

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

244350
(11) (B1)

(22) Prihlášené 21 01 85
(21) (PV 394-85)

(40) Zverejnené 17 09 85

(45) Vydané 15 11 87

(51) Int. Cl.⁴
C 08 B 1/00
C 08 B 7/00

(75)

Autor vynálezu

EBRINGEROVÁ ANNA ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy holocelulózy

1

2

Riešenie sa týka spôsobu prípravy holocelulózy. Podstata spočíva v tom, že sa na rastlinný materiál pôsobí vodným roztokom oxidu chloričitého o koncentrácii 4 až 10 g/liter v množstve, ktoré je ekvivalentné 15 až 100 % hmot. aktívneho chlóru, vzťahovaným na rastlinný materiál, pri teplote 30 až 60 °C po dobu 1 až 6 hodín a delignifikovaný materiál sa následne extrahuje 0,1 až 1 % hmot. vodným roztokom alkálií. Ako alkália sa použije hydroxid sodný alebo hydroxid draselný alebo hydroxid amónny. Riešenie má využitie v priemysle chemickom, celulózo-papierenskom a textilnom.

Vynález sa týka spôsobu prípravy holocelulózy.

Holocelulóza, ktorú tvorí celulózová a hemicelulózová zložka rastlinnej hmoty, sa získava ako vláknitý zvyšok po odstránení extraktívnych látok, lignínu a vodorozpustných zložiek. Pri súčasných technológiach delignifikácie rastlinných materiálov je odstránenie lignínu sprevádzané značnou degradáciou hemicelulózy a ich rozpúšťaním vo varnom lúhu, pričom vo vláknine zostávajúci podiel hemicelulózy má v závislosti od podmienok várky do rôznej miery zmenené chemické a molekulárne vlastnosti. Za najvhodnejšie spôsoby prípravy holocelulózy, pri ktorých sa podstatne zachová natívny charakter hemicelulózy, sa považuje delignifikácia chloritanom sodným v miere kyslom prostredí a pôsobenie kyselinou peroxyoctovou [T. E. Timell: Adv. Carbohydrate Chem. 19, 255 (1964); A. M. Plonka, W. Surewicz: Cellulose Chem. Technol. 13, 511 (1979); M. Han, B. Swan: Svensk Papperstidn. 71, 552 (1968)]. Tieto postupy sú z hľadiska širšej praktickej aplikácie neekonomické a zdĺhavé. Sú náročné predovšetkým na spotrebu oxidačného činidla.

Uvedené nevýhody odstraňuje v podstatnej miere spôsob prípravy holocelulózy podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že sa na rastlinný materiál pôsobí vodným roztokom oxidu chloričitého o koncentrácii 4 až 10 g/l v množstve, ktoré je ekvivalentné 15 až 100 % hmot. aktívneho chlóru, vzťahovaným na rastlinný materiál, pri teplote 30 až 60 °C po dobu 1 až 6 hodín a delignifikovaný materiál sa následne extrahuje 0,1 až 1 % hmot. vodným roztokom alkálií. Ako alkália sa použije hydroxid sodný, hydroxid draselný alebo hydroxid amónny.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy holocelulózy oproti doterajším postupom prípravy je, že predmetný spôsob je jednoduchší a ekonomicky výhodnejší, pretože vyžaduje nízku spotrebu oxidačného činidla, bežne používaného pri bielení buničiny. Postup je tiež menej náročný na použité chemikálie, energiu a prevádzkové zariadenie. Možno ho aplikovať na rôzne vlákninové odpady, vznikajúce pri spracovaní jednoročných a viacročných rastlín.

Príklad 1

Suspenzia 1,1 kg vzduchosuchých bukových pilín v 27 l vodného roztoku oxidu chloričitého o koncentrácii 6 g/l sa ohreje na teplotu 45 °C a udržiava pri tejto teplote za miešania po dobu 2 hodín. Delignifikované piliny sa následne extrahujú 0,5 % hmot. vodným roztokom hydroxidu sodného pri teplote 20 °C po dobu 1 h. Po neutralizácii alkálií zriedeným roztokom kyseliny soľnej sa holocelulóza premyje vodou do negatívnej reakcie na chloridy a vysuší voľne na

vzduchu. Získa sa 78,6 % hmot. holocelulózy s obsahom zbytkového lignínu 4,5 % hmotnostného.

Príklad 2

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa ako východiskový materiál použijú hrabové piliny a na delignifikáciu dvakrát 15 l vodného roztoku oxidu chloričitého o koncentrácii 4 g/l vždy po dobu 1 h pri teplote 40 °C. Získa sa 83,1 % hmot. holocelulózy s obsahom zbytkového lignínu 7,0 percent hmot.

Príklad 3

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa ako východiskový materiál použije pšeničná slama a na delignifikáciu 13 litrov vodného roztoku oxidu chloričitého pri teplote 60 °C po dobu 1 h. Na extrakciu sa použije 0,1 %-ný hmot. vodný roztok hydroxidu sodného. Získa sa 89,6 % hmot. holocelulózy s obsahom zbytkového lignínu 3,8 % hmot.

Príklad 4

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa ako východiskový materiál použijú piliny zmesi listnatých drevín, 25 l vodného roztoku oxidu chloričitého o koncentrácii 10 g/l a delignifikované piliny sa extrahujú 1 % hmot. vodným roztokom hydroxidu amónneho. Získa sa 86,4 % hmot. holocelulózy s obsahom zbytkového lignínu 3,4 % hmot.

Príklad 5

Postupuje sa ako v príklade 2 s tým rozdielom, že sa použije dvakrát 25 l vodného roztoku oxidu chloričitého o koncentrácii 10 g/l vždy po dobu 3 h pri teplote 30 °C a na extrakciu delignifikovaných pilín 1 % hmot. vodný roztok hydroxidu draselného. Získa sa 86,9 % hmot. holocelulózy s obsahom zbytkového lignínu 4,8 % hmot.

Holocelulózy, pripravené podľa príkladov 1 až 5, sú medziproduktami pri príprave D-xylánov, ich sulfoalkylderivátov, ako aj iných derivátov hemicelulózovej a celulózovej zložky rastlinných materiálov. Možno postupovať známymi postupmi: príklad 6 (Čs. AO 231 686); príklad 7 (Čs. AO 197 914).

Príklad 6

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa delignifikované piliny pred neutralizáciou zadržaných alkálií extrahujú 10 l 10 %-ného vodného roztoku hydroxidu sodného pri teplote 20 °C po dobu 2 hodín. Extrakt sa odfiltruje a extrakčný zvyšok holocelulózy sa premyje 5 l 10 %-ného vodného

ho roztoku hydroxidu sodného. Spojené extrakty sa zrážajú do 30 l 96 % obj. etylalkoholu. Zrazenina sa po opakovanej dekantácii 75 % obj. vodným etylalkoholom neutralizuje zriedeným roztokom kyseliny octovej a premýva 75 až 96 %-ným obj. vodným etylalkoholom. Získa sa 87 % hmot. 4-O-metyl-D-glukuróno-D-xylánu, vzťahované na hemicelulózovú zložku bukových pilín.

Príklad 7

Postupuje sa ako v príklade 4 s tým rozdielom, že sa delignifikované piliny pred neutralizáciou zadržaných alkálií zmiešajú s emulziou 10 l izopropylalkoholu a 1 l 40 % hmot. vodného roztoku hydroxidu sodného a miešajú pri teplote 15 °C po dobu 1 hodiny. Potom sa do reakčnej zmesi pridá 950 g β -chlóretylsulfonátu sodného a za in-

tenzívneho miešania sa nechá zmes reagovať pri teplote 65 °C po dobu 3 hodín. Filtráciou získaný pevný produkt sa rozpustí v 3 l vody a pridaním 9 l 96 % obj. etylalkoholu sa vyzrážajú sulfoetylované polysacharidy, ktoré sa po dialýze lyofilizujú. Vodorozpustný podiel s obsahom síry 4,8 % hmot. sa získa vo výťažku 56,1 % hmot., alkaliorozpustný podiel s obsahom síry 3,1 % hmot. vo výťažku 26,5 % hmot., vzťahovanom na východiskové piliny.

Vynález môže nájsť široké uplatnenie pri výrobe hemicelulóz z listnatých a ihličnatých drevín a rôznych odpadov pri spracovaní jednoročných rastlín, pri príprave rôznych derivátov hemicelulóz, ako aj zmesi hemicelulóz a celulózy. Má využitie v priemysle chemickom- celulózo-papierenskom, pri výrobe priemyselných pomocných prostriedkov a pod.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob prípravy holocelulózy, vyznačujúci sa tým, že sa na rastlinný materiál pôsobí vodným roztokom oxidu chloričitého o koncentrácii 4 až 10 g/l v množstve, ktoré je ekvivalentné 15 až 100 % hmot. aktívneho chlóru, vzťahovaným na rastlinný materiál, pri teplote 30 až 60 °C po dobu 1 až

6 hodín a delignifikovaný materiál sa následne extrahuje 0,1 až 1 % hmot. vodným roztokom alkálií.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa ako alkália použije hydroxid sodný alebo hydroxid draselný alebo hydroxid amónny.