



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

214 500  
(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita  
(22) Prihlášené 12 01 81  
(21) PV 209-81

(51) Int. Cl. <sup>3</sup> C 08 B 1/08

(40) Zverejnené 15 09 81  
(45) Vydané 01 07 84

(75)

Autor vynálezu

LETENAY ALEXEJ ing., GUNIŠ JOZEF, BRATISLAVA

(54)

Spôsob chemickej úpravy alkalického celulózy

Vynález sa týka spôsobu chemickej úpravy alkalického celulózy predsulfidáciou pomocou prísady malého množstva sírouhlíka - s výhodou cca 5 hmotnostných percent vzhľadom k obsahu alfa celulózy. Presulfidácia prebieha súčasne s predzrievaním alkalického celulózy. Chemicky upravená alkalická celulóza je potom reaktívnejšia než normálne predzrievaná alkalická celulóza, čoho sa dá technologicky využívať pri výrobe derivátov celulózy, ktoré sa pripravujú z alkalického celulózy napríklad pri výrobe éterov celulózy alebo z esterov celulózy pri výrobe xantogenátu celulózy a jeho roztokov.

Vynález sa týka spôsobu chemickej úpravy alkalického celulózy pomocou prísady malého množstva sírouhlíka, s ktorým sa nechá zreagovať. Takto upravená alkalická celulóza sa stane chemicky reaktívnejšou, prístupnejšou pre ďalšie chemické reakcie napríklad pri výrobe derivátov celulózy a to s podstatne menšou spotrebou reakčných činidiel než bez tejto úpravy.

Z odbornej literatúry dosiaľ nie sú známe spôsoby takejto úpravy alkalického celulózy. Známe sú len prípady s doporučovanou prísadou tenzidov, tie však chemicky nereagujú s alkalickou celulózou. Ich účinok je vyvolaný povrchovou aktivitou použitých tenzidov a voči chemickej úprave sírouhlíkom je pomerne slabý.

Podstata predloženého vynálezu, spôsobu chemickej úpravy alkalického celulózy, spočíva v tom, že s nepredzretou alkalickou celulózou sa nechá zreagovať sírouhlík v množstve 1 až 25 % - s výhodou však len v množstve 3 - 5 % - vzhľadom k hmotnosti alfa celulózy a že reakčné činidlo, sírouhlík, sa pridáva počas rozvlákňovania alkalického celulózy alebo potom, prípadne počas predzrievania alkalického celulózy.

Výhodou navrhovaného postupu je, že sa získa vysokoreaktívna surovina, medziprodukt, určený na ďalšie chemické spracovanie napríklad na výrobu derivátov celulózy, u ktorých malé množstvo sírouhlíka nie je na závažu, lebo podstatne nevlplyva na žiadanú kvalitu finálneho produktu s odlišným druhom substituentov. Vznikajú totiž zmesné deriváty celulózy s malým množstvom chemicky viazaného sírouhlíka. Jedine pri príprave xantogenátu celulózy, prirodzene, nevzniká zmesný derivát celulózy, pretože aj samotný xantogenát vzniká reakciou alkalického celulózy so sírouhlíkom. V tomto prípade sa sírouhlík pridáva na dva razy a to raz na chemickú úpravu alkalického celulózy a podruhé zas na vlastnú sulfidáciu chemicky upraveného alkalického celulózy. Výsledný produkt, xantogenát celulózy, je potom výborne rozpustný v lúhovom roztoku alebo len vo vode.

Pri diskontinuálnej výrobe alkalického celulózy je radno pridávať sírouhlík už do rozvlákňovača počas rozvlákňovania alkalického celulózy a to najlepšie vtedy, až sa listy alkalického celulózy vhodne rozdrobia, čo býva asi po hodine rozvlákňovania. Pridané množstvo sírouhlíka sa rýchlo vpije do drte alkalického celulózy, takže masa sulfidovanej alkalického celulózy za niekoľko minút vôbec nezapácha po sírouhlíku, je adsorbovaný na jej povrchu. Rozvlákňovacie zariadenie, prirodzene, že i tak musí byť dobre utesnené, aby pary sírouhlíka nemohli uniknúť do pracovného priestoru.

Chemickú úpravu alkalického celulózy predsulfidáciou s malým množstvom sírouhlíka je možné prevádzkať tiež v iných miešacích zariadeniach napríklad v sulfidačných bubnoch a potom predzrievať pri predpísanej teplote v uzavretých nádobách či komorách.

Dôkazom zvýšenej reaktivity takto upraveného alkalického celulózy je aj skutočnosť, že rýchlejšie predzrieva než neupravená alkalická celulóza, čiže je prístupnejšia pre reakciu s kyslíkom. To znamená, že predzrievanie predsulfidovanej alkalického celulózy nutno skrátiť vtedy, keď sa nemení, neznižuje teplota predzrievania; alebo treba znížiť teplotu predzrievania vtedy, keď sa nemení doba predzrievania. V prvom prípade bolo treba skracovať dobu predzrievania na polovicu, v druhom prípade zas znižovať teplotu predzrievania o 5 °C, ako o tom svedčia údaje tabuľky v prílohe číslo 1.

Tam sa alkalická celulóza predsulfidovala s 5 % sírouhľíka vzhľadom k hmotnosti alfa celulózy v alkalickkej celulóze a potom sa predzrievala 18 hodín pri klesajúcich teplotách predzrieovania od 26 °C do 20 °C. Na dosiahnutie polymeračného stupňa celulózy v predsulfidovanej a predzretej alkalickkej celulóze na žiadanú hodnotu 350 bolo treba použiť teplotu predzrieovania 21 °C a dobu 18 hodín. Neupravenú alkalickú celulózu je nutné predzrieovať na tú istú hodnotu polymeračného stupňa, to je 350, počas 18 hodín pri teplote 26 °C, ako je - pre možnosť porovnania - uvedené v poslednom riadku tabuľky.

Tabuľka tiež uvádza, že vlastná sulfidácia predzretej a predsulfidovanej alkalickkej celulózy sa prevádzala s 20 % sírouhľíka, kým normálna sulfidácia neupravenej alkalickkej celulózy sa prevádzala s 33,8 % sírouhľíka vzhľadom k obsahu alfa celulózy.

#### Príklady:

1. K 700 kg hodinu rozvlákňovanej alkalickkej celulózy z drevnej buničiny obsahujúcej 233 kg alfa celulózy sa pridá 12 kg sírouhľíka. Alkalická celulóza sa potom ešte jednu hodinu rozvlákňuje a predsulfidúva. Po ukončení rozvlákňovania sa predsulfidovaná alkalická celulóza dopraví do priestoru predzrieovania, kde reaguje so vzdušným kyslíkom pri teplote 26 °C a po dobu 10 hodín. Počas predzrieovania sa znižuje polymeračný stupeň celulózy z hodnoty 800 na hodnotu 350.

Predsulfidovaná a predzretá alkalická celulóza sa potom použije napríklad na prípravu xantogenátu celulózy a to tak, že sa vsype do sulfidačného bubna, kde reaguje s 47 kg sírouhľíka pri 26 °C po dobu dvoch hodín za neustáleho miešania. Získa sa dobre rozpustný xantogenát a z neho viskóza.

Sírouhľíkom upravenú alkalickú celulózu možno doporučovať na prípravu takých derivátov celulózy, ktoré sa pripravujú z alkalickkej celulózy a to sú:

1. étery celulózy napríklad karboximetylcelulóza, hydroxietylcelulóza, metylcelulóza, atylcelulóza,
2. estery celulózy napríklad xantogenát celulózy.

Predzrieovacia krivka predsulfidovanej alkalickkej celulózy

| Predzrieovanie |         | Množstvo $\text{Cs}_2$ |            | Polymeračný stupeň | Viskóza   |           |
|----------------|---------|------------------------|------------|--------------------|-----------|-----------|
| Teplota        | Doba    | Predsulfidácia         | Sulfidácia |                    | Viskozita | Zrelosť   |
| 26 °C          | 18 hod. | 5 %                    | 20 %       | 197                | 4,2 sek   | 10,0°Hot. |
| 25 °C          | 18 hod. | 5 %                    | 20 %       | 232                | 20,8 sek  | 9,8°Hot.  |
| 24 °C          | 18 hod. | 5 %                    | 20 %       | 267,4              | 21,5 sek  | 10,2°Hot. |
| 23 °C          | 18 hod. | 5 %                    | 20 %       | 290                | 31,0 sek  | 9,9°Hot.  |
| 22 °C          | 18 hod. | 5 %                    | 20 %       | 314                | 39,0 sek  | 9,0°Hot.  |
| 21 °C          | 18 hod. | 5 %                    | 20 %       | 345                | 52,0 sek  | 9,0°Hot.  |
| 20 °C          | 18 hod. | 5 %                    | 20 %       | 362                | 87,0 sek  | 6,0°Hot.  |

|       |         |     |        |     |          |           |
|-------|---------|-----|--------|-----|----------|-----------|
| 26 °C | 18 hod. | 0 % | 33,8 % | 350 | 51,0 sek | 12,0°Hot. |
|-------|---------|-----|--------|-----|----------|-----------|

# P R E D M E T   V Y N Á L E Z U

1. Spôsob chemickéj úpravy alkalickéj celulózy vyznačený tým, že s nepredzretou alkalickou celulózou sa nechá zreagovať sírouhlík v množstve 1 až 25 % - výhodne však len v množstve 3 až 5 % - vzhľadom k hmotnosti alfa celulózy.

2. Spôsob chemickéj úpravy alkalickéj celulózy podľa bodu 1 vyznačený tým, že reakčné činidlo, sírouhlík, sa pridáva počas rozvláknovania alebo po ňom, prípadne počas predzrie-  
vania.