



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes
zum Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

ISSN 0433-6461

(11)

203 322

Int.Cl.³

3(51) C 08 J 3/12

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) WP C 08 J/ 2354 018

(22) 04.12.81

(44) 19.10.83

(71) siehe (72)

(72) GEORGE, JUERGEN, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.;
STEEGE, HANS-HENNIG, DR. OEC. DIPL.-CHEM. DIPL.-OEK.;
FANTER, CAROLA, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.; LOTH, FRITZ, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.; DD;

(73) siehe (72)

(74) DIPL.-JUR. J. SCHWAB, VEB WTZ D. ZELLSTOFF- U. PAPIERINDUSTRIE, BFSR, 8312 HEIDENAU,
PIRNAER STR. 31/33

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ZELLULOSEPULVER

(57) Zellulosepulver soll auf mechanischem Wege mit vorhergehender Versprödung faserförmigen zellulosischen Ausgangsmaterials ohne Anwendung aggressiver oder toxischer Chemikalien und aufwendiger Anlagen so hergestellt werden, daß es chemisch unverändert ist. Dies wird erfindungsgemäß erreicht, indem das faserförmige zellulosische Ausgangsmaterial mit einer 5- bis 15 Masseprozentigen wäßrigen Dispersion mikrokristalliner Zellulose in einem Feststoffverhältnis von 5 bis 50 Masse-% mikrokristalliner Zellulose zum zellulosischen Ausgangsmaterial vermischt, die erhaltene Mischung getrocknet und in an sich bekannter Weise gemahlen wird.

Verfahren zur Herstellung von Zellulosepulver

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Zellulosepulver auf mechanischem Wege mit vorausgehender Versprödung faserförmigen zellulosischen Ausgangsmaterials.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zellulosepulver wird in zunehmendem Maße als Ausgangsmaterial zur Herstellung pulverförmiger Zellulosederivate sowie als Trenn- und Trägermaterial im Bereiche der analytischen und technischen Chemie, der Biochemie, Lebensmittelindustrie und Pharmazie benötigt. Es wird durch Mahlung faserförmiger zellulosischer Ausgangsmaterialien wie z. B. Baumwollinters oder Holzzellstoff erhalten.

Zellulosefasern lassen sich jedoch aufgrund ihrer hohen Elastizität und mechanischen Festigkeit ohne eine vorausgehende Behandlung nur sehr schwer und mit großem Energieaufwand zu kurzen Faserbruchstücken zerkleinern. Die so entstehenden Produkte haben zudem einen stark flauschigen Charakter, der für die oben genannten Einsatzgebiete nicht immer erwünscht ist.

Neben den klassischen Verfahren der chemischen Vorbehand-

lung, die zu einer Verkürzung der Kettenmoleküle und damit zu einer besseren Mahlbarkeit führen, ist es bekannt, die Zellulose zu verspröden. Die Zellulose läßt sich dann bei verringertem Mahlaufwand zu Produkten vermahlen, die ihre Faserstruktur und den dadurch bedingten flauschigen Charakter weitgehend eingebüßt haben und demzufolge eine deutlich erhöhte Schüttdichte besitzen. Die Zellulose versprödet, indem sie als bogenförmiges Material einer Dicke von 0,5 bis 0,3 mm bei einer Temperatur von 130 bis 150 °C durch Walzenspalte von weniger als 0,05 mm geleitet wird (US-PS 2 709 045). Es entsteht eine bröcklige harte glasige Masse, die sich leicht zu feinem Pulver vermahlen läßt. Nachteilig ist bei diesem Verfahren, daß einige wenig stabile Bestandteile der Zellulose zu wasserlöslichen Bestandteilen abgebaut werden können und daß aufwendige Anlagen erforderlich sind.

Ein weiteres bekanntes Verfahren der Versprödung besteht darin, daß durch Einwirkung von Formaldehyd im sauren Medium die Zellulose über Methylenbrücken vernetzt wird (Oltus, E.; Szalai, P.; Papir a celul6za, Prag, 21/1966/6, S. 161 bis 166). Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß für die Versprödung aggressive und toxische Chemikalien eingesetzt werden, die besondere Vorkehrungen des Arbeitsschutzes erfordern und die Verwendung des Produktes in der Lebensmittelindustrie und der Pharmazie verbieten.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zu schaffen, welches keiner aggressiven und toxischen Chemikalien und keiner aufwendigen Anlagen bedarf und ein chemisch unverändertes Zellulosepulver liefert.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Zellulose ohne Druckeinwirkung und ohne chemische Veränderung zu verspröden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, indem das faserförmige zellulosische Ausgangsmaterial mit einer wäßrigen Dispersion, enthaltend 5 bis 15 Masse% mikrokristalline Zellulose in einem Feststoffverhältnis von 5 bis 50 Masseteilen, vorzugsweise 5 bis 20 Masseteilen, mikrokristalliner Zellulose je 100 Masseteile faserförmiges zellulosisches Ausgangsmaterial homogen vermischt wird. Die erhaltene Mischung wird bei einer Temperatur von 80 bis 120 °C bis zu einem Feuchtegehalt von höchstens 5 Masse%, bezogen auf die Gesamtmasse der Mischung, getrocknet und gemahlen.

Als faserförmiges zellulosisches Ausgangsmaterial können nach den verschiedenen Verfahren aus Laub- und Nadelholz hergestellte Zellstoffe, aber auch Baumwollinters oder Regeneratzellulosefasern eingesetzt werden. Die wäßrige Dispersion mikrokristalliner Zellulose wird durch einen säurehydrolytischen Abbau faserförmigen zellulosischen Materials, wie z. B. Baumwollinters, Regeneratzellulose oder Holzzellstoff bis zum Grenzpolymerisationsgrad und anschließende Freisetzung der Mikrokristallite durch Kolloidvermahlung in Wasser bei einer Zellulosekonzentration von 5 bis 15 Masse% gewonnen. Die Dispersion mikrokristalliner Zellulose wird vorzugsweise mit dem bereits in Flockenform vorliegenden faserförmigen zellulosischen Ausgangsmaterial in einem Zerfaserer vermischt. Die Mischung kann nach dem Trocknen auf bekannte Weise in einer Schlagkreuzmühle, Hammermühle oder Kugelmühle gemahlen werden.

Das bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens sich ergebende Zellulosepulver weist im Vergleich zu nichtversprödeter und in gleicher Weise vermahlener Zellulose einen geringeren Anteil langer Faserbruchstücke und eine deutliche höhere Schüttdichte auf.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden Ausführungsbeispiele näher erläutert.

Beispiel 1

100 g Buchenzellstoff (gerissen) wurden mit 200 g einer 10masseprozentigen wäßrigen Dispersion mikrokristalliner Zellulose 30 min lang bei Raumtemperatur im Zerfaserer gemischt. Anschließend wurde das Produkt bei 105 °C bis zu einem Feuchtegehalt von 5 % getrocknet und nach Abkühlung in einer Schlagkreuzmühle zweimal gemahlen, wobei in der ersten Mahlstufe ein Sieb mit 1 mm Lochdurchmesser verwendet wurde. Das so erhaltene Zellulosepulver wurde mittels Alpine-Labor-Luftstrahlsieb analysiert. Die Analyse ergab folgende Teilchengrößen:

96,0 Masse%	100	µm
4,0 Masse%	100	µm

Die Schüttdichte betrug $103 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

Beispiel 2

100 g Buchenzellstoff (gerissen) wurden mit 100 g einer 10masseprozentigen wäßrigen Dispersion mikrokristalliner Zellulose 30 min lang bei Raumtemperatur im Zerfaserer gemischt. Anschließend wurde wie in Beispiel 1 verfahren.

Es wurden folgende Teilchengrößen ermittelt:

94,5 Masse%	100 μm
5,5 Masse%	100 μm

Die Schüttdichte betrug $87 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

Beispiel 3 (Vergleichsbeispiel)

Im Vergleich zu den Beispielen 1 und 2 wurden 100 g Buchenzellstoff (gerissen) mit 180 ml destilliertem Wasser im Zerfaserer bei Raumtemperatur 30 min lang gemischt. Das erhaltene Produkt wurde anschließend wie in Beispiel 1 behandelt. Die Analyse mit dem Alpine-Labor-Luftstrahlsieb ergab folgende Teilchengrößen:

86,4 Masse%	100 μm
13,6 Masse%	100 μm

Die Schüttdichte betrug $38,8 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

Beispiel 4

100 g Zellwolle wurden mit 200 g einer 10masseprozentigen wäßrigen Dispersion mikrokristalliner Zellulose 30 min lang bei Raumtemperatur im Zerfaserer gemischt. Anschließend wurde wie in Beispiel 1 verfahren. Dabei ergaben sich folgende Teilchengrößen:

90,0 Masse%	100 μm
10,0 Masse%	100 μm

Die Schüttdichte der Probe betrug $125 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

Beispiel 5

100g Zellwolle wurden mit 100 g einer 10masseprozentigen wäßrigen Dispersion mikrokristalliner Zellulose 30 min lang bei Raumtemperatur im Zerfaserer gemischt. Anschlie-

Send wurde wie in Beispiel 1 verfahren. Folgende Teilchengrößen wurden ermittelt:

97,0 Masse% 100 μm

3,0 Masse% 100 μm

Die Schüttdichte der Probe betrug $80 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

Beispiel 6 (Vergleichsbeispiel)

Im Vergleich zu den Beispielen 4 und 5 wurden 100 g Zellwolle mit 180 g destilliertem Wasser im Zerfaserer bei Raumtemperatur 30 min lang gemischt. Anschließend wurde wie in Beispiel 1 verfahren. Die Teilchengrößen betrugen:

85,8 Masse% 100 μm

14,2 Masse% 100 μm

Die Schüttdichte der Probe betrug $80 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Zellulosepulver auf mechanischem Wege mit vorausgehender Versprödung faserförmigen zellulosischen Ausgangsmaterials, dadurch gekennzeichnet, daß das faserförmige zellulosische Ausgangsmaterial mit einer wäßrigen Dispersion, enthaltend 5 bis 15 Masse% mikrokristalliner Zellulose, welche durch einen säurehydrolytischen Abbau faserförmigen zellulosischen Materials bis zum Grenzpolymerisationsgrad und anschließende Freisetzung der Mikrokristallite durch Kolloidvermahlung in Wasser gewonnen wurde, in einem Feststoffverhältnis von 5 bis 50 Masseteilen, vorzugsweise 5 bis 20 Masseteilen, mikrokristalliner Zellulose je 100 Masseteile faserförmiges zellulosisches Ausgangsmaterial vermischt, die erhaltene Mischung bei einer Temperatur von 80 bis 120 °C bis zu einem Feuchtegehalt von höchstens 5 Masse%, bezogen auf die Gesamtmasse der Mischung, getrocknet und in an sich bekannter Weise gemahlen wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß das faserförmige Ausgangsmaterial mit der wäßrigen Dispersion mikrokristalliner Zellulose in einem Zerfaserer vermischt wird.