

(19) SRBIJA I CRNA GORA



(12) Patentni spis

(11) 48986 B

ZAVOD ZA
INTELEKTUALNU SVOJINU
BEOGRAD

(51) Int. Cl.⁷ C 09 J 189/00
A 23 J 3/14
C 12 N 9/76

(21) Broj prijave: P-632/96	(73) Nosioци patenta: IGNJATOVIĆ L. NENAD, dipl.ing. Jefimijina 12, 11320 Velika Plana; Prof.dr. BARAS JOSIP, dipl.ing. 29. novembra 126/44, 11000 Beograd; Prod.dr. MILJKOVIĆ JOVAN, dipl.ing Dr. Aleksandra Kostića 8, 11000 Beograd; Prof.dr. PETROVIĆ D. SLOBODAN, dipl.ing. Narodnih heroja 40a, 11070 Novi Beograd
(22) Datum podnošenja prijave: 28.11.1996.	
(43) Datum objavljivanja prijave: 18.09.1998.	
(45) Datum objavljivanja patenta: 30.04.2003.	
(30) Međunarodno pravo prvenstva:	
(61) Dopunski patent uz osnovni patent broj:	(72) Pronalazači: IGNJATOVIĆ L. N.; dipl.ing. Prof. dr BARAS J.; dipl.ing. Prof. dr MILJKOVIĆ J.; dipl.ing. Prof. dr PETROVIĆ D. S.; dipl.ing.
(62) Izdvojen patent iz prvobitne prijave broj:	(74) Zastupnik: Živković Zoran A. Nenadovića 16 11000 Beograd

(54) Naziv: **POSTUPAK DOBIJANJA ADHEZIVA IZ OBEZMAŠĆENOG SOJINOG BRAŠNA I NJEGOVA PRIMENA**

(51) Int. Cl.⁷ C 09 J 189/00
A 23 J 3/14
C 12 N 9/76

(57) Apstrakt:

Pronalaskom je dat postupak proizvodnje adheziva iz obezmašćenog sojinog brašna primenom raznih vrsta proteolitičkih enzima, koji je okarakterisan time što se obezmašćeno sojino brašno prvo suspenduje u vodi, a zatim uz prethodno podešavanje pH vrednosti podvrgava dejstvu određenog enzima. Nakon određenog vremena delovanja enzima, enzim se inaktivira toplotom. Pronalazak obezbeđuje ekološki adheziv koji se može koristiti samostalno, ali i u kombinaciji sa urea-formaldehidnim, fenol-formaldehidnim adhezivom i rezorcionol-formaldehidnim adhezivima.

Sojin adheziv koji se dobija iz obezmašćenog sojinog brašna na ovakav način može se široko upotrebiti u industriji celuloze i papira, kao i u drvnoj i prehrambenoj industriji.

YU 48986 B

OBLAST TEHNIKA NA KOJU SE PRONALAZAK ODNOSI

Pronalazak spada u oblast tehnologije i određenije se odnosi na postupak dobijanja adheziva iz obezmašćenog sojinog brašna kao i njegove primene kako samostalnog tako i u smeši sa sintetskim adhezivima i prema Međunarodnoj klasifikaciji patenata nosi sledeće oznake: C 09 J 189/00.

TEHNIČKI PROBLEM

Tehnički problem u ovom predmetu predstavlja obezbeđenje tehnološkog postupka dobijanja novog adheziva koji se može široko upotrebiti u raznim privrednim granama kao npr. industriji celuloze i papira, drvnjoj i prehrambenoj. Ovim adhezivom eliminisali bi se nedostaci do sada poznatih različitih vrsta adheziva. Takvi nedostaci su na primer u prvom redu ekološki, tehnološki i ekonomski. U kombinaciji sa određenim sintetskim adhezivima sojin adheziv pored toga što im poboljšava kvalitet deluje i tako što im smanjuje emisioni štetni uticaj na okolinu. U smeši sa urea-formaldehidnim, fenol-formaldehidnim ili rezorcinal-formaldehidnim adhezivom smanjuje njihov štetni emisioni uticaj formaldehida u okolinu.

STANJE TEHNIKE

Pregledom literaturnih podataka može se videti da adhezivi mogu biti klasifikovani na razne načine. Jedna od osnovnih podela je prema poreklu. Na taj način adhezivi se mogu podeliti na adheziv prirodnog, polusintetskog i sintetskog porekla. U literaturi ima mnogo referenci koje se odnose na ovu problematiku pri čemu se ističu: Skeist, I., (1962), Handbook of Adhesives, Chap 19, New York; Mylonas, C., and de Brune, N., (1951), Adhesion and Adhesives, Elsevier Pub. Co., Amsterdam; Perry, H., A., (1959), Adhesive Bonding of Reinforced Plastics, Mc Grow-Hill, New York; Rice, J., T., (1990) Handbook of Adhesives, Van Nostrand Reinhold, New York; Gollob, L., and Wellons, J., D., (1990) Handbook of Adhesives Van Nostrand Reinhold, New York; Skeist, I., (1977), Handbook of Adhesives, Van Nostrand Company, New York.

U istoriji čovečanstva uglavnom su se koristili adhezivi dobijeni iz prirode. To su uglavnom:

skrob, dekstrin, bitumeni, prirodni kaučuk, lepkovi od životinjskih i biljnih proteina. Tutkalo kao vrlo rasprostranjen prirodni adheziv je makromolekul kolagena i dobija se iz životinjske kože i kostiju. Koristi se pri proizvodnji nameštaja, sportske opreme, igračkica i dr. Kazeinski lepak je proteinski adheziv dobijen iz mleka. Čvrstoća ovog lepka u suvom stanju gotovo je jednaka čvrstoći sintetskih lepkova (Smolčić, Z., Primjena lepila u drvnjoj industriji, Simpozijum o lepilima (1963) Zagreb). U I svetskom ratu je korišćen za izradu aviona. Lepak od soje bio je jedan od najviše korišćenih prirodnih adheziva početkom pedesetih godina. Prve upotrebe krvi za lepljenje ustanovljene su još kod Asteka. Krvno-albuminski lepak najviše se koristi zbog svojih dobrih vodootpornih karakteristika, kao i zbog niske cene.

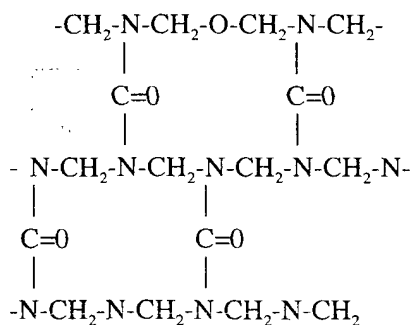
U grupu adheziva polusintetskog porekla spadaju celulozni estri, najčešće celulozni acetat i nitrat. Ovi adhezivi su vrlo elastični i vodootporni, ali nedostatak im je što su zapaljivi.

Dosta korišćeni adhezivi iz grupe adheziva sintetskog porekla su sintetski adhezivi za drvenu industriju. Tridesetih godina ovog veka došlo je do velikog tehnološkog skoka u oblasti ovih adheziva, prelaskom sa prirodnih na organske sintetske adhezive. Još 1932. godine počela je proizvodnja urea-formaldehidnog adheziva, da bi od 1940. godine naglo počela i primena polivinil-acetatnih adheziva. Istih godina u Nemačkoj je razvijen tehnološki postupak za dobijanje poliuretanskih adheziva. Proizvodnja sintetskih adheziva beležila je veliki porast, a sa tim se širila i oblast njihove primene. Tako npr. preko 70% svih drvnih proizvoda danas su lepljeni (Điporović, M., Miljković, J., 1988. Upoređenje smicajne čvrstoće lepljene veze UF i nekih mineralnih adheziva, Drvna industrija, 39,10, Zagreb).

Sirovine za proizvodnju sintetskih adheziva danas su uglavnom petrohemijskog porekla i samim tim spadaju u neobnovljive resurse koji se lagano iscrpljuju. Sa druge strane, zahtevi se sve više kreću u smislu oslonca na bioobnovljive i samim tim stabilne izvore sirovina. (Ignjatović, N. Miljković, J., Pjević, B., Neki novi vidovi korišćenja soje sa posebnim osvrtom na drvnu industriju. (1995.) Šumarstvo 5-6, Beograd).

Urea-formaldehidne polimerne smole i njihova sinteza opisane su još 1884. godine od strane Tolens-a i Hdzer-a. Prvi radovi na karbamid-formaldehidnim lepkovima zaštićeni su patentom iz 1929. godine (Ton, V., Karbamidna i melaminska ljepila, Simpozijum o ljepilima (1963.) Zagreb). Iste godine počela je i primena ovog lepka u nemačkoj fabrici BASF. Reaktanti za ovaj adheziv su formaldehid i urea. Proces polikondenzacije se izvodi u reaktoru sa mešalicom, plaštom i sistemom za refluks. U reakcionom prostoru se sipa rastvor formaldehida, pa se zatim rastvara urea do potrebnog molskog odnosa. Molski odnos formaldehida i uree danas ide i do 1,25:1, respektivno. Po dostizanju željenog stepena polikondenzacije reakciona smeša se hladi i pH od oko 4,5 podiže do 7 ili 8. Vezivo se zatim ugušćuje vakuum destilacijom do koncentracije 67-69%. Druga faza je očvršćivanje urea-formaldehidnog veziva. Delimično polikondenzovano i neutralno urea-formaldehidno vezivo može da očvrstne ukoliko mu se pH vrednost dovoljno smanji. Slobodne metil i amino grupe kraćih oligomernih lanaca nastaviće da reaguju obrazujući umreženu makromolekulsku strukturu. (Miljković, J., Kompozitni materijali od usitnjenog drveta-Iverice, Naučna knjiga (1991.) Beograd).

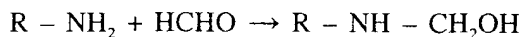
Na slici broj 1. prikazana je verovatna struktura u očvrstnutom stanju.



Slika broj 1. Umrežena struktura urea-formaldehidnog veziva (Miljković, J., Kompozitni materijali od usitnjenog drveta-Iverice, Naučna knjiga (1991.) Beograd).

Slobodne i neproreagovane metilolne grupe pokazuju veliki afinitet prema polarnim površinama kao što je drvo i celuloza. Urea je tetrafunkcionalna pa je zato teorijski moguće

dobiti tetrametilal derivate uree. U prvom stepenu se dešava sledeća reakcija:



U drugom stepenu, ovi metilol derivati se dalje kondenzuju, stvarajući veće makromolekule.

Ranije pomenuti postupak (podešavanje pH na neutralnu vrednost i hlađenje) odigrava se između prvog i drugog stepena. Takav adheziv je spreman za upotrebu (kupovni adheziv). Sama upotreba je ustvari dalja polikondenzacija preko drugog stepena, pa sve do strukture prikazane na slici broj 1. Da bi kod upotrebe došlo do dalje polikondenzacije potrebno je pH sniziti. To se postiže uz pomoć katalizatora koji su u stvari slabe kiseline ili amonijumove soli jakih kiselina.

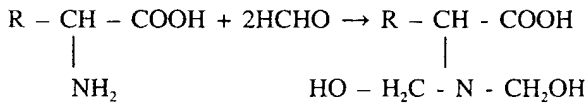
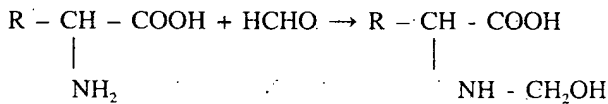
Urea-formaldehidni lepkovi se većinom primenjuju kao lepkovi za drvo. U prvom redu služe za lepljenje slojeva drveta kao furnira, šperploča, vrata, prozora i dr. (Ton, V., Karbamidna i melaminska ljepila, (1963.) Simpozijum o ljepilima, Zagreb). Upotrebljava se sem toga kao osnovno vezivo u proizvodnji iverica i MDF ploča.

Emisija slobodnog formaldehida iz drvnih ploča, rađenih urea-formaldehidnim vezivom je, zbog iritirajućeg dejstva formaldehida na sluzokožu i njegove kancerogenosti, postala ekološki, tehnološki i komercijalni problem. (Crnogorac, O., (1992.), doktorska disertacija, Šumarski fakultet, Beograd).

Zbog toga je bilo od značaja ispitati uticaj dodatka sojinih proteina, koji mogu biti pored svoje osnovne adhezivne funkcije i hvatači slobodnog formaldehida.

Pretpostavka je da, kada se proteini dodaju u urea-formaldehidno vezivo, slobodni formaldehid reaguje sa amino grupama aminokiselina dobijenih delimičnom hidrolizom.

Još je Sorensen utvrdio da formaldehid na običnoj temperaturi reaguje sa aminokiselinom blokirajući NH₂ grupu pri čemu verovatno postaju mono i demetilolamino derivati (Grujić-Injac, B., (1962.), Hemija aminokiselina i belančevina, Naučna knjiga, Zagreb).



Takođe se odigrava i reakcija formaldehida sa iminogrupama iz polipeptidnih lanaca, ali sporije. Stvorene metilol grupe najverovatnije reaguju sa metilol grupama ureaformaldehidnog veziva ubacujući se u strukturu osnovnog veziva i neometajući vezivna svojstva. (Crnogorac, O., (1992.), doktorska disertacija, Šumarski fakultet, Beograd).

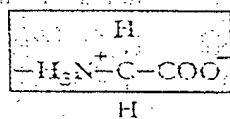
Prva upotreba sojinog lepka zabeležena je još 1926. godine u SAD (Perry, T., (1947.), Modern Wood Adhesives, Isak Pitman & LTD, London). Prvi maksimum potrošnje sojin lepak (adheziv) dostiže 1956. godine, nakon čega se njegova potrošnja smanjila zbog pojave sintetskih lepkova.

Sojino brašno je bilo u prvom redu upotrebljavano u prehrambenoj industriji kao izvor aminokiselina.

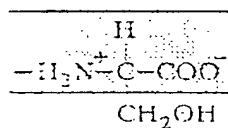
Međutim, upoznavanjem sa stanjem sintetskih petrohemijskih proizvoda, kao i sa boljim i kvalitetnijim osobinama sojini proteini zauzimaju sve veće mesto u proizvodnji adheziva. Sve veće potrebe za adhezivima, a sa druge strane ograničene količine petrohemijskih proizvoda, zahtevaju dobijanje adheziva iz nekog novog, rentabilnijeg izvora. (Kalapathy, U., Hettiarachy, N., Muers, D., and Hanna, M., (1995), Modification of Soy Proteins and Properties on Woods, JAOCS, 72,5).

Da bi uopšte neka supstanca mogla biti adheziv za polarne materijale mora biti izrazito polarna. Sojino brašno (obezmašćeno), bogato je polarnim grupama. Međutim zbog prirode prostorne strukture proteinskih molekula polarne grupe su "zarobljene" unutar globularne strukture i samim tim nereaktivne za uspostavljanje veza sa materijalom koji se lepi i koji sadrži svoje polarne grupe. Potrebna je promena koja bi uslovlila odmotavanje proteinskih molekula, a samim tim "oslobodila" polarne grupe preko kojih bi se formirala vodonična veza prilikom lepljenja.

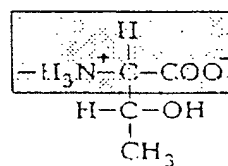
Ovakva promena može biti izazvana klasičnim putem uz pomoć promene pH vrednosti sredine ili najnovijim putem uz pomoć enzima.



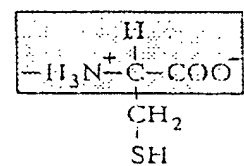
Glicin



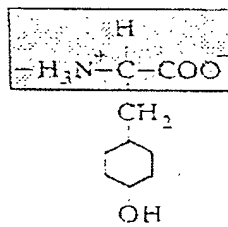
Serin



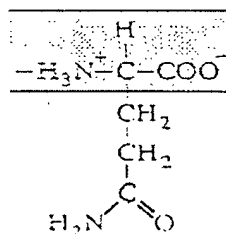
Treonin



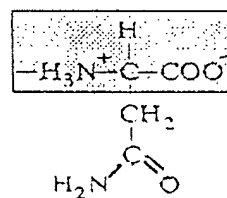
Cistein



Tirozin



Glutamin



Asparagin

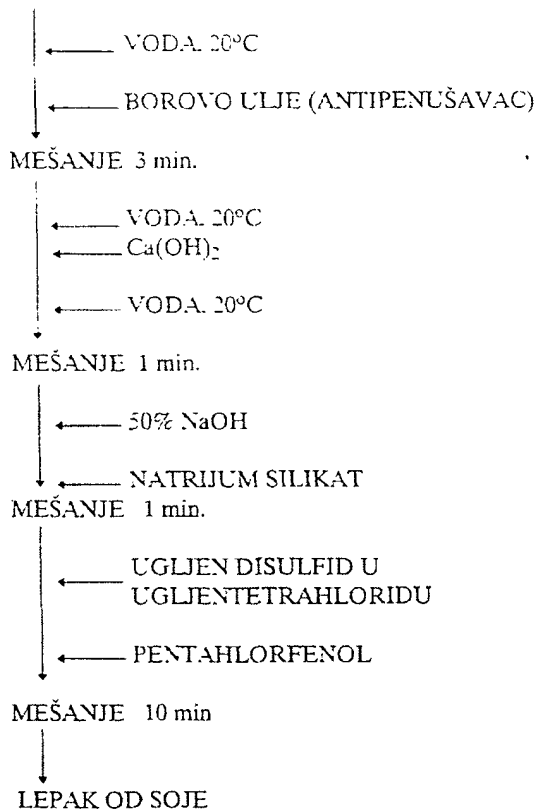
Slika broj 2. Polarni naelektrisani R ostaci amino kiselina (Niketić, V., "Principi strukture i aktivnosti proteina", Hemijski fakultet, Univerzitet u Beogradu, 1995)

KLASIČNI POSTUPCI ZA DOBIJANJE SOJINOG ADHEZIVA

Prva faza pripremanja lepka od soje sastoji se u podizanju pH vrednosti vodene suspenzije obezmašćenog sojinog brašna do 11 ili 12. Podizanje pH vrednosti se vrši uz pomoć određene alkalije. Na tim pH vrednostima molekuli proteina su gotovo potpuno ireverzibilno odmotani. Sa alkalisanjem uporedno teče i alkalna hidroliza proteina do aminokiselina. Ova reakcija je dosta spora i može se pratiti promenom viskoziteta. Kada viskozitet opadne hidroliza je završena i smeša nema adhezivna svojstva. Od alkalija se najčešće dodaju natrijum-hidroksid, mada se dodaje i kalcijum-hidroksid koji stvara nerastvorne kalcijum-proteinate, a s tim se poboljšava vodootpornost lepljene veze.

Jedan od klasičnih načina dobijanja sojinog lepka prikazan je na slici broj 3.

OBEZMAŠĆENO SOJINO BRAŠNO



Slika broj 3. Dobijanje sojinog lepka klasičnim postupkom

Ugljendisulfid služi kao sredstvo za umrežavanje proteina, a samim tim poboljšava kvalitet lepljene veze.

Zbog svoje hranjive proteinske komponente sojin lepak može biti dobar supstrat za razvoj mikroorganizama, koji bi svojim dejstvom razorili lepljenu vezu. Iz tih razloga lepku se dodaju sredstva koja sprečavaju razvoj mikroorganizama kao što je npr. pentahlorfenol (Skeist, I., 1977, Handbook of Adhesives, Van Nostrand Reinhold Company, New York).

Radno vreme (vreme od spajanja svih komponenti jednog adheziva do momenta kada taj adheziv na sobnoj temperaturi postane kao lepak neupotrebljiv) je od 6 do 8 časova. Može da se koristi kao lepak za slepljivanje na hladno ili u vreloj presi na temperaturi od 110-130°C.

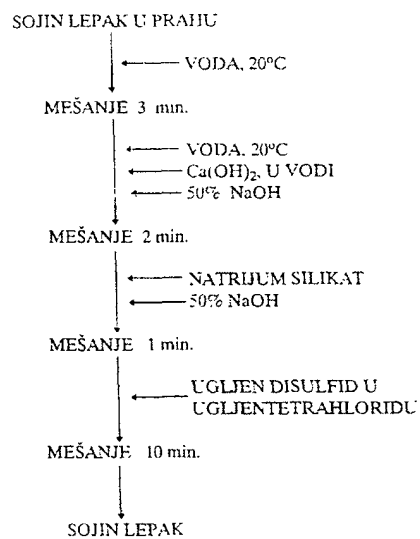
Moguće je lepak dobiti i na drugi način koji je prikazan na slici broj 4. Postupak se sastoji iz dve faze:

1. Dobijanje sojinog lepka u prahu:

OBEZMAŠĆENO SOJINO BRAŠNO



2. Proces mešanja:



Slika broj 4. Dobijanje sojinog lepka

Sojino brašno se može kombinovati sa drugim proteinima za dobijanje boljih karakteristika lepka. Dodavanjem kazeina u sojino brašno dobijamo hibridni sojakazeinski lepak koji ima bolja vodootporna svojstva nego čist sojin lepak.

1. Hibridni lepak u prahu:

OBEZMAŠĆENO SOJINO BRAŠNO

+
KAZEIN

+
KALCIJUM HIDROKSID

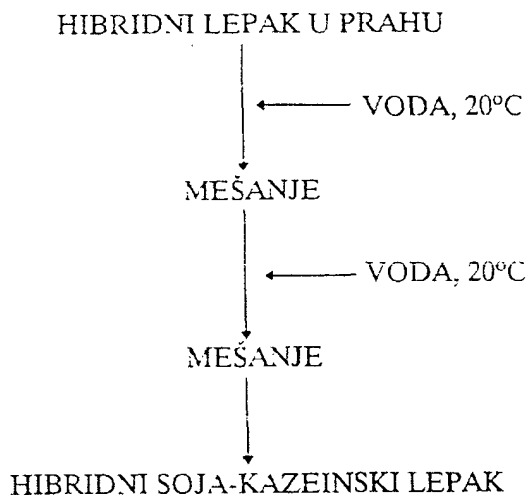
+
DRVNO BRAŠNO

+
NATRIJUM KARBONAT

+
NATRIJUM FLUORID

+
BOROVO ULJE → HIBRIDNI LEPAK U PRAHU

2. Proces mešanja:



Slika broj 5. Dobijanje soja – kazeinskog lepka

Obezmašćeno sojino brašno može se kombinovati i sa drugim izvorima proteina kao npr. sa rastvorom životinjske krvi kao otpadne sirovine iz klanice.

I u uslovima naše industrije mesa, pitanju rešavanja problema sakupljanja, prerade i korišćenja krvi koja se dobija kao sporedni proizvod prilikom klanja junadi i svinja, posvećuje se pažnja, sa manje ili više uspeha, već

dvadesetak godina. (Sverak, M.V., Baras, J., (1995.), Korišćenje krvi životinja u prehrambenoj industriji u Jugoslaviji, Zbornik radova savetovanja, Ekotehnologija u prehrambenoj industriji i biotehnologiji, Vrnjačka Banja).

Ako obezmašćeno sojino brašno kombinujemo sa životinjskom krvi dobićemo adheziv sa dobrim vodootpornim karakteristikama. Sa povećanjem količine krvi u adhezivu raste i vodootpornost lepljene veze. Ovako dobijeni lepak može da služi za lepljenje na hladno ili na toplo u vreloj presi.

Nova klasa lepкова od soje koji su se pojavili krajem sedamdesetih godina su lepčovi u kojima se dodaje određena količina lateksne emulzije radi poboljšavanja vodootpornosti, jačine adhezije i fleksibilnosti. Najčešće se dodaju butadien-stirol i butadien-akrilonitrilna suspenzija.

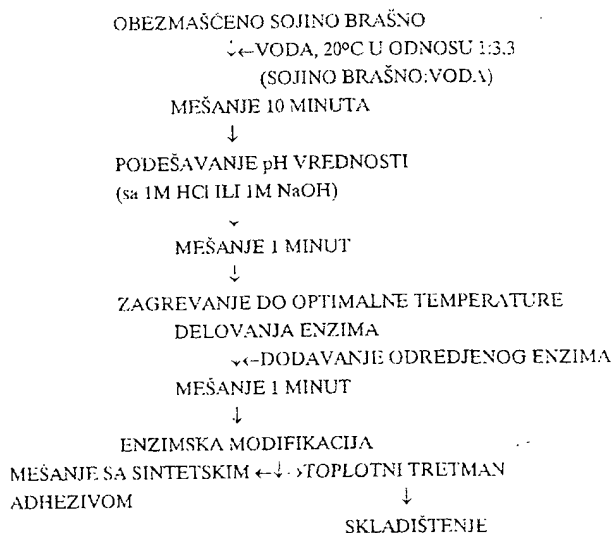
Naročito je interesantan postupak dobijanja sojinog adheziva enzimskim putem. U praksi do sada je poznat postupak enzimske hidrolize čistih proteina izolovanih iz sojinog brašna (Kalapathy, V., Hettiarachy, N., Myers, D., and Hanna, M. (1995), Modification of Soy Protein and Properties on Wood, JAOCS, 72,5). Istraživanje je fundamentalnog karaktera jer je rađeno sa proteinskim izolatima čije je dobijanje vrlo komplikovano i dugotrajno, a adheziv koji je dobijen nema velikog značaja u primeni zbog vrlo malog sadržaja suve supstance. Adhezivna jačina ovog adheziva pri nanosu od 2 mg/cm², za vreme u presi od 1h i na temperaturi od 120°C iznosi 617 N, za drvo javor.

OPIS REŠENJA TEHNIČKOG PROBLEMA

Analizom dosadašnjih postupaka dobijanja različitih vrsta adheziva može se zaključiti da ne postoji univerzalno adhezivno sredstvo već da su postojeći adhezivi visoko specifični sastavi u zavisnosti od konačne primene odnosno sastava materijala koji treba da se lepi.

U našim istraživanjima došli smo do saznanja da se može na vrlo jednostavan način doći do novog adheziva iz sojinog brašna sa veoma kvalitetnim svojstvima, čime bi se eliminisali nedostaci do sada poznatih adheziva.

Opšta šema postupka dobijanja i primene novih adheziva iz sojinog brašna se može prikazati na sledeći način:



Slika 6. Opšta šema dobijanja novog adheziva iz sojinog brašna

Prednost ovog postupka ogleda se u jednostavnosti korišćene opreme kao i lake kontrole procesa. Za dobijanje lepka ne koristi se postupak sinteze, već postupak modifikacije postojećih sirovina, uz primenu hemikalija kojih je veoma lako naći na bilo kom tržištu (1M rastvori HCl-a i NaOH-a) i vrlo malih količina enzima koji mogu biti različite čistoće i porekla.

Naročito su pogodni enzimi endoproteaze i to posebno: alkalaza, tripsin, pepsin i neutraza.

Dobijeni adheziv je potpuno ekološki ispravan i u sebi ne sadrži nikakve štetne materije za živi svet. Iz tih razloga, a takođe i ekonomskih, on može zameniti određene sintetske adhezive i to najčešće u meri do 50% sračunato na suhu supstancu, do koje oni ne menjaju svoju adhezivnu moć.

Dalji detalji datog pronalaska opisani su u sledećim primerima dobijanja (Primeri 1-19):

PRIMER 1

Obezmašćeno sojino brašno (Sopro, TB, 52% proteina) se rastvori u vodi u odnosu sojino brašno : voda 1:3,3. U brašno se dodaju količine

vode u porcijama od po 1/10 od ukupne količine uz intenzivno mešanje. Nakon dodate celokupne količine vode smeša se meša još 10 minuta. U suspenziju se zatim dodaje 1M rastvor natrijum-hidroksida do pH=7,8. Suspenzija se zagreva na temperaturu od 60°C. Na toj temperaturi suspenziji se dodaje enzim ALKALAZA (Alcalaza Food Grade, Novo Industry, Danska) u količini od 0,2 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji. Nakon 60 minuta delovanja enzima na temperaturi od 60°C, suspenzija se zagreje na 90°C i ta temperatura održava 3 minuta. Nakon tog vremena smeša se ohladi na sobnu temperaturu.

PRIMER 2

Postupa se na isti način kao u Primeru 1, s tom razlikom što se enzim alkalaza upotrebljava u količini od 0,5 mas.% umesto 0,2 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 30 minuta.

PRIMER 3

Postupa se na isti način kao u Primeru 1, s tom razlikom što se enzim alkalaza upotrebljava u količini od 0,8 mas.% umesto 0,2 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 10 minuta.

PRIMER 4

Postupa se na isti način kao u Primeru 1, s tom razlikom što se enzim alkalaza upotrebljava u količini od 1,5 mas.% umesto 0,2 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 8 minuta.

PRIMER 5

Postupa se na isti način kao u Primeru 1, s tom razlikom što se enzim alkalaza upotrebljava u količini od 2 mas.% umesto 0,2 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 5 minuta.

PRIMER 6

Proces rastvaranja obezmašćenog sojinog brašna je isti kao i kod Primera 1. U smešu se dodaje 1M rastvor natrijum-hidroksida do pH = 7,6. Suspenzija se zatim zagreva do 25°C i na toj temperaturi se dodaje enzim TRIPSIN (Fluka

BioChemica, Deutschland, aktivnosti 94 UNITS/mg) u količini od 0.2 mas.% na količinu proteina u suspenziji. Smeša se održava na temperaturi od 25°C u vremenu od 120 minuta. Nakon toga se smeša zagreje na 80°C i održava na toj temperaturi u trajanju od 3 minuta, nakon čega se hladi do sobne temperature.

PRIMER 7

Postupa se na isti način kao u Primeru 6, s tom razlikom što se enzim tripsin upotrebljava u količini od 0.55 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 60 minuta.

PRIMER 8

Postupa se na isti način kao u Primeru 6, s tom razlikom što se enzim tripsin upotrebljava u količini od 1.0 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 30 minuta.

PRIMER 9

Postupa se na isti način kao u Primeru 6, s tom razlikom što se enzim tripsin upotrebljava u količini od 1.5 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 20 minuta.

PRIMER 10

Proces rastvaranja obezmašćenog sojinog brašna je isti kao i kod Primera 1. Suspenziji se dodaje 1M rastvor HCl-a do pH=2. Nakon tog vremena suspenzija se zagrejava na 37°C i dodaju joj se enzim PEPSIN (ICN Galenika, Beograd, aktivnosti 2,20 Fip J/mg.) u količini od 0,10% na količinu proteina u suspenziji. Smeša se održava na toj temperaturi u vremenu od 120 minuta. Nakon tog vremena smeši se dodaje 1M rastvor NaOH do pH=7,5 i ona se hladi do sobne temperature.

PRIMER 11

Postupa se na isti način kao u Primeru 10, s tom razlikom što se enzim pepsin dodaje u količini od 0.2 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 90 minuta.

PRIMER 12

Postupa se na isti način kao u Primeru 10, s tom razlikom što se enzim pepsin dodaje u količini od 0.2 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 90 minuta.

PRIMER 13

Postupa se na isti način kao u Primeru 10, s tom razlikom što se enzim pepsin dodaje u količini od 1.0 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 30 minuta.

PRIMER 14

Postupa se na isti način kao u Primeru 10, s tom razlikom što se enzim pepsin dodaje u količini od 1.7 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 15 minuta.

PRIMER 15

I kod ovog primera obezmašćeno sojino brašno se rastvara isto kao i kod Primera 1. Nakon toga suspenzija se zagreva na temperaturi od 45°C i dodaje joj se enzim NEUTRAZA (Novo Industry, Danska, aktivnosti 0,5 AV/g.) u količini od 0,20 % na količinu proteina u suspenziji. Smeša se održava na ovoj temperaturi u trajanju od 120 minuta, nakon čega se zagreva na 90°C u trajanju od 3 minuta. Nakon toga smeša se hladi na sobnu temperaturu.

Detalji dobijanja navedenih sojinih adheziva, i njihova primena kao samostalnog ili u smeši sa sintetskim adhezivom su posebno prikazani u sledećim primerima (Primeri 20-28):

PRIMER 16

Postupa se na isti način kao u Primeru 15, s tom razlikom što se enzim neutraza upotrebljava u količini od 0.5 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 60 minuta.

PRIMER 17

Postupa se na isti način kao u Primeru 15, s tom razlikom što se enzim neutraza upotrebljava u količini od 0.8 mas.% u odnosu na količinu

proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 30 minuta.

PRIMER 18

Postupa se na isti način kao u Primeru 15, s tom razlikom što se enzim neutraza upotrebljava u količini od 1.5 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 15 minuta.

PRIMER 19

Postupa se na isti način kao u Primeru 15, s tom razlikom što se enzim neutraza upotrebljava u količini od 2.0 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, a vreme delovanja enzima je 10 minuta.

Detalji dobijanja navedenih sojinih adheziva, i njihova primena kao samostalnog ili u smeši sa sintetskim adhezivom su posebno prikazani u sledećim primerima (Primeri 20-28):

PRIMER 20

Obezmašćeno sojino brašno sa sadržajem proteina od 52% podvrgava se tretmanu koji je dat u Primeru 1. Nakon takvog tretmana dobijamo adheziv sa sadržajem suve supstance od 23,3 % i viskozitetom od 3900 cP. Dobijeni lepak prema ISO 6237, ima smicajnu čvrstoću od 1,82 MPa za drvo topola i 3,08 MPa za drvo bukva.

PRIMER 21

Obezmašćeno sojino brašno iz primera 1 podvrgava se Primeru 6. Kao proizvod dobijamo adheziv koji ima viskozitet 3800 cP i prema standardu ISO 6237, smicajnu čvrstoću od 1,85 Mpa za drvo topola i 3,85 MPa za drvo bukva.

PRIMER 22

Obezmašćeno sojino brašno iz primera 1 podvrgava se Primeru 10. Ovako dobijeni adheziv ima viskozitet 2200 cP, a smicajnu čvrstoću prema ISO 6237 3,62 MPa za drvo bukva.

PRIMER 23

Obezmašćeno sojino brašno iz primera 1 podvrgava se Primeru 15 i pri tome dobija se adheziv sa viskozitetom od 3800 cP i vrednošću

smicajne čvrstoće od 3,37 MPa za drvo bukva, a prema ISO 6237.

PRIMER 24

U lepak dobijen po nekom od navedenih primera (1-19) dodaje se rastvor formaldehida u količini do 5% računato na suhu supstancu sojinog adheziva uz intenzivno mešanje.

Ovako pripremljen lepak može poslužiti za lepljenje papirnih etiketa, papirnih i kartonskih spojeva kod ambalaže, kartonskih kutija kao i papirnih vreća. Nanos ovakvog lepka kreće se od 250-430 g/m².

PRIMER 25

Lepak koji je dobijen po nekom od prethodno navedenih postupaka meša se sa sintetskim pripremljenim urea-formaldehidnim adhezivom sa % suve materije najmanje 66 % u željenom odnosu koji se kreće od 10 do 50 mas.% sojinog adheziva. Dobijeni hibridni lepak ima vrlo raznovrsnu primenu. Može se koristiti za lepljenje papira, etiketa, papirne i kartonske ambalaže. Za lepljenje višeslojnih furnirskih ploča koristi se u nanosima od 200 do 400 g/m². Prilikom lepljenja na toplo koristi se temperatura u presi od 120°C i pritisak od 7 do 14 kg/cm². Prilikom lepljenja na toplo koristi se temperatura u presi od 120°C i pritisku lepljenja 10 kg/cm² ovaj lepak (prema standardu ISO 6237) ima smicajnu čvrstoću od 5,06 Mpa za maseni udeo od 30 % u urea-formaldehidnom adhezivu, i vreme lepljenja 3 minuta.

PRIMER 26

Lepak koji je dobijen u Primeru 25 koristi se u proizvodnji iverice kao adheziv. Parametri u proizvodnji iverice kao što su temperatura, pritisak, i količina nanosa ostaju isti kao i da se primenjuje čist urea-formaldehidni adheziv.

PRIMER 27

Sojin lepak dobijen po jednom od prethodno navedenih postupaka meša se sa pripremljenim fenol-formaldehidnim adhezivom sa procentom suve materije od 50% u željenom odnosu, najviše do masenog udela od 50% sojinog adheziva. Ovakav adheziv se koristi u proizvodnji furnirskih ploča kao i u pripremi fenol formaldehidnih

emulzija. Takođe ovakav adheziv se koristi u izradi impregnisanih papira.

PRIMER 28

Sojin adheziv dobijen po jednom od navedenih postupaka se meša sa rezorcinol-formaldehidnim adhezivom u željenom odnosu, koji se kreće od 10 do 50 mas.% sojinog adheziva, pogodno maksimalno 50 mas.% sojinog adheziva. Ovako dobijena smeša se koristi za lepljenje drveta, papira ali i tekstila i keramike.

PATENTNI ZAHTEVI

1. Postupak dobijanja adheziva iz obezmašćenog sojinog brašna, rastapanjem brašna vodom u masenom odnosu 1:3,3 uz dodatno mešanje od 10 minuta, **naznačen time**, što se pH vrednost sredine podešava na pH = 7,8, zagreva do 60°C i pri tome dodaje enzim ALKALAZA u količini od 0.1-2.0 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, suspenzija se održava na toj temperaturi u vremenu od 2 minuta do 1 časa, nakon čega se smeša zagreje na 70-90°C u trajanju od 3 minuta i posle toga ohladi na sobnu temperaturu.

2. Postupak dobijanja adheziva iz obezmašćenog sojinog brašna, rastapanjem brašna vodom u masenom odnosu 1:3,3 uz dodatno mešanje od 10 minuta, **naznačen time**, što se pH vrednost sredine podešava na pH=7,6, zagreva do 25°C i pri tome dodaje enzim TRIPSIN u količini od 0.1-2.0 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, suspenzija se održava na toj temperaturi u vremenu od 2 minuta do 2 časa, nakon čega se smeša zagreje na 70-90°C u trajanju od 3 minuta i posle toga ohladi na sobnu temperaturu.

3. Postupak dobijanja adheziva iz obezmašćenog sojinog brašna, rastapanjem brašna vodom u masenom odnosu 1:3,3 uz dodatno mešanje od 10 minuta, **naznačen time**, što se pH vrednost sredine podešava na pH=2, zagreva do 37°C i pri tome dodaje enzim PEPSIN u količini od 0.1-2.0 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, suspenzija se održava na toj temperaturi u

vremenu od 2 minuta do 2 časa, i nakon čega se smeši podešava pH do 7,5 i zatim hladi na sobnu temperaturu.

4. Postupak dobijanja adheziva iz obezmašćenog sojinog brašna, rastapanjem brašna vodom u masenom odnosu 1:3,3 uz dodatno mešanje od 10 minuta, **naznačen time**, što se pH vrednost sredine podešava na pH=7,8, zagreva do 45°C i pri tome dodaje enzim NEUTRAZA u količini od 0.1-2.0 mas.% u odnosu na količinu proteina u suspenziji, suspenzija se održava na toj temperaturi u vremenu od 2 minuta do 2 časa, nakon čega se smeša zagreje na 70-90°C u trajanju od 3 minuta i posle toga ohladi na sobnu temperaturu.

5. Adheziv prema zahtevu 1, **naznačen time**, što dobijeni adheziv ima viskozitet od 3900 cP, smicajnu čvrstoću prema ISO 6237 za drvo: bukva 3,85 MPa i topola 1,82 MPa.

6. Adheziv prema zahtevu 2, **naznačen time**, što dobijeni adheziv ima viskozitet od 3800 cP, smicajnu čvrstoću prema ISO 6237 za drvo: bukva 3,85 MPa i topola 1,83 MPa.

7. Adheziv prema zahtevu 3, **naznačen time**, što dobijeni adheziv ima viskozitet od 2200 cP, smicajnu čvrstoću prema ISO 6237 za drvo bukva 3,62 MPa.

8. Adheziv prema zahtevu 4, **naznačen time**, što dobijeni adheziv ima viskozitet od 3800 cP, smicajnu čvrstoću prema ISO 6237 za drvo bukva 3,73 MPa.

9. Adheziv prema zahtevima 1-4, **naznačen time**, što se upotrebljava samostalno ili u smeši sa urea-formaldehidnim fenol-formaldehidnim i rezorcinol-formaldehidnim adhezivima, pri čemu se količina sojinog adheziva kreće od 10 do max. 50 mas.%.

10. Primena adheziva prema zahtevu 1-9, **naznačena time**, što dobijeni adhezivi se mogu koristiti samostalno, ili u smeši sa urea-formaldehidnim fenol-formaldehidnim i rezorcinol-formaldehidnim adhezivima, pri čemu se količina sojinog adheziva kreće od 10 do max. 50 mas.%, za lepljenje u industriji papira i celuloze, ali i u drvnoj i prehrambenoj industriji.