



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

211625

(11) (B1)

/22/ Přihlášeno 20 12 79
/21/ /PV 9143-79/

(51) Int. Cl.³
C 08 B 15/00

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 15 04 83

(75)

Autor vynálezu

HRADIL JIRÍ ing. CSc., PRAHA, MUSIL VÁCLAV, HORÁK VLADIMÍR ing.,
Ústí nad Labem

(54) Způsob přípravy ionexových derivátů perlové celulosy

Vynález se týká způsobu přípravy ionexových derivátů v perlové formě. Podstata způsobu přípravy ionexových derivátů perlové celulosy podle vynálezu spočívá v tom, že na perlovou celulosu se působí činidlem vybraným ze skupiny zahrnující sodnou sůl kyseliny chlormethylfosforečné, močovinu s kyselinou fosforečnou a kysličníkem fosforečným, sek.fosforečnan amonný s močovinou, hydrochlorid 1-chlor-2-hydroxy-3-diethylamino propanu, 1-chlor-2,3-epoxypropan s triethanolaminem.

Výhodou ionexových derivátů perlové celulosy, připravených způsobem podle vynálezu, je vyšší hmotnostní kapacita připravených celulosových ionexů, zejména vyšší objemová kapacita ve srovnání se stávajícími celulosovými ionexy.

Vynález se týká způsobu přípravy ionexových derivátů v perlové formě.

Ionexové deriváty byly dosud připraveny téměř výlučně z fibrilární celulosy. Stávající stav přípravy ionexových derivátů perlové celulosy byl popsán v Čs. a. o. 193 292 (10. 5. 1979), Čs. a. o. 195 205 (28. 8. 79) a Čs. a. o. 199 420 (8. 2. 80). Nevýhodou ionexů připravených na bázi fibrilární celulosy jsou především špatné hydrodynamické vlastnosti v koloně, nízká hmotnostní i objemová kapacita a velké objemové změny se změnou pH a iontovou silou.

Podstata způsobu přípravy ionexových derivátů perlové celulosy podle vynálezu spočívá v tom, že na perlovou celulosu se působí činidlem vybraným ze skupiny zahrnující sodnou sůl kyseliny chlormethylfosforečné, močovinu s kyselinou fosforečnou a kyslíčnickem fosforečným, sek.fosforečnan amonný s močovinou, hydrochlorid 1-chlor-2-hydroxy-3-diethylaminopropanu, 1-chlor-2,3-epoxypropan s triethanolaminem.

Ve výhodném provedení způsobu přípravy ionexových derivátů perlové celulosy podle vynálezu se reakce provádí ve vodně alkalickém prostředí nebo v prostředí vody a organických rozpouštědlech vybraných ze skupiny: xylen, chlorbenzen, lakový benzin, aceton, ethanol v 15 až 50 hmot. NaOH při teplotě 25 až 140 °C po dobu 5 min až 5 hodin.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že jako výchozí produkt je možno použít sesítěnou celulosu připravenou podle Čs. a. o. 193 202 (10. 5. 1977). Chemickou přeměnou sesítěné perlové celulosy se dosáhne vyššího technického účinku spočívajícího nejen ve vyšší hmotnostní kapacitě připravených celulosových ionexů (1 až 5,82 mmol/g), ale zejména ve vyšší objemové kapacitě (až 1 mmol/cm³) ve srovnání se stávajícími celulosovými ionexy, jejichž objemová kapacita je 0,1 mmol/cm³. Sesítěné ionexové deriváty perlové celulosy mají také nízké objemové změny se změnou pH a iontovou silou plynoucí z nízkého obsahu vody (3,5 až 7 g H₂O/g) ve standardním stavu.

Postup podle vynálezu charakterizují následující příklady, aniž by se tím rozsah vynálezu nějakým způsobem omezoval.

P ř í k l a d 1

30 dílů perlové celulosy se na fritě promyje 30 díly vodného roztoku sodné soli kyseliny chlormethylfosforečné, převede do reaktoru, přidá 30 dílů roztoku hydroxidu sodného (25 hmot. % a zahřeje rychle během 30 minut na 140 °C). Po ochlazení se promyje 10 hmot. % chloridu sodného a destilovanou vodou. Připravená fosfátomethylcelulosa v perlové formě je odolná ke kyselé i alkalické hydrolyse a obsahuje 1,29 mmol/g výměnné kapacity vůči malým iontům.

P ř í k l a d 2

30 dílů sesítěné perlové celulosy se na nuči promyje 30 díly 15 hmot. % roztoku močoviny a sek.fosforečnanu amonného a odebere stejný objem vody. Celulosa s nasáklým činidlem se umístí v sušárně, kde se zahřeje na 2 hodiny na teplotu 130 °C a 5 min na 175 °C. Po promytí byl získán produkt, který je stálý vůči vroucímu 1 hmot. % NaOH s výměnnou kapacitou vůči malým iontům 1,94 mmol/g.

P ř í k l a d 3

20 dílů sesítěné perlové celulosy se na fritě promyje 7,6 díly 50 hmot. % roztoku NaOH, odebere se odpovídající objem vody z výtoku a zbytek se převede do reaktoru. K nabobtnalé sesítěné perlové celulose se přidá 11,7 dílu roztoku hydrochloridu 1-chlor-2-hydroxy-3-diethylaminopropanu připraveného z 3,2 dílu diethylaminu a 4,1 dílu 1-chlor-2,3-epoxypropanu po dobu 5 hodin při 25 až 30 °C a následným působením 4,5 dílu 36 hmot. % HCl při teplotě nižší než 45 °C po separaci horní vrstvy.

Perlová celulóza se reaguje s uvedeným činidlem 5 hodin při 90 °C, pak se ochladí na 25 až 30 °C, odsaje na nuži a promyje ethanolem a destilovanou vodou do neutrální reakce.

Produkt má výměnnou kapacitu vůči malým iontům 1,4 mmol/g a obsah vody 2,9 až 5,5 g H₂O/g ve standardním stavu.

P ř í k l a d 4

30 dílů odsáté sesítěné perlové celulózy se na fritě promyje 10,4 díly 50 hmot. % NaOH a odebere se alikvotní podíl vody do neutrálního pH.

Perlová celulóza nabotnalá v louhu sodném se převede do reaktoru a po homogenisaci se za míchání přidává v pěti dávkách 11,8 dílu 1-chlor-2,3-epoxypropanu a 19,5 dílu triethanolaminu po 30 minutách míchání při teplotě 25 až 45 °C vyhřáto na 80 °C a na této teplotě udržováno 3 hodiny. Po ochlazení na 25 °C, odfiltrováno na nuži a promyto ethanolem a destilovanou vodou.

Byla získána perlová celulóza se silně bazickými triethanolamoniovými skupinami v koncentraci 0,9 mmol/g. Obsah vody ve standardním stavu byl 4,5 až 6,0 g H₂O/g.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob přípravy ionexových derivátů perlové celulózy, vyznačený tím, že na perlovou celulózu se působí činidlem vybraným ze skupiny zahrnující sodnou sůl kyseliny chlormethylfosforečné, močovinu s kyselinou fosforečnou a kysličníkem fosforečným, močovinu se sek. fosforečnanem amonným, hydrochlorid 1-chlor-2-hydroxy-3-diethylaminopropan, 1-chlor-2,3-epoxypropan s triethanolaminem.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se reakce provádí ve vodně alkalickém prostředí a/nebo v přítomnosti organických rozpouštědel vybraných ze skupiny xylen, chlorbenzen, lakový benzin, aceton a ethanol v 15 až 50 hmot. % NaOH při teplotě 25 až 175 °C po dobu 5 min až 5 hodin.