



(19) **UA** (11) **75 326** (13) **C2**
(51)МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: 2001021330, 26.02.2001

(24) Дата начала действия патента: 17.04.2006

(30) Приоритет: 28.02.2000 DE 100 09 411.2

(46) Дата публикации: 15.04.2006C08J 3/12
20060101CFI20060101RHUA C08B
11/20 20060101ALI20060101RHUA
A61K 9/14
20060101CLI20060101RHUA A23L
1/0534 20060101ALI20060101RHUA

(72) Изобретатель:

Шлезигер Хартвиг, DE,
Морнинг Мартин, DE,
Вебер Гунтер, DE,
Эккхардт Фолькер, DE,
Зонненберг Герд, DE,
Кизеветтер Рене, DE

(73) Патентовладелец:

ВОЛЬФФ ВАЛЬСРОДЕ АГ, DE

(54) ПОРОШКООБРАЗНОЕ ВОДОРАСТВОРИМОЕ ПРОИЗВОДНОЕ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение касается нового порошкообразного водорастворимого производного целлюлозы, которое получают с помощью следующих стадий: набухание или растворение производного целлюлозы в воде с последующим размалыванием с одновременной сушкой набрякшего или растворенного производного целлюлозы в бесситовой высокоскоростной газоструйной ударно-отбойной мельнице, причем как транспортирующий тепло

носящий газ используют смесь водяного пара с инертным газом или смесь водяного пара с воздухом.

Официальный бюлетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2006, N 4, 15.04.2006. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **75 326** (13) **C2**
(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: 2001021330, 26.02.2001

(24) Effective date for property rights: 17.04.2006

(30) Priority: 28.02.2000 DE 100 09 411.2

(46) Publication date: 15.04.2006C08J 3/12
20060101CFI20060101RHUA C08B
11/20 20060101ALI20060101RHUA
A61K 9/14
20060101CLI20060101RHUA A23L
1/0534 20060101ALI20060101RHUA

(72) Inventor:

Schlesiger Hartvig, DE,
Morning Martin, DE,
Weber Gunter, DE,
Ecchart Volker, DE,
Sonnenberg Gerd, DE,
Kiesewetter Rene, DE

(73) Proprietor:

WOLFF WALSRÖDE AG, DE

(54) **A powdered water-soluble derivative of cellulose and a method for the preparation thereof**

(57) Abstract:

The invention concerns novel powdered water-soluble derivative of cellulose being obtained by followings stages: swelling or dissolution cellulose derivative in water with subsequent grinding and simultaneous drying swollen or dissolved cellulose derivative in the screenless high-speed gas-jet shock-beat mill, at that as transporting heat carrying gas the

mixture of water vapor with inert gas or the mixture of water vapor with air are used.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2006, N 4, 15.04.2006. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **75 326** (13) **C2**
(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
2001021330, 26.02.2001

(24) Дата набуття чинності: 17.04.2006

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької
конвенції : 28.02.2000 DE 100 09 411.2

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 15.04.2006C08J 3/12
20060101CFI20060101RHUA C08B
11/20 20060101ALI20060101RHUA
A61K 9/14
20060101CLI20060101RHUA A23L
1/0534 20060101ALI20060101RHUA

(72) Винахідник(и):

Шлезігер Хартвіг , DE,
Морнінг Мартін , DE,
Вебер Гунтер , DE,
Еккхардт Фолькер , DE,
Зонненберг Герд , DE,
Кізеветтер Рене , DE

(73) Власник(и):

ВОЛЬФФ ВАЛЬСРОДЕ АГ, DE

(54) ПОРОШКОПОДІБНЕ ВОДОРОЗЧИННЕ ПОХІДНЕ ЦЕЛЮЛОЗИ І СПОСІБ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ

(57) Реферат:

Винахід стосується нового порошкоподібного
водорозчинного похідного целюлози, яке
одержують за допомогою наступних стадій:
набрякання або розчинення похідного целюлози у
воді з наступним розмелюванням з одночасним

сушінням набряклого або розчиненого похідного
целюлози в безситовому високошвидкісному
газоструминному ударно-відбивному млині,
причому як транспортуючий теплоносієний газ
використовують суміш водяної пари з інертним
газом або суміш водяної пари з повітрям.

Опис винаходу

Винахід відноситься до нових полісахаридів, особливо, до порошкоподібного водорозчинного похідного целюлози, переважно, до порошкоподібного водорозчинного похідного целюлози з термічною точкою коагуляції, а також до способу його одержання.

Після реакції і, у разі потреби, промивання від утворених у процесі реакції побічних продуктів похідні целюлози, особливо простий ефір целюлози, знаходяться в тендітній грудкоподібній або ватоподібній формі. У такій формі похідні целюлози мають структуру, задану ще самою сировиною. Тому простий ефір целюлози часто має волокноподібну структуру вихідної целюлози. Такі похідні целюлози не придатні для використання, наприклад, як продукти, розчинні в органічному і/або водяному середовищі.

Для різних областей застосування необхідні також визначений гранулометричний склад, насипна щільність, ступінь висушування і ступінь в'язкості.

У принципі, майже всі похідні целюлози повинні бути також ущільнені, розмелені і висушені для того, щоб зробити їх придатними до використання.

До технічно значимих похідних целюлози, особливо, відноситься простий ефір целюлози. Його одержання, властивості і застосування описані, наприклад, у:

- Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Edition (1986), Volume A5, Page 461-488, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim.

- Methoden der organischen Chemie, 4. Auflage (1987), Band E20, Makromolekulare Stoffe, Teilband 3, Seite 2048-2076, Georg Thieme Verlag Stuttgart.

У європейській заявці на патент EP-A 0049815 (патент-аналог США US-A 4415124) описаний двостадійний спосіб одержання мікропорошків із простих ефірів целюлози або з целюлози, причому продукт, який володіє тонковолокнистою або шерстистою структурою, спочатку переводять у тендітну зміцнену форму і піддають обробленню у такий спосіб матеріал розмелювання до гранулометричного складу, у якому, щонайменше, 90% часток досягає розміру менше 0,125мм. На стадії надання крихкості використовують вібраційні або кульові млини, переважно, з охолодженням або таблеткові преси, а на стадії розмелювання використовують струминний млин, стрижневий млин або дисковий ударно-відбивний млин.

У європейській заявці на патент EP-A 0370447 описаний спосіб щадного розмелювання з одночасним висушуванням вологих простих ефірів целюлози, причому простий ефір целюлози з вихідною вологістю від 20 до 70мас.% переміщують за допомогою транспортуючих газів і одночасно подрібнюють за допомогою стирання при ударному дробленні і висушують за рахунок енергії дроблення до залишкової вологості від 1 до 10мас.%.

У європейській заявці на патент EP-A 0384046 описується спосіб одержання часток простого ефіру целюлози, який включає здрібнювання у високошвидкісному повітреструминному ротаційному ударно-відбивному млині до розміру часток від 0,4 до 0,035мм простого ефіру целюлози з в'язкістю більш 100Па*с, визначений для 2%-вого водяного розчину при 20°C з використанням трубки Уббелоді (eines Ubbelodhe Rohres).

У європейській заявці на патент EP-A 0835881 описаний спосіб одержання порошків метилцелюлози зі спеціальної кривої ситового аналізу (кривої гранулометричного складу) за допомогою доведення грануляту метилгідроксиалкілцелюлози до вологовмісту від 30 до 70мас.% водою з наступним розмелюванням у ротаційному млині, причому за рахунок виділюваної при розмелюванні енергії одночасно відбувається висушування. За допомогою поділу на фракції (класифікації) одержують спеціальну криву ситового аналізу (криву гранулометричного складу).

Відомі з рівня техніки способи здебільшого є многостадійними з попереднім висушуванням або попереднім наданням крихкості або пресуванням. Крім того, в усіх способах хімічний і/або термічний вплив на макромолекулу, особливо при переробці високов'язких продуктів з високим ступенем заміщення усе ще залишається настільки сильним, що при цьому відбувається дроблення макромолекули у розумінні зменшення довжини ланцюга, що стає особливо помітним при більш-менш значному зниженні в'язкості в порівнянні з використовуваними продуктами. Крім того, відбувається зроговіння поверхні продукту, підданого в процесі обробки стадіям попереднього надання крихкості або попереднього сушіння. Крім цього всі способи є високоенерговитратними для здрібнювання похідних целюлози після попереднього сушіння, надання крихкості або пресування.

Уже відомі способи, у яких усуваються деякі з вищезгаданих недоліків. Так, наприклад, у патенті Великобританії GB-A 2262527 описаний спосіб здрібнювання похідних целюлози за допомогою гелеутворення ефіру целюлози із вмістом води від 30 до 80мас.% при охолодженні до температури від -10 до 60°C з наступним висушуванням гелю в процесі здрібнювання (переважно, в ударно-відбивному млині). Однак, у цих способах для сушіння і транспортування необхідне повітря або азот, які після цього не піддають рециркуляції. Однак у патенті GB-A 2262527 не дається ніяких вказівок як для гідроксиетильованих змішаних ефірів метилцелюлози (таких, наприклад, як метилгідроксиетилцелюлоза або метилгідроксипропілгідроксиетилцелюлоза), одержати продукт із насипною вагою більше 300г/л. Результат висушування в процесі розмелювання метилцелюлози (приклад 3) з насипною вагою 270г/л також є не задовільним.

У міжнародній заявці на патент WO 98/907931 описаний спосіб одержання тонко-дисперсних похідних полісахариду за допомогою гелеутворення або розчинення простого ефіру целюлози із вмістом води від 35 до 99мас.% (переважно, від 60 до 80мас.%) у розрахунку на загальну масу і наступного висушування в процесі розмелювання, причому для транспортування і висушування розмеленого матеріалу використовують перегріту

водяну пару. Цей спосіб також уникає багатьох з вищезгаданих недоліків. Однак здрібнювання при цьому способі розмелювання з одночасним висушуванням ще не є достатнім, тому що лише 57мас.% здрібненої метилгідроксиетилцелюлози проходить через сито з розміром комірки 0,063мм (приклад 3). Тільки лише за допомогою класифікації через повітреструминне сито досягається бажана тонкість здрібнювання. Крім цього, використання чистої водяної пари в якості транспортуючого і теплонесучого газу привносить недолік, зв'язаний з технологічною надійністю установки, яка розмелює, тому що при конденсації води разом з тонкодисперсним похідним полісахариду швидко утворюються плівки і відкладення. У результаті підвищуються витрати на експлуатаційне обслуговування. Тонкодисперсні продукти, більше ніж 95мас.% яких проходять через сито з розміром комірки 0,1мм або більше ніж 90мас.% яких проходять через сито з розміром комірки 0,063мм, відповідно до цієї заявки одержують тільки лише після диспергування розчинених похідних полісахариду в нерозчинюючому навколишньому середовищі і наступних стадіях здрібнювання, фільтрації і висушування (приклади 1 і 2).

Технічною задачею даного винаходу є тому створення способу одержання порошкоподібних водорозчинних похідних целюлози в якому:

- можна одержувати заданий ступінь здрібнювання,
- не відбувається ніякого зроговіння продукту,
- підвищується насипна щільність продукту.

Ця технічна задача може бути вирішена тим, що

а) похідне целюлози піддають набряканню або розчиняють у надлишковій кількості води від 50 до 80мас.%, переважно, від 65 до 78мас.% у розрахунку на загальну масу і безпосередньо після цього

б) у високошвидкісному газострумінному ударно-відбивному млині за допомогою газового потоку суміші перегрітої водяної пари з інертним газом або суміші водяної пари з повітрям із вмістом водяної пари від 40 до 99мас.% у розрахунку на суміш водяної пари з інертним газом або на суміш водяної пари з повітрям переводять воду з набряклого або розчиненого похідного целюлози в парову фазу, а розчинене або набрякле похідне целюлози переводять у стані твердого тіла у форму тонкодисперсних твердих часток,

в) отримані тверді частки відокремлюють від газового потоку і потім,

г) у разі потреби, сушать.

Було знайдено, що отримані відповідно до цього способу похідні целюлози володіють високою насипною щільністю при гарній сипкості, а вміст дрібного пилу в продукті дуже малий. Не виявлено ніякого зниження в'язкості, якщо тільки лише дуже мінімальне зниження в порівнянні з вихідними продуктами. Крім того, удалось знайти, що загальна енергоємність способу в порівнянні зі способом відповідно до відомого рівня техніки знижується або залишається такою ж, оскільки газоподібний теплоносій складається із суміші перегрітої водяної пари з інертним газом або суміші водяної пари з повітрям, то затрачувана при розмелюванні енергія перетворюється в теплову енергію теплонесучого газу й у такий спосіб може бути корисно використана або, переважно перетворена, в інші види енергії. Несподівано вдалося установити, що не виникає ніяких плівок або відкладень в установці, яка розмелює, і, отже, знижуються витрати на експлуатаційне обслуговування устаткування.

Спосіб за винаходом являє собою новий, особливо економічний спосіб одержання порошкоподібних водорозчинних похідних целюлози. Спосіб включає набрякання або розчинення похідного целюлози у воді і наступне безпосередньо після цього розмелювання (здрібнювання) з одночасним сушінням набряклого або розчиненого похідного целюлози у, переважно, безситовому високошвидкісному газострумінному ударно-відбивному млину, причому в якості транспортуючого і теплонесучого газу використовують суміш водяної пари з інертним газом або суміш водяної пари з повітрям.

Похідні целюлози, які звичайно використовують у цьому способі, розчиняються або, щонайменше, набухають у воді. Вони можуть містити один або більше замісників типу:

гідроксиетил, гідроксипропіл, гідроксибутил, метил, етил, пропіл, дигідроксипропіл, карбоксиметил, сульфоетил, гідрофобний довголанцюговий розгалужений або не розгалужений алкільний залишок, гідрофобний довголанцюговий розгалужений або не розгалужений алкіларильний або ариларкільний залишок, катіонний залишок, ацетат, пропіонат, бутират, лактат, нітрат, сульфат, причому деякі залишки, такі, наприклад, як гідроксиетил, гідроксипропіл, гідроксибутил, дигідроксипропіл, лактат знаходяться в положенні, яке дозволяє утворювати щеплені сополімери, а замісники похідних полісахариду за винаходом не обмежуються тільки цими залишками.

Прикладами похідні целюлози є гідроксиетилцелюлоза (ГЕЦ), гідроксипропілцелюлоза (ГПЦ), етилгідроксиетилцелюлоза (ЕГЕЦ), карбоксиметилгідроксиетилцелюлоза (КМГЕЦ), гідроксипропілгідроксиетилцелюлоза (ГПГЕЦ), метилцелюлоза (МЦ), метилгідроксипропілцелюлоза (МГПЦ), метилгідроксипропілгідроксиетилцелюлоза (МГПГЕЦ), метилгідроксиетилцелюлоза (МГЕЦ), карбоксиметилцелюлоза (КМЦ), гідрофобно модифікована гідроксиетилцелюлоза (гмГЕЦ), гідрофобно модифікована гідроксипропілцелюлоза (гмГПЦ), гідрофобно модифікована етилгідроксиетилцелюлоза (гмЕГЕЦ), гідрофобно модифікована карбоксиметилгідроксиетилцелюлоза (гмКМГЕЦ), гідрофобно модифікована гідроксипропілгідроксиетилцелюлоза (гмГПГЕЦ), гідрофобно модифікована метилцелюлоза (гмМЦ), гідрофобно модифікована метилгідроксипропілцелюлоза (гмМГПЦ), гідрофобно модифікована метилгідроксиетилцелюлоза (гмМГЕЦ), гідрофобно модифікована карбоксиметилцелюлоза (гмКМЦ), сульфоетилцелюлоза (СЕЦ), гідроксиетилсульфоетилцелюлоза (ГЕСЕЦ), гідроксипропілсульфоетилцелюлоза (ГПСЕЦ), метилгідроксиетилсульфоетилцелюлоза (МГЕСЕЦ), метилгідроксипропілсульфоетилцелюлоза (МГПСЕЦ), гідроксиетилгідроксипропілсульфоетилцелюлоза (ГЕГПСЕЦ), карбоксиметилсульфоетилцелюлоза (КМСЕЦ),

гідрофобно модифіцирована сульфоетилцелюлоза (гмСЕЦ), гідрофобно модифікована гідроксиетилсульфоетилцелюлоза (гмГЕСЕЦ), гідрофобно модифікована гідроксипропілсульфоетилцелюлоза (гмГПСЕЦ), гідрофобно модифікована гідроксиетилгідроксипропілсульфоетилцелюлоза (гмГЕГПСЕЦ).

Алкільні замісники в хімії простих ефірів целюлози взагалі позначаються як DS. DS являє собою середнє число заміщених гідроксильних груп на одну ангідроглюкозну ланку. Заміщення на метил позначається, наприклад, як DS (метил) або DS(M). Заміщення на гідроксипропіл звичайно позначається як MS. MS являє собою середнє число молів етерифікуючого агента на один моль ангідроглюкозної ланки, зв'язаної по типу простого ефіру. Етерифікація оксидом етилену в якості етерифікуючого агента позначається, наприклад, як MS (гідроксиетил) або MS (ГЕ). Етерифікація оксидом пропілену в якості етерифікуючого агента позначається, відповідно, як MS (гідроксипропіл) або MS (ГП). Визначення бічних груп здійснюється методом Цайзеля [der Zeisel-Methode Literatur: G. Bartelmus und R. Ketterer, Z. Anal. Chem. 286 (1977) 161-190].

Особливо переважним похідним целюлози є простий ефір целюлози, який володіє термічною точкою коагуляції у воді, такий, наприклад, як метилцелюлоза, метилгідроксиетилцелюлоза, метилгідроксипропілцелюлоза, метилгідроксипропілгідроксиетилцелюлоза і гідроксипропілцелюлоза. У більшості випадків кращою є метилгідроксиетилцелюлоза DS (M) від 1 до 2,6 та MS (ГЕ) від 0,05 до 0,9, особливо, з DS (M) від 1,3 до 1,9 та MS (ГЕ) від 0,15 до 0,55 і метилгідроксипропілгідроксиетилцелюлоза з DS (M) від 1 до 2,6 і MS (ГП) від 0,05 до 1,2 і MS (ГЕ) від 0,05 до 0,9, особливо, DS (M) від 1,3 до 1,9 і MS (ГП) від 0,05 до 0,6 і MS (ГЕ) від 0,15 до 0,55.

Водорозчинність похідних целюлози, які мають термічну точку коагуляції у воді, сильно залежить від температури. Нижче термічної крапки коагуляції такі похідні целюлози утворюють розчини або гелі. Крапка термічної коагуляції у воді являє собою температуру, при якій відбувається термокоагуляція похідних целюлози.

У процесі набрякання або розчинення руйнуються надупорядковані структури, отримані від вихідного целюлозного матеріалу. Тому у простих ефірів целюлози майже цілком губиться волокниста структура, причому лише частина простих ефірів целюлози, у яких дериватизація є достатньою, піддається набряканню або розчиненню. Отримані в такий спосіб набряклі або розчинені похідні целюлози містять не менше ніж від 25 до 50 мас.% у розрахунку на тверду речовину розчинної або здатної до набрякання речовини у вихідному стані.

Отримані набряклі або розчинені похідні целюлози представляють в'язко-еластичні системи, властивості яких згідно кількості розчинника і похідному целюлози відповідають текучому під власною вагою розчину, еластичному гелю або м'якому, але тендітному твердому тілу.

Вміст води вибирають так, щоб досягти достатнього ступеня набрякання або розчинення для того, щоб зруйнувати волокнисті структури похідного целюлози. Відповідно до одного з кращих варіантів воно складає від 50 до 80 мас.%, переважно, від 65 до 78 мас.%, найбільш переважно, від 68 до 76 мас.% у розрахунку на загальну масу. Несподівано було знайдено, що для досягнення бажаної насипної ваги здрібнених продуктів необхідно мінімальний специфічний вміст води. Серед іншого цей показник змінюється в залежності від виду замісників, ступеню етерифікації і молекулярної маси похідних целюлози. У загальному випадку, при більш високому ступені етерифікації потрібний менший вміст води. Також у загальному випадку при більш низькій молекулярній масі потрібний менший вміст води. Однак, це було встановлено як виключення. Рекомендується в кожному окремому випадку визначати оптимальний вміст води для перероблюваного похідного целюлози в порядку експерименту.

Відповідно до одного варіанта здійснення способу простий ефір целюлози з термічною точкою коагуляції у воді, переважно, метилцелюлозу, метилгідроксиетилцелюлозу, метилгідроксипропілцелюлозу, метилгідроксипропілгідроксиетилцелюлозу, гідроксипропілцелюлозу на стадії а) переводять у набряклий стан або у розчин за допомогою охолодження до температури нижче крапки коагуляції, у результаті чого в значній мірі руйнується надупорядкована структура, наприклад, волокниста структура. Переважно, використовують простий ефір целюлози у формі вологого залишку на фільтрі. Особливо переважно, використовують вологий залишок на фільтрі метилгідроксипропілцелюлози, метилгідроксипропілцелюлози, метилгідроксипропілгідроксиетилцелюлози або метилцелюлози із вмістом води від 40 до 65 мас.%, яка змішується з додатковою водою і охолоджується. Переважно, домішують холодну воду і безпосередньо після цього гомогенізують відомим чином. Так, наприклад, воду безупинно домішують у двовалковому змішувачі, і безпосередньо після цього суміш гомогенізують за допомогою різання і змішування. Для цього придатні як односпрямовані, так і протиспрямовані машини, причому кращі односпрямовані машини з аксильною порожниною. Конфігурація шнека повинна задовольняти необхідним умовам таким чином, щоб з одного боку, досягався необхідний змішувальний вплив, а з іншого боку, щоб вплив, який ріже, регулювався так, щоб не відбувалося ніякого неприпустимого впливу на матеріал, що, можливо, могло б привести до скорочення довжини молекулярного ланцюга. Завдяки порівняно невеликому нахилу, який ріже, виділяються, так називані, двомульдеві змішувальні машини з двома горизонтально розташованими лопатами, які перемішують і глибоко входять у зачеплення один з одним і, як і в двошнекових змішувачів, взаємно очищаються [фірма IKA, фірма List]. Завдяки різним швидкостям обертання валків, у продукті похідного целюлози, який змішується, досягається необхідне тертя, а, отже, гарне диспергування і гомогенізація метилцелюлози у воді.

Для гомогенізації придатні одновалкові змішувачі безупинної дії, які зараховуються до, так називаних, Reflectoren®, котрі є високопродуктивними змішувачами з конструкцією модульного типу, які складаються з многосекційного змішувального циліндра, котрий обігрівается й охолоджується, і змонтованого з однієї сторони лопатевого змішувального пристрою [фірма Lipp]. Також придатні, так називані, штифтовий циліндричний екструдер або Stifitconvert®-екструдер [фірма Berstorff], використовувані для одержання каучукових і гумових сумішей. Вправлені в його корпус штифти служать у якості контропори (Widerlager) для усунення побічного спільного обертання продукту, який змішується, валом. Одновалкові шнекові машини без бар'єрів переміщення

для вищезгаданої задачі не придатні.

Для точного регулювання часу обробки і/або для керування рівнобіжними дифузійними реакціями кращі агрегати періодичної дії в порівнянні з апаратами безупинної дії. Для описаної задачі особливо придатні змішувачі з, так називаними, дволопатевими сігма-мішалками [фірма Fima] у горизонтальному положенні. Лопати працюють з різними швидкостями і перекидаються в напрямку обертання. Для спорожнювання змішувача в області сідловини розташований розвантажувальний шнек. Придатний також змішувальний контейнер з вертикально розташованим валом, який перемішує, коли для зменшення побічного одночасного обертання змішувача маси валом, який перемішує, використовують придатний переривник потоку на стінці контейнера, і завдяки цьому інтенсивний вплив, який перемішує, переноситься на перемішувану масу [фірма Bayer]. Важіль змішувача розташований таким чином, що крім перемішування усього вмісту контейнера виявляється також спрямований вниз пресуючий вплив, у результаті чого розташований на дні контейнера розвантажувальний шнек постійно заповнюється матеріалом. Для періодичного процесу гомогенізації похідних целюлози з водою придатний також змішувальний контейнер з подвійними стінками і планетарним пристроєм, який перемішує, і рядним гомогенізатором. Планетарний пристрій, який перемішує, сприяє інтенсивному перемішуванню вмісту контейнера і гарантує майже не маюче відкладень очищення внутрішніх стінок контейнера, які піддаються дії температури. Додаткової гомогенізації сприяє з'єднана байпасом ротор/статорна система.

Потім набряклі або розчинені похідні целюлози на стадії б) переводять у стан твердого тіла в, переважно, безситовому високошвидкісному ударно-відбивному млині так, що при цьому за допомогою суміші перегрітої водяної пари з інертним газом або суміші водяної пари з повітрям при вмісті в суміші водяної пари від 40 до 99мас.% у розрахунку на суміш водяної пари з інертним газом або з повітрям, з одного боку, вода, яка знаходиться в набряклому або розчиненому похідному целюлози, переводиться в парову фазу, а, з іншого боку, набрякле або розчинене похідне целюлози за допомогою фазового переходу переводиться у твердий стан, причому при цих процесах відбувається зміна форми похідного целюлози під впливом зовнішніх сил (удар, зрушення).

Завантаження похідного целюлози в ударно-відбивний млин може відбуватися в залежності від консистенції матеріалу, який завантажувється, за допомогою відомих завантажувальних органів. Може вироблятися попереднє дроблення штранг, які завантажуються, на окремі штранги, котрі, у разі потреби, додатково дроблять у поперечному напрямку, причому окремі штранги мають площу поперечного перерізу більше 1мм². Для цього матеріал, який завантажувється, переважно, продавлюється через протиральне сито, і при цьому формуються окремі штранги. Подібним чином можуть використовуватися одно- або двовалкові шнекові машини з насадкою у вигляді диска з отворами (м'ясорубка). Штранги безупинної довжини можуть бути нарізані на більш маленькі відрізки за допомогою механізму, який ріже, можливо, після диска з отворами. При дозуванні шнеків можлива подача екструдованих штранг безпосередньо в зону розмелювання млина.

Розмелювання з одночасним сушінням здійснюють у високошвидкісному газоструйному ударно-відбивному млину, переважно, у безситовому, у якій похідне целюлози піддається ударному і/або зрушувальному впливу. Млини подібного типу відомі й описані, наприклад, з патенту США US-A 4747550, німецької заявки на патент DE-A 3811910 або європейської заявки на патент EP-A 0775526.

У якості теплонесучого і транспортуючого газу для розмелювання з одночасним сушінням використовують суміш водяної пари з інертним газом або повітрям, причому вміст водяної пари, переважно, визначається тим, що використовувану у якості розчинника для похідного целюлози воду випарюють. В іншому переважному варіанті на стадії б) у млин може додатково подаватися вода або водяна пара, яка може, наприклад, використовуватися для створення на початку процесу в розмелюючій установці атмосфери водяної пари.

У якості інертного газу можуть бути використані будь-які гази або газові суміші з точкою роси нижче кімнатної температури. Переважно використовують азот, діоксид вуглецю, повітря, газоподібні продукти згоряння або суміші цих газів. Температура транспортуючих інертних газів або повітря може бути обрана будь-якою, переважно, вона знаходиться в межах 0-300°C. Особливо використовують інертний газ або повітря з температурою в межах 5-50°C, особливо, з температурою навколишнього середовища. Газ або газова суміш може бути попередньо нагріта за допомогою теплообмінника або, як у випадку газоподібних продуктів згоряння, є вже гарячими. Інертний газ або повітря можуть подаватися в будь-яких місцях установки, яка розмелює. Так, наприклад, грубі зерна можуть повертатися в зону розмелювання пневматично, а транспортуючий потік вибирають таким, щоб уводилася бажана кількість інертного газу або повітря. Подача інертного газу або повітря може відбуватися, наприклад, з боку усмоктування вентилятора або в місці з матеріалом, який розмелюється. Подача інертного газу або повітря, переважно, може також відбуватися одночасно з різних місць пристрою, який розмелює. Подачу інертного газу або повітря здійснюють тоді, переважно, у масовому співвідношенні з внесеною випареною водою від 1:99 до 60:40, переважно, у масовому співвідношенні від 3:97 до 40:60, особливо переважно, у масовому співвідношенні від 5:95 до 30:70. При цьому вода, яка надходить, вноситься розчиненням або набряклим похідним целюлози і випарюється в процесі розмелювання з одночасним сушінням або подається в млин безпосередньо у вигляді води або водяної пари. Випарена кількість води розраховується в такий спосіб:

Кількість водяної пари [кг/год] = подавана кількість води або водяної пари [кг/год] + внесена кількість гелю [кг/год]·мас.% води в гелі / 100мас.% - витрата порошку метилцелюлози [кг/год]·мас.% вологості / 100мас.%.

Оскільки останній член рівняння є, як правило, дуже маленьким у порівнянні з першим і другим членами рівняння, то кількість водяної пари приблизно може бути розрахована в такий спосіб:

Кількість водяної пари [кг/год] = подавана кількість води або водяної пари [кг/год] + внесена кількість

гелю [кг/год]-мас.% води в гелі / 100мас.%.

У тому випадку, якщо в млин не подається ніякої додаткової води або водяної пари, то кількість водяної пари приблизно розраховується в такий спосіб:

Кількість водяної пари [кг/год] = внесена кількість гелю [кг/год]-мас.% води в гелі / 100мас.%.

Завдяки великій кількості циркулюючого газу в порівнянні з кількістю води, яка вводиться, і інертного газу або повітря забезпечується змішання водяних пар з інертним газом або повітрям.

Розчинене або набрякле похідне целюлози подрібнюють у результаті багаторазового ударного або ріжучого (зрушуючого) впливу між обертовими і нерухомими або обертовими в протилежному напрямку робочими органами, які розмелюють, і/або внаслідок зіткнення декількох часток. Необхідна для цього тепла енергія лише частково надходить за рахунок теплонесучого газу. Перетворювана при терті в тепло електрична енергія приводу млина одночасно сприяє сушінню.

Тонкодисперсні тверді частки, які містяться, відокремлюють від газового потоку, наприклад, у сепараторі, розташованому після пристрою для розмелювання з одночасним сушінням. Такий сепаратор може являти собою гравітаційний сепаратор, такий як циклон, або також фільтраційний сепаратор. У залежності від типу конструкції млину може здійснюватися внутрішня класифікація за допомогою просівання. Великі частки, які можуть бути присутніми, відокремлюються від тонкого помелу внаслідок переважного впливу відцентрової сили над стискальним зусиллям транспортуючого газу. Продукт тонкого помелу виноситься з камери, яка розмелює, разом із транспортуючим газом у вигляді готового продукту. Грубі ж частки повертаються знову в зону розмелювання по внутрішньому або зовнішньому ре-циркуляційному контуру для грубих часток. Розмелювання з одночасним сушінням виробляється так, щоб не було необхідності в додатковій стадії класифікації за допомогою сепарації або просівання. Однак, грубі зерна, переважно, сепарують за допомогою контрольного просівання. Для цього використовують сито з комірками розміром від 0,125мм до 1мм. Сепарована груба фракція складає менше 15мас.%, переважно, менше 7мас.%, особливо переважно, менше 3мас.% у розрахунку на загальну масу висушеного в процесі розмелювання похідного целюлози. Ця відділена груба фракція, у разі потреби, може повертатися назад у млин або змішуватися з продуктом, який надходить.

Теплонесучий і транспортуючий газ (млиновий газ) може рециркулювати і зайву частину його витягають у вигляді частини потоку. Кількість рециркулюючого газу [кг/год] у рециркуляційному контурі відноситься до кількості води, яка привноситься, [кг/год] і інертного газу або повітря [кг/год], переважно, як 5:15, особливо, як 8:12. Перед пристроєм для розмелювання з одночасним сушінням розташовується теплообмінник, який нагрівається за рахунок випарювання води, яка міститься в похідному целюлози, і тепловтрати млинового газу, який охолоджується. Мінімальну температуру використовуваної для розмелювання з одночасним сушінням суміші водяної пари з інертним газом або суміші водяної пари з повітрям вибирають такою, щоб у залежності від обраної витрати продукту і/або кількості розчинника або суміші розчинників температура в будь-якому місці похідного целюлози не опустилася нижче точки роси.

Завдяки використанню суміші водяної пари з інертним газом або суміші водяної пари з повітрям в установці для розмелювання з одночасним сушінням створюється збіднене киснем газоподібне середовище.

Водяна пара, яка міститься в частині потоку млинового газу, котра витягається, у разі потреби, може конденсуватися після фільтрації гарячого газу з регенерацією тепла.

Тонкодисперсні тверді частки, у разі потреби, можуть бути висушені на стадії г) до бажаної вологості у відомих сушильних пристроях. Сушіння доцільно здійснювати в конвекційних сушарках, переважно, у прямооточних пневматичних сушарках, круглих сушарках або подібних агрегатах. Сушіння в процесі розмелювання, переважно, здійснюють таким чином, що відсутня необхідність у наступній додатковій стадії сушіння.

Для модифікації профілю властивостей кінцевого продукту, у разі потреби, перед, у процесі або після однієї або декількох стадій способу за винаходом можуть додаватися модифікатори, добавки і/або активні речовини.

Під модифікаторами варто розуміти такі речовини, які впливають на похідне полісахариду. Типовими модифікаторами є окислювачі, такі як пероксид водню, озон, гіпогалогеніди, перборати і перкарбонати, а також поперечно зшиваючі агенти, наприклад, діальдегіди, такі як гліоксаль або діальдегід глутарової кислоти, поліфункціональні епоксиди, поліфункціональні ізоціанати, органічні кислоти, мінеральні кислоти, органічні і неорганічні солі, однак, не обмежуючи ними.

Під добавками варто розуміти такі речовини, які не роблять ніякого хімічного впливу на похідне полісахариду. Типовими добавками є консерватори, диспергатори, вспінювачі, поростворювачі, пігменти, неіоногенні, аніоноактивні і катіоноактивні синтетичні і природні полімери та їхні похідні, наприклад, простий ефір крохмалю, такий як гідроксиетил- або гідроксипропілкрохмаль, органічні і неорганічні солі, однак, не обмежуючи ними.

Під активними речовинами варто розуміти речовини, які не роблять ніякого хімічного впливу на похідне целюлози і не використовуються для похідного целюлози в якості сполучного. Типовими активними речовинами є засоби захисту рослин і фармацевтично активні речовини, але не обмежуючи ними.

Похідні целюлози відповідно до цього винаходу можуть мати численне застосування. Вони можуть, наприклад, використовуватися в якості водорозчинних або розчинних у розчинниках згущувачів або сполучних у фарбуванні, фармацевтиці, косметичі або харчових продуктах. Вони можуть використовуватися як покриття, наприклад, у фармацевтиці. Іншим призначенням є використання у якості захисного колоїду, наприклад, у суспензійній полімеризації.

Під продуктами цього способу маються на увазі тонкодисперсні похідні целюлози, причому вони в значній

мірі зберігають надмолекулярну структуру вихідного матеріалу, наприклад, волокнисту структуру.

Отримані способом відповідно до винаходу тонкодисперсні похідні целюлози, у разі потреби, піддають автономно аналізу для визначення розміру часток методом лазерної дифракції (наприклад, Sympates HELOS (H1007) & RODOS). При цьому аналіз дифракційної картини роблять спочатку з припущенням наявності сферичних часток і постійної справжньої щільності по загальному спектру розміру часток. При цьому знезначення виявлене значне розходження в порівнянні з продуктами, отриманими відповідно до відомого з рівня техніки способу. Так, у способі за винаходом стало можливим одержати продукт, який містить менше 5мас.%, переважно, менше 2мас.% у розрахунку на загальну масу часток розміром менше 15мкм. Стало можливим одержати продукт, який містить менше 2мас.%, переважно, менше 1мас.% у розрахунку на загальну масу часток розміром менше 10мкм і менше 1мас.%, переважно менше 0,5мас.%, найбільш переважно, менше 0,1мас.% у розрахунку на загальну масу часток розміром менше 5мкм. Альтернативно крива ситового аналізу може також регулюватися таким чином, що в розрахунку на загальну масу одержують 20мас.% часток з розміром менше 15мкм, менше 10мас.% часток з розміром менше 10мкм і менше 2мас.% часток з розміром менше 5мкм. З цього випливає явно зменшений вміст тонкого пилу і більш вузький розподіл часток за розміром в порівнянні з продуктами відповідно до відомого рівня техніки.

За допомогою зміни швидкості обертання ротора і разом з тим окружної швидкості високошвидкісного газоструйного ротаційного ударно-відбивного млина може бути досягнутий заданий ступінь здрібнювання і разом з цим крива ситового аналізу (гранулометричного розподілу). Тому для керування млином частину потоку продукту, доцільно, витягати із сепаратора (циклона, фільтраційного сепаратора) і безупинно аналізувати методом визначення розміру часток. У якості альтернативи безпосередньо в лінію, котра подає, можуть бути інтегровані система добору проб і вимірювальна система. Переважно, для цього використовують спосіб лазерної дифракції.

Завдяки такому способу дії, можна дотримувати вузьку область у відношенні бажаної кривої ситового аналізу (гранулометричного розподілу). Таким чином, можна досягати задану ступінь помелу, причому у відношенні кумульованого просіву через сито з розміром комірок 0,063мм досягається точність ± 5 мас.%. Після цього складають криві ситового аналізу (гранулометричного складу), котрі одержують для заданих величин 40, 50, 60, 70, 80, 90мас.% менше 0,063мм.

Сито для аналізу відповідає DIN ISO 3310. Наведені нижче світлові розміри комірок відповідають стандарту США ASTM E11-61 як зазначено нижче:

ASTM E11-61

0,25мм	60меш
0,125мм	120меш
0,063мм	230меш

Крива ситового аналізу А 40%<0,063мм

Мас. % кумульованого просіву

<0,25мм	98,5-100
<0,2мм	95-100
<0,16мм	89-98
<0,125мм	79-92
<0,1мм	65-80
<0,063мм	35-45

Крива ситового аналізу В 50%<0,063мм

Мас. % кумульованого просіву

<0,25мм	99-100
<0,2мм	98-100
<0,16мм	93-99
<0,125мм	85-94,5
<0,1мм	75-88
<0,063мм	45-55

Крива ситового аналізу С 60%<0,063мм

Мас. % кумульованого просіву

<0,25мм	99-100
<0,2мм	98,5-100
<0,16мм	95,5-100
<0,125мм	89-96,5
<0,1мм	81-91,5
<0,063мм	55-65

Крива ситового аналізу D 70%<0,063мм

		Мас. % кумульованого просіву
	<0,25мм	99,5-100
5	<0,2мм	99,0-100
	<0,16мм	97,0-100
	<0,125мм	93-98
	<0,1мм	86-94,5
	<0,063мм	65-75

10 Крива ситового аналізу Е 80%<0,063мм

		Мас. % кумульованого просіву
	<0,25мм	99,9-100
15	<0,2мм	99,5-100
	<0,16мм	97,5-100
	<0,125мм	95,5-99,5
	<0,1мм	91-97
	<0,063мм	75-85

20 Крива ситового аналізу F 90%<0,063мм

		Мас. % кумульованого просіву
	<0,25мм	99,9-100
25	<0,2мм	99,5-100
	<0,16мм	98,5-100
	<0,125мм	96,5-99,9
	<0,1мм	94-99,5
	<0,063мм	85-95

30 Більш широкий розподіл часток за розмірами можна одержати змішанням порошків з різними кривими ситового аналізу (гранулометричного складу).

Насипну щільність тонкодисперсного похідного целюлози можна регулювати в способі відповідно до винаходу від більше/дорівнює 0,15кг/л до більше/дорівнює 0,5кг/л. Переважно одержують продукти з удаваною насипною вагою більше/дорівнює 0,3кг/л і менше/дорівнює 0,5кг/л.

35 Приклади

Одержання гелю

У контейнері змішувача з вертикально розташованим перемішувачем валом, робочий орган якого розташований так, що охоплює всю камеру змішання, безупинно змішували з водою вологий осад на фільтрі (корж) метилгідроксиетилцелюлози із вмістом води 55мас.% у розрахунку на загальну масу (з метилгідроксиетилцелюлози DS (метил) = 1,51 і MS (гідроксиетил) = 0,28) таким чином, що одержували гель метилгідроксиетилцелюлози із вмістом твердої речовини 25% у розрахунку на загальну масу. Для зменшення побічного спільного обертання матеріалу на стінки контейнера розташований обмежник потоку. Лопата мішалки на перемішувачу валу розташована так, що крім перемішувача впливу вона робить спрямовану вниз пресуючу дію, у результаті чого встановлений на дні контейнера розвантажувальний шнек постійно завантажується матеріалом. Гель уловлюють і безпосередньо після цього переробляють у тонкодисперсні продукти метилгідроксиетилцелюлози (прикладі розмелювання з одночасним сушінням (РС) 1-3).

Приклади: Розмелювання з одночасним сушінням (РС)

Установка, яка розмелює, складається з безситового високошвидкісного газост-румінного ротаційного ударно-відбивного млина (тип Ultra Rotor II, Altenburger Maschinen Jackering GmbH) з вертикально розташованим приводним валом і відбійною плитою, яка просіває, діаметром 0,5м з 16 дробильними плитами, які діють назустріч профільованій протилежній відбійній плиті. Окружна швидкість ротора визначається швидкістю обертання (числом обертів) ротора і розраховується відповідно до формули $U = \pi \cdot n \cdot d$, де n - число обертів ротора і $d=0,5$ м. Число обертів ротора (швидкість його обертання) регулюють розподільним механізмом млина. Після млина розташований циклон з діаметром 0,6м, де відокремлюється основна частина продукту тонкого помелу, а також два паралельно розташованих рукавних фільтри, кожний з яких має поверхню 12м². З циклона млиновий газ нагнітається відцентровим вентилятором через генератор гарячого газу з пальником для природного газу назад у млин.

Продукт, який завантажується, (вологе похідне целюлози) дозують за допомогою дозуючого шнека в млин на рівні першої і другої відбійних плит. За допомогою перфорованої плити, розташованої перед дозуючим шнеком, матеріал, який завантажується, дроблять у вигляді окремих штранг діаметром близько 10мм. Додатково в різних місцях установки (вентилятор, ударно-відбивний млин, циклон) дозують визначену кількість азоту.

Зайву частину суміші водяної пари/азоту витягають і конденсують у водострумін-ному вентиляторі водяну пару, яка міститься.

Приклад РС 1

Гель метилгідроксиетилцелюлози (із метилгідроксиетилцелюлози з DS (метил) = 1,51 і MS (гідроксиетил) =

0,28) із вмістом твердої речовини 25% у розрахунку на загальну масу розмелювали відповідно до описаного вище режиму технологічної проводки при витраті гелю 114кг на годину і сушили. Подавана суміш водяна пара/азот мала температуру від 230 до 250°C при нормальному тиску. Після камери, яка розмелює, температура суміші водяної пари/азоту складала 130°C. Кількість рециркулюючого газу складала 1800 технічних кубометрів на годину (обмірюване при 125°C). Вміст водяної пари в суміші водяна пара/азот складала 73мас.%.
5

При швидкості обертання ротора ударно-відбивного млина 3550с⁻¹ одержали тонкодисперсну метилгідроксиетилцелюлозу (МГЕЦ) з насипною вагою 403г/л і в'язкістю, обмірюваною для 2%-вого водяного розчину 87500мПа*с при 20°C і 2,55л/с (віскозиметр Haake Rotovisko). Отриманий порошок мав просів через сито з розміром комірок 0,063мм 75,6мас.%. Визначення розміру часток методом лазерної дифракції показав наступні результати: 4,7мас.% - <15,5мкм; 2,1мас.% - <11мкм і 0,7мас.% - <5,5мкм. Вологість продукту складала менше 2мас.% у розрахунку на загальну масу.
10

Приклад РС 2

Такий же гель з метилгідроксиетилцелюлози (МГЕЦ) розмелювали відповідно до описаного вище режиму технологічного проведення при витраті гелю 106кг у годину і сушили. Подавана суміш водяна пара/азот мала температуру від 230 до 245°C при нормальному тиску. Після камери, яка розмелює, температура пари складала 130°C. Кількість рециркулюючого газу складало 1800 технічних кубометрів у годину (обмірюване при 125°C). Вміст водяної пари в суміші водяна пара/азот складала 71мас.%.
15

При швидкості обертання ротора ударно-відбивного млина 3175с⁻¹ одержали тонкодисперсну метилгідроксиетилцелюлозу (МГЕЦ) з насипною вагою 397г/л і в'язкістю, обмірюваною для 2%-вого водяного розчину 90200мПа*с при 20°C і 2,55л/с (віскозиметр Haake Rotovisko). Отриманий порошок мав просів через сито з розміром комірок 0,063мм 66,1мас.%. Аналіз розподілу часток за розмірами методом лазерної дифракції показав наступні результати: 2,3мас.% - менше 15,5мкм; 0,9мас.% - менше 11мкм і 0,0мас.% - менше 5,5мкм. Вологість продукту складала менше 2мас.% у розрахунку на загальну масу.
20

Приклад РС 3

Такий же гель з метилгідроксиетилцелюлози (МГЕЦ) розмелювали відповідно до описаного вище режиму технологічного проведення при витраті гелю 130кг на годину і сушили. Подавана суміш водяна пара/азот мала температуру від 250 до 270°C при нормальному тиску. Після камери, котра розмелює, температура пари складала 130°C. Кількість рециркулюючого газу складала 1700 технічних кубометрів на годину (обмірюване при 125°C). Вміст водяної пари в суміші водяна пара/азот складала 75мас.%.
25

При швидкості обертання ротора ударно-відбивного млина 2470с⁻¹ одержали тонкодисперсну метилгідроксиетилцелюлозу (МГЕЦ) з насипною вагою 395г/л і в'язкістю, обмірюваною для 2%-вого водяного розчину 93700мПа*с при 20°C і 2,55л/с (віскозиметр Haake Rotovisko). Отриманий порошок мав просів через сито з розміром комірок 0,063мм 55,9мас.%. Аналіз розподілу часток за розмірами методом лазерної дифракції показав наступні результати: 1,7мас.% - менше 15,5мкм; 0,6мас.% - менше 11мкм і 0,0мас.% - менше 5,5мкм. Вологість продукту складала менше 2мас.% у розрахунку на загальну масу. В'язкість продукту, обмірювана для 2%-вого водяного при 20 °C і 2,55л/с (віскозиметр Haake Rotovisko) в одиницях [мПа*с] приведена в нижченаведеній таблиці під умовним коротким позначенням V2. Для ситових аналізів приведений кумульовані ситові просіви в мас.%. Також у мас.% приведені дані лазерного дифракційного аналізу.
30

Приклади РС 4-6			
Приклади	4	5	6
DS(M)	1,53	1,53	1,53
MS (ГЕ)	0,28	0,28	0,28
MS (ГП)	0,29	0,29	0,29
Вміст твердої речовини в гелі, [%]	25	25	25
Витрата гелю, [кг/год]	107	115	112
Число обертів ротора [1/с]	3550	3175	2820
Температура перед млином, [°C]	210-230	220-240	230-250
Температура після млина, [°C]	130	130	130
Кількість рециркулюючого газу 125 °C, [м³/год]	1750	1700	1700
Вміст води в суміші водяна пара/азот [мас.%]	71	73	72
Ситовий аналіз			
<0,25мм	99,9	99,7	98,6
<0,2мм	99,7	99,2	95,2
<0,16мм	99,3	96,8	89,6
<0,125мм	96,8	91,0	79,1
<0,1мм	91,9	81,2	65,6
<0,063мм	71,8	55,1	37,9
В'язкість V2	8200	8200	8000
Вологість продукту, [мас.%]	1,7	1,3	2,0
Насипна вага, [г/л]	408	393	341
Показники лазерного дифракційного аналізу			

<15,5мкм	4,5	2,0	1,0
<11мкм	2,0	0,8	0,4
<5,5мкм	0,6	0,1	0,0

Приклади РС 7-8		
Приклади	7	8
DS(M)	1,54	1,54
MS (ГЕ)	0,1	0,1
MS (ГП)	0,24	0,24
Вміст твердої речовини в гелі, [%]	22	22
Витрата гелю, [кг/год]	142	140
Число обертів ротора [1/с]	3550	2470
Температура перед млином, [°C]	250-270	270-290
Температура після млина, [°C]	130	130
Кількість рециркулюючого газу 125°C, [м³/год]	1750	1650
Вміст води в суміші водяна пара/азот [мас. %]	78	77
Ситовий аналіз		
<0,25мм	99,9	99,6
<0,2мм	99,8	99,1
<0,16мм	99,5	96,9
<0,125мм	98,0	89,8
<0,1мм	94,4	79,8
<0,063мм	78,8	49,9
В'язкість продукту V2	49800	51000
Вологість продукту, [мас. %]	1,8	1,5
Насипна вага, [г/л]	409	414

Приклади РС 9-12				
Приклади	9	10	11	12
DS (M)	1,56	1,56	1,56	1,56
MS (ГЕ)	0,27	0,27	0,27	0,27
Вміст твердої речовини в гелі, [%]	25	25	25	25
Витрата гелю, [кг/год]	117	114	113	120
Число обертів ротора [1/с]	3550	3175	2820	2470
Температура перед млином, [°C]	240-250	230-250	240-260	250-270
Температура після млина, [°C]	130	130	130	130
Кількість рециркулюючого газу 125°C, [м³/год]	1800	1800	1750	1750
Вміст води в суміші водяна пара/азот [мас. %]	73	73	73	74
Ситовий аналіз				
<0,25мм	100,0	99,9	99,9	99,7
<0,2мм	99,9	99,8	99,4	98,8
<0,16мм	99,8	99,1	97,4	95,2
<0,125мм	99,1	95,5	92,0	88,1
<0,1мм	95,9	89,5	83,7	78,8
<0,063мм	80,9	68,2	58,7	52,0
В'язкість V2	37100	39500	39600	39800
Вологість продукту, [мас. %]	1,5	1,7	1,6	1,3
Насипна вага, [г/л]	431	424	414	414
Показники лазерного дифракційного аналізу				
<15,5мкм	3,4	2,2	1,2	1,0
<11мкм	1,2	0,8	0,4	0,3
<5,5мкм	0,0	0,0	0,0	0,0

Порівняльні приклади

Таку ж метилгідроксиетилцелюлозу (МГЕЦ) як і в прикладах 10-13 після відділення від промивного розчину спочатку переробляли в зерна і безпосередньо після цього розмелювали у вібромліні. Одержали продукти з наступними параметрами:

Ситовий аналіз		
<0,25мм	100,0	100,0
<0,2мм	100,0	100,0
<0,16мм	100,0	100,0

У А 7 5 3 2 6 С 2

У А 7 5 3 2 6 С 2

<0,125мм	92,7	93,9
<0,1мм	80,9	83,5
<0,063мм	53,0	54,9
В'язкість V2	35900	34500
Вологість продукту, [мас. %]	2,3	2,3
Насипна вага, [г/л]	382	376
Показники лазерного дифракційного аналізу		
<15,5мкм	5,4	7,8
<11мкм	4,1	6,0
<5,5мкм	2,9	3,9

Приклади РС 13-16				
Приклади	13	14	15	16
DS (М)	1,45	1,45	1,45	1,45
MS (ГЕ)	0,21	0,21	0,21	0,21
Вміст твердої речовини в гелі, [%]	22,5	26	26	30
Витрата гелю, [кг/год]	53	103	107	110
Число обертів ротора [1/с]	4420	4420	3540	4420
Температура перед млином, [°C]	150-160	180-200	210-230	190-200
Температура після млина, [°C]	120	120	120	120
Кількість рециркулюючого газу 125°C, [м³/год]	1850	1850	1800	1850
Вміст води в суміші водяна пара/азот [мас. %]	56	70	71	71
Ситовий аналіз				
<0,25мм	100,0	100,0	100,0	100,0
<0,2мм	99,9	99,9	100,0	100,0
<0,16мм	99,8	99,9	99,9	100,0
<0,125мм	98,9	99,8	99,6	99,8
<0,1мм	96,8	98,8	98,1	98,0
<0,063мм	86,6	92,9	88,1	85,9
В'язкість продукту V2	13300	15000	15900	16100
Вологість продукту, [мас. %]	1,4	2,1	1,6	2,1
Насипна вага, [г/л]	360	324	334	247
Показники лазерного дифракційного аналізу				
<15,5мкм	8,9	19,1	9,6	10,7
<11мкм	3,9	8,8	4,4	5,3
<5,5мкм	0,6	0,5	0,9	1,0

Установку для розмелювання з одночасним сушінням піддавали з метою іспиту при загальній тривалості процесу 30 годин відповідно описаному в прикладах РС 1-16 режиму 12 пусковим і початковим процесам. При цьому не спостерігалось ніякої конденсації водяної пари або відкладень в установці для розмелювання з одночасним сушінням.

Для порівняння установку для розмелювання з одночасним сушінням пускали в хід з водяною парою без вмісту азоту. При цьому в млині спостерігалися конденсація водяної пари, відкладення продукту розмелювання, а також відкладення на секційних живильниках.

Формула винаходу

1. Порошкоподібне водорозчинне похідне целюлози, яке відрізняється тим, що воно містить у розрахунку на загальну масу менше 20 мас. % частинок розміром менше 15 мкм, менше 10 мас. % частинок розміром менше 10 мкм і менше 2 мас. % частинок розміром менше 5 мкм.

2. Порошкоподібне водорозчинне похідне целюлози згідно з п.1, яке відрізняється тим, що воно містить у розрахунку на загальну масу менше 5 мас. % частинок розміром менше 15 мкм, менше 2 мас. % частинок розміром менше 10 мкм і менше 1 мас. % частинок розміром менше 5 мкм.

3. Порошкоподібне водорозчинне похідне целюлози згідно з п. 1 або 2, яке відрізняється тим, що при ситовому аналізі через набір сит воно має криву ситового аналізу в наступних межах:

крива ситового аналізу А
мас. % кумульованого просіву
<0,25 мм 98,5-100
<0,2 мм 95-100
<0,16 мм 89-98
<0,125 мм 79-92

		<0,1 мм 65-80 <0,063 мм 35-45
5	або	
		крива ситового аналізу В
		мас. % кумульованого просіву
		<0,25 мм 99-100
10		<0,2 мм 98-100
		<0,16 мм 93-100
		<0,125 мм 85-94,5
		<0,1 мм 75-88
		<0,063 мм 45-55,
15	або	
		крива ситового аналізу С
		мас. % кумульованого просіву
		<0,25 мм 99-100
20		<0,2 мм 98,5-100
		< 0,16 мм 95,5-100
		<0,125 мм 89-96,5
		<0,1 мм 81-91,5
25		<0,063 мм 55-65,
	або	
		крива ситового аналізу D
		мас. % кумульованого просіву
30		<0,25 мм 99,5-100
		<0,2 мм 99-100
		< 0,16 мм 97-100
		<0,125 мм 93-98
35		<0,1 мм 86-94,5
		<0,063 мм 65-75,
	або	
		крива ситового аналізу E
		мас. % кумульованого просіву
40		<0,25 мм 99,9-100
		<0,2 мм 99,5-100
		< 0,16 мм 97,5-100
		<0,125 мм 95,5-99,5
45		<0,1 мм 91-97
		<0,063 мм 75-85,
	або	
		крива ситового аналізу F
		мас. % кумульованого просіву
50		<0,25 мм 99,9-100
		<0,2 мм 99,5-100
		< 0,16 мм 98,5-100
		<0,125 мм 96,5-99,9
55		<0,1 мм 94-99,5
		<0,063 мм 85-95.

4. Порошкоподібне водорозчинне похідне целюлози згідно з одним із пп. 1-3, яке відрізняється тим, що воно є похідним целюлози з групи, яка включає метилцелюлозу, метилгідроксипропілцелюлозу, метилгідроксипропілцелюлозу або метилгідроксипропілгідроксипропілцелюлозу.
5. Спосіб одержання порошкоподібного водорозчинного похідного целюлози, який відрізняється тим, що:
- а) похідне целюлози піддають набряканню або розчиняють у 50-80 мас. % води в розрахунку на загальну масу і безпосередньо після цього
- б) у високошвидкісному газоструминному ударно-відбивному млині за допомогою газового потоку суміші перегрітої водяної пари з інертним газом або суміші водяної пари з повітрям із вмістом водяної пари від 40 до

99 мас. % переводять воду з набряклого або розчиненого похідного целюлози в парову фазу, а розчинене або набрякле похідне целюлози переводять у твердий стан у форму тонкодисперсних частинок,

в) відокремлюють тверді частинки похідного целюлози від газового потоку.

6. Спосіб згідно з п. 5, який відрізняється тим, що відокремлені тверді частинки похідного целюлози сушать.

7. Спосіб згідно з п. 5, який відрізняється тим, що перед, під час або після однієї або декількох складових стадій способу від а) до в) до похідного целюлози домішують або додають модифікатори, добавки і/або активні речовини.

8. Спосіб згідно з одним з пп. 5-7, який відрізняється тим, що під похідним целюлози мають на увазі похідне целюлози з термічною точкою коагуляції.

9. Спосіб згідно з одним з пп. 5-8, який відрізняється тим, що похідне целюлози у вигляді вологого осаду на фільтрі на стадії а) піддають набряканню або розчиняють у холодній воді при температурі в межах від 0 до 60°C.

10. Спосіб згідно з одним з пп. 5-9, який відрізняється тим, що під похідним целюлози мають на увазі простий ефір.

11. Спосіб згідно з одним з пп. 5-10, який відрізняється тим, що на стадії б) використовують безситовий високошвидкісний ударно-відбивний млин.

12. Спосіб згідно з одним з пп. 5-11, який відрізняється тим, що криву ситового аналізу тонкодисперсних твердих частинок похідного целюлози регулюють на стадії б) варіюванням швидкості обертання високошвидкісного газоструминного ударно-відбивного млина.

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2006, N 4, 15.04.2006. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.