



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

227470

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 15 06 82
(21) (PV 4443-82)

(40) Zveřejněno 26 08 83

(45) Vydáno 15 04 86

(51) Int. Cl.³
B 01 J 20/26
B 01 J 20/30

(75)
Autor vynálezu

KRÁLÍČEK JAROSLAV prof. ing. DrSc., KARHAN FRANTIŠEK,
KONDELÍKOVÁ JAROSLAVA ing. CSc., PRAHA,
PROKOPOVÁ IRENA ing. CSc., NERATOVICE,
KUBÁNEK VLADIMÍR doc. ing. CSc., KRALÚPY nad Vltavou,
VERUOVIC BUDIMÍR ing. CSc.,
MEDONOS VLADIMÍR doc. ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby práškového polyamidového sorbentu na bázi ligninu

Vynález se týká způsobu výroby práškového polyamidového sorbentu, kterým se zdokona-
luje a rozšiřuje výroba polyamidových sorbentů.

Využití ligninu, odpadajícího při výrobě celulózy je celosvětovým problémem. Nejčastě-
ji uváděnou možností je využívání ligninu jako modifikační složky při výrobě fenolformal-
dehydových pryskyřic, aminoplastů apod.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že se polymerace a kopolymerace laktamy omega-amino-
kyselin obecného vzorce $\text{NH}-(\text{CH}_2)_x-\text{CO}$, kde x je 3 až 11 nebo jejich oligomery, polymerují
nebo kopolymerují bez přidání iniciátorů při teplotách 200 až 320 °C v přítomnosti 0,1 až
50 % hmot. vysušeného ligninu. Výsledný reakční produkt se po ochlazení na laboratorní tep-
lotu promývá rozpouštědly, obvykle nižšími alkoholy, do rozpuštění nezreagovaných monomerů
a ligninu a vysuší se. Doba polymerace se v závislosti na koncentraci ligninu pohybuje od
několika minut do 100 hodin. Stoupá se snižující se koncentrací ligninu.

Výhoda tohoto vynálezu spočívá ve využití ligninu k přípravě práškových sorbentů na
bázi polyamidů, která vede ke vzniku kombinovaného sorbentu, obsahujícího makromolekuly
ligninu, na kterých jsou vázány řetězce polyamidu.

Výsledný polymer je prášek světle až tmavě hnědé barvy podle koncentrace ligninu
s velikostí povrchu až několik m^2/g . Tento práškový sorbent se vyznačuje jak fyzikální,
tak i chemickou sorpcí, která je dána kromě přítomných koncových skupin polyamidů zejména
širokým spektrem různých substituentů, vázaných na fenolických jádrech makromolekuly lig-
ninu.

227470

K přípravě těchto práškových sorbentů lze v rámci uvedených laktamů nebo spolu s uvedenými laktami použít popřípadě 6-kaprolaktam nižší kvality nebo odpadní směsi oligomerů z výroby polyamidu 6.

Způsob podle vynálezu je dále blíže popsán na několika příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

Do skleněné polymerační ampule bylo naváženo 9,9 g 6-kaprolaktamu a 0,1 g ligninu, ampule za tlaku 13 Pa zatavena a směs polymerována při 260 °C 20 hodin. Po ochlazení byl produkt polymerace rozmělněn a extrahován opakovaně metanolem do negativní reakce na 6-kaprolaktam a lignin. Promytý práškový polymer byl oddělen filtrací a vysušen. Bylo získáno 3,4 g světlehnědého prášku o velikosti povrchu 2,9 m²/g.

P ř í k l a d 2

V polymeračním duplikátorovém kotlíku, opatřeném přívodem a odvodem suchého dusíku, míchadlem, dávkovacím a výpustným otvorem byla při 260 °C roztavena směs 450 g 6-kaprolaktamu a 50 g ligninu a udržována při této teplotě pod mírným proudem dusíku 2 hodiny. Poté byla reakční směs vypuštěna, po ztuhnutí extrahována etanolem tak dlouho, dokud odparek extraktu neobsahoval organický podíl a vysušena při teplotě 40 °C. Bylo získáno 260 g hnědého prášku o velikosti povrchu 5,7 m²/g.

P ř í k l a d 3

Směs 95 % hmot. 6-kaprolaktamu a 5 % hmot. ligninu byla polymerována postupem podle příkladu 1 při teplotě 280 °C 2 hodiny. Byl získán práškový produkt ve výtěžku 22 %.

P ř í k l a d 4

Směs 95 % hmot. 8-oktanlaktamu a 5 % hmot. ligninu byla polymerována postupem podle příkladu 1 při teplotě 220 °C 10 hodin. Výsledný práškový polymer byl získán ve výtěžku 50 procent.

P ř í k l a d 5

Směs 50 % hmot. 12-dodekanlaktamu a 50 % hmot. ligninu byla polymerována podle příkladu 1 při teplotě 330 °C 20 minut. Výsledný práškový polymer byl získán ve výtěžku 80 %.

P ř í k l a d 6

K 80 % hmot. směsi stejných molárních dílů 6-kaprolaktamu, 8-oktanlaktamu a 12-dodekanlaktamu bylo přidáno 20 % hmot. ligninu a polymerace provedena podle příkladu 2. Výsledný práškový produkt byl získán ve výtěžku 32 %.

P ř í k l a d 7

Směs 20 % hmot. 6-kaprolaktamu, 79,9 % hmot. odpadní směsi oligomerů z výroby polyamidů 6 a 0,1 % hmot. ligninu byla polymerována podle příkladu 1 při teplotě 260 °C 72 hodin. Výsledný nahnědlý práškový produkt byl získán ve výtěžku 80 %.

P ř í k l a d 8

Práškový polymer, připravený podle příkladu 1 byl použit ke snížení koncentrace polyfenolů v pivu nebo vínu. 10 l piva bylo mícháno po dobu 30 min s 10 g uvedeného práškového sorbentu. Po filtraci se snížila koncentrace polyfenolů o 12 %. Obdobně byl míchán 1 l vína 10 min s 2 g práškového sorbentu; po filtraci se snížila koncentrace polyfenolů o 9,5 %.

P ř í k l a d 9

Práškový polymer připravený podle příkladu 2 byl použit k deaktivaci papainu. Do 100 ml vodného roztoku enzymu, obsahujícího 0,2 g koncentráту papainu o 2,2 jednotek enzymů v 1 g bylo přidáno 1,5 g práškového sorbentu. Po 60 min stání poklesla aktivita enzymu k nule.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby práškového polyamidového sorbentu, obsahujícího vázaný lignin, vyznačující se tím, že se laktamy omega-aminokyselin obecného vzorce $\text{NH}-(\text{CH}_2)_x-\text{CO}$, kde x je 3 až 11 nebo jejich oligomery polymerují nebo kopolymerují při teplotách 200 až 330 °C v přítomnosti 0,1 až 50 % hmot. ligninu, výsledný reakční produkt se promývá rozpouštědly do úplného odstranění nezreagovaného laktamu nebo směsi laktamů a ligninu a vysuší.