



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

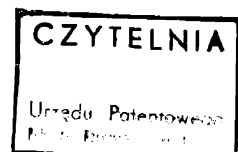
Zgłoszono: 10.12.79 (P. 220328)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 06.10.80

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1982

Int. Cl.³ C08F 212/08
C08J 5/20
C08F 2/44



Twórcy wynalazku: Bożena Kolarz, Maria Wojaczyńska, Henryk Galina,
Piotr Wieczorek, Maksymilian Durak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

**Sposób wytwarzania sorbentów polimerowych,
a zwłaszcza sorbentów podatnych na modyfikację struktury porowatej**

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania sorbentów polimerowych, a zwłaszcza sorbentów podatnych na modyfikację struktury porowatej, przeznaczonych do stosowania w przemyśle farmaceutycznym i spożywczym, jak również jako wypełnianie do kolumn w chromatografii gazowej i żelowej.

Dotychczas znane z publikacji „KUNSTHARZ—IONENAUSTAUSCHER“, Akademie Verlag, Berlin 1970, sposoby wytwarzania porowatych kopolimerów przez modyfikację węglowodorami alifatycznymi — prowadzące do otrzymania matrycy przydatnej do prowadzenia na niej reakcji chemicznych, tj. do otrzymania jonitów — polegają na polimeryzacji suspensyjnej 100 części objętościowych mieszaniny monomerów dwu i czterofunkcyjnych w obecności 5–70 części objętościowych obojętnego rozpuszczalnika alifatycznego lub aromatycznego. Tak otrzymane kopolimery charakteryzują się małymi powierzchniami właściwymi (przeważnie 50–150 m²/g) i w związku z tym małą zdolnością do sorpcji. Natomiast kopolimery otrzymane w obecności węglowodorów alifatycznych wprowadzie charakteryzują się większymi powierzchniami właściwymi (do 400 m²/g) ale mają małe pęcznienie, co również zmniejsza zdolność do sorpcji, szczególnie związków organicznych z roztworów wodnych. Tak otrzymane kopolimery na skutek bardzo małego stopnia pęcznienia charakteryzują się krótszą żywotnością oraz są podatne na zatrucie substancjami organicznymi, co wpływa na dodatkowe zmniejszenie zdolności do sorpcji w dalszych cyklach pracy.

Istota wynalazku polega na tym, że kopolimeryzację suspensyjną 100 części objętościowych mieszaniny monomerów winylowych dwu i czterofunkcyjnych, zawierającej 10–100 części objętościowych monomeru winylowego czterofunkcyjnego, prowadzi się w obecności 100–500 części objętościowych mieszaniny obojętnych rozpuszczalników alifatycznych i aromatycznych, przy czym 100 części objętościowych mieszaniny obojętnych rozpuszczalników alifatycznych i aromatycznych zawiera 5–60 części objętościowych węglowodorów alifatycznych i 95–40 części objętościowych węglowodorów aromatycznych.

Zasadniczą korzyścią techniczno-użytkową wynikającą ze stosowania sposobu według wynalazku jest to, że otrzymuje się sorbenty polimerowe o bardzo dużym stopniu pęcznienia, w związku z czym są one podatne na zmiany struktury porowatej, a tym samym odznaczają się zdolnością do relaksacji szkieletu polimerowego pod wpływem oddziaływania dobrych rozpuszczalników oraz zdolnością do wytworzenia bardzo rozwiniętych powierzchni właściwych od 300 m²/g do 850 m²/g. Zdolność tych sorbentów polimerowych do sorpcji jest niezależna od liczby sorpcji i desorpcji, ponieważ charakteryzują się one odwracalnością desorpcji. Dalszą zaletą tych sorbentów polimerowych jest ich podatność na dalszą modyfikację struktury porowatej prowadzonej sposobem według opisu patentowego polskiego nr 113377. Po takiej modyfikacji sorbenty polimerowe mają w pełni rozwiniętą powierzchnię właściwą i w związku z tym wykazują najlepsze

właściwości sorpcyjne, tj. dużą szybkość ustalania się równowagi sorpcji oraz dużą dostępność centrów aktywnych.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładzie wykonania.

Przykład I. 200 cm³ mieszaniny monomerów winylowych dwu- i czterofunkcyjnych oraz obojętnych rozpuszczalników, zawierającej 45 cm³ dwuwinylobenzenu technicznego zawierającego 54% izomerów meta i para, 5 cm³ styrenu, 15 cm³ benzyny lekkiej, 135 cm³ toluenu z rozpuszczonym nadtlakiem benzoilu w ilości 0,8 g umieszcza się w reaktorze do polimeryzacji suspensyjnej zawierającym 1500 cm³ wody z rozpuszczonym środkiem powierzchniowo-czynnym i prowadzi kopolimeryzację suspensyjną przez 10 godzin w temperaturze 343–368 K, a następnie oddziela się ziarna sorbentu, oddestylowuje rozpuszczalnik i suszy. Tak otrzymany sorbent ma porowatość 48% i powierzchnię właściwą 480 m²/g, a jego zdolność do sorpcji fenolu ze wzorowego roztworu o stężeniu 2,5 g/dm³ w statycznej metodzie sorpcji wynosi 136 mg fenolu na 1 g sorbentu, zaś z roztworu o stężeniu 0,6 g/dm³ wynosi 100 mg fenolu na 1 g sorbentu w warunkach dynamicznych.

Przykład II. 200 cm³ mieszaniny monomerów winylowych dwu- i czterofunkcyjnych oraz obojętnych rozpuszczalników, zawierającej 18 cm³ dwuwinylobenzenu 54 procentowego, 22 cm³ styrenu, 80 cm³ n-oktanu, 80 cm³ toluenu z rozpuszczonym nadtlakiem benzoilu suspensyjnej i prowadzi kopolimeryzację jak w przykładzie I. Tak otrzymany sorbent ma porowatość 32% i powierzchnię właściwą 350 m²/g, a jego zdolność do sorpcji fenolu w warunkach jak w przykładzie I wynosi odpowiednio 126 mg i 90 mg fenolu na 1 g sorbentu.

Przykład III. 200 cm³ mieszaniny monomerów winylowych dwu- i czterofunkcyjnych oraz obojętnych rozpuszczalników, zawierającej 36 cm³ dwuwinylobenzenu, 4 cm³ styrenu, 80 cm³ n-heptanu, 80 cm³ toluenu z rozpuszczonym nadtlakiem benzoilu w ilości 0,8 g umieszcza się w reaktorze do polimeryzacji suspensyjnej i prowadzi kopolimeryzację jak w przykładzie I. Tak otrzymany sorbent ma porowatość 65% i powierzchnię właściwą 850 m²/g, a jego zdolność do sorpcji fenolu w warunkach jak w przykładzie I wynosi odpowiednio 150 mg i 120 mg fenolu na 1 g sorbentu.

Przykład IV. 200 cm³ mieszaniny monomerów winylowych dwu- i czterofunkcyjnych oraz obojętnych rozpuszczalników, zawierającej 45,5 cm³ dwuwinylobenzenu 54 procentowego, 4 cm³ styrenu, 0,5 cm³ akrylonitrylu, 15 cm³ benzyny lekkiej, 135 cm³ toluenu, umieszcza się w reaktorze do polimeryzacji suspensyjnej i prowadzi kopolimeryzację jak w przykładzie I. Tak otrzymany sorbent ma porowatość 37% i powierzchnię właściwą 300 m²/g, a jego zdolność do sorpcji fenolu w warunkach jak w przykładzie I wynosi odpowiednio 110 mg i 90 mg fenolu na 1 g sorbentu.

Przykład V. 200 cm³ mieszaniny monomerów winylowych dwu i czterofunkcyjnych oraz obojętnych rozpuszczalników, zawierającej 45 cm³ dwuwinylobenzenu, 5 cm³ akrylonitrylu, 15 cm³ benzyny lekkiej, 135 cm³ toluenu z rozpuszczonym nadtlakiem benzoilu w ilości 1 g, umieszcza się w reaktorze do polimeryzacji suspensyjnej i prowadzi kopolimeryzację jak w przykładzie I. Tak otrzymany sorbent ma porowatość 48% i powierzchnię właściwą 470 m²/g, a jego zdolność do sorpcji fenolu w warunkach jak w przykładzie I wynosi odpowiednio 120 mg i 90 mg fenolu na 1 g sorbentu.

Przykład VI. 200 cm³ mieszaniny monomerów winylowych dwu- i czterofunkcyjnych oraz obojętnych rozpuszczalników, zawierającej 100 cm³ dwuwinylokrylanu glikolu etylenowego, 90 cm³ toluenu, 10 cm³ n-oktanu z rozpuszczonym 2,2-azodwuzobutyronitrylem w ilości 1,2 g, umieszcza się w reaktorze do polimeryzacji suspensyjnej i prowadzi kopolimeryzację jak w przykładzie I. Tak otrzymany sorbent ma porowatość 40% i powierzchnię właściwą 390 m²/g, a jego zdolność do sorpcji fenolu w warunkach jak w przykładzie I wynosi odpowiednio 100 mg i 90 mg na 1 g sorbentu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania sorbentów polimerowych, a zwłaszcza sorbentów podatnych na modyfikację struktury porowatej, polegającej na kopolimeryzacji suspensyjnej 100 części objętościowych mieszaniny monomerów winylowych dwu i czterofunkcyjnych, zawierającej 10–100 części objętościowych monomeru winylowego czterofunkcyjnego, w obecności obojętnego rozpuszczalnika alifatycznego lub aromatycznego, ~~zamiennie~~ tym, że kopolimeryzację suspensyjną prowadzi się w obecności 100–500 części objętościowych mieszaniny obojętnych rozpuszczalników alifatycznych i aromatycznych, przy czym 100 części objętościowych mieszaniny obojętnych rozpuszczalników alifatycznych i aromatycznych zawiera 5–60 części objętościowych węglowodorów alifatycznych i 95–40 części objętościowych węglowodorów aromatycznych.