



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223926

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 D 271/10

(22) Přihlášeno 12 03 82
(21) (PV 1694-82)

(40) Zveřejněno 28 01 83

(45) Vydáno 15 11 85

(75)
Autor vynálezu

ŽÁK BOHUMIL ing., NERATOVICE

(54) Způsob čištění 5-fenyl-2-(p-difenyl)-1,3,4-oxadiazolu

1

Vynález se týká způsobu čištění 5-fenyl-2-(p-difenyl)-1,3,4-oxadiazolu (dále jen PBD), především takového, který nevyhovuje normě na tzv. scintilační účinnost.

Až dosud se veškeré zbytky a odpady z výroby PBD, které nevyhovovaly na scintilační účinnost, nedaly vyčistit ani jinak použít a stávaly se bezcenným odpadem. Vzhledem k poměrně vysoké ceně PBD, ale i proto, že k jeho výrobě se používají drahé dovozní suroviny z KS, je nanejvýš žádoucí využít všech těchto zbytků a odpadů. Pro čištění by se sice mohla použít vakuová destilace. Ta se však pro svoji obtížnost (teplota destilátu přes 573 K, vysoké vakuum pod 130 Pa, nebezpečí tuhnutí destilátu v koloně, chladiči a jímadel) a nízký výtěžek (pod 50 %) jeví jako neekonomická a nereálná.

Výše uvedený problém řeší způsob čištění PBD dle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že pro čištění se použije metoda sloupcové chromatografie na vhodném nosiči, jako je silika-gel, kysličník hlinitý a další, s použitím eluentu, nejlépe slabě polárního rozpouštědla, jako například chloroformu, benzenu, toluenu a podobně.

Tento postup umožňuje zcela zužitkovat PBD, které by jinak zůstalo bezcenným odpadem. Čištění je jednoduché a rychlé při dosažení vysokého výtěžku (nad 90 %). Přitom lze jak nosič, tak i rozpouštědlo regenerovat a vracet zpět do procesu. Postup není náročný na pracovní síly ani energeticky a nevyžaduje žádné speciální zařízení.

Příklad provedení

Do skleněné trubice průměru 80 mm a délky 1 500 mm dole zúžené se na vrstvu skelné tka-

niny nasype 7 kg kysličníku hlinitého pro chromatografii a na sloupec se nalije roztok 300 g PBD ve 3 litrech chloroformu. Po vsáknutí se sloupec promývá chloroformem tak dlouho, až příčné barevné rozhraní na sloupci dostoupí cca 5 cm ke dnu kolony (spotřeba okolo 10 litrů chloroformu). Přitom je výhodné jímat eluent v několika frakcích, ihned jej odpařovat do zbytků a destilát vracet zpět do chromatografie. U takto získaného pevného PBD pak měřit scintilační účinnost a případně nevyhovující podíly vracet zpět do čištění. Napoprvé se získá 270 g vyhovujícího PBD, zbytek lze ještě dále čistit.

Jakmile začne z kolony vytékat žlutě zbarvený roztok, je chromatografie ukončena a začíná vlastní regenerace nosiče, která se provádí dalším promýváním sloupce chloroformem, dokud nejsou vymyty barevné nečistoty (asi 5 litrů chloroformu). Náplň se pak vsype do vhodné nádoby a cca 15 minut míchá s 10 litry acetonu asi 323 K teplého. Nosič se odsaje přes fritu, promyje 5 litry chloroformu a volně na vzduchu usuší. Aktivace se provádí sušením nosiče v peci při teplotách 300 až 400 °C po dobu 1 až 3 hodin. Promývací rozpouštědla lze bez regenerace používat v dalších minimálně 5 operacích; poté je možno provést regeneraci předestilováním.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění 5-fenyl-2-(p-difenylyl)-1,3,4-oxadiazolu vyznačující se tím, že se čištění provádí metodou sloupcové chromatografie na vhodném nosiči, jako je silikagel, kysličník hlinitý s použitím eluentu, nejlépe slabě polárního rozpouštědla, jako například chloroformu, benzenu, toluenu.