



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 119

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28 12 81
(21) PV 9910 - 81

(51) Int. Cl.³ C 08 J 3/12,
C 08 G 69/14,
C 08 G 69/42

(40) Zveřejněno 25 02 83
(45) Vydáno 01 11 84

(75)
Autor vynálezu

KONDELÍKOVÁ JAROSLAVA ing. CSc.,
VERUOVIČ BUDIMÍR ing. CSc., PRAHA,
KUBÁNEK VLADIMÍR ing. CSc., KRALUPY NAD VLTAVOU,
KRÁLÍČEK JAROSLAV prof. ing. DrSc., PRAHA,
PROKOPOVÁ IRENA ing. CSc., NERATOVICE,

KARHAN FRANTIŠEK, PRAHA,
GOMOLA RUDOLF ing., STRAKONICE

(54)

Způsob výroby práškového polyamidového sorbentu

Vynález se týká způsobu výroby práškového polyamidového sorbentu, obsahujícího vázanou kyselinu fosforečnou, kterým se zdokonaluje a rozšiřuje výroba polymerních sorbentů na bázi polymerace a kopolymerace laktamů ω -aminokarboxylových kyselin účinkem bezvodé kyseliny fosforečné ve formě sloučeniny s kaprolaktamem $/H_3PO_4 \overline{NH-(CH_2)_5-CO}/$.

Použití sorbentů ve výzkumné a průmyslové praxi patří k nejstarším způsobům dělení, resp. čištění látek. S rozvojem vědy a techniky význam sorbčních procesů stále stoupá vzhledem k jejich nenahraditelné specifčnosti a nízkým technologickým a energetickým nárokům. Sorbční procesy se uplatňují v současné době zejména v pivovarnictví, lihovarnictví, biochemii, při čištění odpadních vod a v řadě dalších průmyslových odvětví.

Jako sorbentů se v minulosti i v současnosti používá v převážné části upravených přírodních anorganických materiálů, např. křemeliny, různých druhů hlinek nebo aktivního uhlí.

V poslední době se začínají vyrábět v omezeném množství i sorbční materiály na bázi polymerů, zejména pro chromatografické účely. Výroba těchto polymerních sorbentů spočívá v suspenzní polymeraci monomerů za přítomnosti inertního rozpouštědla, které se z části z polymerních perliček odstraní po ukončení polymeračního procesu. Odstraněné rozpouštědlo zanechává v polymerních částicích jemné otvory - póry. Sorbenty připravené touto technikou jsou velmi drahé a proto nepřichází v úvahu jejich použití v průmyslové praxi.

Přírodní anorganické sorbenty se nákladným způsobem upravují a aktivují. Kromě vysokých nákladů na jejich výrobu je

jejich další nevýhodou i nízká sorbční kapacita a nespecifická sorbce.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob výroby práškového polyamidového sorbentu podle vynálezu, jehož podstatou je, že se polyamid respektive kopolyamid o polymeračním stupni 10 až 200, obsahující vázanou kyselinu fosforečnou, v množství 0,1 až 20 mol % a 0,01 až 2 mol/kg koncových bazických skupin, rozpustí v tavném rozpouštědle s výhodou v kaprolaktamu při teplotě 80 až 230^oC, přičemž na jeden díl polyamidu se přidává 0,25 až 10 dílů tavného rozpouštědla. Po ztuhnutí taveniny se tavné rozpouštědlo vyextrahuje extrakčním činidlem, ve kterém je rozpustné tavné rozpouštědlo a polyamid nikoliv. Výroba polyamidu, obsahujícího vázanou kyselinu fosforečnou, se provádí polymerací a kopolymerací laktamů ω -aminokarboxylových kyselin s počtem atomů uhlíku 4 až 12, iniciovanou bezvodou kyselinou fosforečnou ve formě její sloučeniny s kaprolaktamem. Polymerace se provádí při teplotě 200 až 260^oC a polymerační doba závisí na výchozím složení a požadavku na konverzi, od několika minut do několika hodin. Práškový polyamidový sorbent podle vynálezu se vyznačuje poměrně nízkou molekulovou hmotností, která závisí na koncentraci iniciátoru, době polymerace a typu použitého laktamu. Sorbent, který podle vynálezu obsahuje kromě vázané kyseliny fosforečné také bazické skupiny se vyznačuje fyzikální i chemickou sorbcí. Fyzikální sorbce je dána velikostí povrchu a chemisorpce množstvím vázané kyseliny fosforečné a obsahem bazických skupin.

Povrch polyamidového sorbentu podle vynálezu je závislý na poměru polyamidu ku tavnému rozpouštědлу v tavenině i na polymeračním stupni polyamidu a pohybuje se od 0,5 m²/g až 16 m²/g.

Sorbční vlastnosti polyamidových sorbentů podle vynálezu jsou dány nejen velikostí měrného povrchu, ale i počtem bazických skupin a množstvím vázané kyseliny fosforečné na molekulu sorbentu. Sorbční vlastnosti jsou dále závislé na polaritě sorbované látky. Pokud vzájemná polarita sorbentu a sorbované látky bude stejná, bude i jeho sorbční schopnost větší.

K dokonalému využití sorpční kapacity polyamidového sorbentu je nutné, aby se sorbent dokonale solubilizoval s kontaktovaným prostředím, ve kterém je rozpuštěna sorbovaná látka.

Polyamidové sorbenty, obsahující vázanou kyselinu fosforečnou, a způsob jejich výroby, jsou podrobněji popsány v následujících příkladech:

Příklad 1

Polymerační produkt získaný polymerací 5 g směsi 98 mol % 6-kaprolaktamu a 2 mol % $\text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{NH}(\text{CH}_2)_5\text{CO}$ při teplotě 260°C po dobu 4 hodin, byl rozpuštěn v 25 g kaprolaktamu při 190°C a po ztuhnutí roztoku byl produkt rozdrcen a 6-kaprolaktam vyextrahován dokonale vodou. Po vysušení bylo získáno 4,3 g práškového polyamidu o měrném povrchu $2,5 \text{ m}^2/\text{g}$, obsahujícího cca 1 mol % vázané kyseliny fosforečné a 1,5 molů/kg koncových bázičských skupin.

Příklad 2

Množství 25 g kopolymeru připraveného ze směsi 47 mol % 6-kaprolaktamu a 50 mol % 12-dodekanlaktamu a 3 mol % $\text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{NH}(\text{CH}_2)_5\text{CO}$ při teplotě 260°C po dobu 7 hodin bylo rozpuštěno ve 120 g acetanilidu při teplotě 190°C a po ztuhnutí roztoku při ochlazení byl acetanilid a nezreagovaný laktam vyextrahován ~~et~~ lalkoholem. Vysušený bílý prášek měl měrný povrch $2,5 \text{ m}^2/\text{g}$ a obsahoval 1,5 mol % vázané kyseliny fosforečné a 1,8 molů/kg koncových bázičských skupin.

Příklad 3

Polykaprolaktam připravený podle příkladu 2 byl rozpuštěn ve 120 g monochloroctové kyseliny při 160°C a po ztuhnutí směsi byla kyselina monochloroctová dokonale vyextrahována vodou. Získaný prášek po vysušení měl povrch $4 \text{ m}^2/\text{g}$.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

227 119

1. Způsob výroby práškového polyamidového sorbentu na bázi polymerů a kopolymerů laktamů ω -aminokarboxylových kyselin vyznačující se tím, že polyamidy, resp. kopolyamidy o polymeračním stupni od 10 do 200 obsahující 0,1 až 20 mol % chemicky vázané kyseliny fosforečné a 0,01 až 2 mol/kg koncových bázičských skupin, se rozpustí v tavném rozpouštědle v poměru 1:0,25 až 10 dílů hmot. při teplotě 80 až 230°C a po ztuhnutí roztoku se tavné rozpouštědlo vyextrahuje.
2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že se tavné polyamidy rozpustí v 6-kaprolaktamu.
3. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že se polyamidy rozpustí v monochlorooctové kyselině.
4. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že se polyamidy rozpustí v acetanilidu.

O P R A V E N K A

V popisech vynálezů k autorským osvědčením č. 224 101-224 150 je tisková chyba v označení čísla autorského osvědčení na stránkách popisu vynálezu.

Místo: 227 101 - 227 150

správně má být: 224 101 - 224 150

Na titulních stranách jsou čísla uvedena správně.

Tiskárna se omlouvá
