



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

229426

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

G 08 G 73/04

(22) Prihlášené 23 08 82
(21) (PV 6111-82)

(40) Zverejnené 15 09 83

(45) Vydané 15 04 86

(75)

Autor vynálezu

KUNIAK ĽUDOVÍT ing. CSc., BRATISLAVA, ZEMEK JIŘÍ ing. CSc., LEHNICE,
NOVÁK IVAN ing. CSc., BEREK DUŠAN ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy polyetylénimínového ionexu na rigidnom pórovitom nosiči

Vynález sa týka spôsobu prípravy polyetylénimínového ionexu zakotveného na rigidnom pórovitom anorganickom nosiči.

Je dostatočne známe, že niektoré ionexy popri vynikajúcich fyzikálno-chemických parametroch majú aj nežiaduce vlastnosti, ktoré sú hlavnou prekážkou ich širšieho najmä priemyslového využitia.

K týmto negatívnym vlastnostiam okrem nedostatočnej chemickej stability patrí predovšetkým ich nevyhovujúca mechanická pevnosť. Pri práci na dlhšej kolóne sa častice ionexu následkom tiaže náplne deformujú, čo pochopiteľne vedie k podstatnému poklesu priepustnosti kolóny pre eluent pretekajúci kolónou. V priemyselnej prevádzke to znamená podstatné zníženie výkonu ionexovej kolóny t. j. i zhoršenie efektívnosti procesu.

K ionexom tohto typu patrí polyetylénimínový ionex, ktorý sa pripravuje sieťovaním polyetylénimínu epichlórhydrínom [W. Hagge a spol.: Belgian Patent 622,716 (1953), F. Wolf a M. Morgner NSR pat. 1.056825 (1959)].

Takto pripravené polyetylénimínové ionexy sú vhodné len na výskumné analytické účely pri práci v kolónach s malými rozmermi, nie sú však vhodné pre priemyslovú aplikáciu v kolónach väčších rozmerov.

Uvádzaný hlavný nedostatok polyetylénimínového ionexu rieši tento vynález, podľa ktorého sa vysoká elasticita polyetylénimínového ionexu eliminuje tým, že tento sa zakotví pred sieťovaním na rigidnom anorganickom nosiči.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že vodný roztok polyetylénimínu s koncentráciou 15 až 50 % hmot. sa naniesie na suchý pórovitý nosič silikagélu s veľkosťou častíc 30 až 350 mikrometrov, vysokým objemom pórov väčším ako $0,5 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ s výhodou 1,5 až $3 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ a merným povrchom 300 až $500 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, pričom pomer hmotnosti kvapalnej fázy roztoku polyetylénimínu k hmotnosti pevného nosiča silikagelu je v rozsahu od 0,7 do 1,5, načo po dokonale premiešaní oboch fáz sa pridá 20 až 40 % hmot. epichlórhydrínu na hmotnosť suchého polyetylénimínu, ktorým sa za miešania polyetylénimín zosieťuje pri teplote 20 až 50°C po dobu 1 až 4 hodín.

Výhodou postupu je predovšetkým to, že sa získava polyetylénimínový ionex, ktorý má dobré mechanické vlastnosti požadované pri práci vo veľkokapacitných kolónach, nedeformuje a nestláča sa pri zvýšených tlakoch a vďaka tomu sa nepozoruje pokles výkonu kolóny pri trvalej prevádzke. Táto výhoda predurčuje polyetylénimínový ionex zakotvený na silikagélovom rigidnom nosiči hlavne na priemyslové aplikácie pri práci s veľkokapacitnými kolónami. Ďalšou výhodou postupu je, že výsledný ionex má pri izolácii vysokomolekulových biologicky aktívnych látok vyššiu efektívnu výmennú kapacitu, pretože polyetylénimínový ionex je zakotvený na veľkom povrchu, čím sa znižuje počet neprístupných funkčných skupín, ktoré sa nachádzajú v materiáli.

Pr í k l a d 1

200 ml vodného roztoku kremičitanu sodného (vodné sklo) s obsahom 9,2 % hmot. oxidu kremičitého sa zmieša so 100 ml kyseliny dusičnej s koncentráciou 3 % hmot. a dobre zhomogenizuje. Vzniknutá zatuhnúť masa hydrogélu kyseliny kremičitej sa mechanicky rozruší a rozmieša v 250 ml 65 % hmot. kyseliny dusičnej alebo 180 ml konc. kyseliny sírovej, alebo 300 ml 55 % hmot. kyseliny fosforečnej alebo 200 g kyseliny trichlóroctovej a ponechá sa za občasného zamiešania do druhého dňa, potom sa zmes zriedi destilovanou vodou, sfiltruje a dokonale premyje destilovanou vodou do neutrálnej reakcie, načo sa ďalej premýva postupne etylalkoholom a nakoniec acetónom.

Produkt sa zbaví zvyšku organických rozpúšťadiel vysušením a stabilizuje sa pri teplotách 200 až 900°C s výhodou pri 700 až 750°C .

Získaný silikagél (10 g) s merným povrchom $500 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ a veľkým objemom pórov 2 až $3 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ a priemernými rozmerami pórov 20 nm sa temperuje po dobu 10 hodín pri teplote 550°C .

Na 10 g takto získaného silikagélu sa naraz pridá 10 ml vodného roztoku polyetylénimínu s koncentráciou 25 % hmot. dobre sa zamieša a po zhomogenizovaní sa pridá 0,7 ml epichlórhydrínu (1-chlór-2,3-epoxypropanu) opäť sa dobre zamieša a nechá sa sieťovať pri začiatočnej teplote 20°C a konečnej teplote 30 až 50°C (teplota počas reakcie samovoľne stúpa v dôsledku reakčného tepla sieťovacích reakcií) po dobu 3 hodín.

Hotový produkt je sieťovaný polyetylénimín zakotvený v póroch silikagélu, má výmennú kapacitu okolo 0,7 až 1,0 mekv/g pri veľmi dobrých mechanických vlastnostiach ionexového gélu pri práci na veľkorozmerových kolónach.

Pr í k l a d 2

Postup podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že na pripravený silikagél (10 g) sa naniesie 7 ml polyetylénimínu s koncentráciou 50 % hmot. a 1,5 ml epichlórhydrínu.

Získaný produkt má výmennú kapacitu 1 až 1,6 mekv/g.

P r í k l a d 3

Postup podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že na pripravený silikagél (10 g) sa naniesie 15 ml polyetylénimínu s koncentráciou 15 % hmot. a 0,5 ml epichlórhydrínu.

Výsledný produkt má výmennú kapacitu 0,4 až 0,7 mekv/g.

Vynález má využitie všade kde je potrebné aplikovať polyetylénimínový ionex s vynikajúcimi mechanickými vlastnosťami pre prácu vo veľkokapacitných kolónach, hlavne pri izolácii vzácných biologicky aktívnych látok.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy polyetylénimínového ionexu na rigidnom pórovitom nosiči vyznačený tým, že vodný roztok polyetylénimínu s koncentráciou 15 až 50 % sa naniesie na suchý pórovitý nosič silikagélu s veľkosťou častíc 30 až 150 mikrometrov a merným povrchom 300 až 500 m².g⁻¹ a objemom pórov vyšším ako 0,5 cm³.g⁻¹ s výhodou 1,5 až 3 cm³.g⁻¹, pričom hmotnostný pomer kvapalnej fázy roztoku polyetylénimínu k pevnému nosiču silikagélu je v rozsahu 0,7 až 1,5, načo po dokonalom premiešaní oboch fáz sa pridá 20 až 40 % hmot. epichlórhydrínu na hmotnosť suchého polyetylénimínu, ktorým sa za miešania polyetylénimín zosieťuje pri teplote 20 až 50 °C po dobu 1 až 3 hodín.