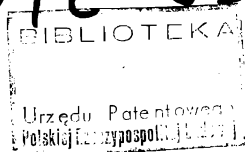


URZĄD PATENTOWY



C07c 59/38

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37644

Kl. 12 o, 11

Czesława Troszkiewicz

Gliwice, Polska

Romuald Bogoczek

Chorzów, Polska

Sposób otrzymywania kwasu glukocukrowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 11 lutego 1954 r.

Kwasy czteroooksydypinowe stanowią substancje rokujące nadzieję na szerokie zastosowanie w dziedzinie mas plastycznych. Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania jednego najczęściej spotykanego z nich, a mianowicie kwasu glukocukrowego.

Podczas gdy dotychczas kwas glukocukrowy otrzymywano przez utlenienie glukozy, sacharozy, dekstryn, skrobi i ich koncentratów, sposobem według wynalazku można otrzymać go z celulozy i z materiałów zawierających celulozę, np. z makulatury lub wprost z drewna. Surowiec poddaje się najpierw hydrolizie, np. dymiącym kwasem azotowym (według patentu 37643), a potem utlenieniu rozcieńczonym kwasem azotowym.

Dotychczas utleniano surowiec 25%-owym kwasem azotowym w ilości 170 części 100%-ego kwasu azotowego na 100 części surowca. Znacznie

• większą wydajność uzyskuje się jednak stosując 220—240 części kwasu azotowego, w przeliczeniu na 100%-wy HNO_3 , na 100 części węglowodanów. Wydzielające się przy utlenieniu tlenki azotu można przy dopływie powietrza absorbować w rozcieńczonym kwasie azotowym, regenerując w ten sposób znaczną część kwasu azotowego.

Dotychczas nieużyty w reakcji kwas azotowy usuwano przez długie ogrzewanie na łaźni wodnej, co pociągało za sobą częściowy rozkład utworzonego kwasu glukocukrowego i stratę kwasu azotowego. Odparowywanie roztworu pod zmniejszonym ciśnieniem zwiększa wydajność kwasu cukrowego i umożliwia regenerację reszty kwasu azotowego.

Dotychczas z mieszaniny produktów utlenienia wydzielano utworzony kwas glukocukrowy w postaci kwaśnej soli potasowej. Sól ta jednak nie-

zbyt łatwo krystalizuje i nie wypada w 100%-ach. Sposobem według wynalazku wydziela się kwas glukocukrowy w postaci soli wapniowej. Sól wapniowa tego kwasu strąca się mianowicie dopiero przy $\text{pH}=6,5-6,8$, zaś rozpuszcza się przy $\text{pH}=3,5$. Poza tym stwierdzono, że glukocukrzan wapnia pozbawiony styczności z fazą ciekłą bardzo szybko się starzeje i staje się nierozpuszczalny przy $\text{pH}=3,5$. Tę właściwość wykorzystano przy oczyszczaniu strąconego osadu.

Wolny kwas glukocukrowy otrzymuje się przez rozkład glukocukrzanu wapnia 20%-owym kwasem siarkowym lub kwasem szczawiowym, który również powstaje podczas utleniania węglowodanów.

Przykład. Roztwór węglowodanów otrzymany przez hydrolizę drewna (patent nr 37643) zadaje się kwasem azotowym w takiej ilości, aby wytworzyć 25%-owy kwas azotowy, przy czym, aby na 100 części wagowych węglowodanów wypadło około 220 części wagowych 100%-wego HNO_3 . Roztwór ogrzewa się do temperatury około 93°C . Wydzielające się tlenki azotu prowadzi się przy dopływie powietrza do kolumn absorbcyjnych, otrzymując stężony kwas azotowy. W zbiorniku reakcyjnym temperatura obniża się stopniowo. Gdy wydzielanie tlenków azotu zakończy się, usuwa się wydzielony kwas słuzowy i oddestylowuje szybko nieużyty kwas azotowy i wodę pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze około 60°C . Pozostałe polioksykwasy rozdziela się w sposób frakcjonowany w postaci soli wapnio-

wych, przy czym glukocukrzan wapnia znajduje się w frakcji od $\text{pH}=6,5$ do $\text{pH}=6,8$. Frakcję tę przemycza się po pewnym czasie rozcieńczonym kwasem octowym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania kwasu glukocukrowego przez utlenianie węglowodanów, kwasem azotowym, znamienny tym, że jako surowiec stosuje się węglowodany wytwarzane przez hydrolizę celulozy drewna lub innych materiałów zawierających celulozę.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do utleniania węglowodanów stosuje się kwas azotowy w ilości większej niż 170 części wagowych, w przeliczeniu na 100%-owy HNO_3 , na 100 części wagowych węglowodanów.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że po skończonej reakcji utleniania oddestylowuje się pozostały kwas azotowy i wodę pod zmniejszonym ciśnieniem.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tym, że kwas glukocukrowy wydziela się z produktu utleniania w postaci soli wapniowej, wyzyskując jej wartości krytyczne rozpuszczalności przy $\text{pH}=3,5$ oraz $\text{pH}=6,5-6,8$ jak też właściwość starzenia się.

Czesława Troszkiewicz
Romuald Bogoczek