

PŘÍHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19) ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: 30.08.2001

(32) Datum podání prioritní přihlášky: 14.09.2000

(31) Číslo prioritní přihlášky: 2000/1559

(33) Země priority: AT

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: 18.06.2003
(Věstník č. 6/2003)

(86) PCT číslo: PCT/EP01/09968

(87) PCT číslo zveřejnění: WO02/022695

(21) Číslo dokumentu:

2003 - 736

(13) Druh dokumentu: A3

(51) Int. Cl. ⁷:

C 08 F 6/00

(71) Přihlašovatel:

DSM FINE CHEMICALS AUSTRIA NFG GMBH &
CO. KG, Linz, AT;

(72) Původce:

Stanek Michael, Linz, AT;
Schitter Regina, Linz, AT;
Steinbauer Gerhard, Enns, AT;
Summer Gerald, Linz, AT;
Hildebrand Peter, Linz, AT;

(74) Zástupce:

Kalenský Petr JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob promývání k čištění polymerů
obsahujících atom dusíku nebo aminoskupinu,
amoniovou nebo spirobicyklickou amoniovou
skupinu**

(57) Anotace:

Způsob promývání k čištění polymerů obsahujících atom dusíku nebo aminoskupinu, amoniovou nebo spirobicyklickou amoniovou skupinu, obsahující kationtové dusík obsahující skupiny a vhodné protiiontové skupiny, při kterém se gelované polymery získané polymerací a zesílením a) částečně nebo úplně deprotonují přidáním zásady, b) částečně nebo úplně deprotonované polymery se promyjí, c) popřípadě se reprotonují v organickém rozpouštědle nebo ve směsi organického rozpouštědla a vody přidáním kyseliny, d) načež se směs popřípadě promyje organickým rozpouštědlem nebo směsí organického rozpouštědla a vody ke smrštění gelů, e) a popřípadě po stupni c) nebo d) se stupně a) až c) nebo až d) opakují.

CZ 2003 - 736 A3

Způsob promývání k čištění polymerů obsahujících atom dusíku nebo aminoskupinu, amoniovou nebo spirobicyklickou amoniovou skupinu

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu promývání k čištění polymerů obsahujících atom dusíku nebo aminoskupinu, amoniovou nebo spirobicyklickou amoniovou skupinu.

Dosavadní stav techniky

Polymery obsahující atom dusíku nebo aminoskupiny, amoniové nebo spirobicyklické amoniové skupiny jsou polymery mající kationtové skupiny a vhodné protiiontové skupiny, které mohou popřípadě obsahovat hydrofobní skupiny. Kationtové skupiny jsou v takovém případě odvozeny například z aminů nebo z amoniových skupin.

Hydrofobními skupinami jsou například alkylové boční řetězce nebo boční řetězce obsahující atom dusíku nebo aminové nebo amoniové skupiny, které jsou kovalentně vázány na polymerovou síť chemickou reakcí.

Dosavadní stav techniky

Vhodné polymery jsou známy ze stavu techniky, například z patentových spisů (světové patentové spisy číslo WO 01/25291, WO 00/32656, WO 00/38664, WO 99/33452, WO 99/22721, WO 98/43653, americké patentové spisy číslo US 5 624963 a US 5 496 545.

Tyto polymery se připravují obdobně jako podle stavu techniky, například polymerací odpovídajících monomerů, přičemž zesíťení se dosahuje buď přísadou zesíťujícího činidla do re-

akční směsi během polymerace, nebo po polymerační reakci. Po vhodné gelovací době se získané gely popřípadě rozsekají nebo rozetřou na prášek a promyjí se. Podle shora uvedeného stavu techniky se promývání provádí vodou, alkoholem nebo směsami alkoholu a vody. Jak ukázaly empirické hodnoty a pokusy, je dosud nedostatkem vymývacích postupů jednak enormě vysoká spotřeba alkoholu, jednak extrémně nízké prosazení, které se přičítá velkému bobtnání gelu během promývání.

Úkolem vynálezu je vyvinout zlepšený způsob promývání polymerů obsahujících atom dusíku nebo aminoskupinu, amoniové nebo spirobickyklické amoniové skupiny, který by měl nižší spotřebu alkoholu při zvětšeném prosazení ve srovnání s dosavadním stavem techniky.

S překvapením se tohoto cíle dosahuje způsobem promývání, který zahrnuje deprotonační stupeň nebo několik deprotonačních a reprotonačních stupňů.

Podstata vynálezu

Způsob promývání k čištění polymerů obsahujících atom dusíku nebo aminoskupinu, amoniovou nebo spirobickyklickou amoniovou skupinu, obsahující kationtové dusík obsahující skupiny a vhodné protiiontové skupiny, spočívá podle vynálezu v tom, že gelované polymery získané polymerací a zesíťtím se

- a) [lacuna] částečně nebo úplně deprotonují přidáním zásady,
- b) částečně nebo úplně deprotonované polymery se promyjí,
- c) popřípadě se reprotonují v organickém rozpouštědle nebo ve směsi organického rozpouštědla a vody přidáním kyseliny,
- d) načež se směs popřípadě promyje organickým rozpouštědlem nebo směsí organického rozpouštědla a vody ke smrštění gelů,
- e) a popřípadě po stupni c) nebo d) se stupně a) až c) nebo až d) opakují.

Polymery, obsahující atom dusíku nebo aminoskupinu, amoniové nebo spirobicyklické amoniové skupiny, se zpracují způsobem podle vynálezu.

Těmito polymery jsou polymery popsané například patentových spisech (například světové patentové spisy číslo WO 01/25291, WO 00/32656, WO 00/38664, WO 99/33452, WO 99/22721, WO 98/43653, americké patentové spisy číslo US 5 624963 a US 5 496 545).

K promývání podle vynálezu se obzvlášť dobře hodí kationtové polymery. Příkladně se uvádějí polymery, které obsahují aminový atom dusíku, například primární, sekundární a terciární aminoskupiny nebo jejich soli, quarterní aminové skupiny a/nebo spirobicyklické amoniové skupiny. Jako další kationtové skupiny se uvádějí například amidinoskupina, guanidinoskupina a iminoskupina.

Kationtový polymer se vyznačuje tím, že má kladný náboj při fyziologické hodnotě pH.

Jakožto příklady vhodných kationtových polymerů se uvádějí polyvinylaminy, polyallylaminy, polydiallylaminy, polyvinylimidazoly, polydiallylalkylaminy, polyethyleniminy a polymery obsahující opakující se jednotky popsané v patentových spisech (například světové patentové spisy číslo WO 00/32656, str. 7f; WO 98/43653, str. 4f; americké patentové spisy číslo US 5 496545 sloupec 2 až 4; US 5 624 963; světový patentový spis číslo WO 98/29107).

Kationtový polymer může být přídatně kombinován s hydrofobním polymerem nebo s hydrofobní složkou (například světové patentové spisy číslo WO 98/43653, WO 99/33452, WO 99/22721).

Použité polymery jsou nadto zesíťené. Zesíťení může být

v tomto případě provedeno buď během polymerace, nebo spíše alternativně pouze po polymeraci. Vhodná zesíťovací činidla jsou známá ze shora uvedených patentových spisů. Příkladně se uvádějí epichlorhydrin, dichlorid kyseliny jantarové, ethylen-diamin, toluendiisokyanát, diakryláty, dimethakryláty, methylenbisakrylamidy, dichlorethan a dichlorpropan.

Polymery, použité při způsobu podle vynálezu, obsahují přídatně záporně nabité protiionty. Tyto protiionty mohou být organické nebo anorganické nebo jejich kombinace. Jako vhodné protiionty se připomínají protiionty známé z uvedeného stavu techniky. Vhodnými anorganickými ionty jsou skupiny halogenidové, obzvláště chloridové, fosfátové, fosfitové, uhličitánové, hydrogenuhličitánové, sulfátové, hydrogensulfát, hydroxidové, nitrátové, persulfátové, sulfidové a sulfátové. Jakožto příklady vhodných organických iontů se uvádějí skupiny octanové, askorbátové, benzoátové, laktátové, fumarátové, maleátové, pyruvátové, citrátové, dihydrogencitrátové, hydrogencitrátové, propionátové, butyrátové, oxalátové, sukcinátové, vinné a choleátové.

Polymery se připravují podle dosavadního stavu techniky, například způsobem popsáním v patentových spisech (světové patentové spisy číslo WO 99/33452, WO 99/22721, WO 98/43653, americké patentové spisy číslo US 5 624 963 a US 5 496 545).

Po polymeraci, zesíťení a době gelování se provádí zpracování polymerů získaných v gelové formě způsobem podle vynálezu. Gel určený k čištění nebo k promývání se popřípadě napřed promyje a dodatečně rozmělní nebo rozseká.

Gel se pak zpracuje v prvním promývacím stupni a) při teplotě 1 až 100 °C, s výhodou 5 až 90 °C, obzvláště 10 až 40 °C vodou, s výhodou plně demineralizovanou vodou, nebo polárním rozpouštědlem nebo jejich směsí a zásadou vhodnou k deprotona-

ci. Vhodnými polárními rozpouštědly jsou formamid, dimethylformamid (DMF), acetonitril, dimethylsulfoxid (DMSO) a triamid kyseliny hexamethylfosforečné (HMPT). Je však také možno použít jejich směsí nebo směsí s vodou. S výhodou se však používá vody. Vhodnými zásadami jsou hydroxidy, jako například hydroxid sodný, draselný, lithný, vápenatý a amonný, uhličitany, jako například uhličitán sodný a draselný. S výhodou se používá hydroxidu sodného, draselného nebo amonného.

Množství použité zásady závisí silně na příslušném gelu a závisí na množství protiiontů a na stupni požadované deprotonace.

Gely mohou být deprotonovány plně nebo pouze částečně.

Na mol protiiontu se přidává 0,1 až 5 mol zásady, s výhodou 0,5 až 3 mol a zejména obzvláště 0,7 až 2 moly zásady. Pp-případě může být použito i nadbytku zásady.

Směs se pak suspenduje 1 minutu až 5 hodin, s výhodou 5 minut až 2 hodiny a obzvláště výhodně 15 minut až 1,5 hodiny, s výhodou za míchání. Delší doby míchání jsou popřípadě také možné. Po usazení se supernat částečně nebo úplně odlije. Odlití se s výhodou provede až k povrchu gelu.

Ve stupni b) se suspendovaný gel promyje 1 až 15 krát, s výhodou více než 7 krát vodou, s výhodou plně demineralizovanou vodou, nebo polárním rozpouštědlem nebo jejich směsí, při teplotě 1 až 100 °C, s výhodou 5 až 90 °C, obzvláště výhodně při 10 až 40 °C. Vhodnými polárními rozpouštědly jsou opět formamid, dimethylformamid (DMF), acetonitril, dimethylsulfoxid (DMSO) a triamid kyseliny hexamethylfosforečné (HMPT). Je také možno použít jejich směsí nebo směsí s vodou. S výhodou se však používá vody. Supernatant se v každém případě odlije částečně nebo plně, s výhodou až k povrchu gelu. Případně je

možno během stupně b), k udržení koncentrace soli nebo k uchování nabobtnání v jednotlivých stupních promývání pokud možno konstantního, přidat vhodnou sůl, například chlorid sodný, draselný, amonný nebo chlorid lithný ke konci každého promývání tak, aby výsledkem byla koncentrace přibližně 0,1 až 5%, s výhodou 0,2 až 2%. Vlivem přísady soli se dosáhne smrštění gelu, takže je možno prací prostředím odlít rychleji s odsáváním.

Ve stupni c) je gel popřípadě reprotonován v organickém rozpouštědle nebo ve směsi organického rozpouštědla s vodou přidáním kyseliny.

Vhodnými organickými rozpouštědly jsou v tomto případě lineární, rozvětvené nebo cyklické alkoholy s 1 až 10 atomy uhlíku, mající jednu až tři 3 hydroxylové skupiny, jako jsou například methanol, ethanol, isopropanol, n-propanol, n-butanol, sek-butanol, hexanol, ethylhexanol, cyklopentanol, cyklohexanol; cyklooktanol, cyklohexandiol, glykol a glycerol; ketony, jako jsou například aceton, methylethylketon, methylisopropylketon, methylisobutylketon, diisopropylketon, cyklohexanon; nitrily, například acetonitril; ethery jako například tetrahydrofuran, methyl-terc-butylether a dimethoxyethan.

S výhodou se používá alkoholů s 1 až 4 atomy uhlíku, obzvláště výhodně isopropanolu. Organickým rozpouštědlem jsou míněny také směsi shora uvedených rozpouštědel.

S výhodou se používá směsi organického rozpouštědla a vody. Poměr organického rozpouštědla k vodě je v tomto případě 1/99 až 99/1, s výhodou 30/70 až 95/5 a obzvláště výhodně 50/50 až 90/10.

Výhodnými kyselinami pro reprotonaci jsou všechny minerální a organické kyseliny, které vedou ke zmíněným protiion-

tům. Příkladně se uvádějí kyselina chlorovodíková, bromovodíková, sírová, fosforečná, dusičná a kyselina mravenčí, octová, šťavelová, citronová, pyrohroznová, maleinová, fumarová, propionová a vinná.

Množství použité kyseliny závisí na požadovaném stupni reprotonace, jelikož je možno gel reprotonovat plně nebo také jen částečně.

Gel se případně napřed míchá v organickém rozpouštědle nebo ve směsi rozpouštědla a vody. Doba míchání je několik minut až několik hodin, s výhodou 1 až 60 minut, obzvláště výhodně 5 až 30 minut. Případně jsou možné i delší doby míchání. Teplota je opět 1 až 100 °C, s výhodou 5 až 90 °C, obzvláště výhodně 10 až 40 °C. Směs se pak zpracuje množstvím kyseliny, které vede k částečné nebo plné reprotonaci aminů v polymeru. Nato se supernat odlije, částečně nebo plně, s výhodou až k povrchu gelu.

Ve stupni d) se ke smrštění gelu promývá jednou až desetkrát, s výhodou jednou až třikrát, organickým rozpouštědlem nebo směsí organického rozpouštědla a vody v poměru 1/99 až 99/1, s výhodou 30/70 až 95/5 a obzvláště výhodně 50/50 až 90/10.

Nakonec se rozpouštědlo nebo směs rozpouštědla a vody odlije až do získání produktu schopného lití.

Případně se mohou stupně c) nebo d), stupně a) až c) nebo d) opakovat jednou až pětkrát, s výhodou jednou až třikrát.

Způsobem podle vynálezu se mohou vymývat polymery obsahující atom dusíku, nebo aminoskupinu, skupinu amoniovou nebo spirobicyklickou amoniovou se spotřebou organického rozpouštědla, která je pro většinu případů pětinou množství spotřebo-

vávaného podle dosavadního stavu techniky, což je podstatně méně než podle dosavadního stavu techniky, při porovnatelně výrazně zvýšeném prosazení (až do dvojnásobku prosazení). Kromě toho umožňuje způsob promývání podle vynálezu výrazně lepší oddělení všech nečistot a tím vede zejména k výraznému snížení obsahu rozpustných oligomerů až na úroveň zjištěitelnosti (méně než 0,1%).

Způsob podle vynálezu se hodí obzvláště k promývání polymerů, které jsou zesítěné a obsahují kationtové skupiny obsahující atom dusíku nebo aminoskupinu, skupinu amoniiovou nebo spirobicyklickou amoniiovovou a výhodně protiionty. S výhodou se však způsobu podle vynálezu používá k promývání zesítěných polyallylaminů a polydiallylaminů.

Vynález objasňují, nijak však neomezují následující příklady praktického provedení.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Příprava hydrochloridu polydiallylminu zesítěného epichlorhydrinem obdobně jako podle dosavadního stavu techniky a čištění pramávacím způsobem podle vynálezu.

Polymerace:

Vlije se v prostředí dusíku 448,5 g úplně demineralizované vody a 192,5 g (1,97 mol) kyseliny chlorovodíkové (37,4%) do 1 litru Schmizo. Během 15 minut se přidá 191,0 g (1,97 mol) diallylaminu při vnitřní teplotě alespoň 35 °C za chlazení termokryostaty (10 °C). Po ukončení přísady se nastaví hodnota pH na přibližně 1,9 až 2,0 při teplotě 20 °C kyselinou chlorovodíkovou a diallylaminem.

Po ohřátí na teplotu přibližně 50 °C se přidá 2,6 g (0,0096 mol) azodiisobutyramidindihydrochloridu jakožto iniciátoru V-50 ve 26,0 g plně demineralizované vody, reakční směs se během jedné hodiny zahřeje na teplotu 60 °C. Po 12 hodinách se znovu přidá 3,9 g (0,0144 mol) iniciátoru V-50, rozpuštěného ve 36,0 g plně demineralizované vody. Znovu se přidá 3,9 g iniciátoru V-50 rozpuštěného ve 42,0 g plně demineralizované vody po 12 hodinách. Výtěžek vodného přibližně 27,5% roztoku hydrochloridu polydiallylaminu je 930 g.

Zesítkování

Vlije se 2000 g (4,116 mol) roztoku hydrochloridu polydiallylaminu do 4,5 litru Schmitzo a za míchání se zředí 800 g plně demineralizované vody za proplachování dusíkem. Hodnota pH směsi nastaví na 10,4 až 10,8 při teplotě přibližně 5 až 10 °C pomocí 94 g (1,175 mol) 50% roztoku hydroxidu sodného. Získaný roztok se míchá alespoň 60 minut a při tom se ochladí na vnitřní teplotu 5 °C. Reakční směs se zpracuje 17,8 g (0,192 mol) epichlorhydrinu, míchá se 30 minut při teplotě 5 °C, načež se nechá gelovat v plastovém kontejneru. Výtěžek je 100 % teorie. Po 24 hodinách gelování se gel rozseká na částice o velikosti přibližně 2x2x2 mm.

Promývání

Vnese se 150 g rozsekaného gelu (krychle o rozměru 2x2x2 mm) do sacího filtru s vrstvou se slinutého skla (o průměru 130 mm), zpracuje se 600 g plně demineralizované vody a 14 g (50%) roztoku hydroxidu sodného, suspenduje se 30 až 40 minut za míchání, načež se kapalina odlije až k povrchu usazeniny (přibližně 2 minuty). Suspendovaný gel se promývá 30 minut za míchání 600 g úplně demineralizované vody a kapalina se odlije až na povrch. Suspendovaný gel se pak míchá 5x po 20 minutách vždy se 600 g plně demineralizované vody, se 3 g chloridu sodného (ve formě přibližně 0,5% roztoku chloridu sodného), který se přidává do každého promytí po 20 minutovém míchání. Směs se

míchá pokaždé dalších 10 minut a kapalina se znovu se odlije až k povrchu. Gelové částice se pak míchají 15 minut se 600 g systému isopropanol/plně demineralizovaná voda (hmotnostně 90/10), po přidání 11,6 ml koncentrované (37,4%) kyseliny chlorovodíkové se směs míchá dalších 20 minut (až do neutrálního nebo mírně zásadité reakce vymývacího roztoku) a kapalina se odlije až na povrch. Gel se pak míchá dvakrát po 30 minutách se 250 g systému isopropanol/plně demineralizovaná voda (hmotnostně 75/25) a kapalina se odlije tak, aby byl vlhký produkt schopný lití. Získá se 63 g vlhkého surového gelu s obsahem sušiny 34 %.

Příklad 2

Příprava hydrochloridu polyallylaminu zesíťného epichlorhydrinem obdobně jako podle dosavadního stavu techniky a čištění promývacím způsobem podle vynálezu.

Zesíťnění

Zavede se 1500 g (8,02 mol) vodného 50% roztoku hydrochloridu polyallylaminu (Salsbury Chemicals) do 4,5 litru Schmizo a zředí se 1995 g plně demineralizované vody za míchání a prohánění dusíkem. Hodnota pH směsi se pak nastaví při teplotě 10 °C na 10,3 až 10,6 použitím 499 g (5,613 mol) 50% roztoku hydroxidu sodného. Získaný roztok se míchá 60 minut a přitom se ochladí na vnitřní teplotu 5 °C. Reakční směs se zpracuje 69,77 g (0,75 mol) epichlorhydrinu, míchá se 30 minut při teplotě 5 °C, načež se nechá gelovat v plastovém kontejneru. Výtěžek je 100 % teorie. Po 24 hodinách gelování se gel rozseká na částice o velikosti přibližně 2x2x2 mm.

Promývání

Vnese se 563 g rozsekaného gelu (krychle o rozměru 2x2x2 mm) do sacího filtru s vrstvou se slinutého skla (o průměru 180 mm), zpracuje se 1500 g plně demineralizované vody a 27 g

50% roztoku hydroxidu sodného, suspenduje se 30 až 40 minut za míchání, načež se odlije až na povrch po usazení (přibližně dvě minuty). Suspendovaný gel se pak promývá 30 minut za míchání 1500 g plně demineralizované vody a kapalina se odlije až na povrch. Suspendovaný gel se pak míchá 5x po 20 minutách vždy s 1500 g plně demineralizované vody, se 7,5 g chloridu sodného (ve formě přibližně 0,5% roztoku chloridu sodného), který se přidává do každého promytí po 20 minutovém míchání. Směs se míchá pokaždé dalších 10 minut a znovu se kapalina odlije až na povrch. Gelové částice se pak míchají 15 minut se 1400 g systému isopropanol/plně demineralizovaná voda (hmotnostně 80/20), po přidání 24 ml koncentrované (37,4%) kyseliny chlorovodíkové se směs míchá dalších 20 minut (až do neutrální nebo mírně zásadité reakce vymývacího roztoku) a kapalina se odlije až na povrch. Gel se pak míchá dvakrát po 30 minutách s 900 g systému isopropanol/plně demineralizovaná voda (hmotnostně 80/20) a kapalina se odlije tak, aby byl dokud vlhký produkt schopný lití. Získá se 255 g vlhkého surového gelu s obsahem sušiny 35%.

Průmyslová využitelnost

Způsob promývání k čištění polymerů obsahujících atom dusíku nebo aminoskupinu, amoniovou nebo spirobicyklickou amoniovou skupinu s podstatně menším množstvím vody a alkoholů a s vyšším prosazení než podle stavu techniky.



JUDr. Petr Kalenský
advokát

SPolečná advokátní kancelář
JUDr. Zdeněk Svoboda a JUDr. Petr Kalenský
a partneři
120 00 Praha 2, Hájkova 2
Česká republika

13.03.03

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob promývání k čištění polymerů obsahujících atom dusíku nebo aminoskupinu, amoniovou nebo spirobicyklickou amoniovou skupinu, obsahující kationtové dusík obsahující skupiny a vhodné protiiontové skupiny, v y z n a č u j í c í s e t í m, že gelované polymery získané polymerací a zesíťněním se
- a) [lacuna] částečně nebo úplně deprotonují přidáním zásady,
 - b) částečně nebo úplně deprotonované polymery se promyjí,
 - c) popřípadě se reprotonují v organickém rozpouštědle nebo ve směsi organického rozpouštědla a vody přidáním kyseliny,
 - d) načež se směs popřípadě promyje organickým rozpouštědlem nebo směsí organického rozpouštědla a vody ke smrštění gelů,
 - e) a popřípadě po stupni c) nebo d) se stupně a) až c) nebo až d) opakuje.
2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že polymery obsahující atom dusík nebo aminoskupinu, skupinu amoniovou nebo spirobicyklickou amoniovou jsou zesíťněné, kationtové polymery, které obsahují primární, sekundární nebo terciární aminoskupiny nebo jejich soli, quaternární amoniové skupiny a/nebo spirobicyklické amoniové skupiny, amidinové, guanidinové nebo iminoskupiny a záporně nabitě anorganické a/nebo organické protiionty ze souboru zahrnujícího skupiny halogenidové, fosfátové, fosfitové, uhličitanové, hydrogenuhličitanové, sulfátové, hydrogensulfátové, hydroxidové, nitrátové, persulfátové, sulfitové sulfidové a sulfátové, acetátové, askorbátové, benzoátové, laktátové, fumarátové, maleátové, pyruvátové, citrátové, dihydrogencitrátové, hydrogencitrátové, propionátové, butyrátové, oxalátové, sukcinátové, tartrátové a cholátové.
3. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že použitými polymery jsou polyvinylaminy, polyallyla-

miny, polydiallylaminy, polyvinylimidazoly, polydiallylalkylaminy, nebo polyethyleniminy mající vhodné protiionty.

4. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že v promývacím stupni a) se popřípadě předem rozmělněný nebo rozsekaný gel zpracuje při teplotě 1 až 100 °C vodou nebo polárním rozpouštědlem ze souboru zahrnujícího formamid, dimethylformamid, acetonitril, dimethylsulfoxid a triamid hexamethylfosforečné kyseliny nebo jejich směsi nebo směsí s vodou a se zásadou vhodnou pro deprotonaci ze souboru zahrnujícího hydroxid sodný, draselný, lithný, vápenatý, hydroxid amonný, uhličitan sodný a draselný, přičemž se na mol protiiontu přidává 0,1 až 5 ml zásady, směs se pak suspenduje 1 minutu až 5 hodin a po usazení se supernat částečně nebo úplně odlije.

5. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že ve stupni b) se při teplotě 1 až 100 °C suspendovaný gel promyje 1 až 15 krát, vodou, nebo vodou s polárním rozpouštědlem ze souboru zahrnujícího formamid, dimethylformamid, acetonitril, dimethylsulfoxid a triamid kyseliny hexamethylfosforečné nebo jejich směsí nebo jejich směsí s vodou a roztok supernatantu se v každém případě odlije částečně nebo plně, přičemž k udržení koncentrace soli se ke konci každého promývacího stupně přidá vhodná sůl tak, že se získá koncentrace solného roztoku 0,1 až 5%.

6. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že ve stupni c) jsou organickými rozpouštědly lineární, rozvětvené nebo cyklické alkoholy s 1 až 10 atomy uhlíku, mající jednu až tři hydroxylové, jako jsou například methanol, ethanol, isopropanol, n-propanol, n-butanol, sek-butanol, hexanol, ethylhexanol, cyklopentanol, cyklohexanol, cyklooktanol, cyklohexandiol, glykol a glycerol a ketony, jako jsou například aceton, methylethylketon, methylisopropylketon, methylisobutylketon, diisopropylketon, cyklohexanon, nebo nitrily

13.03.03

a ethery ze souboru zahrnujícího tetrahydrofuran, methyl-terc-butylether, dimethoxyethan nebo jejich směsi, přičemž v případě směsí rozpouštědla a vody je poměr v rozmezí 1/99 až 99/1.

7. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že ve stupni c) se používá k reprotonaci minerálních nebo organických kyselin, které vedou k protiiontům původně obsaženým v polymeru.

8. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že ve stupni c) se gel napřed míchá v organickém rozpouštědle nebo ve směsi rozpouštědla a vody po dobu několika minut až několika hodin při teplotě 1 až 100 °C, pak se zpracuje takovým množstvím kyseliny, které vede k částečné nebo plné reprotonaci, načež se částečně nebo plně supernatant odlije.

9. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se ve stupni d) promývání organickým rozpouštědlem nebo směsí organického rozpouštědla a vody provádí popřípadě jednou až desetkrát.

10. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že po ukončení promývání se organické rozpouštědlo nebo směs organického rozpouštědla a vody odlije tak, aby produkt zůstal tekutý.

JUDr. Petr Kalenský
advokát

STOLEČNÁ ADVOKÁTNÍ KANCELÁŘ
VŠETLČKA ZELENÝ ŠVORČIK KALENSKÝ
A PARTNEŘI
120 00 Praha 2, Hájkova 2
Česká republika