



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

245807  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 08 B 15/06

(22) Přihlášeno 12 12 83  
(21) (PV 9302-83)

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 15 12 87

(75)

Autor vynálezu

TOKAR OLDŘICH, RÝDL JAROSLAV ing., ÚSTÍ nad Labem

## (54) Derivát sférické celulózy a způsob jeho přípravy

### 1

Vynález se týká sférické celulózy obsahující p-aminofenyl-2-hydroxypropylsulfonové skupiny a způsobu její přípravy.

Sorpční materiály, obsahující primární aromatické aminoskupiny, nalézají široké uplatnění v laboratorní i průmyslové praxi buď přímo jako takové, nebo jako výchozí materiál pro přípravu speciálních sorbentů.

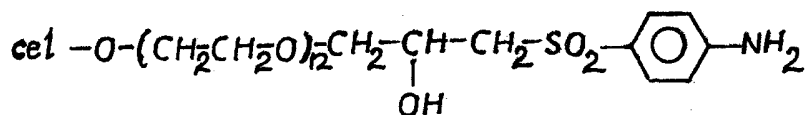
Pro zavedení aminoarylových zbytků do makromolekul polysacharidů byla vypracována celá řada postupů. Mezi nejpoužívanější patří reakce p-nitrobenzylchloridu s polysacharidy na bázi agarosy nebo dextranu a následující redukce vzniklého p-nitro-

### 2

benzylpolysacharidu (D. H. Campbell, E. Luescher, L. S. Derman: Proc. Natl. Acad. Sci. USA, 37, 575, 1951), dále adice aminoarylvinylsulfonů na hydroxylové skupiny celulózy v prostředí dimethylsulfoxidu (patent NSR 2 437 594), nebo v prostředí chlorbenzenu s předcházejícím vysušením celulózy z pyridinu (autorské osvědčení č. 216 393), čímž se dosáhne vyššího stupně konverze než podle výše uvedeného patentu NSR.

Cílem vynálezu je předložit strukturně nový typ aminoarylového derivátu sférické celulózy s makroporézní strukturou.

Podstatou vynálezu je aminoarylový derivát sférické celulózy obecného vzorce



kde

cel je zbytek sférické celulózy,  
n je 0 nebo 1.

Způsob přípravy aminoarylového derivátu

sférické celulózy podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že se sférická celulóza nebo její hydroxyalkylderivát nejprve částečně odvodní acetonem, na to se uvede do styku s vodným roztokem hydroxidu alkalického v prostředí acetonu a na vzniklou alkali-

celulózu se naaduje 4-acet-aminofenyl-(-3-chlor-2-hydroxypropyl)sulfon při 40 až 60 °C po dobu 4 až 10 hodin, produkt se potom izoluje odfiltrováním, promyje acetonem a nakonec vodou. Hydrolyza acetylované aminoskupiny se provede zahříváním sférické celulózy, obsahující 4-acetaminofenyl-(-2-hydroxypropyl)sulfonové skupiny se 7 procenty kyselinou chlorovodíkovou při 60 °C po dobu 2 hodin. Po odfiltrování produktu se promývá vodou do neutrální reakce.

Postupem podle vynálezu se dosáhne koncentrace 4-aminofenyl-2-hydroxypropylsulfonových skupin navázaných na celulózu 1,100 mmol/g sušiny produktu.

Syntéza aminoarylového derivátu uvedených vlastností podle vynálezu probíhá z nemodifikované sférické celulózy nebo z jejího hydroxyalkylderivátu jako výchozího materiálu. Z hydroxyalkylderivátu přicházejí v úvahu především 2-hydroxyetylderivát.

4-acetaminofenyl-(-3-chlor-2-hydroxypropyl)sulfon se připraví reakcí vodného roztoku 4-acetaminobenzen-sulfonanu sodného s 1-chlor-2,3-epoxypropanem v prostředí ústrojného roztoku o pH 6,8.

#### Příklad 1

50 g odsáté sférické celulózy (obsah vody 82,98 %) se míchá 45 minut v 50 ml acetonu. Po usazení vrstvy celulózy a odlití 30 ml vodného acetonu se k celulóze přilije 20 ml bezvodého acetonu a směs se míchá 45 minut. Ze směsi se po usazení vrstvy celulózy odlije 18 ml vodného acetonu, načež se celulóza převrství 20 ml bezvodého acetonu a míchá se 45 minut. Po usazení vrstvy celulózy se odlije 18 ml vodného acetonu, přilije se opět 25 ml bezvodého acetonu a za míchání se ke směsi přilije 5 g 50% vodného roztoku hydroxidu sodného. Směs se míchá při 20 až 25 °C 1 hodinu. Nyní se k suspenzi alkalice-lulózy v acetonu za stálého míchání přilije roztok 17,5 g 4-acetaminofenyl-(-3-chlor-2-hydroxypropyl)sulfonu ve 35 ml acetonu a po 15 minutách

míchání při teplotě místnosti se reakční směs vyhřeje na 58 °C a při této teplotě se míchá 4 hodiny. Potom se celulóza na nučí odsaje, promyje šestkrát 50 ml acetonu, vodou do neutrální reakce filtrátu. Po promytí se celulóza převrství 200 ml 7 % kyseliny chlorovodíkové a při 60 °C se míchá 2 hodiny. Nakonec se celulóza promyje vodou do neutrální reakce filtrátu.

Obsah dusíku v produktu je 1,24 % N, což odpovídá koncentraci 0,8852 mmol NH<sub>2</sub> skupin / g celulózy.

#### Příklad 2

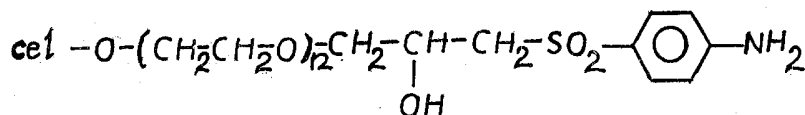
50 g odsáté hydroxyethylcelulózy (obsah vody 83,15 %) se míchá 45 minut v 50 ml acetonu. Po usazení vrstvy celulózy a odlití 30 ml vodného acetonu se k celulóze přilije 20 ml bezvodého acetonu a směs se míchá 45 minut. Ze směsi se po usazení vrstvy celulózy odlije 18 ml vodného acetonu, načež se celulóza převrství 20 ml bezvodého acetonu a míchá 45 minut. Po usazení vrstvy celulózy se odlije 18 ml vodného acetonu, přilije se opět 25 ml bezvodého acetonu a za míchání se ke směsi přilije 5 g 50% vodného roztoku hydroxidu sodného. Směs se míchá při 20 až 25 °C 1 hodinu. Nyní se k suspenzi alkalice-lulózy v acetonu za stálého míchání přilije roztok 17,7 g 4-acetaminofenyl-(-3-chlor-2-hydroxypropyl)sulfonu ve 35 ml acetonu a po 15 minutách míchání při teplotě místnosti se reakční směs vyhřeje na 40 °C a při této teplotě se míchá 10 hodin.

Potom se celulóza odsaje na nučí, promyje 6×50 ml acetonu, vodou do neutrální reakce filtrátu. Po promytí se celulóza převrství 20 ml 7% kyseliny chlorovodíkové a při 60 °C se míchá 2 hodiny. Nakonec se celulóza promyje vodou do neutrální reakce filtrátu.

Obsah dusíku v produktu je 1,75% N, což odpovídá koncentraci 1,249 mmol NH<sub>2</sub> skupin/g celulózy.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

##### 1. Derivát sférické celulózy obecného vzorce



kde

cel je zbytek sférické celulózy,  
n je 0 nebo 1.

##### 2. Způsob přípravy derivátu celulózy pod-

le bodu 1, vyznačený tím, že se sférická celulóza nebo její hydroxyalkylderivát nejprve částečně odvodní acetonem, na to se uvede do styku s vodným roztokem hydroxidu alkalického kovu v prostředí acetonu a na vzniklou alkalice-lulózu se naaduje 4-acet-

aminofenyl-(3-chlór-2-hydroxypropyl)sul-  
fon předem rozpuštěný v acetonu, při 40 až  
60 °C po dobu 4 až 10 hodin, načež se hyd-  
rolýza acetylované aminoskupiny derivátu

celulózy provede zahříváním produktu adi-  
ce s kyselinou chlorovodíkovou při 60 °C  
po dobu 2 hodin.