

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49353

Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 27. III. 1963 (P 101 153)

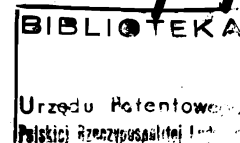
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 21. IV. 1965

KI. 12 o, 6

MKP C 08 b

UKD.



Twórca wynalazku: inż. Mieczysław Tytko

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Pronit”, Pionki (Polska)

Sposób oczyszczania technicznej soli sodowej karboksymetylocelulozy

1

W literaturze technicznej opisane są różne sposoby oczyszczania technicznej soli sodowej karboksymetylocelulozy zwanej w dalszej części opisu w skrócie KMC-Na, która w stanie oczyszczonym znajduje zastosowanie w przemyśle spożywczym, farmaceutycznym i kosmetycznym.

Głównymi zanieczyszczeniami produktu technicznego są: sól kuchenna, węglan i wodorotlenek sodowy oraz glikolan sodowy.

Znane sposoby oczyszczania polegają na wymywaniu zanieczyszczeń mniej lub bardziej stężonymi alkoholami, lub ketonami, także za pomocą wodnych roztworów kwaśnego lub obojętnego siarczanu sodowego, albo przez wytrącenie wodnych roztworów KMC-Na za pomocą alkoholu lub ketonów.

Wadami tych sposobów jest konieczność stosowania dużej ilości alkoholu lub acetonu na jednostkę wyrobu, co w konsekwencji prowadzi do dużych strat rozpuszczalnika lub wysokich nakładów na inwestycje celem ich uniknięcia, albo z góry zakłada się, że w produkcji zostaną zanieczyszczenia siarczanowe. Sposoby te nie zapewniają całkowitego usunięcia szkodliwych dla zdrowia glikolanów i są mało wydajne jeżeli chodzi o usuwanie chlorku sodowego.

Stwierdzono, że czysty pozbawiony glikolanów produkt KMC-Na można otrzymać na drodze przeprowadzenia KMC-Na w postać nierozpuszczalną

2

w wodzie przy użyciu 20—25%-owego kwasu siarkowego, wypłukaniu wodą zanieczyszczeń stanowiących rozpuszczalne w wodzie sole i po oczyszczeniu, powtórnym przeprowadzeniu w postać rozpuszczalną w wodzie.

Sposób polega na traktowaniu technicznej KMC-Na 20—25%-owym kwasem siarkowym, pod którego wpływem KMC-Na na drodze wymiany przechodzi w nierozpuszczalny w wodzie kwas celulozowo-glikolowy, który przemywa się kilkakrotnie (lub w sposób ciągły) wodą, aż do całkowitego usunięcia zanieczyszczeń rozpuszczalnych, następnie kwas celulozowo-glikolowy zobojętnia się alkoholowym roztworem wodorotlenku sodowego z udziałem kwasu octowego (octanu sodowego) jako substancji buforowej do uzyskania właściwej wartości pH, przy której zostają usunięte jony żelaza w postaci soli rozpuszczalnych w roztworach alkoholowych.

Do zobojętnienia kwasu celulozowo-glikolowego można stosować roztwory wodorotlenku sodowego przyrządzone w alkoholu metylowym, etylowym, butylowym lub ketonach mieszających się z wodą.

Najbardziej przydatny do tego celu jest alkohol etylowy rektyfikowany. Jako czynniki buforujące oprócz kwasu octowego i jego soli sodowej nadają się również inne kwasy organiczne jak cytrynowy, szczawiowy lub ich sole, lecz ze względu na ich cenę i możliwość pozostawiania

ich w ilościach śladowych w gotowym wyrobie nie jest celowe stosowanie ich. Najlepsze wyniki techniczne i ekonomiczne uzyskuje się stosując kwas octowy.

Przykład I. Do 100 części wagowych wysoko-
kolepkiej technicznej KMC-Na (w czasie mieszania) dodaje się 100 części wagowych 20—25%-owego wodnego roztworu kwasu siarkowego. Po prze-
reagowaniu mieszaniny w czasie 10 minut do
2 godzin (zależnie od intensywności mieszania) oddziela się płyn od kwasu celulozowo-glikolowego stosując wirówkę lub wyżymaczkę wałkową.

Wydzielony kwas celulozowo-glikolowy zawierający 30—60% kwasu siarkowego i mieszaninę soli, płucze się 3—4 razy periodycznie lub w przeciwnym kierunku metodą ciągłą, za pomocą wody w ilości 15-to krotnej w stosunku do wsadu KMC-Na. Koniec operacji płukania stwierdza się w odcieku, który nie powinien zawierać jonów Cl^- i SO_4^{2-} . Pozbawiony soli i kwasu siarkowego, kwas celulozowo-glikolowy poddaje się wirowaniu lub wyżymaniu, po którym zalewa się go w trakcie mieszania objętościowo 1:1 alkoholowym roztworem wodorotlenku sodowego o składzie:

87 części wagowych 97%-owego alkoholu etylowego, 4—12 części wagowych wodorotlenku sodowego, którego stężenie reguluje się w zależności od stopnia podstawienia grup karboksylowych (0,35—1,0), oraz 0,5 części wagowej kwasu octowego, lub 2 części wagowe octanu sodowego.

Otrzymuje się wtórną sól sodową karboksymetylocelulozy, którą po odwirowaniu lub odcisnięciu z nadmiaru alkoholowego roztworu wodorotlenku sodowego płucze się czystym 80%-owym alkoholem etylowym zawierającym około 0,5 części wagowych kwasu octowego. Wsad alkoholu wynosi 100 części wagowych w odniesieniu do wsadu technicznej KMC-Na. Alkohol z ostatniej fazy płukania służy do przyrządzenia roztworu ługu sodowego używanego do zubożania następnej szarży produkcyjnej kwasu celulozowo-glikolowego.

Po odwirowaniu lub odcisnięciu nadmiaru alkoholu produkt suszy się w suszarni połączonej z adsorbującą par alkoholu.

Wysuszona KMC-Na stanowi produkt końcowy, który dowolnie może być zmielony, lub dostarczony odbiorcom w formie włóknistej.

Przykład II. Oczyszczanie technicznej KMC-Na średnio i niskolepkiej prowadzi się według przykładu I, z tą różnicą, że kwas celulozowo-glikolowy po oczyszczeniu dodatkowo przemycywa się czystym alkoholem etylowym w celu usunięcia nadmiaru wody a następnie dopiero traktuje alkoholowym roztworem ługu. W przeciwnym wypadku w fazie otrzymywania soli wtórnej KMC-Na, może nastąpić żelowanie produktu. Do odwodnienia wstępnego wystarcza 100 części wagowych alkoholu 90—95%-owego w stosunku do 100 części wagowych technicznej KMC-Na. Dalej postępuje się podobnie jak w przykładzie I.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania technicznej soli sodowej karboksymetylocelulozy, **znamienny tym**, że na produkt techniczny działa się 20—25%-owym kwasem siarkowym, przy czym wytrącający się nierozpuszczalny w wodzie kwas celulozowo-glikolowy przemycywa się wodą w celu usunięcia rozpuszczalnych w wodzie zanieczyszczeń, a następnie zubożnia się go alkoholowym lub ketonowym roztworem ługu.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do zubożnienia kwasu celulozowo-glikolowego stosuje się alkoholowe lub ketonowe roztwory ługu sodowego z dodatkiem kwasu octowego, cytrynowego, szczawiowego lub ich soli sodowych jako substancji buforującej.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że stężenia alkoholowego lub ketonowego roztworu ługu dobiera się w zależności od stopnia podstawienia grup karboksylowych w celulozie.