



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

262095
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 25 05 87
(21) [PV 3746-87.Y]

(51) Int. Cl.⁴
B 01 J 20/26
B 01 J 20/30

(40) Zveřejněno 15 07 88

(45) Vydáno 15 05 89

[75]

Autor vynálezu

ŠRŮTA FRANTIŠEK ing., TÁBOR, KVÍZOVÁ MILENA ing.,
SEZIMOVO ÚSTÍ, PODHORA KAREL, TÁBOR, PEJČOCH MIROSLAV,
MACHÁČKOVÁ ANNA, SEZIMOVO ÚSTÍ

(54) Způsob přípravy mikroporézního sorbentu z polyetyléntereftalátu a jeho kopolymerů

1

Selektivní sorbenty mikroporézního typu z polyetyléntereftalátu a jeho kopolymerů v podobě prachu, granulí, vláken, dutých, plošných a tvarovaných útvarů se získají tak, že se na polymer s obsahem hmotnostně 5 až 50 % uhličitanu vápenatého působí vodným roztokem kyseliny o koncentraci hmotnostně 1,0 až 20 %, tvořící ve vodě rozpustné vápenaté soli, s výhodou kyseliny chlorovodíkové a octové, při teplotě 20 až 95 °C po dobu 1 až 100 hodin ve statickém i dynamickém stavu, přičemž relativní viskozita polymeru je nejméně 25 ml.g⁻¹ a stupeň porózy je nejvýše 50 %. Sorbenty jsou použitelné v potravinářství a zdravotnictví, dále jako sorbenty barviv a chemických látek, pro separaci plyných a kapalných látek a jako sorpční náplně filtrů odpadních vod.

2

Předmět vynálezu se týká způsobu přípravy mikroporézního sorbentu z polyethylentereftalátu a jeho kopolymerů se selektivními sorpčními a separačními vlastnostmi působením vodného roztoku kyseliny na polymer s obsahem uhlíčitanu vápenatého.

V současné době je známá celá řada technologických postupů pro přípravu sorbentů z polyethylentereftalátu. Tak například JP 167 969/85 popisuje způsob přípravy vlhkost sorbujících polyesterových vláken, která mají silnou pokožku s póry, vytvořenou rozpouštěním alespoň 2 % na povrchu rozdispergované sloučeniny typu polyethylenglykol-5-Na-sulfoisofthalové kyseliny. Podle JP 87 807/85 se dutá vlákna potáhnou polymerem průchodem dvěma za sebou následujícími roztoky. První roztok obsahuje monomer, tvořící polymer polykondenzací. EP č. 150 699 předkládá způsob výroby pórovité vrstvené membrány, potažené polyfosfátem. JP 222 112/85 udává dutá filtrační vlákna, připravená polymerizací organické sulfo-sloučeniny, obsahující benzenové jádro. JP 133 105/86 popisuje výrobu membrán z orientovaného krystalického polymeru, na který se působí povrchově aktivním činidlem ve formě vodného roztoku nebo suspenze. Činidlo se dostane do mikropórů a membrána se potom vysuší. Jedná se převážně o složité způsoby přípravy sorbentů, které využívají organické komponenty k docílení určité mikroporóznosti. V ČSSR se na této bázi vyrábí práškový sorbent, např. podle AO číslo 171 923, kdy se práškový polyester rozpustí v tavenině laktamů. Vzniklá homogenní tavenina, nebo po jejím ochlazení ztuhlá směs, se převede do rozpouštědel laktamů a vyloučený práškový polyester se oddělí. Tento způsob výroby je náročný na čištění a likvidaci odpadních vod.

K přípravě mikroporézních vláken pro textilní účely s využitím anorganického aditiva — uhlíčitanu vápenatého v množství do 5 hmot. %, je využito způsobu podle AO č. 252 130. Není zatím uváděn způsob přípravy mikroporézních polymerů pro technické účely převážně ve formě neorientovaných polyesterových struktur s vysokými obsahy uhlíčitanu vápenatého v celém průřezu polymeru, s různými tvarovými charakteristikami a převážně s nízkými relativními viskozitami polymeru.

Nevýhody stávajícího stavu se odstraní způsobem přípravy mikroporézního polymerního sorbentu z polyethylentereftalátu a jeho kopolymerů se selektivními sorpčními a separačními vlastnostmi, ve tvaru prachu, granulí, vláken, dutých, plošných a tvarovaných útvarů, jehož podstata spočívá v tom, že se na polymer s obsahem hmotnostně 5 až 50 % uhlíčitanu vápenatého působí vodným roztokem kyseliny o koncentraci hmotnostně 1,0 až 20 %, tvořící ve vodě rozpustné vápenaté soli, s výhodou kyseliny chlořovodíkové a octové, při teplotě 20 až 95 °C po dobu 1 až 100 hodin ve statickém i dyna-

mickém stavu, přičemž relativní viskozita polymeru je nejméně 25 ml.g⁻¹ a stupeň poróznosti je nejvýše 50 %.

Výhodou přípravy sorbentů dle vynálezu je jednoduchý technologický postup, běžné aditivum i ostatní potřebné chemikálie. Výrobu je možno provést na stávajících strojích a zařízeních. Řízením vztahů mezi množstvím uhlíčitanu vápenatého v polymeru, viskozitou a tvarem polymeru, druhem kyseliny, její koncentrací, dobou a teplotou působení, lze ovlivňovat selektivnost sorpčních i separačních vlastností, což je předností daného způsobu přípravy. Chemicky inertní aditivum umožňuje použití sorbentů, zvláště v potravinářství a zdravotnictví. Vyšší účinek v porovnání s dosavadními způsoby přípravy je dosažen univerzálními vlastnostmi sorbentů i při specifických způsobech aplikace. Vyšší účinek je dosažen i tím, že je možno provádět regeneraci použitého sorbentu, čímž se snižují náklady na technologický proces. Vysoká sorpční účinnost umožňuje použití sorbentů při dočišťování vody a odstraňování i stopových množství nežádoucích látek ve vodných roztocích, což má mimořádný význam v ekologické oblasti. Sorbenty připravené podle vynálezu se uplatňují v oblastech, které jsou doposud vázány na dovoz, případně vysoké cenové relace v tuzemsku.

Princip provedení způsobu přípravy mikroporézního sorbentu z polyethylentereftalátu a jeho kopolymerů je osvětlen na následujících příkladech, přičemž procenta jsou myšlena hmotnostně.

Příklad 1

Standardním postupem přípravy byl vyroben polyethylentereftalátový polymer s obsahem 45 % uhlíčitanu vápenatého s relativní viskozitou 38 ml.g⁻¹. Polymer byl dále zpracován na granulát oválného průřezu 3 × 2 mm a délky 3 mm, který byl nasypán do vodní lázně obsahující 5 % kyseliny chlořovodíkové a za stálého míchání byl ponechán v lázni při teplotě 60 °C po dobu 84 hodin. Poté byla lázeň vypuštěna, granulát 3 krát promyt vodou a usušen. Takto připravený granulát získal pórovitý charakter s porózností 15 až 20 %.

Příklad 2

Z polyethylentereftalátového polymeru obsahujícího 23 % uhlíčitanu vápenatého s relativní viskozitou 54 ml.g⁻¹, bylo vyrobeno nedloužené vlákno o délkové hmotnosti 1,9 tex. Při navíjení byl na vlákno nanesen 13,5 procentní roztok kyseliny octové při teplotě 25 °C. Po 50 hodinách působení roztoku bylo vlákno protaženo vodní lázní a tepelně upraveno při teplotě 170 °C. Zkrystalizované vlákno bylo rozemleto na prach s porózností 12 až 15 %.

Příklad 3

Z polyethyltereftalátového polymeru obsahujícího 13 % uhličitanu vápenatého s relativní viskozitou $63 \text{ ml} \cdot \text{g}^{-1}$, bylo vyrobeno duté vlákno o délkové hmotnosti 2,45 tex a velikosti dutiny 14 % celkového průřezu. Vláknem bylo protaženo vodní lázní s obsahem 5 % kyseliny octové při teplotě 35°C s dobou působení 38 hodin. Poté bylo vlákno standardním způsobem vydlouženo na délkovou hmotnost 0,69 tex a zpracováno na střih o délce střihu 85 mm.

Příklad 4

Směs tvrdých drcených odpadů z polyethyltereftalátu obsahující 17 % uhličita-

nu vápenatého, polyethyltereftalátu a modifikovaných polymerů s 2 molárními % sulfoisofthalových jednotek, byla zvlákněna. Na nedloužené vlákno bylo působeno 10% roztokem kyseliny chlorovodíkové při teplotě 85°C po dobu 16 hodin. Vydloužené vlákno délkové hmotnosti 1,1 tex, obsahující 5,2 % uhličitanu vápenatého s porózitou 8 až 10 procent, bylo zpracované na plošný útvar.

Mikroporézní polymerní sorbent z polyethyltereftalátu podle vynálezu lze využít v potravinářství a zdravotnictví, jako sorbentů barviv a chemických látek, i jako jejich nosičů, jako sorpčních náplní filtrů, pro separaci plyných a kapalných látek a podobně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy mikroporézního sorbentu z polyethyltereftalátu a jeho kopolymerů se selektivními sorpčními a separačními vlastnostmi, ve tvaru prachu, granulí, vláken, dutých, plošných a tvarovaných útvarů o stupni porózy nejvýše 50 %, vyznačený tím, že se na polymer o relativní viskozitě nejmeně $25 \text{ ml} \cdot \text{g}^{-1}$ s obsahem hmot-

nostně 5 až 50 % uhličitanu vápenatého působí vodným roztokem kyseliny o koncentraci hmotnostně 1,0 až 20 %, tvořící ve vodě rozpustné vápenaté soli, s výhodou kyseliny chlorovodíkové a octové při teplotě 20 až 95°C po dobu 1 až 100 hodin ve statickém i dynamickém stavu.