

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 55 (3).

IZDAN 1 JUNA 1940

PATENTNI SPIS BR. 15694

Contardi Angelo i Ciocca Baldo, Milano, Italija.

Postupak za ekstrakciju celuloze iz stabljika kukuruza i drugih sličnih vegetacija.

Prijava od 19 juna 1937.

Važi 11 avgusta 1939.

S obzirom na veliku svetsku rasprostranjenost odgajivanja kukuruza, čije stabljike nisu još našle znatnu upotrebu u poljoprivrednoj ekonomiji, očigledno je, da bi se mogle postići znatne koristi upotrebom stabljika za izradu vrednosne celuloze. U celom svetu se može računati da ima oko 150 miliona tona godišnje stabljika, pošto težina stabljika sušenih na vazduhu predstavlja 150% težine zrna.

Dva postupka su poznata za ekstrakciju celuloze: tretiranje u alkalijama i tretiranje u kiselinama. Iz drveta se može u opšte dobiti vrednosna celuloza, bilo tretiranjem samo u kiselinama (koncentrisani rastvori bisulfita), bilo tretiranjem samo u alkalijama (koncentrisani rastvori natrium hidroksida). Ova pojedinačna tretiranja ne bi dala nikakve zadovoljavajuće rezultate, kad bi se primenila kod stabljika kukuruza ili drugih sličnih godišnjih biljaka, pošto kod ovih treba iskuvavanjem odstraniti dve vrste materije, od kojih se jedna može odstraniti samo alkalnim, a druga samo kiselim tretiranjem.

Pronalazak se osniva na saznanju činjenice, da svaki od ovih postupaka ostavlja u dobivenoj celulozi izvesnu kategoriju škodljivih nečistoća, koje bi se mogle ukloniti samo onim drugim postupkom, međutim ovaj bi postupak opet ostavio izvesne nečistoće one druge kategorije. Prema tome, samo se kombinacijom obeju poznatih metoda u jedan postupak mogu postići željeni rezultati.

Pronalazak se sastoji bitno u jednom postupku za ekstrakciju vrednosne celu-

loze, koja sadrži veliki procenat alfaceluloze i mali procenat pepela, podesne za nitriranje i za veštačku svilu, pomoću jednog postupka, koji obuhvata dva sukcesivna tretiranja: jedno u kiselinama, drugo u alkalijama.

Predmet pronalaska je ekonomičan postupak, pomoću koga se može ekstrahovati iz stabljika kukuruza celuloza sa sadržinom od preko 90% alfa-celuloze i sa vrlo malo pepela. Organske i neorganske strane materije, koje se nalaze u stabljikama pored alfa-celuloze, teško se odvajaju uobičajenim postupcima samo kuvanjem u kiselinama (bisulfitima kalciuma, natriuma, magnezijuma, eventualno međusobno pomešanim) ili samo kuvanjem u alkalnim rastvorima (sa natrium hidroksidom), čak i ako se ovi reaktivi upotrebe u jako koncentrisanom stanju.

Postupak prema pronalasku osniva se na konstataciji, da se materije, koje obrazuju koru oko alfa-celuloze ili koje su za nju vezane, mogu lako i praktično potpuno odvojiti, ako se stabljike dva puta uzastopce kuvaju, jedanput u kiselinama, a drugi put u alkalijama, upotrebljavajući pri tome jako razblažene rastvore primenjenih reaktiva. Procenat potrebnih reaktiva u pogledu na težinu stabljika za obrađivanje toliko je mali, da postupak dvostrukog kuvanja postaje vrlo ekonomičan.

Ova dva sukcesivna i neophodna tretiranja moraju se izvršiti sa rastvorima, koji su znatno razblaženiji nego li kod poznatih postupaka, kako se ne bi razorio jedan deo postojeće alfa-celuloze. U tome se na-



lazi još jedna bitna razlika ovog postupka prema do sada poznatim postupcima, pošto se tretiranjem sa jako razblaženim rastvorima ne rastvaraju inkrustovane materije, već se samo odvajaju od vlakana alfa-celuloze i pretvaraju u vrlo fini prah, koji se mora ukloniti mehaničkim putem pranje. Pri tome se koristi okolnošću, da su zrna inkrustovanih materija dovoljno mala, da mogu lako da prođu kroz petlje običnih cilindara za pranje, dok se vlakna celuloze zadržavaju.

Prema pronalasku tretiraju se stabljike kukuruza i drugih analogih biljaka prvo u zatvorenom sudu pod pritiskom od 4 atmosfere, sa razblaženim rastvorom, koji sadrži manje od dva procenta bisulfita kakvog alkalnog ili zemnoalkalnog metala, dok se ne postigne potpuno razaranje stabljike u obliku testa. Ovo se testo zatim pere u vodi i luži, takode u zatvorenom sudu pod pritiskom i na temperaturi, koja ne prelazi 130° C, sa razblaženim rastvorom nekog hidroksida, na pr. natrium hidroksida, čija količina ne prelazi 3% količine tretiranog materijala i koji je rastvoren u velikoj količini vode.

Primer. 100 kg prethodno usitnjenih i ispranih stabljika, tretiraju se sa 500 do 600 litara 1,5% rastvora natrium bisulfita, odn. koncentracije 1 Bé, za vreme od oko 10 časova u autoklavu pod pritiskom od 4 atm. Materijal se zatim izvadi, odvoji od tečnosti, sitni i brižljivo pere. Ovako dobivene celuloze može već da sadrži preko 80% alfa-celuloze i mogla bi se upotrebiti bez daljeg, ili posle uobičajenog beljenja, u industriji hartije. Ali, da bi se povećala sadržina alfa-celuloze i smanjila količina pepela, dovoljno je da se ovakvo tretirani materijal, dok je još mokar, prenese u drugi autoklav, u kome se greje sa rastvorom natrium hidroksida, koji sadrži otprilike 3 kg. NaOH, za vreme od 5 do 6 sati, pod pritiskom od 2 do 3 atmosfere. Isto ovoliko obogaćenje može se postići, ako se ekstrakcija vrši na hladno ili na toplo, pod običnim pritiskom, ali upotrebom jače koncentrisanih rastvora natrium hidroksida. U svakom slučaju dobivena masa podvrgava se običnim postupcima pranja, beljenja i neutralisanja.

Za napred pomenuto tretiranje u alkalijama može se eventualno upotrebiti i kaustična soda „ex veštačka svila“, koja omogućava takode i spravljanje natrium bisulfita.

Celuloza dobivena posle tretiranja u alkalijama vrlo je otvorene boje, pa je sledstveno dovoljno upotrebiti za njeno beljenje manju količinu aktivnog hlora. Ova celuloza sadrži preko 90% alfa-celuloze i ima sve potrebne karakteristike za upotrebu u industriji viskoze. Ako se količine reaktiva malo povećaju ili ako se kuvanje produži, može se dobiti celuloza, koja sadrži preko 95% alfa-celuloze, tako da se može nitrirati. Pri sušenju na vazduhu dostiže prinos u celulozi 35% tretiranog materijala. Veliki uspeh opisanog postupka dolazi otuda, što tretiranje u kiselinama napada materije, koje stvaraju koru oko alfa-celuloze, tako da ove postaju delom rastvorne u vodi za pranje, a delom se, lako odstranjuju naknadnim tretiranjem u alkalijama, čak i kad su vrlo slabe. Sledstveno se ovaj postupak može naravno upotrebiti za tretiranje svih biljnih proizvoda u kojima obrazuju koru oko alfa-celuloze supstance analoge onima, koje postoje u stabljici kukuruza, kao na pr. u stabljikama sarazinskog žita, sorga, šećerne trske, alfi sparte, bambusove trske, trske, u kudeljnom korenu, u lišću palmi i t. sl.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za ekstrakciju celuloze sa velikom sadržinom alfa-celuloze i malom sadržinom pepela iz stabljika kukuruza i drugih analogih biljaka naznačen time, što se stabljike kukuruza i sl. sukcesivno tretiraju dva puta pod pritiskom i to, prvo u zatvorenom sudu, pod pritiskom od 4 atm. sa razblaženim rastvorom kakvog bisulfita, dok se ne postigne potpuno razaranje stabljike u obliku testa, a zatim se pere u vodi i tako dobiveno testo luži, takode u zatvorenom sudu pod pritiskom i na temperaturi koja ne prelazi 130° C sa razblaženim rastvorom nekog hidroksida.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se razaranje testa od stabljike kukuruza i sl. vrši pomoću rastvora, koji sadrži manje od 2% bisulfita kakvog alkalnog metala.

3. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se razaranje testa od stabljika kukuruza i sl. vrši pomoću rastvora koji sadrži manje od 2% bisulfita kakvog zemnoalkalnog metala.

4. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se sukcesivno luženje vrši pomoću kaustične sode čija količina ne prelazi 3% količine tretiranog materijala i koja je rastvorena u velikoj količini vode.