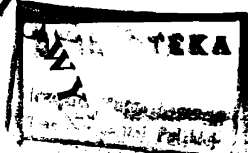


Warszawa, dnia 15 marca 1954 r.

C08b 15/04

URZĄD PATENTU



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35837

Kl. 12 o, 6

Severočeské tukové závody, národní podnik

(Usti nad Labą, Czechosłowacja)

Sposób wytwarzania kwasu celulozoglikolowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 27 marca 1950 r.

Pierwszeństwo: 22 kwietnia 1949 r. (Czechosłowacja)

Rozpuszczalne w wodzie pochodne celulozy, a zwłaszcza kwas celulozoglikolowy, znajdują w ostatnim czasie stale wzrastające zastosowanie jako namiastki materiałów naturalnych w różnych gałęziach przemysłu. Niektóre z tych pochodnych przewyższają swoimi właściwościami nawet materiały naturalne. Niektóre rodzaje tych pochodnych zastępują skrobię, tragant, agar-agar, klej, żelatynę, gumę arabską, pektynę, szkło wodne, kazeinę, glicerynę itd., a ponieważ są nieszkodliwe dla zdrowia, można dodawać je do produktów spożywczych, jak również do środków farmaceutycznych. Poza tym są stosowane np. jako środki wypełniające, zagęszczalniki, lepiki lub środki emulgujące i rozpraszające, środki oczyszczające itd. Służą one np. do klarowania różnych soków owocowych i win. Przeważnie wytwarza się te pochodne celulozy działaniem kwasu chlorooctowego na alkalicelulozę. Końcowym produktem reakcji jest kwas celulozoglikolowy lub jego sól sodowa, potasowa albo amonowa. Zależnie od sposobu wytwarzania i warunków pracy mogą być wytworzone trzy rodzaje pochodnych,

odróżniające się między sobą właściwościami, mianowicie rozpuszczalnością tylko w rozpuszczalnikach organicznych, rozpuszczalnością w wodzie albo rozpuszczalnością w środowisku zasadowym. Do niektórych celów nadaje się zwłaszcza odmiana druga, mianowicie pochodna rozpuszczalna w wodzie.

Przy wytwarzaniu rozpuszczalnej w wodzie soli sodowej kwasu celulozoglikolowego, zwanej również karboksymetylocelulozą, występują duże trudności, spowodowane oddziaływaniem w podwyższonej temperaturze wody zawartej w mieszaninie reakcyjnej na kwas chlorooctowy, który rozpada się przy tym na kwas octowy i chlorowódór, tak iż mieszanina reakcyjna zostaje bardzo szybko praktycznie pozbawiona czynnego kwasu chlorooctowego. Rozkład kwasu chlorooctowego przyspieszają bardzo silnie obecne alkalia, które są niezbędne do wytworzenia alkalicelulozy.

Stwierdzono, że rozkładowi kwasu chlorooctowego można zapobiec, jeżeli reakcję przeprowadza się w obecności rozpuszczalnika organicznego.

nawet w obecności wolnego ługu żrącego, znajdującego się w mieszaninie reakcyjnej. Korzyść sposobu według wynalazku polega na tym, że wytworzona sól sodowa karboksymetylocelulozy jest nierozpuszczalna w organicznym rozpuszczalniku i może być przeto łatwo oddzielona od ługu macierzystego, np. przez filtrowanie lub wirowanie, a następnie może być uwolniona od pozostałości rozpuszczalnika przez destylację. Wyodrębnienie karboksymetylocelulozy może być przeprowadzone przez wylugowywanie za pomocą tego samego organicznego rozpuszczalnika. Otrzymuje się również wolny kwas karboksymetylocelulozowy bezpośrednio przez zobojętnienie za pomocą nieorganicznych albo organicznych kwasów. Sól sodowa karboksymetylocelulozy, wytworzona w ten sposób, rozpuszcza się bardzo łatwo w zimnej i gorącej wodzie.

Pewne trudności występują przy wytwarzaniu soli sodowej karboksymetylocelulozy w postaci stałej, ponieważ przy zwykłym suszeniu pod zwykłym ciśnieniem lub w próżni otrzymuje się klejowatą, ciemną, twardą i łamliwą masę lub folię, rozpuszczalną w zimnej wodzie po spęcznieniu. Stwierdzono, że otrzymuje się pożądaną sól w postaci stałej bez wymienionych wad, jeżeli suszenie, a właściwie odwodnienie roztworu przeprowadza się za pomocą rozpuszczalnika organicznego mieszającego się z wodą, ale nie rozpuszczającego karboksymetylocelulozy, np. octanu etylowego, alkoholu etylowego albo alkoholu izopropylowego. Stały kwas celulozoglikolowy suszy się następnie przy dostępie powietrza w atmosferze tlenowej albo ewentualnie w próżni w temperaturze 60° C — 150° C.

Przykład I. 100 kg celulozy merceryzuje się w ciągu 12 godzin za pomocą 500 kg 30 %-owego roztworu ługu sodowego. Wytworzona alkaliceluloza zostaje wyciśnięta aż do jednej

trzeciej swego ciężaru i zalana roztworem 30 kg kwasu chlorooctowego w 200 kg alkoholu etylowego. Mieszaninę miesza się w ciągu 8 godzin. Po upływie tego czasu filtruje się i z placka oddestylowuje pozostały alkohol. Wytworzona karboksymetyloceluloza jest bardzo dobrze rozpuszczalna w zimnej wodzie, tworząc gęsty roztwór.

Przykład II. 50 l wodnego roztworu karboksymetylocelulozy rozpryskuje się do stale mieszanego organicznego rozpuszczalnika, np. alkoholu etylowego lub octanu etylowego. Osad oddziela się od ługu macierzystego w prasie i suszy w temperaturze 85° C — 90° C. Otrzymana stała karboksymetyloceluloza tworzy białą włóknistą masę, rozpuszczalną w zimnej i gorącej wodzie.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kwasu celulozoglikolowego przez działanie kwasem chlorooctowym na alkalicelulozę, znamienny tym, że reakcję przeprowadza się w obecności rozpuszczalnika organicznego, np. alkoholu etylowego.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że wytworzony kwas celulozoglikolowy odwadnia się za pomocą rozpuszczalnika organicznego, mieszającego się z wodą, jednakże nie rozpuszczającego karboksymetylocelulozy, np. octanu etylowego, alkoholu etylowego albo alkoholu izopropylowego.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że wytworzony kwas celulozoglikolowy w postaci stałej suszy się przy dostępie powietrza albo w atmosferze tlenu, ewentualnie w próżni w temperaturze 60° C — 150° C.

Severočeské tukové závody
národní podnik

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych