



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

251 040

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 10 09 95
(21) PV 6446-85

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 29/136

(40) Zveřejněno 16 10 86
(45) Vydáno 01 09 88

(75)
Autor vynálezu

ŠMIGOL VLADIMÍR ing., PRAHA

(54)

Způsob odstranění karboxylových skupin vázaných na
matrici porézních, makromolekulárních látek

Řešení se týká způsobu redukce karboxylových skupin vázaných na matrici porézních, makromolekulárních sloučenin. Podstatou je odstranění nežádoucích karboxylových skupin redukcí bis(2-methoxyethoxy)-dihydroxylitanem sodným v prostředí vhodných organických rozpouštědel, například toluenu, benzenu a xylenu.

Vynález se týká způsobu redukce karboxylových skupin na matrici porézních, makromolekulárních látek. Uvedené látky se používají jako náplně do chromatografických kolon, pro kapalinovou a plynovou chromatografii.

Některé polymerní sorbenty obsahují vázané karboxylové skupiny vzniknuvší buď oxidací (např. hydroxylových skupin), nebo hydrolýzou (např. esterových vazeb), případně přímým zavedením karboxylové skupiny do makromolekuly nedostatečnou čistotou monomerů. Přítomnost karboxylových skupin v matrici sorbentu je pak příčinou nežádoucí iontové výměnné aktivity a nespecifických sorbcí sorbentu. Příprava sorbentů prostých karboxylových skupin vyžaduje použití nákladných čisticích metod monomerů a i přes to není zaručen nulový obsah karboxylových skupin.

Tento nedostatek odstraňuje vynález. Předmětem vynálezu je odstarnění nežádoucích karboxylových skupin redukcí na skupiny hydroxylové a to bis(2-methoxyethoxy)-dihydroxylitanem sodným v prostředí takových organických rozpouštědel, která nereagují s bis(2-methoxyethoxy)-dihydroxylitanem sodným a zároveň jsou chemicky inertní vůči redukovanému sorbentu (např. toluen, benzen, xylén).

Sorbent po této redukci má nulovou (titrační metodou neměřitelnou) hodnotu iontové výměnné kapacity.

Způsob redukce je ujasněn v následujícím příkladě.

Příklad 1

10 g makroporézního kopolymeru 2-hydroxyethylmethakrylátu a ethylenglykoldimethakrylátu s vylučovacím limitem mol.hmotnosti 2×10^6 daltonů a měrným povrchem $50 \text{ m}^2/\text{g}$, velikosti částic $20 \mu\text{m}$ (Separon HEMA 1000), jehož iontově výměnná kapacita

byla 22 μ ekv/g, bylo suspendováno v 50 ml sušeného toluenu a ponecháno botnat 1 hodinu. Pak bylo přidáno 2,5 ml 70%-ního roztoku bis(2-methoxyethoxy)-dihydrohlinitanu sodného v toluenu a mícháno jednu hodinu při laboratorní teplotě. Potom bylo k reakční směsi přidáno 100 ml ethylenalkoholu a mícháno dalších 10 min, pak byl sorbent odfiltrován přes fritu, promyt 50 ml ethylenalkoholu a suspendován ve 100 ml 1M kyseliny chlorovodíkové po dobu 30 min. Potom byl opět odfiltrován a promyt na fritě destilovanou vodou do neutrální reakce filtrátu, pak byl promyt 2 x 200 ml ethylenalkoholu a 50 ml acetonu a vysušen při laboratorní teplotě. Byl získán sorbent ve výtěžku 100%, s iontově výměnnou kapacitou neměřitelnou titrační metodou.

Příklad 2

10g makroporézního kopolymeru 2-hydroxyethylmethakrylátu a ethylenglykoldimethakrylátu s vylučovacím limitem mol. hmotnosti 300 000 daltonů a měrným povrchem 60 m²/g, velikosti částic 10 μ m (Separon HEMA 300), jehož iontově výměnná kapacita byla 18 μ ekv/g, byl redukován stejným způsobem, jak bylo popsáno v příkladu 1.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob odstranění karboxylových skupin vázaných na matici porézních makromolekulárních látek, vyznačující se tím, že na tyto látky se působí bis(2-methoxyethoxy)-dihydrohlinitanem alkalického kovu v organickém rozpouštědle, jako je benzen, toluen nebo xylen.