



C08b



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45229

Kl. 12 o, 6

VEB Serum — Werk Bernburg *)

Bernburg, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania pochodnej dekstranu o dużej zdolności pęcznienia

Patent trwa od dnia 1 sierpnia 1960 r.

Pierwszeństwo: 5 maja 1960 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Sposób ma na celu wytwarzanie produktu o dużej zdolności pęcznienia z wodą.

Na skutek reakcji dekstranu z epichlorohydryną w środowisku wodno-alkalicznym otrzymuje się produkty reakcji o wysokiej lepkości, aż do konsystencji stałej galaretowatej, które to produkty za pomocą rozpuszczalników organicznych, jak metanolu, można odwozić. Otrzymany w ten sposób suchy preparat pęcznieje ponownie po roztarciu go z wodą na masę o wysokiej lepkości aż do galaretowatości stałej, przy czym objętość jej wzrasta kilkakrotnie.

Związki rozpuszczalne w wodzie, które na zimno pęcznią i krzepną na galaretę, mają różnorodne zastosowanie w technice, jak np.

zamknięcie kaweru przy wierceniach ropnych, wsad jako środek wypełniający, środek zagęszczający itp.

Epichlorohydryna reaguje z wodno-alkalicznymi roztworami dekstranu nadspodziewanie spontanicznie, przy silnym wywiązywaniu się ciepła po osiągnięciu określonego zakresu temperatury. Przy ostrożnym ogrzewaniu mieszaniny reakcyjnej trochę powyżej temperatury pokojowej między 30° 40° reakcja ma przebieg spontaniczny, niezależnie od ilości ługu sodowego, jak również epichlorohydryny i mieszania. Zmniejszenie prędkości mieszania lub przerywanie mieszania, jak również silne chłodzenie pozwalają na kontrolowanie reakcji. Za duży dodatek ługu sodowego i za silne wywiązywanie się ciepła doprowadzają do zmydlenia się epichlorohydryny. Dodatek epichlorohydryny może odbywać się okresowo w ten sposób, że najpierw przy niedomiarze epi-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Ulrich Behrens, Manfred Ringpfeil i Anton Gabert.

chlorohydryny otrzymuje się roztwór syropowaty, który następnie przy dalszym dodawaniu reagentu przechodzi w stan galaretowatej stałej masy. Nie występuje tu w masie zależność łatwości przebiegu reakcji dekstranu od jednego ciężaru cząsteczkowego, tak że również rodzimy, wielocząsteczkowy dekstran może być z łatwością stosowany do reakcji. Z powodu silnego wywiązywania się ciepła reakcję należy prowadzić w ściśle przestrzeganych warunkach chłodzenia, aby epichlorohydryna poza komorą reakcyjną w czasie pracy pod normalnym ciśnieniem nie mogła się ulotnić.

Wytwarzany według wynalazku syropowaty roztwór można przez wprowadzenie uprzednie zmiennych ilości epichlorohydryny dalece zmieniać, jeśli chodzi o jego lepkość. Małe ilości epichlorohydryny prowadzą do produktów o względnie niskiej lepkości, większe jej ilości — do produktów o wysokiej lepkości. Można je wyosobnić i nadają się one jako środki zagęszczające, stabilizatory koloidowe i poprawiają odporność na działanie piany syntetycznych środków piorących. Te lepkie, częściowo usieciowane roztwory można zarówno po ich wydzieleniu jak i po przerwaniu reakcji przez nastawienie środowiska reakcji i dalsze dodanie epichlorohydryny usieciować.

Przy optymalnym dodatku otrzymuje się niezależnie od ciężaru cząsteczkowego stałe galaretowate produkty, które można oczyścić np. przez ponowne wytrącanie osadu z odpowiednimi rozpuszczalnikami lub przez dializę i otrzypywać albo w postaci suchego proszku lub spęcznionej. Tego rodzaju produkty nadają się jako środki zagęszczające lub jako środki spęczniające do wielorakich zastosowań technicznych.

Przykład I. 50 g dekstranu (średni ciężar cząsteczkowy 71.000) zadaje się 80 ml wody i miesza na papkę. Do papki dodaje się 79,5 ml 40%-ego ługu sodowego. Mieszaninę zadaje się 73,5 g epichlorohydryny i energicznie miesza. Reakcję zapoczątkowuje się przez ogrzanie do 30°. Reakcja mająca przebieg silnie egzotermiczny po kilku minutach jest zakończona. Produkt reakcji tężeje na masę stałą galaretowatą. Wprowadza się ją do 5-cio krotnej ilości własnej objętości metanolu i pod metanolem rozdrabnia. Metanol zmienia się dwukrotnie i następnie zastępuje acetonem. Pozostawia pod acetonem przez noc i następ-

nie filtruje pod próżnią i suszy. Otrzymuje się 60 g suchego produktu, który po dodaniu wody pęcznieje do 4½-krotnej własnej objętości.

Przykład II. 50 g dekstranu (średni ciężar cząsteczkowy 71.000) rozpuszcza się w 120 ml wody. Roztwór zadaje się 40 ml 40%-ego ługu sodowego i wprowadza się 36,7 g epichlorohydryny. Roztwór ogrzewa się do 60° i silnie miesza, przy czym rozpoczyna się reakcja. Produkt reakcji otrzymuje się w postaci galarety. Odwodnienie produktu do konsystencji proszku odbywa się, jak w przykładzie I. Wydajność suchego produktu wynosi 43 g.

Przykład III. 50 g dekstranu (średni ciężar cząsteczkowy 13.000) zadaje się epichlorohydryną podobnie jak w przykładzie I. Otrzymany produkt w postaci bardzo spęcznionej galarety odwadnia się acetonem analogicznie jak w przykładzie I. Otrzymuje się 63 g suchego produktu o wysokiej zdolności pęcznienia.

Przykład IV. 50 g dekstranu (średni ciężar cząsteczkowy 71.000) rozpuszcza się 151 ml wody. Dodaje się 8,5 ml 40%-ego ługu sodowego, a następnie 9,2 epichlorohydryny. W celu zapoczątkowania reakcji ogrzewa się roztwór w trakcie mieszania do 30°. Po zakończeniu reakcji otrzymuje się roztwór przezroczysty, lekko żółty i o wysokiej lepkości. Roztwór wprowadza się do około 1 l. metanolu, odcedza osad i suszy. Wydajność: 43 g.

Przykład V. 20 g produktu otrzymanego według przykładu IV rozpuszcza się w 50 ml wody i zadaje 35 ml 40%-ego ługu sodowego. W trakcie energicznego mieszania wprowadza się 30 g epichlorohydryny. Reakcję zapoczątkowuje się przez ogrzanie roztworu do 60°. Ciecz reakcyjna tężeje na stałą galaretę.

Przykład VI. 1 l. około 5%-ego roztworu kultur rodzimego dekstranu miesza się z 80 ml 40%-ego ługu sodowego. Trzeba unikać miejscowego ogrzewania przy mieszaniu. Do tego roztworu wprowadza się 85 g epichlorohydryny. Po ogrzaniu roztworu do 60° rozpoczyna się reakcja. Otrzymuje się produkt reakcji w postaci bardzo spęcznionej galarety.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania pochodnej dekstranu o dużej zdolności pęcznienia z wodą, znamieny tym, że dekstrany o ciężarze cząsteczkowym wynoszącym między 2000 a ciężarem cząsteczkowym rodzimego dekstranu, zadaje się w roztworze alkalicznym, najlepiej w roztworze wodno-alkalicznym, epichlorohydryną.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że epichlorohydrynę dodaje się periodycznie, tak, że usieciowanie następuje stopniowo.

VEB Serum — Werk Bernburg

Zastępcy: Józef Felkner & Wanda Modlibowska,
rzecznicy patentowi