

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

KLASA 29 (2)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 15. DECEMBRA 1923.

PATENTNI SPIS BR. 1580.

Prof. Dr. Bruno Posanner von Ehrenthal, Göthen-Anhalt, Nemačka.

Postupak za spravljanje celuloznih vlakana, koja se mogu lako beliti i upotrebiti u predionicama pamuka kao zamena za pamuk.

Dopunski patent uz osnovni patent br. 1476.

Prijava od 29. marta 1921.

Važi od 1. aprila 1923.

Najduže vreme trajanja do 30. septembra 1937.

Pravo prvenstva od 24. novembra 1919. (Nemačka).

Do sada poznati i primenljivani postupci i metode rastavljanja biljnih vlakana i otpadaka, kao slame, lanenog i kudelnog semena, jute, trske, koprive, agave, zelenih delova krompira (biljke), kore vrba i tome slično, na upotrebljiva vlakna za predivo, koja zamenjuju pamuk, počivaju na tome, što se dotični biljni delovi kuvaju sa raznim hemiskim agensima na višem ili manjem pritisku. Sa tim je gotovo uvek vezana još i ta nezgoda, što pored razlaganja u pojedine ćelije, nastupa jače ili slabije oštećavanje vlakna, što se ispoljava znatnim gubitkom u čvrstini, u većoj lomljivosti itd. Rastavljanju u pojedine ćelije kuvanjem i pritiskom, smetaju pri radu u veliko znatne teškoće, jer kod poznatih metoda rastavljanja ili ostaje rastavljanje nepotpuno ili nejednako, snopići vlakana ne razlažu se dakle potpuno u pojedine ćelije, ili, ako je to razlaganje potpuno, onda su pojedine ćelije usled hemiskog razlaganja nagrižene i postaju dakle lomljive i manje čvrste. Tome se ima još dodati, da se čak i kod najsavršenijeg razlaganja snopići ćelični u tkivu do duše olabave i vezivne materije idu u rastvor, ali se time još ne može postići potpuno izolovanje pojedinih ćelija, da se šta više razložena vlakna posle pranja i

sušenja često opet slepe u ćelične snopiće, te razloženi materijal sadrži pored nekoliko pojedinačnih ćelija više ili manje, velike i jake snopiće vlakana, koji otežavaju ili onemogućuju upotrebu dobijenih celuloznih vlakana u predionicama pamuka i preradu na uobičajenim mašinama za pređenje pamuka.

Kod postupka, koji počiva na datom pronalasku uspelo se, da se otklone te teškoće i da se iz pomenutih biljaka dobije takav vlaknast materijal, kod koga su pored najboljeg održavanja prirodne dužine i čvrstine pojedinih ćelija, snopići vlakana potpuno rastavljeni u pojedinačne ćelije i ove pojedinačne ćelije ostaju stalno izolovane, te se dobija takav vlaknast materijal, koji se i posle pranja i sušenja sastoji iz labavih, najfinijih pojedinih ćelija dužine 20—50 mm. te se dakle na običnim mašinama za pređenje pamuka može neposredno isprestati.

Ovaj postupak isključuje gore pomenuta oštećavanja time, što razlaganje biljnih materija, koje je podeljeno u pojedine faze, ne biva pod velikim pritiskom i na visokoj temperaturi, već u otvorenim sudovima u hladnoći, odnosno na relativno niskim temperaturama (30—50°C). Time je još i omogućeno bolje posmatranje po-

stupnog razlaganja i prekidanje toka reakcije uvek u najpovoljnijem momentu, još pre no što bi moglo nastupiti oštećavanje vlakna u čvrstini ili slične nezgode. Među pojedinim fazama shodno je umetnuti procese čišćenja i ispiranja, što još potpomaže i ubrzava razlaganje u pojedinačne ćelije, pri najvećem čuvanju vlakna.

Nov postupak izvodi se na sledeći način:

I. *Prethodno potapanje.* Sirovi ili mehanički pripremljen biljni materijal potopi se u vodu u otvorenim kadama, koje su snabdene napravom za izvrtnje ili tome slično i ostaje tu 3–6 dana na 30–50°C dok se po pojavljivanju gasnih mehura može poznati početak vrenja i delimično razoravanje tkiva, što je vezano s njim. Ova voda previranja otopi se sad i upotrebi se uvek ponova za potapanje svežeg materijala. Vlaknast materijal, koji preostaje u kadi ispira se, pa se zatim izvrtnjem sipa u reakcione sudove, koji se nalaze ispod kada i u njima se preduzme dalja prerada.

II. *Hidroliza.* Vlaknasti materijal digestira se sad slabim, vodenim rastvorima slobodnih (organskih ili neorganskih) kiselina ili kiselim solima tih kiselina i to nekoliko sati do dva dana na običnoj temperaturi ili na temperaturama od najviše 30–40°C. Time se postiže delimična hidroliza onih supstancu i tkiva (ligninmaterija, pektoze, kalciumovih soli pektingne kiseline, pentoza i t. d.) koji vezuju vlakna i ćelije i koji delom nemaju karakter soli ili estara. Ove inkrustirajuće supstance idu usled ovog litičnog razlaganja malim delom već sa samom hidralizovanom tečnošću u rastvor, dok se veći deo lako i potpuno rastvara usled hidralitičnog dejstva pri procesu razlaganja, koji sad nastupa i pri tome se ne smanjuje čvrstina mase, koju treba razložiti odnosno vlaknaste mase. Trajanje, temperatura i intenzitet toga hidrolitičnog dejstva, zavisi od toga, do kog je stupnja materijal pretvoren u drvo, ali su gotovo za sve svrhe dovoljni rastvori od 0,5–2% slobodne kiseline i temperature od najviše 40–50°C.

Ovaj proces isto tako kao i dole navedeni, mogu se preduzeti medj ostalim još i u fabrikama hartije i celuloze kod tamo uobičajenih sudova za kuvanje, koji se obrću odnosno izvrću.

Ako hidralizu treba izvršiti pri slabom zagrevanju, onda se toplota, koja je za to potrebna, proizvodi sagorevanjem velikih količina otpadaka ili strugotina, dobivenih mehaničkom preradom.

Kad bude hidrolitični proces završen, onda se kisela tečnost otopi i upotrebi za hidrolitično razlaganje svežeg, prethodno potopljenog materijala, dok se zaostali vlaknast materijal pere u kazanu, dovodeći neprestano svežu vodu i mešajući po potrebi ravnomerno i polako, sve dok voda, kojom se ispira, ne pokazuje više kiselu reakciju. Kad to ispiranje bude dovršeno, onda se u isti sud za razlaganje pusti tečnost za iduće razlaganje, koja dejstvuje na 40–50°C.

Tiče li se spravljanja najfinijih, potpuno izolovanih vlakana, to se pokazalo za shodno, da se hidrolizovan i ispran vlaknast materijal još nekoliko sati do dva dana izloži dejstvu podesnih organskih rastvornih srestava, pri čemu se mogu primenjivati i više temperature sve do 60–80°C, jer takva rastvorna srestva nemaju nikakvo štetno dejstvo na vlakno. Organska rastvorna srestva rastvore većim delom ona tkiva, koja su delimično hidrolizovana i olabavljena, drugi deo tih tkiva odvoji se od vlakana ali ostaje suspendovan i staloži se posle otakanja rastvornog srestva kao muljasta masa na dnu. Posle izvršene prerade otopi se rastvorno srestvo i destilacijom iz podesnih sudova ponova se dobije i prečisti, dok rastvorene i suspendovane supstance zaostanu kao talog. Onaj deo rastvornog srestva, koji posle njegovog odvajanja prijanja još za vlakna, dobija se ponova iz cedja, koji se upotrebljava pri naknadnom procesu razlaganja, i to bilo izdvajanjem, bilo destilisanjem, tako, da praktično nastupaju samo vrlo neznatni gubici u rastvoru om srestvu. Kao podesna rastvorna srestva upotrebljavaju se na primer etar, petrol-etar, alkoholi, ugljeniulfid, aceton, tetrahlormetan, petroleum i ugljovodonici i tome slično.

III. *Razlaganje.* Hidraliziran i brižljivo ispran vlaknast materijal, koji je eventualno prečišćen još i digestijom sa organskim rastvornim srestvima, podvrgne se sad jednom procesu, kojim se na najpažljiviji način postizava razlaganja, i vezivne supstance se potpuno odvoje od vlakna i rastvora, dok se istovremeno snopići i svežnji vlakana potpuno rastave u pojedinačne ćelije. Za tu svrhu nastaje sad u istom kazanu prerada vlaknastog materijala sa razblaženim alkalnim rastvorima (natrium hidroksid, soda, amonjedinjenja, krečno mleko i tome slično) na običnoj temperaturi ili zagrevajući slabo, (30–50°C) Primenjena obična temperatura,

slabo zagrevanje i koncentracija cedja za razlaganje, upravlja se prema svojstvu i stepenu zdrvenjavanja vlaknastog materijala. Oni se moraju izabrati tako, da se vlakna ne oštete i ne postaju lomljiva, ali da ipak biva razlaganje do pojedinačnih ćelija. Vreme razlaganja, koje je potrebno, varira prema sirovom materijalu između jednog i nekoliko dana. Dejstvo ovog alkalnog cedja, povećava se znatno dodatkom neznatnih količina podesnih organskih rastvornih sredstava (alkohol, ugljen-disulfid, aceton, petroleum i viši ugljovodonici i tome slično) koji se iz poslednjeg cedja ovog procesa izdvoje i ponova dobiju. Cedj za razlaganje može se ponova upotrebiti.

Laganim, periodičnim okretanjem kazana može se dejstvo povećati, postizuci na taj način bolje, potpunije razlaganje. Ovakvom preradom može se vlaknast materijal razložiti potpuno do pojedinačnih ćelija, i pojedine ćelije se mogu potpuno otkriti, te se inkrustirajuće i vezivne materije mogu potpuno izdvojiti.

Upotreba niske temperature i običnog pritiska, dozvoljava stalno kontrolisanje postupnog razvoja procesa razlaganja i prekidanje tog procesa u trenutku kad je postignut potreban stepen razlaganja, tako, da se uvek može izbegavati prekomerno hemisko dejstvo i time uslovljeno oštećavanje vlakna.

Posle odvajanja alkalnog cedja, mora se razloženi vlaknast materijal brižljivo isprati podesnim procesom ispiranja. Time se istovremeno postigne podela u pojedina vlakna.

Primenom procesa ispiranja po principu strujanja u suprotnom pravcu, nagomilava se hidroksid u vodama za ispiranje tako, da se one mogu ponova dovoditi u proces razlaganja.

Po nekad je podesno i potrebno izmeniti red do sada opisanih hemiskih procesa i time uticati na rezultat razlaganja.

Pokazalo se mdjutim, da se čak i kod najsavesnijeg procesa ispiranja organskih supstancica, koje su rastvorene u ostacima cedja, ne mogu potpuno isprati iz vlakana, već da se razložene pojedinačne ćelije posle sušenja ponova slepe i dobiju manje ili više karakter slame, tako, da su nepodesna za pređenje, jer ih mašine za prečišćavanje i prethodno pređenje nasilno moraju rastaviti i skratiti dužinu ćelija i usled te nezgode daju vlaknast materijal, koji je manje podesan za predivo. Zato je dakle potrebna dalja hemiska

operacija, koja je poznata pod imenom izolovanja.

IV. *Izolovanje.* Kao poslednji proces nastaje sad izolovanje dotle razloženog i ispranog vlaknastog materijala i to u tečnosti za izolovanje, u kojoj vlaknast materijal ostaje nekoliko minuta do nekoliko sati na običnoj temperaturi.

Kao podesna sredstva za izolovanje pokazala su se soli masnih i olefinskih kiselina, organske sulfonske kiseline, amidi, masne i olefinske kiseline i tome slično, koji se primenjuju kao vodeni rastvori ili emulzije raznih koncentracija. Dejstvo ovih tečnosti je verovatno dvostruko, jer se s jedne strane otklanjaju iz vlakana poslednji ostaci cedja za razlaganje, što se ispoljava jasnijom bojom vlaknastog materijala, pri čemu ostaci cedja prelaze u emulsiouu vodu, dok se s druge strane pojedine ćelije istovremeno natope odnosno omotaju izolacionim materijalom i na taj način se uspešno sprečava ponovno slepljivanje pojedinih ćelija za vreme procesa sušenja. Ovom preradom postaje vlakno odnosno ćelija istovremeno neobično gipko, meko i savitljivo i dobije na taj način osobine jednog materijala za predivo od velike vrednosti. Dalje preimućstvo ovog procesa izolovanja sastoji se još i u tome, da delići drveta i kore, koji inače prijanjaju vrlo čvrsto za vlakno i moraju se isčupati grebenom ili sličnim aparatima što opet dovodi do mnogobrojnih lomljenja ćelija i vlakana, posle gornje prerade i posle sušenja ispadaju sasvim lako sami od sebe, bez ikakvog oštećavanja vlaknastih ćelija.

Posle prerade sa tečnošću za izolovanje oslobodi se vlaknast materijal viška tečnosti kapanjem, isisavanjem i tome slično, pa se zatim na niskoj temperaturi osuši do lakih pahuljica.

Na taj se način dobija sasvim mekana a rastresita vlaknasta vuna. Fošto se na stepen razlaganja može proizvoljno uticati i prekinuti ga, to se po ovom postupku dobija vlaknast materijal, koji se može isprestli kao potpuna zamena običnih vlakana i to u predionicama lana i dugačke vune isto tako, kao i u predionicama pamuka po tricilindričnom sistemu: ovaj materijal prestavlja naravno još i sirovinu od velike vrednosti za fabriku hartije. Za spravljanje nitroceluloze i drugih estara celuloze.

Pri tome je od naročitog značaja za vrednost ovog postupka, da se nagradjeni vlaknast materijal odlikuje naročito čvrstinom i naročito podjednako dužinom,

što se uopšte može postići pri postupku kuvanja pod pritiskom. Zatim usled pažljive prerade na običnoj temperaturi ili zagrevajući slabo, celuloza vlakna u opšte ne bude nagrižena tako, da se na taj način postizava najveći doprinos u vlaknastom materijalu za predivo, što je opet od najvećeg ekonomskog značaja. Treba još neglasiti, da su kod primenjenih niskih temperatura dovoljni oni delovi drveni (strugotine i iverje) za proizvodjenje potrebne količine toplote, koji otpadaju pri mehaničkoj preradi; sa tim postupkom nije dakle vezana nikakva ili samo minimalna potrošnja uglja.

Neka je najzad ukazano još i na to, da se za racionalno izvodjenje ovog postupka aparatura i raspored mogu i moraju izabrati tako, da gotovo nikakav ručni rad nije potreban, već da sve transportovanje sirovine, kuvane mase, cedja, otpadaka itd. biva mehanički i automatski.

Raspored aparature i konstrukcija pojedinih naprava, koje su za taj postupak potrebne, predmet su naročite prijave za patent naprave.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za spravljanje celuloznih vlakana, koja se mogu lako beliti i upotrebiti u predionicama pamuka kao zamena za pamuk, koja se može neposredno prestići, a isto tako i kao sirovina za fabricaciju hartije, nitroceluloze i celuloznih estara itd. iz različitih biljnih vlakana i otpadaka kao slame, lanenog i kudelnog semena, jute, trske, koprive, zelenih delova krompira (biljke), kore vrbe, agave i tome slično. naznačen time, što se sirovi ili mehanički pripremljeni vlaknasti materijal na običnom pritisku i običnoj ili malo povišenoj (30—50°C) temperaturi podvrgne pažljivom postepenom razlaganju.

2. Postupak prema zahtevu pod 1. naznačen time što se podvrgne prethodnom

potapanju u vodu na 30—50°C za vreme od 3—6 dana, sve dok ne počne vrenje.

3. Postupak prema zahtevu pod 1. i 2. naznačen time, što se podvrgne hidraličnom razlaganju sa slabim, vodenim rastvorima slobodnih (organskih i neorganskih) kiselina ili kiselih soli tih kiselina (0,5—2%) nekoliko sati, do dva dana na običnoj temperaturi ili zagrevajući slabo (30—40°C) dejstvujući naknadno podesnim organskim rastvornim sredstvima kao etrom, petrol-etrom, benzolom, alkoholima, ugljen-disulfidom, acetonom, tetrahlor-metanom, petroleumom i ugljovodonicima i tome slično. Zatim

4. Postupak prema zahtevu 1—3, naznačen time, što se podvrgne dejstvu razblaženih alkalnih rastvora (natrium-hidroksida, sode, amon-jedinjenja, kalcium-hidroksida i tome slično) na običnoj temperaturi ili zagrevajući slabo (30—40°C) jedan dan ili nekoliko dana, dodajući eventualno neznatne količine podesnih organskih rastvornih sredstava (etra, petroletra, benzola, alkohola, ugljen-disulfida, acetona, tetrahlor-metana, petroleuma, ugljovodnika i tome slično).

5. Postupak prema zahtevima 1—4 naznačen time, što se na sirovi materijal dejstvuje nekoliko minuta do više sati, nekom tečnošću za izolovanje, koja se sastoji iz vodenih rastvora ili emulsija, podesnih organskih jedinjenja kao soli masnih i olefinskih kiselina, organske sulfokiseline, slobodne masne i olefinske kiseline i tome slično i koja sprečava ponovno slepljivanje razloženih pojedinačnih ćelija i uslovljava postizavanje meke, gipke vlaknaste vune, koja se po pažljivom izvlačenju vode suši na niskoj temperaturi.

6. Postupak shodno zahtevima 1—5 naznačen time, što se hemiske operacije navedene pod 2, 3, 4 i 5, po redu proizvodno variraju, prema razlaganju koje treba postići.