



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

218197  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
B 01 J 41/16

(22) Prihlášené 17 08 81

(21) (PV 6134-81)

(40) Zverejnené 28 05 82

(45) Vydané 15 09 84

(75)

Autor vynálezu

ANTAL MIROSLAV prom. chem. CSc., ŠIMKOVIČ IVAN ing., EBRINGEROVÁ ANNA ing. CSc., KOŠÍKOVÁ BOŽENA ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy silne bázičných anexov z lignocelulózových materiálov

Vynález rieši spôsob prípravy silne bázičných anexov z lignocelulózových materiálov.

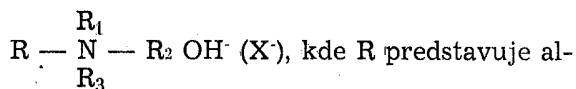
Podstata vynálezu spočíva v tom, že v prvom stupni sa lignocelulózový materiál aktivuje hydroxidom sodným po dobu 30 až 60 minút a v druhom stupni sa étenifikuje vodným roztokom 3-chlór-2-hydroxypropyltrimetylamónium chloridu pri teplote 30 až 80 °C po dobu 2 až 20 hodín za stáleho miešania.

Význam vynálezu spočíva v príprave ionoménichov, ktoré sú stabilné v kyslom i alkalickom prostredí a majú výmennú kapacitu 0,1 až 0,6 mmól/g.

Vynález sa týka spôsobu prípravy silne bá-  
zických anexov z lignocelulózových materiá-  
lov s výmennou kapacitou 0,1 až 0,6 mmól/g.

Na prípravu aminoderivátov polysachari-  
dov sa používajú ako východiskové suroviny  
celulózové preparáty ako prášková celulóza,  
mikrokryštalická celulóza, granulovaná celu-  
lóza alebo škrob a iné polysacharidy, resp.  
ich sietované analógy (France pat. 1,488,174;  
U. S. pat. 2,995,513; U. S. pat. 4,154,675; U.  
S. pat. 4,154,676; AO 202 374; AO 168 055;  
AO 193 945; AO 183 194; PV 1069-79). Vý-  
ber východiskového polysacharidu k príprave  
aminoderivátov z hľadiska ich rozpustnosti  
závisí od spôsobu aplikácie. Navrhovaný po-  
stup prípravy anexov aminoderivátov má vý-  
hodu v tom, že využíva vysokopolymérny  
charakter lignocelulózového komplexu natív-  
nych rastlinných materiálov a nie je potreb-  
ná predchádzajúca izolácia polysacharidov,  
resp. chemická modifikácia.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že v pr-  
vom stupni si lignocelulózový materiál akti-  
vuje s 17,5 až 25 % -ným vodným roztokom  
hydroxidu sodného, alebo pevným hydroxi-  
dom vápenatým po dobu 30 až 60 minút pri  
15 až 25 °C a váhovou pomere lignoceluló-  
zový materiál (aktivujúca báza 1) 0,05 až  
0,42. V druhom stupni sa éterifikuje kvar-  
ternými amonnými soľami, resp. bázami  
s obecným vzorcom



kylhalogén,  
epoxidový kruh, alkyl  $\alpha$ -halohydrín a  $R_1$ ,  $R_2$ ,  
 $R_3$  — alkyl alebo aryl, s výhodou 10 až 50 % -  
ným vodným roztokom 3-chlór-2-hydroxy-  
propyltrimetylamóniumchloridu, ktorého pH  
je upravené od 3,5 do 9,5 pri váhovou po-  
mere lignocelulózový materiál (alkylačné či-  
nidlo 1) 0,75 až 1,5 pri teplote 30 až 80 °C  
s výhodou 40 až 60 °C, po dobu 2 až 20 hodín  
za stáleho miešania. V prípade použitia hy-  
droxidu vápenatého je možné reakciu pre-  
viesť v jednom stupni tým spôsobom, že sa  
lignocelulózovému materiálu pridá zmes hy-  
droxidu vápenatého s 3-chlór-2-hydroxypro-  
pyltrimetylamóniumchloridu. V takomto prí-  
pade reakciu zastavujeme okyslením (naj-  
vhodnejšie s 1 % -nou kyselinou chlorovodí-  
kovou a anex premývame destilovanou vodou  
do negatívnej reakcie na chloridy. Takto  
pripravený iónomenič je v Cl forme.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy  
anexov na báze aminoderivátov lignoceluló-  
zových materiálov je, že všetky potrebné zá-  
kladné suroviny sa vyrábajú v ČSSR, resp.  
v krajinách RVHP;  
ako surovinu možno použiť drevený odpad,  
napr. piliny, zmesi rôznych drevín, lignoce-  
lulózové zbytky po izolácii cukrov;  
modifikáciou sa nemení tvar, veľkosť a cha-  
rakter východiskového materiálu;  
podľa spôsobu použitia aminoderivátu môžeme  
vhodne voliť tvar východiskového materiálu;

týmto spôsobom je možné využiť všetky po-  
lyméne zložky dreveného materiálu, čo pred-  
stavuje racionálny spôsob využitia drevnej  
hmoty;

získaný ionomenič je stabilný v kyslom a al-  
kalickom prostredí a je možné ho opakovane  
cyklovať bez straty fyzikálno-chemických  
vlastností.

#### Príklad 1

K 100 g vzduchosuchých bukových pilín (s  
veľkosťou častíc 0,2 až 4 mm) pridáme 150 ml  
17,5 % -ného hydroxidu sodného. Zmes ne-  
cháme premiešať pol hodinu pri 25 °C. Pri-  
tom pridáme 250 ml 50 % -ného vodného roz-  
toku 3-chlór-2-hydroxypropyltrimetylamó-  
niumchloridu (pH = 3,5) necháme reagovať za  
stáleho miešania 5 hodín pri 60 °C. Po skon-  
čení reakcie premyjeme vodou do neutrálnej  
reakcie a cyklujeme 1 % -ným hydroxidom  
sodným jednu hodinu pri laboratórnej teplo-  
te. Po cyklovaní premyjeme destilovanou vo-  
dou do neutrálnej reakcie a voľne vysušíme  
na vzduchu. Získame 108 g iónomeniča s vý-  
mennou kapacitou 0,60 mmól/g.

#### Príklad 2

K 100 g vzduchosuchých smrekových pilín  
(s veľkosťou častíc 0,5 až 2 mm) pridáme  
zmes 10 g hydroxidu vápenatého a 170 ml  
50 % -ného vodného roztoku 3-chlór-2-hydro-  
xypropyltrimetylamóniumchloridu, ktorého  
pH pred zmiešaním s hydroxidom vápena-  
tým upravíme na 9,5. Necháme reagovať 19  
hodín za stáleho miešania pri 45 °C. Reakciu  
zastavíme okyslením 1 % -nou kyselinou chlo-  
rovodíkovou a premyjeme destilovanou vo-  
dou do negatívnej reakcie na chloridy. Cy-  
klujeme a vysušíme ako v príklade 1. Získa-  
me 93 g ionomeniča s výmennou kapacitou  
0,12 mmól/g.

#### Príklad 3

K 100 g vzduchosuchých bukových pilín  
(s veľkosťou častíc 0,2 až 4 mm) pridáme 150  
ml 17,5 % -ného hydroxidu sodného. Zmes ne-  
cháme premiešať pol hodinu pri 25 °C. Potom  
pridáme 250 ml 50 % -ného sodného roztoku  
3-chlór-2-hydroxypropyltrimetylamónium-  
chloridu (pH = 3,5) a necháme reagovať za  
stáleho miešania 5 hod. pri 60 °C. Po skon-  
čení reakcie premyjeme vodou do neutrálnej  
reakcie a cyklujeme 1 % -ným hydroxidom  
sodným 1 hod. pri 20 °C. Potom premyjeme  
do neutrálnej reakcie a voľne vysušíme. Zís-  
kame 105 g ionomeniča s výmennou kapa-  
citou 0,51 mmól/g.

Uvedené príklady neobmedzujú možnosti  
použitia vynálezu. V príkladoch uvedenú mo-  
difikáciu možno aplikovať aj na inú formu  
lignocelulózových materiálov, napr. drevná  
múčka, štiepky, plošné drevené materiály, rôz-  
ne druhy drevín a lignocelulózové zbytky  
nedrevných rastlinných materiálov.

## PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy silne bázičných anexov z lignocelulózových materiálov vyznačujúca sa tým, že v prvom stupni sa lignocelulózový materiál aktivuje 17,5 až 25 %-ným vodným roztokom hydroxidu sodného alebo pevným hydroxidom vápenatým vo váhovom pomere lignocelulózový materiál (aktivujúca báza 1) 0,05 až 0,42 po dobu 30 až 60 minút a v dru-

hom stupni sa éterifikuje 10 až 50 %-ným vodným roztokom 3-chlór-2-hydroxypropyl-trimetylamóniumchloridu, ktorého pH je upravené od 3,5 do 9,5 pri váhovom pomere lignocelulózový materiál (alkylačné činidlo 1) 0,75 až 1,5 pri teplote 30 až 80 °C s výhodou 40 až 60 °C, po dobu 2 až 20 hodín za stáleho miešania.