



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

213 442

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 28 11 80

(21) PV 8253-80

(51) Int. Cl.³

C 08 B 1/02

(40) Zverejnené 10 09 81

(45) Vydané 01 02 84

(75)

Autor vynálezu KUNIAK ĽUDOVÍT ing.CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy mikrokryštalickej celulózy

Vynález sa týka prípravy mikrokryštalickej celulózy kyslou heterogénnou hydrolyzou.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že buničina sa hydrolyzuje pri teplote 80 až 95 °C s 0,15 až 0,3 M kyselinou chlorevodíkovou po dobu 40 až 120 minút pri pomere 5 až 10 hmot. dielov kvapalnej fázy ku pevnej fáze.

Vynález má použitie v potravinárskom a farmaceutickom priemysle a to pri príprave práškovej buničiny pre špeciálne aplikácie a pre prípravy derivátov celulózy.

Vynález sa týka efektívnejšieho spôsobu prípravy mikrokryštalickej celulózy kyslou kyslou heterogénnou hydrolýzou vláknitej buničiny s minerálnymi kyselinami v veľmi nízkej koncentrácii.

Dosiaľ známy spôsob prípravy mikrokryštalickej celulózy je založený na hydrolýze vláknitej buničiny s 1 až 2,5 M minerálnou kyselinou pri bode varu po dobu 15 až 45 minút. (Battiste A.O.: USA pat.č. 2,978.446, Čal.pat.č. 132 508).

Hlavnou nevýhodou uvádzaných známych postupov je predovšetkým skutočnosť, že použitím 2,5 M minerálnej kyseliny prebiehajú pri reakčnej teplote bodu varu v značnej miere i vedľajšie reakcie prítomných hydrolýzou vzniklých monosacharidov, čo má za následok zníženie beľosti hotového produktu. Táto okolnosť je mimoriadne závažná pri použití hlavne listnáčových buničín obsahujúcich pentozy, ktoré rýchlo podliehajú nežiaducim vedľajším reakciám. Z uvádzaných dôvodov nie je možná viacnásobná recyklácia použitej kyseliny bez zníženia parametrov kvality vyrábaného produktu.

Ďalšou podstatnou nevýhodou známeho spôsobu prípravy mikrokryštalickej celulózy je vysoká agresivita relatívne vysokej koncentrácie (cca 8 až 9% hmot.) minerálnej kyseliny a tým nevyhnutnosť vysokých nárokov na odolnosť materiálu reaktorov.

Nie je zanedbateľnou nevýhodou známeho postupu zlá technologická operatívne výrobného postupu v dôsledku krátkej reakčnej doby hydrolýzačného stupňa, čo vedie ku kolísaniu kvality výrobku najmä pokiaľ sa týka polymeračného stupňa a polymolekularity, ktoré sú význačné pri použití vyrobenej mikrokryštalickej celulózy na niektoré ďalšie chemické modifikácie.

Všetky uvádzané nedostatky odstraňuje nový spôsob prípravy mikrokryštalickej celulózy, ktorý je veľkoprevádzkovo spoľahlivý a umožňuje programovo vyrábať produkty a širokej variabilite užitočných vlastností.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že buničina s výhodou zušľachtená buková, sulfátová sa hydrolýzuje pri teplote 80 až 95 °C s 0,15 až 0,30 M kyselinou chloreveďikovou po dobu 40 až 120 minút pri pomere 5 až 10 hmot. dielov kvapalnej fázy ku pevnej fáze.

Hydrolýzu možno prevádzať staticky i za miešania. Ak sa použije buničina vo forme hárku je výhodné pracovať staticky bez miešania, čím sa zníži množstvo kvapalnej fázy ku pevnej fáze na 5:1, zatiaľ čo pri hydrolýze s kontinuálnym miešaním je treba pracovať pri pomere 10:1. Optimálna teplota hydrolýzy je 90 °C, kedy hydrolýza pri použitej koncentrácii kyseliny chloreveďikovej prebieha dostatočne rýchlo u zušľachtenej bukovvej sulfátovej buničiny, bez nebezpečenstva priebehu vedľajších nežiaducich reakcií hlavne xylózy.

Produkt po hydrolýze sa veľmi dobre filtruje, premýva s podstatne menším objemom pracovnej vody a po vysušení (bez použitia organického rozpúšťadla) má vhodný práškový charakter bez nebezpečenstva tvorby tvrdých granulatov. Výťažky mikrokryštalickej celulózy sa pohybujú v rozsahu 92 až 95% na hmotnosť suchej buničiny s polymeračným stupňom 120 až 230 v závislosti od podmienok hydrolýzy.

Hlavnou výhodou nového spôsobu výroby mikrokryštalickej celulózy je, že :

- umožňuje viacnásobne znížiť špecifickú spotrebu kyseliny,
- umožňuje viacnásobnú cirkuláciu použitej kyseliny v technologickej výrobe mikrokryštalickej celulózy bez zníženia kvality hotového produktu,
- umožňuje operatívne meniť podľa požiadaviek užitočné vlastnosti vyrobeného produktu,
- umožňuje prevádzať hydrolýzu na hárkovej forme celulózy pri veľmi nízkom pomere kyseliny ku buničine,
- podstatnou mierou redukuje nároky na likvidáciu odpadných vôd.

213 442

Príklady prevedenia

Príklad 1

Do 100 litrového reaktora opatreného kotvovým miešadlom sa nadávkuje 50 litrov 0,3 M kyseliny chlorovodíkovej a vyhreje na 100 °C. Do vyhriatej kyseliny sa nahádza bez miešania 10 kg sulfátovej zušľachtenej buničiny v hárkovej forme tak, aby hárky boli ponorené pod kyselinou. Pri teplote 90 až 95 °C sa nechá staticky hydrolyzovať po dobu 2 hodín. Kyselina sa z reaktora vypustí, hárky sa schladia napustením studenej vody, zdefibrujú na mokrom defibrátore a celulóza sa premyje na filtri destilovanou vodou, dobre sa odsaje a vysuší v sušiarňi pri teplote 90 až 100 °C na sušinu minimálne 94 až 95%. Získaná mikrostatická celulóza i výťažku 90% má vysokú belosť (o niečo vyššiu ako pôvodná buničina) a polymeračný stupeň 152.

Príklad 2

Postup podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že hydrolyza sa ukončí po 1 hodine. Získa sa produkt o výťažku 93%, s polymeračným stupňom 240.

Príklad 3

Do reaktora podľa príkladu 1 sa nadávkuje mokrá bielená zušľachtená buničina v množstve 5 až 8 kg počítané na suchú hmotnosť, doplní sa kyselinou chlorovodíkovou tak, aby jej výsledná koncentrácia bola 0,25 M a pomer kvapalnej fázy ku suchej buničine bol 10:1. Potom sa reakčná zmes vyhrieva za stáleho miešania na teplotu 90 °C, pri ktorej sa nechá hydrolyzovať po dobu 90 minút. Ďalej sa postupuje podľa príkladu 1. Získa sa produkt o výťažku 91% a polymeračným stupňom 180.

Príklad 4

Do reaktora podľa príkladu 1 sa nadávkuje 60 litrov 0,25 M kyseliny chlorovodíkovej, vyhreje sa na teplotu 100 °C a pridá sa 6 kg sulfátovej zušľachtenej buničiny vo forme hárkov za stáleho miešania. Reakcia sa nechá prebiehať 90 minút pri teplote 90 °C.

Získa sa mikrokryštalická celulóza o výťažku 92% hmot. s polymeračným stupňom 164.

Vynález má uplatnenie pri príprave práškovej buničiny pre špeciálne aplikácie v potravinárskom a farmaceutickom priemysle, resp. pri príprave niektorých derivátov celulózy.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy mikrokryštalickej celulózy vyznačený tým, že buničina s výhodou zušľachtená buková sulfátová sa hydrolyzuje pri teplote 80 až 95 °C s 0,15 až 0,3 M kyselinou chlorovodíkovou po dobu 40 až 120 minút pri pomere 5 až 10 hmot. dielov kvapalnej fázy ku pevnej fáze.