

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5)

Izdan 1 oktobra 1932.

## PATENTNI SPIS BR. 9127

**Dr. Fodor Otto, inženjer-hemičar, Veliki Bečkerek, Jugoslavija.**

Postupak za dobijanje i koncentriranje mirišljavih i ukus dajućih materija iz njegovih rastvora i mešavina.

Prijava od 14 marta 1931.

Važi od 1 oktobra 1931.

Novi postupak za dobijanje buketnih materija osniva se na tome, da se bez ili uz poznate destilacione postupke, mirišljavi ili ukus dajući sastojak nekog rastvora ili neke mešavine pomoću adsorpcionih sredstava čvrsto drži i u trgovinu donosi, i to prema željenom krajnjem produktu, ili se izolira ili dalje obrađuje.

Poznato je uklanjanje rđavih sporednih mirisa i katalitično oplijemnjavanje pomoću adsorpcionih sredstava uz moguću najveću štednju originalne buketne materije. Ovome nasuprot ovaj pronalazak ima za cilj radikalno uklanjanje celokupne buketne materije iz njenih medija.

Izvlačenje mirisnih i ukus dajućih materija vrši se osim sa uobičajenim rastvorim sredstvima ili njihovim parama, specijalno kod alkoholnih tečnosti sa alkoholom visoke vrednosti, dobijenim iz njih samih ili sa njihovim parama.

Izloženi postupak vrši se u uređaju, čija je šema predstavljena na priloženom nacrtu.

Adsorpcioni proces se vrši poglavito u aparatu A, koji se sastoji od kazana sa mešalicom, zvonom, lulom i rashlađivačem T (kondenzatorom), a snabdeven je osim toga vakuumskom i kompresionom spravom U. Isti se može upotrebiti i za destilaciju aromatičnih komina, droga, cvetova, alkoholi i t. d. Polazni materijal i potrebna količina adsorpcionog sredstva se unosi u aparat A i postupa se hladno ili toplo uz stalno mešanje, eventualno pod pritiskom ili u vakuumu. Upotrebljavaju se organska i neorganska adsorpciona sredstva,

kao aktivni ugljeni, aktivni silikagel, aktivna ilovača i t. d. ili njihove mešavine, u promenljivim srazmerama od 0.1 do 30%, a u slučaju potrebe i više u odnosu na količinu polaznog materijala. Najpovoljnija količina iznalazi se prethodnim pokušajima. U kazan se eventualno stavlja i manja količina teško isparljivog rastvornog sredstva. Posle izvršene adsorpcije tečnost se pumom B poliskuje u filter C, koji se parom može grejati iz parnog postrojenja odn. kazana S.

Filter C zadržava fino praškavito adsorpciono sredstvo bez ostatka. Buketnom materijom zasićeno adsorpciono sredstvo obrađuje filter C, kroz koju otiče tečnost, oslobođena arome u rezervoar D. Iz ovoga se dezaromatizirana tečnost, prema tome čemu treba da služi, uzima ili se cevastim sprovodnicima privodi drugim aparatima.

U slučaju da je ta dezaromatizirana tečnost alkoholna, njome se puni destilacioni aparat E, koji omogućava, da izdestiliramo alkohol takve jačine, kakva odgovara našem cilju. Naročita je novost ovde to, da pri postupku dobiveni visokoprocentni alkohol upotrebimo za izvlačenje adsorpcionog sredstva, zasićenog buketnim materijama, koje se nalaze u filtru C.

Toga radi se u rezervoaru F destilacionog aparata E skupljeni visokoprocentni alkohol, prevodi pomoću pumpe P u parom zagrevani zagrevač G. Ovde se može alkohol ili drugo rastvorno sredstvo zagrijati na proizvodnju temperaturu ili ispariti i pomoću pumpe ili injektora N kroz filter

C potisnuti, koji se zagreva parom. Tako se iz adsorpcionih sredstava izvlače u njemu adsorbirane mirišljave i ukus dajuće materije. Toplo ekstrakciono sredstvo može se i vakuumom ili pritiskom pritiskivati kroz filternu pogaču, koja se nalazi u filtru C. Stoga je vakuum i kompresiona pumpa U spojena sa rezervoarom I u cilju stvaranja podpritiska, a sa zagrevačem G u cilju stvaranja nadpritiska. Topli rastvor buketne materije napušta filter C kroz rashlađivač H i rashlađen dospeva u rezervoar I. Ovaj se proces izvlačenja ponavlja sve dok god proba ne pokaže potpuno iscrpljenje buketnih materija filterne pogače. Dogod filterna pogača aktivno deluje, dotle se ponovo upotrebljava, stoga se iz kazana može privoditi pumpom B sveži polazni materijal. Kad filterna pogača prestane biti aktivna, ona se uklanja i alkohol se eventualno destiliše.

Za koncentraciju alkoholnog rastvora karakterističnog buketnog materijala služi rektifikacioni aparat K. Njegov kazan puni se pumpom R iz rezervoara I. Kog pažljive rektifikacije uz jaku deflegmaciju dobija se u rezervoaru rektificirano čisto rastvorno sredstvo, a u kazanu aparata kao ostatak karakteristične mirisne i ukus dajuće materije prerađenog polaznog materijala. Ove se mogu ispustiti iz kazana na slavinu, predviđenu u njemu. Predestilirano rastvorno sredstvo u rezervoaru L može se upotrebiti za ponovno izvlačenje adsorpcionog sredstva u filtru C. Stoga je rezervoar L spojen cevju sa zagrevačem G i pomoću pumpe M mu se privodi rastvorno sredstvo.

Rastvor ili mešavina buketnih materija, koje treba dobiti, bogati se po mogućnosti buketnim materijama pre ili za vreme postupanja sa adsorpcionim sredstvom. Ovo se može vršiti frakcionom destilacijom, eventualno uz upotrebu pritiska, vakuuma, smrznjavanja ili jakim razređivanjem polaznog materijala, kao i sličnim merama u aparatu A. Tok adsorpcionog procesa kontroliše se probama. Ako proba pokaže posle prolaza kroz aparat C još buketiranih materija, to se povećava količina adsorpcionog sredstva u aparatu A za vreme adsorpcionog procesa dotle, dok god buketni materijal iz tečnosti potpuno ne nestane. Mogu se uvek prema prirodi i osobinama polaznog materijala primeniti vrlo velike količine adsorpcionog sredstva u do sada nepoznatim srazmerama. I ovaj postupak omogućava potpuno dobijanje traženih buketnih materija. Opisane mere mogu se u radnom procesu i kombinovati prema potrebi, da bi se postigla brza i kvantitativna adsorpcija.

Koncentracija, u kojoj želimo da dobijemo buketne materije, može se kod rektifikacije rastvora istoga aparata K tačno odmeriti tako, da se više ili manje rastvornog sredstva izdestilira. Ostatak buketne materije u kazanu K je koncentrat poznate količine aromatičnog sirovog materijala. Stoga je moguće buketni materijal udesiti odn. dozirati odgovarajući cilju upotrebe. Dobivena buketna materija može se upotrebiti za bezalkoholna i alkoholna pića. U slučaju preduzimanja razređivanja buketne materije alkoholne tečnosti isključivo se upotrebljavaju dobijene frakcije, da bi se sačuvala originalnost sastava novoga proizvoda. Usled toga je moguće i kod rakija najveće sadržine alkohola stvarno uvek donositi u obit pravi alkohol deklariranog porekla, odgovarajući zahtevima raznih ovdašnjih i inostranih zakona o životnim namirnicama i o vinu.

Na izloženi način dobijeni buketni materijali mogu se upotrebiti i za druge ciljeve, ako ih izmešamo sa industrijskim spiritusom i vodom.

Ako bi kroz filter C prvi put protekla dezaromatizirana tečnost, imala još dragocnog buketnog materijala, što bi se utvrdilo probom, tada se ona iz rezervoara D pumpom privodi aparatu A i podvrgava se novom postupanju eventualno uz dodatak svežeg adsorpcionog sredstva. Tome sleđuje opet filtriranje kroz filter C, u kojem od prvog postupanja već nalazeća se adsorpciona masa može da utiče ponovo adsorbirajući na tečnost. Ponavljanjem ovoga postupka može se postići dobijanje buketne materije bez ostatka. Adsorpciono sredstvo, koje je primilo buketne materije može se upotrebiti direktno kao trgovački proizvod, pošto se mirišljave materije drže i ne vetre bez naročito uzroka.

Usled koncentracije buketne materije na razlomak zapremine polaznog materijala, prirodno je da ostaju u toku postupka kod alkoholnih tečnosti velike količine sporednih proizvoda, koji usled njihove alkoholne sadržine imaju značaj za ekonomičnosti postupka.

Kako dezaromatizirana alkoholna tečnost, tako i u aparatima E i K dobivene razne frakcije, mogu posle mešanja uz pridržavanje izvesnih podrumarskih pravila da se upotrebe kao rakije za piće ili za druge ciljeve. Ovi sporedni proizvodi mogu se eventualno izmešati sa originalnom rakijom. Kod jako aromatičnih rakija moguće je adsorpciju tako odmeriti, da se pored dobijanja buketne materije, zaostaloj rakiji ostavlja još dovoljno mirišljave i ukus dajuće materije, da se ona može donositi u trgovinu uz oznaku prava porenka.

### Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobijanje mirišljavih i ukus davajućih materija bez ostataka, naznačen time, što se rastvori ili mešavine takvih materija podvrgavaju kombinovanoj preradi pomoću adsorpcionih, destilacionih i ekstrakcionih procesa, za čije se izvođenje upotrebljava agregat aparata, koji se sastoji u glavnom od autoklava ili kazana (A) sa mešalicom i destilacionom spravom, i od vakuum i kompres-pumpe (U) od filtra (adsorbera C) od dva destilaciono rektificirajuća aparata (K, E) zagrevača (G) rastvornog sredstva, parnog kazana (S) i pomoćnih aparata, u jednom radnom postupku.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se ponavljanom adsorpcijom aromatične tečnosti pomoću poznatih adsorpcionih sredstava, kao što je aktivan uglj, aktivan silikagel, aktivna ilovača i t. sl. adsorpciona sredstva, ili njihovim mešavinama u odgovarajući prilagođenim količinama, eventualno uz dodatak male količine teško isparljivog rastvornog sredstva, ponavljanjem ekstrakcije adsorpcionog sredstva obogaćenog buketnom materijom, rastvornim sredstvima ili njihovim parama, postiže dobijanje celokupne buketne materije bez ostataka.

3. Postupak po zahtevima 1 i 2, naznačen time, što se obogaćenjem traženog materijala iz polaznog materijala pomoću destilacije, primenom pritiska ili vakuuma, smrznjavanjem, jakim razređenjem i sličnim merama, kao i povećanjem adsorpcionog sredstava za vreme adsorpcionog postupka, preduzima naročito energično postupanje polaznog materijala, i da se ove mere u jednom procesu mogu međusobom kombinovati.

4. Postupak po zahtevima 1—3, naznačen time, što se kod alkoholnih polaznih materijala dobiveni koncentrirani buketni materijal meša sa drugim frakcijama istoga alkohola ili sa industriskim špiritusom i vodom u celishodno odgovarajućim količinama.

5. Postupak po zahtevima 1—3, naznačen time, što se dezaromatizirane i eventualno rektificirane frakcije mešaju sa rakijama za piće bogatim buketnim materijama, ali koje nisu bile izlagane adsorpciji.

6. Postupak po zahtevima 1 do 3 ili 5, naznačen time, što se odsorpcija buketnih materija opisanom aparaturom prekida tako, da je u rakiji ostala količina buketnih materija ipak još karakteristična za tip odnosne rakije.





