

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2002-1844**
(22) Přihlášeno: **31.10.2000**
(30) Právo přednosti: **29.11.1999 SE 1999/9904309**
(40) Zveřejněno: **12.03.2003**
(Věstník č. 3/2003)
(47) Uděleno: **09.02.2006**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **15.03.2006**
(Věstník č. 3/2006)
(86) PCT číslo: **PCT/SE2000/002122**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 2001/044304**

(11) Číslo dokumentu:

296 487

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:
C08B 31/18 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 4590265; WO 97/35890; WO 97/32903.

(73) Majitel patentu:

SVERIGES STÄRKELSEPRODUCENTER,
FÖRENING U P A, Karlshamn, SE

(72) Původce:

Larsson Magnus, Karlshamn, SE
Oskarsson Jonas, Kristianstad, SE

(74) Zástupce:

Dr. Karel Čermák, Národní třída 32, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:

Způsob oxidace škrobu

(57) Anotace:

Je popsán způsob oxidace škrobu ozonem. Při této oxidaci se plyn obsahující ozon uvádí do styku se škrobovou suspenzí při kladném tlaku 0,1 až 2,0 MPa. Plyn obsahující ozon výhodně obsahuje 3 až 15 % hmotn. ozonu. Reakční teplota výhodně činí 5 až 80 °C. Hodnota pH škrobové suspenze při oxidační reakci výhodně činí 3 až 11,0.

CZ 296487 B6

Způsob oxidace škrobu

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu oxidace škrobu. Specificky se vynález týká způsobu oxidace škrobu ozonem.

Dosavadní stav techniky

Oxidovat škrob je již známo. Tato oxidace se provádí zejména za účelem výroby derivátů škrobu. Při oxidaci škrobu se hydroxylové skupiny na škrobové molekule oxidují například na ketonové skupiny, aldehydové skupiny nebo karboxylové skupiny. Tyto skupiny mohou být případně následně použity pro zavedení dalších funkčních skupin.

Oxidace škrobu může být provedena za použití různých oxidačních činidel, jakými jsou například chlornany, peroxid vodíku nebo ozon. Nejobvyklejším oxidačním činidlem je v daném případě chlornan. Je však rovněž známo oxidovat škrob ozonem, přičemž následující dokumenty popisují příklady takové oxidace.

V mezinárodní patentové přihlášce WO 97/35890 je popsána oxidace škrobové suspenze ozonem bez použití katalyzátoru při pH 1 až 10,5, při teplotě 0 až 60 °C, při koncentraci škrobu 1 až 45 % hmotnosti a po dobu 10 minut až 20 hodin. Nicméně ve všech příkladech této přihlášky jsou použity velmi dlouhé oxidační doby činící 5 až 8 hodin. Vzdor těmto dlouhým oxidačním dobám se ve škrobu dosáhne pouze velmi nízkého stupně karboxylové substituce (DS_{COOH}), která v tomto případě činí 0,001 až 0,007. Za účelem zlepšení styku mezi oxidačním činidlem a molekulami škrobu mohou být přidána činidla snižující povrchové napětí. V případě, že se jako činidlo snižující povrchové napětí přidá kyselina octová a že se použije vhodná hodnota pH (3,0), potom může být dosaženo zvýšení stupně karboxylové substituce na hodnotu 0,019. Je uvedeno, že rozpustnost ozonu v reakční směsi může být zvýšena zvýšením tlaku v reakční nádobě. Nicméně není vůbec uvedeno, že reakční rychlost může být zvýšena nebo že reakční výtěžek může být zlepšen zvýšením tlaku.

Jiný způsob oxidace škrobu, který je podobný způsobu oxidace škrobu popsaném v mezinárodní patentové přihlášce WO 97/35890, je uveden v mezinárodní patentové přihlášce WO 97/32903, která popisuje způsob oxidace škrobu za použití ozonu, avšak rovněž za použití katalyzátoru zvoleného z množiny zahrnující bromové a jodové sloučeniny. Ani zde není uvedena žádná zmínka o použití zvýšeném tlaku při oxidační reakci.

Mezinárodní patentová přihláška WO 97/32902 popisuje oxidaci škrobu za podmínek, které odpovídají podmínkám uvedeným v mezinárodní patentové přihlášce WO 97/35890 a v mezinárodní patentové přihlášce WO 97/32903, avšak s tím rozdílem, že se oxidační reakce provádí za bezvodých podmínek, tj. za podmínek, kdy škrob obsahuje nejvýše 25 % hmotnosti vody. Výhodně se oxidační reakce provádí ve fluidním loži.

Nevýhodou uvedených způsobů oxidace škrobu ozonem spadajících do dosavadního stavu techniky je to, že jsou časově náročné a že se při nich dosahuje nízkého reakčního výtěžku. Takové časově náročné způsoby nejsou vhodné pro jejich provádění kontinuálním způsobem, neboť dlouhá doba prodloužení reakčních složek vyžaduje velké a neskladné zařízení. Aby byl způsob vhodný pro kontinuální provádění, musel by být modifikován tak, aby byl realizován v krátkém čase a aby jím navíc byl dosahován vysoký reakční výtěžek, což znamená, aby tento způsob byl účinný.

Vzhledem k výše uvedenému zde existuje poptávka po zlepšeném způsobu oxidace škrobu ozonem, který by proběhl v krátkém reakčním čase a který by poskytoval vysoký reakční výtěžek.

5 Podstata vynálezu

Cílem vynálezu je eliminovat nebo alespoň omezit nedostatky až dosud známých způsobů oxidace škrobu ozonem a poskytnout způsob, který by byl realizován v krátkém čase a/nebo poskytl vysoký reakční výtěžek.

10

Tohoto cíle vynálezu je dosaženo způsobem oxidace škrobu, jehož podstata spočívá v tom, že se provádí při zvýšeném tlaku.

15

Specificky vynález poskytuje způsob oxidace škrobu ozonem uvedením do styku plynu obsahujícího ozon se škrobovou suspenzí, jehož podstata spočívá v tom, že se plyn obsahující ozon uvede do styku se škrobovou suspenzí při kladném tlaku 0,1 až 2,0 MPa.

Další znaky a výhody vynálezu budou zřejmé z následujících popisných částí a připojených nároků.

20

Zde použitý výraz „škrob“ se vztahuje k různým typům škrobu, jakými jsou například kořenové škroby, hlízové škroby, obilninové škroby a jejich deriváty. Obvykle se používá bramborový škrob, pšeničný škrob nebo kukuřičný škrob. V rámci vynálezu je obzvláště výhodným typem škrobu škrob bramborový.

25

Oxidační reakce podle vynálezu se provádí v tlakové nádobě, jakou je reaktor autoklávového typu nebo trubkový reaktor. Oxidační reakce může být provedena v jednotlivých šaržích nebo kontinuálně. Specifickou výhodou způsobu podle vynálezu je, že je obzvláště vhodný pro kontinuální provádění, což je důsledkem jeho účinnosti, v rámci které může být oxidační reakce provedena v krátkém čase ve vysokém reakčním výtěžku. V praxi to znamená hlavní podmínku pro

30

to, aby byl způsob průmyslově využitelný. Při reakci je škrob přítomen ve formě suspenze v suspenzním médiu, kterým je výhodně voda. Důvodem k tomu je, že reakce mezi plynným ozonem a práškovým škrobem, tj. reakce v bezvodé fázi, je obtížně regulovatelná a že ozon má tendenci rozkládat se v plynné fázi. Kon-

35

centrace škrobu v uvedené suspenzi se může měnit v širokých mezích, přičemž tato koncentrace výhodně činí 1 až 45 % hmotnosti, výhodněji 10 až 40 % hmotnosti, vypočteno na bázi sušiny celkové hmotnosti suspenze. Při reakci je ozon přítomen v plynné formě a je uveden do styku se škrobem jeho zaváděním do škrobové suspenze ve formě jemně dispergovaných bublinek.

40

Jak již bylo uvedeno výše, provádí se oxidační reakce podle vynálezu při kladném tlaku 0,1 až 2,0 MPa, výhodně při tlaku 0,5 až 1 MPa, výhodněji při tlaku 0,6 až 0,8 MPa.

45

Při provádění oxidační reakce podle vynálezu při značně zvýšeném tlaku 0,1 až 2,0 MPa bylo s překvapením zjištěno, že reakční doba pro oxidaci škrobu může být zkrácena z několika hodin podle dosavadního stavu techniky na několik minut. Obecně se reakční doba oxidační reakce podle vynálezu pohybuje v rozmezí 1 minuty až 2 hodin, výhodně v rozmezí od 1 minuty do 1 hodiny, výhodněji od 1 do 10 minut a nejvýhodněji od 1 do 5 minut.

50

Dále bylo při provádění oxidační reakce podle vynálezu při značně zvýšeném tlaku odpovídajícím kladnému tlaku 0,1 až 2,0 MPa se překvapením zjištěno, že dosažený reakční výtěžek je značně zlepšený ve srovnání s výtěžky dosahovými při provádění způsobů podle dosavadního stavu techniky. Při způsobu podle vynálezu se takto dosahuje reakčních výtěžků rovných 90 %. Tento reakční výtěžek je definován jako (množství dodaného ozonu – množství nezreagovaného ozonu)/(množství dodaného ozonu) x 100 %.

55

Kromě toho je výhodné, když se při oxidaci tvoří karboxylové skupiny a nikoliv karbonylové skupiny nebo aldehydové skupiny. V rámci vynálezu je tedy žádoucí dosáhnout požadovaného stupně karboxylové substituce (počet karboxylových skupin na anhydroglukozovou jednotku) v pokud možno co nejkratším čase za použití pokud možno co nejmenšího množství oxidačního činidla. Jakkoliv se může stupeň karboxylové substituce měnit v širokých mezích, činí stupeň karboxylové substituce obvykle výhodně 0,01 až 0,04, zejména výhodně asi 0,03. V rámci vynálezu je možné dosáhnout stupně karboxylové oxidace 0,04 nejvýše během 10 minut. To ukazuje jak na vysoký reakční výtěžek, tak na dobrou selektivitu oxidace na karboxylové skupiny. Jako ukazatel rychlého průběhu oxidační reakce podle vynálezu může být uvedeno, že dosažení stupně karboxylové substituce 0,04 v 10 minutách odpovídá asi 20 až 200 krát rychlejšímu průběhu oxidační reakce ve srovnání s rychlostí reakce uváděnou v příkladech mezinárodní patentové přihlášky WO 97/35890.

Velké zkrácení reakční doby a velké zvýšení reakčního výtěžku při provádění způsobu podle vynálezu je překvapující i tehdy, vezme-li se v úvahu, že zvýšený tlak vede ke zlepšené možnosti styku mezi škrobem (pevná fáze) a ozonem (plynná fáze).

Za účelem zlepšení styku mezi ozonem a škrobem a tím za účelem umožnění rychlejší a účinnější oxidační reakce je obzvláště výhodné pro oxidační reakci podle vynálezu, když je prováděna za míchání reakční směsi. V této souvislosti je třeba uvést, že uvedené míchání se vztahuje k mechanickému míchání reakční směsi otáčejícím se míchadlem, jakož i k míchání reakční směsi za použití statických míchadel nebo k třepání reakční směsi, například k mechanickému míchání nebo míchání pomocí ultrazvuku. Je obzvláště výhodné provádět oxidační reakci při intenzivním mechanickém míchání za použití rotačních míchadel otáčejících se rychlostí 1000 až 2000 otáček za minutu.

Za účelem usnadnění a zlepšení styku mezi ozonem a škrobovou suspenzí se ozon výhodně zavádí do škrobové suspenze v pokud možno co nejjemněji dispergované formě. Proto se ozon do škrobové suspenze výhodně zavádí skrze rozprašující trysku, která dodává plyn obsahující ozon do škrobové suspenze ve formě jemně dispergovaných malých bublinek. Takové trysky pro jemnou distribuci plynu jsou velmi dobře známé odborníkům v daném oboru a není proto nezbytné tyto trysky zde dále detailněji popisovat.

Za účelem dalšího zlepšení styku mezi ozonem a škrobem je výhodné přidat do reakční směsi povrchově aktivní látku. V důsledku toho se získají menší ozonové bublinky a škrobové molekuly jsou takto uvedeny do těsného styku s ozonem. Povrchově aktivní látky jsou velmi dobře známé odborníkům v daném oboru a proto není nezbytné tyto povrchově aktivní látky zde jakkoliv dále a detailněji popisovat.

Hodnota pH škrobové suspenze se může měnit v širokých mezích, avšak měla by být výhodně v rozmezí 3 až 11,0, výhodněji v rozmezí 4 až 10 a ještě výhodněji v rozmezí 5 až 10 a nejvýhodněji v rozmezí 7 až 10. Hodnoty pH vyšší než 11,0 nejsou výhodné vzhledem k riziku rozkladu ozonu, zatímco hodnoty pH nižší než 3 nejsou výhodné vzhledem k riziku hydrolyzy škrobu. Zdá se, že hodnota pH oxidační reakce ovlivňuje selektivitu oxidace, pokud jde o tvorbu karboxylových skupin v poměru ke karbonylovým skupinám a aldehydovým skupinám. Zdá se takto, že tvorba karboxylových skupin je podporována neutrálním až alkalickým pH, jakým je například pH 5 až 10, zejména pH 7 až 10. Vzhledem k tomu, že oxidace za vzniku karboxylových skupin představuje obzvláště výhodné provedení způsobu podle vynálezu, nastaví se pH v průběhu oxidační reakce výhodně tak, aby byla v rozmezí, které podporuje tvorbu karboxylových skupin. Kromě toho se hodnota pH výhodně udržuje konstantní nebo alespoň v podstatě konstantní v průběhu oxidační reakce.

Teplota oxidační reakce podle vynálezu nepředstavuje kritický parametr tohoto způsobu a může se tedy pohybovat v širokých mezích. Tato teplota výhodně činí 5 až 80 °C, výhodněji 5 až 60 °C a ještě výhodněji 5 až 40 °C. Teploty nižší než 5 °C nejsou výhodné vzhledem k tomu, že zpo-

malují průběh reakce a vzhledem k riziku zamrznutí reakční směsi v případě, kdy se reakční teplota blíží teplotě 0 °C a reakčním médiem je voda. Teploty vyšší než 80 °C nejsou výhodné vzhledem k tomu, že se v tomto případě škrob již začíná rozpouštět.

- 5 Oxidační činidlo ozon se přidává do reakčního média, tj. do škrobové suspenze, ve formě plynu obsahujícího ozon. Obsah ozonu v plynu obsahujícím ozon se může měnit v širokých mezích a je výhodně pokud možno co nejvyšší. Obzvláště výhodnou koncentrací ozonu v plynu obsahujícím ozon je koncentrace 3 až 15 % hmotnosti. Plyn obsahující ozon může být zvolen z plynů, které nemají negativní vliv na průběh oxidační reakce a je výhodně zvolen z množiny zahrnující
10 vzduch nebo kyslík. Obzvláště výhodné je použít kyslík jako plyn obsahující ozon.

- Oxidační způsob podle vynálezu může být proveden buď za použití katalyzátoru, nebo bez použití katalyzátoru. Jako příklady katalyzátorů použitelných v rámci vynálezu lze uvést sloučeniny obsahující halogen, jako například sloučeniny obsahující brom a jod, zejména bromid sodný nebo
15 jodid sodný, přičemž vynález není samozřejmě omezen na použití těchto katalyzátorů.

- Škrob oxidovaný způsobem podle vynálezu může být použit ke stejným účelům jako konvenčně oxidovaný škrob, například pro výrobu derivátů škrobu, pro použití jako pojiva při povlékání papíru nebo jako plniva v průmyslu masa nebo pro další zpracování na jiné deriváty škrobu.
20

V následující části popisu bude vynález blíže ilustrován na konkrétních příkladech jeho provedení, přičemž tyto příklady mají pouze ilustrační charakter a nikterak neomezují vlastní rozsah vynálezu, který je jednoznačně vymezen patentovými nároky a obsahem popisné části.

25

Příklady provedení vynálezu

- V rámci těchto příkladů byly provedeny experimentální oxidace škrobu ozonem. Tyto experimenty byly provedeny v autoklávovém reaktoru typu CMC 2040 od firmy CRS Reactor Engineering AB, Švédsko opatřením míchadlem. Objem reaktoru činil 2,1 litru. Reaktor byl
30 spojen s generátorem ozonu typu Ozonia LN 103, který vyrábí ozon v plynné formě z kyslíku. Koncentrace ozonu v kyslíku činí 3 až 4 % hmotnosti. Mezi generátorem ozonu a reaktorem je zařazena tlaková nádoba pro přechodné skladování produkovaného ozonu při tlaku asi 0,6 MPa předtím, než je tento ozon zaváděn do reaktoru. Při prováděných experimentech se do reaktoru
35 předloží škrob suspendovaný ve vodě, načež se reaktor uzavře a do reaktoru se z mezilehlé tlakové nádoby přivádí ozon pomocí kladného tlaku panujícího v mezilehlé tlakové nádobě. Při některých experimentech se do reaktoru předloží také katalyzátor. Následně se v reaktoru spustí míchadlo a reakční směs se podrobí oxidační reakci v uzavřeném reaktoru po určitou dobu, načež se míchání přeruší, reaktor se evakuje a reakční produkt se z reaktoru odvede a analyzuje.

40

Hodnota pH reakční směsi se změří před oxidační reakcí a po oxidační reakci. Tlak a teplota se měří kontinuálně.

- Množství dodaného ozonu se vypočte na základě známého objemu reaktoru, tlaku plynu obsahujícího ozon, obsahu ozonu v plynu obsahujícím ozon a teploty. Vypočte se množství použitého ozonu potom, co byla reakce ukončena, jednak zavedením plynu po evakuování reaktoru do kapaliny, která redukuje zbytkový ozon, načež se toto zbytkové množství stanoví titračně, a jednak stanovením množství nezreagovaného ozonu ve vodné fázi v reaktoru spektrofotometricky. Tyto dvě frakce nezreagovaného ozonu byly potom odečteny od množství ozonu, které bylo
45 zavedeno do reaktoru, přičemž se takto získá množství zreagovaného ozonu.
50

Po odvedení z reaktoru se oxidovaný škrob odvodní a promyje 10 objemovými díly destilované vody, načež se škrob ponechá vyschnout při okolní teplotě a analyzuje za účelem stanovení stupně karboxylové substituce (DC).

55

Příklad 1

Při tomto experimentu se do reaktoru předloží 200 g (vypočteno jako sušina) bramborového amylopektinového škrobu a 750 g destilované vody. Obě tyto složky dohromady mají objem 920 ml. Výchozí hodnota pH činila 7,0 a výchozí teplota byla rovna 20 °C. Ozon byl dodáván z mezilehlé tlakové nádoby při tlaku 0,665 MPa, což odpovídá 824 mg ozonu. Bylo spuštěno míchadlo otáčející se rychlostí 1700 otáček za minutu a oxidační reakce se ponechala probíhat po dobu 12 minut. Hodnota pH reakční směsi po proběhnutí oxidační reakce (finální pH) činila 3,78 a teplota reakční směsi po proběhnutí oxidační reakce činila 38,0 °C. Výsledky tohoto experimentu jsou uvedeny v dále zařazené tabulce 1.

Příklad 2

Při tomto experimentu bylo do reaktoru předloženo 200 mg (sušina) bramborového amylopektinového škrobu a 750 g destilované vody. Společný objem obou těchto složek činil 820 ml. Kromě toho bylo do reaktoru předloženo 2,5 g NaBr jako katalyzátoru. Výchozí hodnota pH činila 7,0 a výchozí teplota činila 18,7 °C. Ozon byl dodáván z mezilehlé tlakové nádoby při tlaku 0,650 MPa, což odpovídá 805 mg ozonu. Bylo spuštěno míchadlo otáčející se rychlostí 1700 otáček za minutu a oxidační reakce se ponechala probíhat po dobu 12 minut. Finální hodnota pH reakční směsi činila 4,82 a její teplota činila 39,5 °C. Výsledky tohoto experimentu jsou uvedeny v dále zařazené tabulce 1.

Příklad 3

Při tomto experimentu bylo do reaktoru předloženo 100 g (sušina) bramborového amylopektinového škrobu a 375 g destilované vody. Výchozí hodnota pH činila 7,0 a výchozí teplota činila 18,0 °C. Ozon byl do reaktoru přiváděn z mezilehlé tlakové nádoby při tlaku 0,64 MPa. Bylo spuštěno míchadlo otáčející se rychlostí 1700 otáček za minutu a oxidační reakce se ponechala probíhat po dobu 3 minut, načež byl reaktor evakuován. Potom byl do reaktoru z mezilehlé tlakové nádoby dodán nový ozon a oxidační reakce pokračovala po dobu dalších 5 minut, načež byl reaktor opětovně evakuován a do tanku byl z mezilehlé tlakové nádoby dodán nový ozon a oxidační reakce pokračovala po dobu dalších 5 minut. Takto byla oxidační reakce provedena ve třech stupních při celkovém množství dodaného ozonu 3120 g. Důvodem toho, proč byla uvedená oxidační reakce provedena ve třech stupních, je to, že nebylo možné dodat požadované množství ozonu v jediném stupni. Finální hodnota pH reakční směsi činila 2,80 a její teplota činila 32,0 °C. Výsledky tohoto experimentu jsou uvedeny v dále zařazené tabulce 1.

Příklad 4

Opakuje se postup podle příkladu 1 s výjimkou spočívající v tom, že se do reaktoru předloží ještě 1,25 g NaBr jako katalyzátoru. Kromě toho byla reakční doba po první dodávce ozonu prodloužena z 3 minut na 5 minut za účelem dosažení úplnějšího průběhu oxidační reakce. Celkové množství ozonu dodaného v průběhu tohoto experimentu činilo 3112 mg. Finální hodnota pH reakční směsi činila 4,80 a její teplota činila 32,0 °C. Výsledky tohoto experimentu jsou uvedeny v následující tabulce 1.

Tabulka 1

Příklad	Zreagovaný O ₃ (kg O ₃ /tuna sušiny)	Zbytkový O ₃ v kapalině (mg)	Zbytkový O ₃ v plynu (mg)	Výtěžek O ₃ (%)	Stupeň karboxylové substituce DS
1	4,02	9,6	7,2	97,7	0,012
2	3,94	7,2	7,2	98,0	0,010
3	27,72	19,8	292	88,8	0,036
4	30,11	19,2	52,6	96,8	0,019

- 5 Z výsledků v tabulce 1 vyplývá, že oxidace škrobu ozonem je rychlou reakcí. Méně než 10 minut po dodávce ozonu zreaguje skoro všechno ozon. Mohou být získány výtěžky 96 až 98 %, vztaženo na ozon. Mírně horší výtěžek v příkladu 3 je způsobem skutečností, že reakční doba ve druhém stupni (3 minuty) byla poněkud příliš krátká, což vyplývá z vysokého obsahu zbytkového ozonu v plynu (292 mg) po evakuování reaktoru.

10

Příklady 5 až 7

- 15 Při tomto experimentu bylo do reaktoru předloženo 100 až 120 g (sušina) bramborového amylopektinového škrobu, který byl suspendován při teplotě 20 °C v destilované vodě k získání celkem 500 ml škrobové suspenze. Stejně jako v příkladu 4 byl plyn obsahující ozon dodáván do reaktoru při kladném tlaku rovném asi 0,6 MPa z mezilehlé tlakové nádoby ve třech stupních při reakční době 5 minut po každé dodávce ozonu. Po každém reakčním stupni byl reaktor evakuován, což trvalo asi 3 minuty. Každý experiment celkem trval asi 40 až 45 minut. V průběhu každého experimentu bylo v provozu míchadlo otáčející se rychlostí 1800 otáček za minutu. Výsledky těchto experimentů jsou uvedeny v následující tabulce 2.

20

Tabulka

25

Příklad	Zreagovaný O ₃ (kg O ₃ /tuna sušiny)	Zbytkový O ₃ v kapalině (mg)	Zbytkový O ₃ v plynu (mg)	Výtěžek O ₃ (%)	Stupeň karboxylové substituce DS
5	21,2	20	175	93,6	0,033
6	22,4	11	78	96,2	0,029
7	16,9	7	60	96,2	0,027

Příklady 8 až 10

- 30 Při těchto experimentech bylo do reaktoru předloženo 100 až 120 g (sušina) bramborového amylopektinového škrobu, který byl suspendován při teplotě 20 °C v destilované vodě k získání 500 ml škrobové suspenze. Stejně jako v příkladech 5 až 7 se plyn obsahující ozon dodává do reaktoru z mezilehlé tlakové nádoby při kladném tlaku rovném asi 0,6 MPa ve třech stupních, přičemž doba oxidační reakce po každém dílčí přidání ozonu činí 5 minut. Po každé dílčí oxidační reakce se reaktor evakuuje, což trvá asi 3 minuty. Celkem každý experiment trvá asi 40 až 45 minut. V průběhu každého experimentu bylo v provozu míchadlo otáčející se rychlostí 900 otáček za minutu. Výsledky těchto experimentů jsou uvedeny v následující tabulce 3.

35

Tabulka 3

Příklad	Zreagovaný O ₃ (kg O ₃ /tuna sušiny)	Zbytkový O ₃ v kapalině (mg)	Zbytkový O ₃ v plynu (mg)	Výtěžek O ₃ (%)
8	21,3	18	253	90,4
9	21,5	18	240	90,9
10	21,7	20	230	91,5

5 Ze srovnání výsledků příkladů 8 až 10 z tabulky 3 s výsledky získanými v příkladech 5 až 7 vyplývá, že ozonový výtěžek je nižší v příkladech 8 až 10. To může být vysvětleno nižším počtem otáček míchadla (900 otáček za minutu namísto 1800 otáček za minutu). Takto je zřejmé, že míchání reakční směsi a tudíž i takto dosažený zlepšený vzájemný povrchový styk reakčních složek je velmi důležitý pro průběh oxidační reakce škrobu.

10

PATENTOVÉ NÁROKY

15

1. Způsob oxidace škrobu ozonem, při kterém je plyn obsahující ozon uveden do styku se škrobovou suspenzí, **v y z n a ě n ý t í m**, že plyn obsahující ozon se uvádí do styku se škrobovou suspenzí při kladném tlaku 0,1 až 2,0 MPa.
- 20 2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že kladný tlak je roven 0,5 až 1,0 MPa.
3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a ě n ý t í m**, že se oxidační reakce provádí za míchání suspenze.
- 25 4. Způsob podle některého z nároků 1 až 3, **v y z n a ě n ý t í m**, že se plyn obsahující ozon uvádí do styku se škrobovou suspenzí při hodnotě pH 3 až 11,0.
5. Způsob podle některého z nároků 1 až 4, **v y z n a ě n ý t í m**, že se plyn obsahující ozon uvádí do styku se škrobovou suspenzí při teplotě 5 až 80 °C.
- 30 6. Způsob podle některého z nároků 1 až 5, **v y z n a ě n ý t í m**, že koncentrace ozonu v plynu obsahujícím ozon činí 3 až 15 % hmotnosti.
7. Způsob podle některého z nároků 1 až 6, **v y z n a ě n ý t í m**, že se oxidační reakce pro-
35 vádí po dobu 1 až 10 minut.
8. Způsob podle některého z nároků 1 až 7, **v y z n a ě n ý t í m**, že škrobová suspenze má koncentraci škrobu rovnou 1 až 45 hmotnosti.
- 40 9. Způsob podle některého z nároků 1 až 8, **v y z n a ě n ý t í m**, že se oxidační reakce pro-
vádí kontinuálně.

45

Konec dokumentu
