

**RU**

(11)

2 185 386

(13)

C1

(51) МПК

C08B 11/10 (2000.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21)(22) Заявка: [2000130942/04](#), 13.12.2000(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.12.2000

(45) Опубликовано: 20.07.2002 Бюл. № 20

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: CZ 168967, 02.06.1978. SU 757540,
23.08.1980. US 2883375, 21.04.1957. US
2681846, 22.06.1954. US 2580352, 25.12.1951.

Адрес для переписки:

656099, г.Барнаул, ул. Димитрова, 66,
Алтайский госуниверситет, научно-
организационный отдел, комн.307-а

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Галочкин А.И.,
Ананьина И.В.,
Путилова Е.С.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) СПОСОБ СУЛЬФОЭТИЛИРОВАНИЯ ЛИГНОУГЛЕВОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области химической технологии и предназначено для получения натриевых солей сульфоэтиловых эфиров лигноуглеводных материалов, которые могут быть использованы в качестве химических добавок для регулирования свойств промывочных жидкостей при бурении нефтяных и газовых скважин, для стабилизации цементных растворов в строительной индустрии, в качестве химических реагентов при флотации руд в горнодобывающей промышленности. Способ заключается в том, что на предварительно активированный материал на основе целлюлозы действуют β -хлорэтилсульфонатом натрия в среде изопропилового спирта. В качестве материала на основе целлюлозы используют лигноуглеводный материал, состоящий из целлюлозы, лигнина, гемицеллюлозы, без его разделения на

компоненты. Воздействие проводят при температуре кипения изопропилового спирта в течение 3 ч при жидкостном модуле 1:20. Изобретение обеспечивает использование всего лигноуглеводного материала, удешевляется конечный продукт, реализуется возможность безотходной технологии, улучшается экологическая обстановка, сульфоэтилированные лигноуглеводные материалы обладают более широким спектром свойств. 1 табл.

Изобретение относится к области химической технологии и предназначено для получения натриевых солей сульфоэтиловых эфиров лигноуглеводных материалов, которые могут быть использованы в качестве химических добавок для регулирования свойств промывочных жидкостей при бурении нефтяных и газовых скважин, для стабилизации цементных растворов в строительной промышленности, в качестве химических реагентов при флотации руд в горнодобывающей промышленности.

Известны способы сульфоэтилирования крахмала [Pat. 2883375 USA. Sulfoalkyl starch ethers / M.K. Fuller // Chem. Absr., 1959. Vol.53, 21. 20868^d] и целлюлозы, в которых субстрат предварительно активируют щелочью, растворенной в изопропиловом спирте или воде, с последующим отжимом или без него, смешивают с сульфоэтилирующим агентом. Реакцию проводят при 40-90°C в течение 1-20 ч, в результате чего получают водорастворимые продукты. В качестве сульфоэтилирующего агента используют как β -хлорэтилсульфонат натрия [Pat. 124025 Swed. Cellulose ethansulfonic acid and its salts / T. Timell. // Chem. Absr., 1949. Vol.43, 22. 9446^d; Pat. 2681846 USA. Fibrous 2-sulfoalkyl ethers of cellulose / J.D. Guthrie, L.H. Chance, C.L. Hoffpauir // Chem. Absr. . 1954. Vol. 48, 20. 12417^f], так и винилсульфоокислоту [Pat. 2580352 USA. Sulfoethyl ethers of polysaccharides / V.R. Grassie // Chem. Absr., 1952. Vol. 46, 6. 2802^b; авт. св. 757540 СССР. Способ получения сульфоэтилцеллюлозы / Плиско Е. А. , Нудьга Л.А., Петропавловский Г.А. // РЖХим, 1981. 4Т36П]. Степень замещения зависит от температуры и продолжительности реакции, а также от соотношения реагентов.

Наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому изобретению является способ получения сульфоэтилцеллюлозы, растворимой в воде и водных щелочных растворах, предложенный [авт. св. 168967 ЧССР. Способ получения сульфоэтилцеллюлозы, растворимой в воде и водных щелочных растворах / Pastyr J. // РЖХим, 1978. 12Т7П]. Согласно ему, сульфоэтилцеллюлозу получают этерификацией целлюлозы β -хлорэтилсульфонатом натрия в щелочной среде в течение 1-2 ч при 65°C при мольном соотношении - глюкозидное звено целлюлозы: β -хлорэтилсульфонат натрия: NaOH= 1: 0,5:2,5. Реакцию проводят в среде изопропилового спирта. Получают продукт, растворимый в воде и водных щелочах со степенью замещения 0,5-0,45.

Недостатком этого способа является тот факт, что выделение целлюлозы из лигноуглеводных материалов является энергоемким и экологически небезопасным процессом, сопровождаемым образованием большого количества отходов (до 50%).

В предлагаемом нами изобретении указанные недостатки устраняются следующим образом: в реакции сульфоэтилирования используется весь лигноуглеводный материал (древесина различных пород и ее отходы, однолетние растения и т.п.), а не только целлюлоза - один из компонентов лигноуглеводных материалов. Преимущества в использовании лигноуглеводных материалов заключаются в том, что, во-первых, с точки зрения доступности исходного сырья, древесина по сравнению с целлюлозой вне конкуренции, что значительно удешевляет стоимость конечного продукта, во-вторых, отпадает необходимость разделения лигноуглеводного комплекса на лигнин и углеводную часть, что позволяет реализовать возможность безотходной технологии - все основные компоненты

лигноуглеводных материалов: целлюлоза, лигнин, гемицеллюлозы сульфозетилируются и в дальнейшем используются, что в значительной степени благоприятно отразится на экологической обстановке в лесозаготовительных и лесоперерабатывающих отраслях промышленности, а также на предприятиях химической переработки древесины, и, в-третьих, Na-сульфозетилированные лигноуглеводные материалы обладают более широким спектром свойств, чем Na-сульфозетилцеллюлоза.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что лигноуглеводные материалы без разделения их на отдельные компоненты обрабатывают гидроксидом натрия, а затем β -хлорэтилсульфонатом натрия в среде изопропилового спирта.

Задачей изобретения является получение натриевых солей сульфозетилированных лигноуглеводных материалов, растворимых в воде на 74-85% и в 2% растворе щелочи на 77-89% с регулируемыми вязкостными характеристиками.

Заявляемое изобретение имеет ряд существенных отличительных от прототипа признаков. Во-первых, использование в качестве объекта сульфозетилирования лигноуглеводных материалов без разделения их на отдельные компоненты (целлюлозу, лигнин, гемицеллюлозы). Во-вторых, в данном изобретении значительное внимание уделено стадии взаимодействия лигноуглеводных материалов с NaOH, которая проводится как с целью образования алкалипроизводных лигноуглеводных материалов, так и с целью разрушения их морфологической структуры и повышения доступности для действующего реагента гидроксильных групп основных компонентов лигноуглеводных материалов.

Осуществление изобретения достигается следующим образом: обработанные щелочью (28% водный раствор NaOH) опилки древесины сушат в сушильном шкафу при температуре 80°C в течение 2 ч, затем смешивают с β -хлорэтилсульфонатом Na и проводят реакцию в колбе в среде изопропилового спирта (жидкостный модуль 1:20) при температуре его кипения в течение 3 ч. Получение β -хлорэтилсульфоната натрия проводили по методике, описанной в [пат 13968. ГДР. Способ получения 2-хлорэтан-1-сульфоната натрия / Schwalenberg A. // РЖХим., 1959. 17. 61715П].

Для выделения полученного продукта отгоняют изопропиловый спирт и остаток высушивают. Состав полученных продуктов идентифицируют по данным анализа на содержание серы и по ИК-спектрам.

Пример.

Навеску древесных опилок массой 5 г обрабатывают 15 мл 28% водного раствора NaOH и сушат в сушильном шкафу при температуре 80°C в течение 2 ч, затем смешивают с 12,4 г β -хлорэтилсульфоната Na и проводят реакцию в колбе в среде изопропилового спирта (100 мл, жидкостный модуль 1:20) при температуре его кипения (82°C) в течение 3 ч. Свойства полученного продукта описаны в таблице.

В таблице приведены примеры получения и свойства сульфозетилированной древесины в зависимости от соотношения исходных реагентов (из расчета на OH-группы древесины).

Формула изобретения

Способ сульфозетилирования материалов на основе целлюлозы, заключающийся в том, что на предварительно активированный материал на основе целлюлозы действуют β -хлорэтилсульфонатом натрия в среде изопропилового спирта, отличающийся тем, что в качестве материала на основе целлюлозы используют лигноуглеводный материал, состоящий из целлюлозы, лигнина и гемицеллюлозы, без его разделения на компоненты и воздействие проводят при температуре кипения изопропилового спирта в течение 3 ч при жидкостном модуле 1: 20.

Условия получения и свойства продуктов сульфэтилирования древесины сосны

№ п/п	Соотношение ОН-гp : β -ХЭС	S, %	(CH ₂) ₂ SO ₃ H, %	α	Растворимость, %		η/с
					H ₂ O	NaOH (2%)	
1	1 : 0,25	4,21	14,34	0,10	74,0	76,8	1,15
2	1 : 0,5	4,63	15,77	0,12	75,5	80,8	1,06
3	1 : 1	5,09	17,37	0,13	81,8	86,5	0,98
4	1 : 2	5,30	18,05	0,14	84,3	88,4	0,96

*Предобработка: τ = 2 ч, T = 80°C.

Реакция: τ = 3 ч, T = 82°C, в среде изопропилового спирта

α — степень превращения; η/с — приведенная вязкость, где η — относительная вязкость щелочного раствора продукта (в 2% NaOH), с — растворимость продукта в 2% растворе NaOH, %
β-ХЭС — β-хлорэтилсульфонат натрия

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

(21) Регистрационный номер заявки: [2000130942](#)

Дата прекращения действия патента: **14.12.2002**

Извещение опубликовано: **10.06.2004**БИ: 16/2004