



ÚRAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

**244990**  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 08 B 37/14

(22) Prihlásené 14 12 84

(21) {PV 9775-84}

(40) Zverejnené 13 11 85

(45) Vydané 15 11 87

(75)

Autor vynálezu

EBRINGEROVÁ ANNA ing. CSc.; PASTÝR JÁN ing. CSc., BRATISLAVA

## (54) Spôsob prípravy sulfoetylderivátu hemicelulóz

1

2

Riešenie sa týka spôsobu prípravy sulfoetylderivátu hemicelulóz. Podstata prípravy spočíva v tom, že sa hemicelulózy aktivujú 26 až 55 % hmot. vodným roztokom hydroxidu amónneho ale plynným čpavkom pri teplote 0 až 20 °C po dobu 30 min. až 2 hodín a následne alkylujú v prostredí organického rozpúšťadla vinylsulfonátom sodným pri teplote 40 až 70 °C po dobu 1 až 3 hodín za použitia hmotnostného pomeru hemicelulózy : čpavok : vinylsulfonát sodný : organické rozpúšťadlo 1 : 0,2 až 5 : 0,5 až 2,5 : 15 až 30. Ako organické rozpúšťadlo sa použije izopropylalkohol, n-propylalkohol, acetón alebo benzén. Vynález má využitie v priemysle celulózo-papierenskom, textilnom, chemickom a analytickej chémii.

Vynález sa týka spôsobu prípravy sulfoetylderivátu hemicelulóz.

Podľa doterajšieho stavu výskumu boli sulfoetylderiváty hemicelulóz pripravené v heterogénnej fáze za použitia koncentrovaných roztokov hydroxidu sodného a pri zvýšených teplotách (AO 200 676; AO 197 914). Za týchto podmienok je reakcia sprevádzaná štiepením glykozidických väzieb v polysacharide, čo má za následok zníženie molekulovej hmotnosti hemicelulóz a straty na výťažku. Reakcia v homogénnej fáze sa uskutočňuje v prostredí dimetylsulfoxidu a hydridu sodného, čo je z hľadiska ekonomického nevýhodná [B. Focher, A. Marzetti, M. Cattaneo, V. Sarto: Carbohydrate Polymers 2, 290 (1982)].

Uvedené nevýhody odstraňuje v podstatnej miere spôsob prípravy sulfoetylderivátu hemicelulóz podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že sa hemicelulózy aktivujú 26 až 55 % hmot. vodným roztokom hydroxidu amónneho alebo plynným čpavkom pri teplote 0 až 20 °C po dobu 30 min. až 2 hod. a potom sa v prostredí organického rozpúšťadla alkylujú vinylsulfonátom sodným pri teplote 40 až 70 °C po dobu 1 až 3 hod. za použitia hmotnostného pomeru hemicelulózy : čpavok : vinylsulfonát sodný : organické rozpúšťadlo 1 : 0,2 až 5 : 0,5 až 2,5 : 15 až 30. Organickým rozpúšťadlom je izopropylalkohol alebo n-propylalkohol alebo acetón alebo benzén.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy sulfoetylderivátu hemicelulóz oproti doterajším postupom prípravy je, že predmetný spôsob je ekonomicky výhodnejší a menej náročný na čas a chemikálie. Použitím čpavku a vinylsulfonátu sodného nevznikajú soli, roztok hydroxidu amónneho je možné po doplnení koncentrácie čpavku znova použiť na aktiváciu hemicelulóz. Postup je možné aplikovať na hemicelulózy, získané z rôznych odpadov mechanického spracovania dreva (piliny, drevná múčka), z odpadových lúhov z prevádzky viskózy a odpadu poľnohospodárskych rastlín (kukuričné oklasky a palice, slama a pod.).

#### Príklad 1

1 kg vzduchosuchých hemicelulóz, izolovaných z bukových pilín sa zmieša s 1,3 l 26 % hmot. vodného roztoku hydroxidu amónneho a mieša pri teplote 20 °C po dobu 2 hod. Potom sa k reakčnej zmesi pridá za intenzívneho miešania 15 l izopropylal-

koholu a 500 g vinylsulfonátu sodného a mieša pri 50 °C po dobu 1 h. Z reakčnej zmesi sa sulfoetylované hemicelulózy odfiltrujú, premyjú 2 l 75 % obj. etylalkoholu. Vlhká zrazenina sa suspenduje vo vode a lyofilizuje. Získaný produkt (0,95 kg) má obsah síry 2,8 %.

#### Príklad 2

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že ako východiskový materiál sa použijú hemicelulózy, izolované z kukuričných oklaskov, na aktiváciu sa použije 3,1 l 55 % hmot. vodného roztoku hydroxidu amónneho pri 10 °C, po dobu 1 hod. a na alkyláciu 800 g vinylsulfonátu sodného pri 40 °C po dobu 3 hod. v acetóne. Získaný produkt (0,98 kg) má obsah síry 5,6 %.

#### Príklad 3

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa ako východiskový materiál použijú hemicelulózy, izolované z odpadového lúhu z prevádzky viskózy, na aktiváciu sa použije 3 kg plynného čpavku pri 0 °C po dobu 30 min. a na alkyláciu v prostredí 30 l benzénu 1 kg vinylsulfonátu sodného pri 70 °C po dobu 2 hod. Získaný produkt (1,05 kg) má obsah síry 10,0 %.

#### Príklad 4

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa ako východiskový materiál použijú hemicelulózy, izolované zo smrekových pilín, na aktiváciu sa použije 3 l 26 % hmot. roztoku hydroxidu amónneho a alkylácia sa uskutočňuje v prostredí 20 l n-propylalkoholu 2,5 kg vinylsulfonátu sodného po dobu 3 hod. pri teplote 60 °C. Alkylované hemicelulózy sa vysušia premývaním po dobu 3 hod. pri teplote 60 °C. Alkylované hemicelulózy sa vysušia premývaním 1 l 96 % obj. etylalkoholu. Získaný produkt (1,15 kg) má obsah síry 15,1 %.

Vynález môže nájsť široké použitie pri zúžitkovaní rôznych odpadov spracovania dreva, buničiny a jednoročných rastlín na získanie vo vode rozpustných sulfoetylderivátov hemicelulóz. Tieto môžu mať využitie ako vodorozpustné aniónmeniče v analytickej chémii a iných aplikáciách ako antiredepozičná prísada pri výrobe pracích a čistiacich prostriedkov ako náhrada za polyfosfáty a aditíva pri výrobe papiera.

## PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob prípravy sulfoetylderivátu hemicelulóz, vyznačený tým, že sa hemicelulózy aktivujú 26 až 55 % hmot. vodným roztokom hydroxidu amónneho alebo plynným čpavkom pri teplote 0 až 20 °C po dobu 30 min. až 2 hod. a následne alkylujú v prostredí organického rozpúšťadla vinylsulfonátom sodným pri teplote 40 až 70 °C po do-

bu 1 až 3 hod. za použitia hmotnostného pomeru hemicelulózy : čpavok : vinylsulfonát sodný : organické rozpúšťadlo 1 : 0,2 až 5 : 0,5 až 2,5 : 15 až 30.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že organické rozpúšťadlo je izopropylalkohol alebo n-propylalkohol alebo acetón alebo benzén.