Cie., Paris.
(Pronalazači: Edouard Desparmet, Roger Wormser i Raoul Haudiquet, Paris).

Poboljšanja u postupku za pripremanje šećera sposobnih za vrenje, hidrolizom celuloznih i skrobnih materija.

Prijava od 29. juna 1929.

Važi od 1. marta 1930.

Traženo pravo prvenstva od 13. jula 1928. (Francuska).

Poznato je, da se čista celuloza (pamuk) ili nečista (strugotine, iverje) može hidrolisati pod uticajem izvesnih tela, naročito kiselina, da bi se pretvorila u tela sposobna za vrenje (koja pripadaju klasi šećera ili su istoj bliski) i naročito u glikozu.

Kao sirovina uzimala se ona, koja je nudjena po najnižoj ceni (strugotine, iverje). Ali do sada su šećerisanje (saharifikacija) celuloznih materija i upotrebljeni načini rada davali nesigurne rezultate. Pronalazači su u opšte tako radili, da su celulozne materije dovodili u kontakt sa hidrolišućim kiselinama, za vreme od 20 do 90 minuta i preko toga, pod pritiscima od 4 do 8 kgr. Dobitak u šećeru nalazio se između 15 i 25%.

Predmet ovog pronalaska je poboljšan postupak za pripremanje šećera, sposobnih za vrenje hidrolizom celuloznih i skrobnih materija, sa kojima se dobija povećani priнос šećera, koji prolazi 30 do 35%. Ovaj postupak sačinjava industrisku primenu pronalaska prijavioca, koji je našao:

Da su dobitci u šećeru i drugim telima sposobni za vrenje, složena funkcija vremena, temperatura, pritiska, pod kojim se radi, i koncentracije sredine u pogledu hidrolišućih kiselina.

Rezultati su u toliko bolji, u koliko je

pritisak veći i u koliko je kraće vreme dodira kiselina (ili drugih hidrolišućih agenasa), t. j. užeto između 1 i 15 minuta.

Prijavioc je slavno, našao, da:

a) Upotrebljena čista ili nečista celuloza biva delimično napadnuta od prvog hidrolišućeg rastvora pod pritiskom od 3 do 8 kgr i taj rastvor samo udvostručuje najtrostnije polisaharide (klasa a), dajući ograničenu količinu šećera, koja se ima izvući odmah, da bi se izbeglo njihovo uništanje produženim dejstvom kiselina pod pritiskom.

b) Čvrst telog celuloze, koji još ostaje posle prvog tretiranja, stavlja se u dodir sa drugim hidrolišućim rastvorom na povećanoj temperaturi i pod većim pritiskom, na pr. između 8 i 12 kgr, za vreme od 15 minuta, de bi se polisaharide klase b stavili u šećer.

U ovom izvodu izraz „polisaharidi klase a“ označuju polisaharide, koji se najlakše hidroliš pod slabim pritiskom (manjim od 8 kgr), a „polisaharidi klase b“ su oni, koji, pošto nisu napadnuti pod ranijim uslovima, obrazuju bar šećer sa većim pritiskom (između 8 i 12 kgr).

Postupak po pronalasku odlikuje se u glavnom time, što se saharifikacija celuloze (ili drugih materija, koje sadrže celu-

lozu u čistom ili nečistom obliku) vrši u dva uzastopna radna vremena na temperaturama i pritiscima, koji raste od prvog do drugog vremena.

Prvi primer: Saharifikacija u dva radna vremena isključivo celulozne materije:

Prvo radno vreme.

U kočao za kuvanje pod parom, koji je prvenstveno snabdeven mešalicom i podešen za pritisak od 16 kgr, unosi se smeša od: 400 delova strugotine od drveta sa 50% vlage, (od topole, jelovine).

400 delova vode, koja sadrži u rastvoru 15 delova sumporne kiseline od 66° Bé.

Mešajući, zagreva se sve ovo na 100° pomoću dvojnog dna ili vijugavim cevima, zatim, mešajući jednako, i pošto je aparat hermetički zatvoren, uvodi se živa suva para u aparat, dok se ne dobije željeni pritisak, na pr. 8 kgr. Vreme dodira računa se tačno od onog trenutka, kada je dostignut željeni pritisak i održava se za ograničeno vreme, vrlo kratko, na pr. 3 minuta (vrlo kratko vreme naziva se kad ne prelazi 15 minuta). Pošto je proteklo to vreme, para se ispušta i, što je moguće brže, izvlači se dobiveni rastvor šećera, kroz filter, a zaostala strugolina ostaje po mogućnosti u aparatu. Dobitak u ovom prvom vremenu je od 24% obrazovanog šećera u odnosu prema uvedenoj težini suve strugotine.

Drugo radno vreme.

U aparat, koji sadrži zaostale strugoline iz prethodnog radnog vremena, uvodi se:

400 delova vode i

20 delova sumporne kiseline na 66° Bé i posle zatvaranja aparata zagreva se ponovo, kao što je gore rečeno, održavajući za vreme od 5 minuta pritisak od 12 kgr.

Dobit ove druge faze je od 11% u šećeru, računajući od prvobitne suve strugotine. Ova dobit, dodata prethodnoj, daje ukupnu dobit od 35% u šećeru, sposobnom za vrenje, u odnosu prema suvoj upotrebljenoj strugotini.

Zaostala strugotina, iz drugog radnog vremena, pojavljuje se pod veoma naročitim izgledom „potpuno rasprašena“.

Drugi primer: Saharifikacija isključivo celulozne materije:

Uvodi se:

600 delova vlažnog iverja sa 50% vode, 400 delova vode

20 delova sumporne kiseline od 66° Be.

Prvo vreme.

Za vreme od 15 minuta održava se pritisak od 4 kgr. Dobitak u ovom vremenu je 18%. Zaslavljeni sok odvaja se filtriranjem kao što je gore navedeno.

Drugo vreme.

Dodaje se:

500 delova vode

25 delova sumporne kiseline od 66° Bé.

Dobit ovog drugog vremena je 10%, dakle ukupno 28% šećera povoljnog za vrenje, u odnosu na suvu strugotinu.

Iz ova dva primera vidi se, kada se radi sa kratkim vremenima i pod povećanim pritiscima, da se dobija bolja dobit.

Vađenje šećera koji ostaje u strugotini.

Posle drugog vremena izvlači se celokupna strugolina se ispira, da bi se izvadio zaostali šećer. Na kraju se dobija sok, koji sadrži 30 do 45 gr šećera u litru i ovaj šećer može previrati, pošto se izlaže pogodnom čišćenju, krečnom ili drugom, sa ili bez karbonisanja.

Primena na šećeraste celulozne materije.

Ovaj postupak se može primeniti i kada celulozne sirovine sadrže šećer.

Poznato je, da mnoge materije, koje služe za izvlačenje šećera, ostavljaju zatim lignocelulozni ostatak, koji industrijski nije upotrebljiv. To važi za rezance od repe, ostatak od šećerne trske itd.

Postupak po pronalasku može biti primenjen na celulozne ostatke, koji ostaju po vađenju šećernih materija, ili neposredno na sirovine, koje sadrže šećer.

Treći primer: Saharifikacija u dva vremena šećerne sirovine, čiji je šećer prvobitno izvađen.

U aparat se uvodi:

600 delova zaostataka od šećerne trske, krupno iseckane,

400 delova vode,

15 delova sumporne kiseline od 66° Bé.

Prvo vreme.

Za vreme od 15 minuta izdržava se pritisak od 5 kgr. Izdvajanje šećernog soka vrši se filtriranjem, kao što je gore navedeno.

Drugo vreme.

Uvodi se:

400 delova vode,

20 delova sumporne kiseline od 66° Bé, za vreme od 5 minuta održava se pritisak od 10 kgr. Za oba vremena dobija se dobit od 37% šećera. Upotrebljeni ostatak imao je prvobitno 2%.

Među sirovinama, koje se mogu odmah upotrebiti i sadrže odjednom šećer i celulozu, veliku važnost imaju roščici, koji se nalaze u većim količinama u izvesnim predelima. Poznato je, da ova materija sadrži veći deo šećera i dosta celuloze, pomešane sa dekstrinima, bojadišćim materijama, taninima, slobodnim organskim kiselinama. Ova tela ne mogu se industrijski

upotrebiti i teško se izdvajaju pod običnim uslovima tretiranja.

Goreoznačeni načini rada potpuno su primenljivi na ovu materiju, bilo posle izdvajanja šećera, bilo na sirovinu. Primera radi, može se raditi na ovaj način:

Četvrti primer: Saharifikacija u dva vremena šećerne sirovine sa docnjim izdvajanjem obrazovanog šećera.

U aparat se unose roščići, odvojeni od zrna i isitnjeni.

Prvo vreme.

Unosi se:

300 kgr. roščića,

600 kgr. vode,

5 kgr. sumporne kiseline

za vreme od 15 minuta zagreva se pod pritiskom od 3 kgr.

Dobit u šećeru iznosi ukupno 48%, i to 43% šećera, koji je postojao u roščićima, i 5% šećera, koji se obrazuje od dekstrina i celuloze, koji postoji u roščićima.

Filtriranjem se ispušti voda i kako je količina izvađenog šećera znatna, može se zaostatak isprati u aparatu pre nego što se izloži drugom radnom vremenu.

Drugo vreme.

Pošto je u prvom vremenu znatno smanjena količina materije, uzima se zajedno:

600 kgr. izvučenih roščica,

400 kgr. vode,

20 kgr. sumporne kiseline od 66° Bé.

Za vreme od 5 minuta zagreva se pod pritiskom od 10 kgr. U drugom vremenu izvlači se još 10% obrazovanog šećera, filtrira se i ispira kao ranije.

Primena na skrobne celulozne materije.

Način rada po pronalasku primenjuje se isto tako i na celokupnu saharifikaciju sirovina, koje, osim celuloze, sadrže skrobne proizvode, kao zrnevље, manijok (*Jatropha manihot*). Rad se izvodi prema sledećem primeru, da bi se dobile materije, sposobne za vrenje, sa najvećom dobiti.

Peta primer: Saharifikacija u dva vremena celuloznih i skrobnih materija.

U aparat se unosi:

300 kgr. brašna od manijoka,

600 kgr. vode,

15 kgr. hlorovodončne kiseline od 21° Bé.

Za vreme od 15 minuta zagreva se pod pritiskom od 3 kgr. Zatim se odvaja obrazovani šećerni sok, i droždina se čuva za drugo radno vreme.

Drugo vreme.

Prednji ostaci ukupno se izmešaju u sledećoj razmeri:

600 kgr. vlažnih ostataka

600 kgr. vode i

60 kgr. hlorovodončne kiseline od 21° Bé.

Za vreme od 5 minuta zagreva se pod pritiskom od 12 kgr. Dobija se 10% šećera prema suvom ostašku, upravo otprilike 30 kgr šećera za ovu drugu operaciju.

Opšta obeležja.

Makakva bila upotrebljena sirovina ili usvojeni način rada, primenjujući postupak po pronalasku, dobijaju se na kraju:

a) šećerni rastvor, koji sadrže materije, sposobne za vrenje,

b) ostanak, koji se ne može šećerisati i ne sadrži više šećerne ili skrebne celulozne materije.

Tako dobiveni rastvori materija, sposobnih za vrenje, izlazu se postupanju, kome je cilj izdvajanje nečistoča, kao što su pektinske materije (biljne pitije), tanini, gume itd. Ova tela mogu biti ponovo dobivena ili ne i pomenuto prečišćavanje vrši se krečnim postupanjem ili makavim drugim, fizičkim ili hemiskim postupkom.

Posle prečišćavanja smeša se učini kiselom, neutralnom ili bazisnom, prema fermentaciji, koja se želi dobiti (alkoholno, acetonsko ili masleno vrenje).

Po sebi se razume, da postupanje prevrelih sokova varira sa proizvodom, koji se želi dobiti.

Ostatak, koji se ne može šećerisati, može se prema slučaju upotrebiti:

za stočnu hranu (ostatak šećerne trske, roščića);

za izradu kalupljenih predmeta (drvene strugoline);

za karbonisanje ostataka u drveni ugalj (ostaci iverja i drugo).

Agensi hidrolize. — Hidroliza se može izvesti sa organskim ili neorganskim telima, naročito sa kiselinama fluorovodončnom, hlorovodončnom, bromovodončnom, jodovodončnom, sumpornom, azotnom, fosforom, oksalnom itd., sa disulfatima, fosfatima kiselinom itd.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za pripremanje šećera, sposobnih za vrenje, hidrolizom celuloznih ili skrobnih materija ili proizvoda, koji sadrže slične materije, naznačen time, što se hidroliza celuloznih materija vrši u kiselini u dva radna vremena, t. j. pomoću dva uzastopna postupanja, pomoću kojih se obrazovani šećerni rastvor izvlači gotovo najviše iz reakcione sredine i iz aparata, u kome se pojavljuje šećer.

2. Postupak po zahtevu 1 naznačen time, što se dve uzastopne hidrolize vrše u vrlo krakom vremenu, koje varira od 1 do 15

minuta, pod određenim pritiscima, koji variraju od 3 do 12 kgr. i preko toga, pri čem je vreme uvek u odnosu sa pritiskom.

3. Postupak pa zahtevu 1 i 2 naznačen time, što se za ove dve hidrolize prvo radno vreme vrši pod vrlo slabim pritiskom pare između 8 i 3 kgr., dok se drugo vreme vrši pod povećanim pritiskom pare između 12 i 8 kgr., pri čem najkraće vreme odgovara najvećim pritiscima.

4. Postupak po zahtevu 1, 2 i 3 naznačen time, što se uzimaju materije, koje osim celuloznih materija, sadrže skrobne ili šećerne materije, i koje, posle tretiranja, povećavaju sadržinu šećera u dobivenim sokovima.

5. Postupak po zahtevu 1 do 4 naznačen time, što se amidoni ili prirodni šećeri izdvajaju pre saharifikacije celuloze.