PODPIS ZAUFANY
MACIEJ PIOTR
NOWICKI
28.02.2024 08:49:17 [GMT+1]
Dokument podpisany elektronicznie
podpisem zaufanym

Sposób wytwarzania mikrocelulozy włóknistej

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania włókien mikrocelulozy z nieekologicznego białego papieru biurowego z recyklingu.

Celuloza to naturalny polimer linowy zbudowany z powtarzających się jednostek glukozy. W ostatnich latach, celuloza zyskała ogromne zainteresowanie wśród naukowców i w przemyśle dzięki swoim atrakcyjnym właściwościom, takim jak łatwa dostępność, duża powierzchnia, dobre właściwości mechaniczne, odnawialność i biokompatybilność.

W celulozie, pojedyncze polimery są układane w stosy tworząc fibryle, a te ponownie układają się w stosy, tworząc strukturę włókien celulozy, która występuje w naturze. Całościowo tworzy to interesującą strukturę supramolekularną, która składa się zarówno z obszarów krystalicznych, jak i amorficznych. Pod względem chemicznym, celuloza ($(C_6H_{10}O_5)_n$) jest długołańcuchowym polisacharydem zawierającym jednostkę D-glukozy z powtarzającymi się jednostkami $C_{12}H_{22}O_{11}$ (celobiozy), w których połączone są dwie cząsteczki glukozy ($C_6H_{12}O_6$), co prowadzi do utworzenia wiązania β-1,4-glikozydowego. Aktywne grupy hydroksylowe (-OH) przylegają do szkieletu celulozy odpowiadając za wewnątrz- i międzycząsteczkowe wiązania wodorowe.

Mikroceluloza włóknista jest otrzymywana w procesie fibrylacji włókien celulozowych. Obróbka mechaniczna jest najczęściej stosowaną metodą jej wytwarzania, tj. mechaniczna defibrylacja lub dezintegracja spowodowana siłami mechanicznymi. Za pomocą mechanicznego ścinania włókna celulozowe są rozdzielane na mikrofibryle. Uzyskane fibryle mają znacznie mniejszą średnicę w porównaniu do oryginalnych włókien i tworząc w ten sposób trójwymiarową sieć mikrofibryli celulozowych, która ma znacznie większą powierzchnię niż zwykłe włókna celulozowe lub sproszkowana celuloza. Ten rodzaj mikrocelulozy charakteryzuje się taką samą ilością obszarów amorficznych i krystalicznych. Uporządkowane domeny krystaliczne są bardziej odporne na obróbkę chemiczną, mechaniczną i enzymatyczną, a tym samym mają wyższą odporność na degradację w porównaniu z domenami amorficznymi. Krystaliczne regiony są utrzymywane razem przez wiązania wodorowe, które sprawiają, że celuloza jest stabilna, ale zmniejszają jej rozpuszczalność w wodzie i innych rozpuszczalnikach. Mikrowłókna celulozy mają średnice w nanometrach i długości w mikrometrach, co czyni je długimi i cienkimi. Wysoki współczynnik kształtu (długość/szerokość) sprawia, że materiał ten jest bardzo wytrzymały i przydatny w zastosowaniach takich jak wzmocnienia kompozytów, folie i bariery. Prowadzi to do bardzo interesujących właściwości, takich jak wysoka zdolność zatrzymywania wody i zdolność do tworzenia silnych żeli przy niskich stężeniach ze względu na dużą liczbę grup hydroksylowych, co jest przydatne w zastosowaniach takich jak kontrolowanie czasu schnięcia powłok i betonu, stabilizacja preparatów na bazie wody lub utrzymywanie powierzchni zwilżonej przez dłuższy czas. Ponadto, mikroceluloza włóknista charakteryzuje się wysoką wytrzymałością mechaniczną i sztywnością, które czynią je alternatywą dla sztucznych wypełniaczy stosowanych do wzmacniania kompozytów z tworzyw sztucznych.

Co więcej, łatwa funkcjonalizacja powierzchni celulozy pozwala na jej zastosowanie w hydrofobowych matrycach, z którymi mikroceluloza włóknista miałaby niewielkie powinowactwo.

Prowadzi to do lepszej stabilności, biokompatybilności i działania emulgującego oraz wielu zastosowań w przemyśle farmaceutycznym i spożywczym. Mikroceluloza, jako materiał niestrawny dla ludzi, ma niską lub zerową wartość kaloryczną, dzięki czemu może być stosowana jako dodatek lub wypełniacz do żywności i preparatów farmaceutycznych. Znanych jest wiele metod produkcji mikrocelulozy, które prowadzą do różnych kształtów cząstek. Jednakże, do wytwarzania mikrocelulozy włóknistej, najczęściej stosuje się metody mechaniczne i chemiczne, albo połączenie obu tych metod.

Rozwiązanie prezentowane w opisie zgłoszenia patentowego CN102947344A dotyczy sposobu wytwarzania mikrocelulozy obejmującego hydrolizę włóknistego materiału celulozowego kwasem w podwyższonej temperaturze lub zakwaszanie włóknistego materiału celulozowego, a następnie przemywanie i hydrolizę przemytego materiału celulozowego w podwyższonej temperaturze w celu wytworzenia mieszaniny mikrocelulozy i hydrolizatu, a następnie oddzielenie mikrocelulozy od hydrolizatu, przy czym mieszanina lub oddzielony hydrolizat lub mikroceluloza są opcjonalnie neutralizowane. Przy czym produkcja mikrocelulozy jest zintegrowana z produkcją zakładu wytwarzającego papier w taki sposób, że co najmniej część chemikaliów stosowanych w zakwaszaniu, hydrolizie kwasowej i/lub neutralizacji jest wytwarzana w zintegrowanym procesie odzysku chemicznego papierni.

Metoda według wynalazku WO9732075A1 polega na obróbce celulozowej materii roślinnej ("surowce wsadowe") w celu selektywnego odzyskiwania ligniny (jeśli jest obecna w surowcu wsadowym), mikrocelulozy i hemiceluloz poprzez: zmniejszenie przetwarzanego materiału do odpowiedniego rozmiaru; dostosowanie zawartości wilgoci w lignocelulozowym materiale wsadowym od 15 % do 30 % wody; impregnowanie lignocelulozowego materiału wsadowego ługiem ekstrakcyjnym zawierającym glikol i kwas organiczny lub kwas Lewisa; szybkie ogrzewanie wspomnianego impregnowanego materiału wsadowego do temperatury od około 118 °C do około 145 °C; utrzymywanie żądanej temperatury przez około 1 minutę do około 6 minut w celu rozpuszczenia w niej ligniny (preferowany jest okres od około 2 minut do około 5 minut); natychmiastowe zatrzymanie reakcji poprzez obniżenie temperatury do < 100 °C w kąpieli gaszącej ze świeżego lub odzyskanego płynu lub innej odpowiedniej cieczy; usunięcie wzbogaconego w ligninę płynu ekstrakcyjnego z hartowanej impregnowanej substancji i odzyskanie wyekstrahowanej ligniny. Jeśli materiał wsadowy jest nieligninowy (na przykład linter bawełniany), etap hartowania (etap 6) można połączyć z płukaniem (na przykład alkoholem) w celu usunięcia płynu do gotowania z gotowanego materiału. Materiał celulozowy można następnie odzyskać z cieczy za pomocą technik separacyjnych takich jak filtracja, wirowanie lub przesiewanie próżniowe. Ulepszony sposób przekształcania frakcji celulozy w celulozę mikrokrystaliczną wykorzystuje środki ultradźwiękowe.

Z opisu zgłoszenia patentowego CN103122592A można odczytać, że wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania celulozy mikrokrystalicznej z odpadów bawełnianych. Sposób obejmuje następujące etapy: etap 1) mieszanie i kontaktowanie odpadowej bawełny z roztworem kwasu w celu otrzymania zakwaszonej odpadowej bawełny; oraz etap 2) przeprowadzanie reakcji kontaktowej na zakwaszonej odpadowej bawełnie i utleniaczu w przy pH od 2 do 7 w obecności wody. Zgodnie z metodą przewidzianą w wynalazku, odpadowa bawełna może być hydrolizowana i bielona w tym samym czasie w jednym etapie w celu uzyskania celulozy mikrokrystalicznej, a procesy bielenia i hydrolizy nie muszą

być przeprowadzane niezależnie. Dzięki temu proces produkcji celulozy mikrokrystalicznej można uprościć; a metoda jest wolna od wysokotemperaturowego gotowania alkalicznego i procesów odtłuszczania, co ogranicza zużycie materiału i energii w całym procesie .

Z opisu patentowego WO02057540A1 celuloza mikrokrystaliczna - MCC jest wytwarzana poprzez poddanie nigdy nie suszonej masy celulozowej hydrolizie kwasowej i zneutralizowanie pozostałości kwasu. Odzyskana celuloza jest następnie myta i suszona w celu utworzenia MCC. Ponieważ użycie nigdy nie suszonej masy celulozowej eliminuje etapy suszenia włókien, formowania arkuszy, a następnie ponownego zwilżania arkuszy w celu utworzenia zawiesiny masy celulozowej, metoda ta skraca czas i koszty tradycyjnych procesów produkcji MCC. Ponadto, ponieważ suszenie termiczne pulpy drzewnej powoduje rogowacenie włókien, co może prowadzić do słabej dostępności kwasu podczas produkcji MCC, nigdy nie suszona pulpa ma wyższą dostępność kwasu, co skutkuje skróceniem czasu i kosztów przetwarzania.

Metoda według wynalazku PL244045B1 dotyczy sposób przetwarzania odpadów papieru gazetowego w nanocząstki celulozy. Proces rozpoczyna się od rozdrobnienia papieru gazetowego o średniej zawartości celulozy od 45 do 55%, który następnie poddawany jest działaniu wodnego roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu od 1 do 3%, przy stosunku wagowym od 1:25 do 1:35 co prowadzi do pęcznienia materiału. Mieszaninę ogrzewa się w zlewce w temperaturze w zakresie od 50 do 70 °C, w czasie od 1 do 2 h. Następnie, pulpę poddaje się działaniu wodnego roztworu nadtlenku wodoru o stężeniu od 1,5 do 3%, przy stosunku wagowym od 1:35 do 1:45 i ponownie ogrzewana w temperaturze od 50 do 70 °C, w czasie od 1 do 2 h, co dalej rozkłada strukturę celulozy. Kolejnym krokiem jest traktowanie pulpy wodnym roztworem kwasu siarkowego(VI) o stężeniu od 40 do 50 %, przy stosunku od 1 g:40 ml do 1 g:100 ml. Mieszaninę ogrzewa się w zlewce, mieszając, w temperaturze od 50 do 60 °C, w czasie od 1 do 2 h co przyczynia się do formowania nanocząstek celulozy.

W literaturze naukowej również można odnaleźć wiele doniesień opisujących możliwość otrzymywania mikrocelulozy, w tym mikrocelulozy z surowców odpadowych.

W pracy Y. Rizka, G. Rr. Srie, K. Cica, and D. S. Mochammad, Preparation of Microcrystalline Cellulose from Cotton Yarn Spinning Mills Wastes: Effect of Pretreatment and Hydrolysis Reaction Condition on the Product Characteristics, E3S Web of Conferences 2020, 148, 02004, znana jest metoda wytwarzania celulozy mikrokrystalicznej (MCC) z odpadów bawełnianych. Główne prowadzone procesy obejmowały sortowanie odpadów bawełnianych, wstępną obróbkę kłaczków bawełny i hydrolizę alfa-celulozy. Właściwości otrzymanej MCC porównano z Avicel PH-101, komercyjnym produktem MCC. Obróbkę wstępną przeprowadzono przy użyciu 17,5% alkaliów (w/v) w temperaturze 80 °C przez 30 minut, a następnie proces bielenia przy 5-30% H_2O_2 (v/v). Reakcję hydrolizy przeprowadzono przy użyciu 1,25 M kwasu siarkowego w temperaturze 80 °C i 96 °C przez 2-4 godziny. Wyniki wykazały, że proces wstępnej obróbki alkaliami przez 30 minut, a następnie proces bielenia 5 % H_2O_2 (v/v) był w stanie wyizolować 87 % alfa celulozy o czystości 99,98 %. Wydajność proszków MCC wytworzonych w wyniku hydrolizy kwasowej alfa-celulozy w temperaturze 96 °C przez 2, 3 i 4 godziny wynosiła odpowiednio 74,6 %, 70,2 % i 42,8 %. Zgodnie z wynikami SEM, widm w podczerwieni i XRD, otrzymano MCC, która fizycznie i chemicznie była podobna do Avicel PH-101.

Zgodnie z pracą T. Zhao, Z. Chen, X. Lin, Z. Ren, B. Li, Y. Zhang, Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) from tea waste, Carbohydrate Polymers 2018, 184, 164-170 znany jest sposób otrzymania celulozy mikrokrystalicznej (MCC) z odpadów herbaty Oolong za pomocą hydrolizy kwasowej. Wyniki wykazały, że stopień polimeryzacji (DP) i wydajność MCC były silnie uzależnione od czasu i temperatury hydrolizy, stężenia HCl i stosunku kwasu do materiału. W optymalnych warunkach (stosunek kwasu do materiału 1:20, stężenie HCl 1,5 mol/L, 65 °C, 90 min), wydajność i DP MCC z odpadów herbacianych wynosiły odpowiednio 86,7 % i 145. Analiza spektroskopii FT-IR i dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) wykazała, że MCC z odpadów herbacianych miał strukturę celulozową i był typu celulozy I. Skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM) wykazała, że MCC miał krótsze włókna z kilkoma otworami na chropowatej powierzchni. MCC przygotowana z odpadów herbacianych miała dobrą stabilność termiczną.

Z artykułu M. M. Ibrahim, W. K. El-Zawawy, Y. Jüttke, A. Koschella, T. Heinze, Cellulose and microcrystalline cellulose from rice straw and banana plant waste: preparation and characterization, Cellulose 2013, 20, 2403–2416 znany jest sposób wytwarzania celulozy mikrokrystalicznej (MCC) z odnawialnych zasobów biomasy - słomy ryżowej i odpadów z bananowców po obróbce chemicznej. Stosowano głównie roztwarzanie alkaliczno-kwasowe lub kwasowo-alkaliczne, a następnie metodę bielenia podchlorynem. Wyniki wskazały na wyższą zawartość α-celulozy, 66,2 %, w przypadku obróbki kwasowo-zasadowej słomy ryżowej w porównaniu do 64,7 % w przypadku obróbki zasadowo-kwasowej. Niski stopień polimeryzacji, 17, uzyskano dla celulozy powstałej w wyniku obróbki kwasowo-zasadowej odpadów bananowych, co wskazuje na oligomer, a nie polimer, podczas gdy osiągnął on 178 w przypadku celulozy powstałej w wyniku obróbki kwasem alkalicznym słomy ryżowej. MCC otrzymano następnie przez enzymatyczną obróbkę powstałej celulozy. Otrzymana MCC wykazuje średnią średnicę w zakresie od 7,6 do 3,6 µm w porównaniu do 25,8 µm dla Avicel PH101. Struktura morfologiczna MCC została zbadana za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej ujawniając gładką powierzchnię otrzymanej celulozy oraz przypominając włókna Avicel PH10, co sugeruje, że można uzyskać różne kształty MCC. Na długość i średnicę włókien MCC miał wpływ czas trwania obróbki enzymatycznej. Ponadto zastosowano spektroskopię FT-IR w celu wskazania charakterystycznych pasm absorpcji składników, a krystaliczność oceniono za pomocą pomiarów dyfrakcji rentgenowskiej i techniki absorpcji jodu. Podane wartości krystaliczności wynosiły od 34,8 do 82,4 % dla otrzymanej celulozy i MCC, a stopień krystaliczności wahał się od 88,8 do 96,3 %.

W pracy Y.J. Oyeniyi, O. A. Itiola, , The Physicochemical Characteristic Of Microcrystalline Cellulose, Derived From Sawdust, Agricultural Waste Products, International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences 2012, 4, 197-200, przedstawiono sposób ekstrakcji i oczyszczaniu celulozy mikrokrystalicznej (MCC) z trocin, odpadu rolniczego, łatwo dostępnego w większości krajów rozwijających. Zastosowano alkaliczną delignifikację trocin, a następnie bielenie i depolimeryzację kwasową. Otrzymana celuloza mikrokrystaliczna została następnie oceniona pod kątem jej właściwości fizykochemicznych w porównaniu z dostępnym na rynku Avicel PH 101. Procentowy uzysk MCC z tego produktu odpadowego wynosił 68 % W/w, co jest wystarczająco wysokie, aby stymulować komercjalizację ekstrakcji MCC na dużą skalę.

Inne rozwiązanie znane jest z pracy U. Harini, S. Harish, A. Harishankar, B. Malini, V. R. Sinij, Extraction and characterization of microcrystalline cellulose from wine waste, Food and Bioproducts Processing, 2024, 144, 92-101, w której autorzy zbadali potencjał wykorzystania odpadów winiarskich z buraków (BW) i ananasów (PW) jako źródła wytwarzania celulozy mikrokrystalicznej (MCC). Praca miała na celu scharakteryzowanie MCC uzyskanego w wyniku obróbki hydrotermalnej (60°C przez 1 h, HT) i impulsowego pola elektrycznego (60 s, włączanie: wyłączanie - 100 µs: 50 ms, PEF). PW i BW poddane działaniu PEF wykazały obiecujące wyniki, z wysoką wydajnością odzysku wynoszącą odpowiednio 33,63 % i 28,55 %. Wyniki wykazały, że obróbka PEF zwiększyła zdolność zatrzymywania wody (WHC), zmniejszyła gęstość nasypową i wykazała słabą płynność MCC. MCC z BW wykazuje kulisty i nieregularny kształt, podczas gdy MCC z PW ma kształt od pręta do owalu. Stwierdzono, że krystaliczność MCC była wysoka w MCC uzyskanym z obróbki HT PW (34,76 %) i BW (32,45 %). Analiza DSC wykazała, że MCC z PW poddanego obróbce HT miał wyższą temperaturę degradacji termicznej.

Z aktualnego stanu wiedzy nie jest znany sposób wytwarzania włókien mikrocelulozy z nieekologicznego białego papieru biurowego z recyklingu zaproponowany w owym wynalazku.

Celem wynalazku jest wytwarzanie włókien mikrocelulozy z nieekologicznego papieru biurowego z recyklingu o gramaturze od 80 do 120 g/m^2, białości od 70 do 90% zawierającego średnio od 55 do 85 % celulozy pochodzenia drzewnego.

Istotą sposobu wytwarzania włókien mikrocelulozy z nieekologicznego białego papieru biurowego z recyklingu według wynalazku jest to, że wykonuje się kolejno następujące etapy:

- materiał w postaci odpadów nieekologicznego białego papieru biurowego o średniej zawartości celulozy Z_1 od 55 do 85 % rozdrabnia się,
- rozdrobniony materiał poddaje się działaniu wodnego roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu o stężeniu P_1 od 2 do 4 %, przy stosunku wagowym X_1 od 1:20 do 1:30 i miesza się do momentu pęcznienia,
- mieszaninę ogrzewa się w temperaturze w zakresie T_1 od 60 do 80°C, w czasie powyżej t_1 0,5 h,
- mieszaninę przesącza się, po czym przepłukuje się wodą destylowaną do momentu uzyskania pH równego od 5 do 6,
- mieszaninę suszy do stałej masy,
- do suchej masy dodaje się wodę uzyskując roztwór w stosunku masowym X_2 od 1:4 do 1:5,
- roztwór z materiałem mieli się młynie kulowym z wykorzystaniem nieniszczących się kul w cyklach, w których temperatura mielonego materiału nie przekracza 50°C, zaś między cyklami mielenia stosuje się przerwę w czasie której materiał się ochładza do temperatury nie niższej niż 23°C i dolewa się wody w ilości od 6,5 % do 25 % masowych,
- cykle mielenia powtarza się do uzyskania włókien mikrocelulozy.

Korzystnym skutkiem zastosowania wynalazku jest otrzymanie włókien mikrocelulozy z nieekologicznego białego papieru biurowego z recyklingu. Przyczynia się to do powtórnego użycia materiału w postaci nieekologicznego odpadowego papieru biurowego, który w swoim składzie zawiera celulozę pochodzenia drzewnego, co pozwala uniknąć konieczności jego przechowywania i zapobiega

zanieczyszczaniu środowiska. Poza tym, papier o wysokim poziomie białości zawiera w swoim składzie węglan wapnia, którego duża ilość w papierze przeznaczonym do recyklingu i zamknięcie obiegów wodnych podczas przetwarzania prowadzi do wysokiego stężenia jonów wapnia w wodzie procesowej papierni. Konsekwencją może być niepożądane wytrącanie i osadzanie węglanu wapnia w maszynach i elementach instalacji papierniczych. Jak również papiernie muszą walczyć z obniżeniem właściwości wytrzymałościowych, ponieważ cząstki nieorganiczne w strukturze arkusza uniemożliwiają łączenie włókien. Brakuje procesu selektywnego usuwania cząstek nieorganicznych z zawiesin makulatury. Dlatego też wynalazek może rozwiązać problem zagospodarowania odpadów papierowych zawierających węglan wapnia.

Inną zaletą stosowania wynalazku jest również możliwość wykorzystania włókien mikrocelulozy z nieekologicznego białego papieru biurowego z recyklingu jako dodatku lub domieszki podczas produkcji materiałów budowlanych.

Wyniki pomiarów skaningowym mikroskopem elektronowym (SEM) oraz dyfraktometrem rentgenowskim (XRD) włókien mikrocelulozy z nieekologicznego papieru biurowego z recyklingu zostały przedstawione na poszczególnych rysunkach, na których poszczególne figury przedstawiają:

- Fig. 1 – zdjęcie SEM uzyskanej wg przykładu 1 mikrocelulozy z nieekologicznego papieru biurowego z recyklingu (skala 50 µm);
- Fig. 2 – zdjęcie SEM uzyskanej wg przykładu 2 mikrocelulozy z nieekologicznego papieru biurowego z recyklingu (skala 50 µm);
- Fig. 3 – zdjęcie SEM uzyskanej wg przykładu 3 mikrocelulozy z nieekologicznego papieru biurowego z recyklingu (skala 50 µm);
- Fig. 4 – zdjęcie SEM uzyskanej wg przykładu 4 mikrocelulozy z nieekologicznego papieru biurowego z recyklingu (skala 50 µm);
- Fig. 5 – wyniki pomiarów XRD mikrocelulozy z nieekologicznego papieru biurowego z recyklingu.

Przykład

Papier odpadowy w postaci nieekologicznego białego papier biurowego z recyklingu o średniej zawartości celulozy Z_1 rozdrobniono za pomocą niszczarki do papieru – Kobra 245 HS TS ES, na ścinki o maksymalnej powierzchni 10 mm². W szklanej zlewce o objętości 400 ml zawierającej wodę destylowaną rozpuszczono wodorotlenek sodu, otrzymując 200 ml wodnego roztworu wodorotlenku sodu, o stężeniu równym P_1. W dalszej kolejności dodano rozdrobniony materiał w stosunku wagowym X_1 i mieszano do momentu pęcznienia w całej objętości zlewki. Całość ogrzewano, w temperaturze T_1, w czasie t_1. Wodny roztwór wodorotlenku sodu zdekantowano, a mieszaninę przepłukano wodą destylowaną i wysuszono. Otrzymaną wysuszoną pulpę poddano mechanicznej obróbce za pomocą młyna kulowego Pulverisette-5, (Fritsch, Germany). Mielenie prowadzono na mokro, w wodzie. Parametry mielenia: średnica kulek mielących 10 mm (wykonane z tlenku cyrkonu), pojemność kubka 80 ml (wykonany z tlenek cyrkonu). Mielenie prowadzono na mokro w 5 cyklach C_1-C_5, w wodzie przy stosunku suchej masy do objętości roztworu X_2. Po cyklach C_1-C_4 do kubka

dolewano wodę w ilości M_1-M_4. W wyniku wykonanego procesu mielenia otrzymano materiał w postaci mikrocelulozy włóknistej z domieszką węglanu wapnia.

Tabela 1. Parametry wytwarzania mikrocelulozy włóknistej.

Parametr	Z_1 [%]	P_1 [%]	X_1 [wag]	T_1 [°C]	t_1 [h]	X_2 [wag]	M_1 [%]	M_2 [%]	M_3 [%]	M_4 [%]
Przykład 1	55	2	1:20	60	0,5	1:4	25	13	11,5	7,1
Przykład 2	55	4	1:30	80	1,0	1:5	21,7	11,5	10,3	6,5
Przykład 3	85	2	1:20	60	0,5	1:4	25	13	11,5	7,1
Przykład 4	85	4	1:30	80	1,0	1:5	21,7	11,5	10,3	6,5

Kubek i kule mielące muszą być wykonane z materiału, który nie pozostawia zanieczyszczeń na mielonej celulozie.

Tabela 2. Proces mielenia celulozy (C_1-C_5).

	Czas mielenia	Przerwa w mieleniu	Czas cyklu
Cykl 1	1 h	20 min	1 h 20 min
Cykl 2	1 h	20 min	2 h 40 min
Cykl 3	1 h	20 min	4 h 00 min
Cykl 4	1 h	20 min	5 h 20 min
Cykl 5	1 h	koniec mielenia	6 h 20 min

Uzyskany materiał poddano analizie. Zdjęcia skaningowym mikroskopem elektronowym - SEM oraz dyfrakcję rentgenowską - XRD wykonano na wytworzonym materiale, uzyskanym w sposób przedstawiony w przykładzie. Na Fig. 1 – 3 przedstawiono zdjęcia SEM wykonane za pomocą NOVA NANO SEM 450 firmy FEI. Na obrazach zaobserwowano typowy kształt mikrocelulozy włóknistej. Analizę XRD wykonano za pomocą urządzenia X'PERT PRO firmy PANalytical (Fig. 4), która wykazała, że otrzymany materiał zawiera w swoim składzie celulozę i węglan wapnia.

RZECZNIK PATENTOWY
Maciej Nowicki
mgr inż. Maciej Nowicki
Nr wp. 3476