



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

205 972

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlásené 21 05 79

(21) PV 3495-79

(51) Int. Cl.³ C 08 B 15/10

(40) Zverejnené 29 08 80

(45) Vydané 01 10 83

(75)

Autor vynálezu EBRINGEROVÁ ANNA ing. CSc. a PASTÝR JÁN ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy sieťovanej práškovej holocelulózy

1

Vynález sa týka sieťovania nového východiskového materiálu - holocelulózy drevených pilín - na prípravu polysacharidových iónomeničov.

Doteraz sú známe spôsoby sieťovania rôznych polysacharidových materiálov: mikrokryštallickej celulózy (Čs. pat. 136062), škrobu (Can. pat. 960652), pektínov (Čs. pat. 140713), amylózy (B. Pfannemüller, M. Sperlich, Makromol. Chem. 1978, str. 1965), hemicelulóz (Čs. pat. 161464, NSR-Offen. 1 924000) a polobuničín (NSR pat. 1 696233).

Východisková holocelulóza sa môže pripraviť rôznymi postupmi delignifikácie drevených pilín, ktoré sú sprevádzané len miernou degradáciou a stratami polysacharidových zložiek - celulózy a hemicelulóz (Timell T. E.: Adv. Carbohydr. Chem. 19, 296 - 1964).

Podstata vynálezu spočíva v tom, že holocelulóza vytriedených drevených pilín sa po alkalizácii v emulzii 25 až 30 % hydroxidu sodného a izopropylalkoholu pri teplote 20 až 25 °C po 1 hodine odfiltruje alebo odstredí na váhu 200 až 250 % jej pôvodnej navážky. Alkalická holocelulóza sa prenesie do nádoby s možnosťou miešania a ohrievania a sieťuje pridaním 0,5 až 1 mólu sieťovadla, s výhodou epichlórhydrínu, pri teplote 50 až 60 °C po dobu 1 až 2 hodín. Po premytí sieťovaného produktu vodou do neutrálnej reakcie a vytesnení vody etanolom alebo acetónom sa voľne vysuší pri teplote miestnosti. Získa sa váhový prírastok 20 až 30 %, pričom sieťovaný produkt má rozpustnosť v zriedených alkáliách do 5 %.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy sieťovanej holocelulózy drevených pilín je, že:

- nevyžaduje výrobu buničiny, resp. mikrokryštalickej celulózy,
- v porovnaní s vláknitými polobuničinami má korpuskulárny charakter, pretože si zachová tvar pilín, ktorých veľkosť sa môže meniť vhodným presitkovaním drevených pilín,
- ekonomicky využíva drevnú surovinu, pretože okrem celulózovej zložky sa zosieťuje aj hemucelulózy, ktoré predstavujú približne 1/3 drevnej hmoty a pri výrobe buničiny tvoria rozpustný odpad,
- ako surovinu je možné použiť piliny rôznych drevín, prípadne ich zmesí,
- sieťovaný produkt je stály v určitom rozmedzí pH, čo umožňuje jeho použitie ako výchoďového materiálu pre prípravu iónomeničov,
- emulziu hydroxidu sodného v izopropylalkohole je možné po úprave alkality znova použiť pre alkalizáciu.

Príklad 1

1 kg vzduchosuchoej holocelulózy vytriedených bukových pilín (veľkosť častíc 0,1 až 3 mm a obsah lignínu do 5 %) sa za miešania vsype do emulzie 10 l izopropylalkoholu a 1,0 l 30 % hydroxidu sodného. Zmes sa nechá za miešania alkalizovať pri teplote miestnosti 1 hodinu. Potom sa alkalizovaná holocelulóza odfiltruje alebo odstredí na váhu 2 až 2,5 kg a prenesie do nádoby s možnosťou miešania a ohrievania. Po pridaní 0,24 l epichlórhydrínu sa pri 60 °C nechá reagovať 1 hodinu. Po reakcii sa produkt premyje vodou do neutrálnej reakcie, etanolom alebo acetónom a vysuší voľne na vzduchu. Získa sa 1,1 kg sieťovanej holocelulózy s rozpustnosťou v 5 % hydroxide sodnom - 5 %.

Príklad 2

1 kg vzduchosuchoej holocelulózy vytriedených smrekových pilín (veľkosť častíc 0,1 až 3 mm a obsah lignínu do 5 %) sa za miešania vsype do emulzie 12 l izopropylalkoholu a 1,2 l 25 % hydroxidu sodného. Zmes sa nechá za miešania alkalizovať pri teplote miestnosti 1 hodinu. Potom sa alkalizovaná holocelulóza odfiltruje alebo odstredí na váhu 2 až 2,5 kg a prenesie do nádoby s možnosťou miešania a ohrievania. Po pridaní 0,48 l epichlórhydrínu sa pri 50 °C nechá reagovať 2 hodiny. Po reakcii sa produkt premyje vodou do neutrálnej reakcie, etanolom alebo acetónom a vysuší voľne na vzduchu. Získa sa 1,3 kg sieťovanej holocelulózy s rozpustnosťou v 5 % hydroxide sodnom - 3,5 %.

Vynález má rozsiahle využitie na prípravu katexov a anexov na báze sieťovaných drevených polysacharidov - holocelulózy, ktoré sú aplikovateľné v analytickej i preparačnej chromatografii.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy sieťovanej práškovej holocelulózy, vyznačujúci sa tým, že holocelulóza z vytriedených drevených pilín sa po alkalizácii v emulzii hydroxidu sodného a izopropylalkoholu za použitia váhového pomeru : holocelulóza - 25 až 30 % hydroxid sodný - izopropylalkohol, 1 : 1,5 až 1,8 : 10 až 12, pri teplote 20 až 25 °C po 1 hodine odfiltruje alebo

odstředí na váhu 200 až 250 % původnej navážky a přidáním 0,5 až 1 mólu sietovadla, s výhodou epichlórhydrínu, sa pri teplote 50 až 60 °C po dobu 1 až 2 hodín sietuje, potom sa sietovaný produkt premyje vodou, etanolom alebo acetónom a vysuší na vzduchu.