

**RU**

(11)

2 215 755

(13)

C1

(51) МПК

[C08H 5/04 \(2000.01\)](#)[C07G 1/00 \(2000.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: [2002108600/04](#), 04.04.2002(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.04.2002

(45) Опубликовано: 10.11.2003 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: SU 333156 А, 03.05.1972. Химия
древесины, 1976, №4, с.86.

Адрес для переписки:
656099, г.Барнаул, пр-т Ленина, 61,
Алтайский госуниверситет, отдел
информации, к.801, Н.А. Богатыревой

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Ефанов М.В.,
Галочкин А.И.,
Дудкин Д.В.,
Першина Л.А.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ПРОИЗВОДНЫХ ЛИГНОУГЛЕВОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к химической переработке лигноцеллюлозных материалов и может быть использовано для получения азотсодержащих органоминеральных удобрений пролонгированного действия на основе лигноуглеводных растительных материалов. Лигниносодержащее сырье в присутствии 25%-ного водного аммиака подвергают интенсивному вибрационному измельчению под давлением воздуха 1-9 атм в течение 10-120 мин при 20°C. За счет увеличения концентрации аммиака до 25% гидромодуль снижается от 10-30 до 2-12 (содержание аммиака - 0,5-3 г/г), что позволяет проводить процесс аммонолиза механохимическим методом. Полученные продукты содержат 1,1-3,3% общего азота, 2,7-11,9% карбоксильных групп и могут быть использованы в качестве органических удобрений и катионитов. 4 табл.

Изобретение относится к области химической переработки лигноцеллюлозных материалов и может быть использовано для получения азотсодержащих органоминеральных удобрений пролонгированного действия и катионитов на основе лигноуглеводных растительного сырья.

Известен способ получения азотсодержащих удобрений на основе лигнинов методом окислительного аммонолиза, путем обработки исходного лигнинсодержащего сырья, например лигносульфоновых кислот или гидролизованного лигнина, аммиаком и кислородом в автоклавах под давлением 5-50 атм при 150-180°C [А. с. СССР 635104, 1978, БИ 44].

Основной недостаток данного способа - это проведение процесса в жестких условиях (при повышенных температуре и давлении), что приводит к снижению выхода продуктов и усложняет технологический процесс.

Из известных технических решений наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому объекту является способ получения азотсодержащих производных лигноуглеводных материалов под действием кислородом воздуха в среде аммиака при температуре 180-250°C и давлении 40-50 атм при гидромодуле 10-30 (прототип) [А.с. СССР 333156, 1972, БИ 11].

Предлагаемое изобретение и прототип имеют следующие общие признаки: использование в качестве окислителя - кислорода воздуха под давлением и аммиачной среды для проведения процесса.

К недостаткам прототипа следует отнести: использование высокой температуры (180-250°C) и повышенного давления (40-50 атм), длительность процесса 4-6 ч, высокий гидромодуль (10-30), а также использование в качестве лигносодержащего сырья лишь гидролизованного лигнина.

В предлагаемом изобретении указанные недостатки устраняются следующим образом. Использование в качестве лигносодержащего сырья различных лигноуглеводных материалов (древесина различных пород, недревесное растительное сырье) позволяет существенно расширить сырьевую базу и удешевить процесс. Применение интенсивного вибрационного измельчения реакционной смеси на вибромельнице (частота вибратора - 2800 мин⁻¹) приводит к сокращению продолжительности процесса от 4-6 ч до 10-120 мин и позволяет снизить давление воздуха (окислителя) от 40-50 до 1-9 атм и температуру процесса от 180-250 до 20°C. Кроме того, за счет увеличения концентрации аммиака до 25% гидромодуль снижается от 10-30 до 2-12 (содержание аммиака - 0.5-3 г/г), что позволяет проводить процесс аммонолиза механохимическим методом.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что лигнинсодержащее сырье в присутствии 25%-ного водного аммиака подвергают интенсивному вибрационному механическому измельчению на вибромельнице под давлением воздуха 1-9 атм при 20°C в течение 10-120 мин.

Заявляемое изобретение осуществляется следующим образом.

В вибромельницу (Промышленный вибратор ИВ 98Б, частота - 2800 об/мин) загружают навеску лигнинсодержащего сырья массой 5.0 г заливают 25%-ный водный раствор аммиака (из расчета 0.5-3.0 г NH₃/г сырья), компрессором подают воздух до конечного давления 1-9 атм и подвергают интенсивному измельчению в течение 10-120 мин. Температура в реакционной камере - 20°C. Затем полученные продукты выгружают из мельницы, отделяют от размалывающих тел, промывают водой до нейтральной реакции и высушивают на воздухе. Выход полученных продуктов составляет 83-99%. Полученные продукты содержат 1.1-3.3% общего азота и 2.7-11.9% карбоксильных групп.

Пример 1. В вибромельницу (частота - 2800 об/мин) загружают навеску опилок древесины березы (фракция 0.5 мм) массой 5.0 г заливают 25%-ный водный раствор аммиака (из расчета 1.0 г $\text{NH}_3/\text{г}$ сырья), компрессором подают воздух до конечного давления 3 атм и подвергают интенсивному измельчению в течение 10 мин. Температура в реакционной камере - 20°C. Затем полученный продукт выгружают из мельницы, отделяют от размалывающих тел, промывают водой до нейтральной реакции и высушивают на воздухе. Выход составляет 99%. Полученный продукт содержит 1.1% общего азота и 2.7% карбоксильных групп. Примеры 2-11 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но при различной продолжительности механического измельчения (табл.1).

Примеры 12-16 проведены в условиях, аналогичных примеру 11, но при различном количестве аммиака (табл.2). Примеры 17-24 проведены в условиях, аналогичных примеру 9, но при различном давлении воздуха (табл.3). Примеры 25-28 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но с использованием различного лигнинсодержащего сырья (табл.4).

Формула изобретения

Способ получения азотсодержащих производных лигноуглеводных материалов, заключающийся в том, что лигносодержащее сырье подвергают окислительному аммонолизу под действием кислорода воздуха, аммиака и давления, отличающийся тем, что в качестве лигносодержащего сырья применяют древесные опилки, или костру льна, или подсолнечную лузгу и аммонолиз осуществляют при интенсивном механическом измельчении при 20°C под давлением 1-9 атм в течение 10-120 мин при содержании аммиака 0,5-3,0 г/г лигносодержащего сырья.

Влияние продолжительности механического
измельчения на свойства азотсодержащих производных
лигнинсодержащего сырья

Пример	Продолжительность, мин	Выход, % от массы исходной древесины	Содержание, %	
			Азота	Карбоксильных групп
1	10	99	1.1	2.7
2	20	95	1.1	3.2
3	30	95	1.1	3.8
4	40	93	1.2	4.8
5	50	92	1.2	6.0
6	60	91	1.2	6.5
7	70	90	1.3	7.0
8	80	90	1.3	7.4
9	90	88	1.4	7.8
10	100	87	1.5	8.1
11	120	87	1.6	8.2

Влияние количества аммиака на свойства
азотсодержащих производных лигнинсодержащего сырья

Пример	Количество аммиака, г/г сырья	Выход, % от массы исходной древесины	Содержание, %	
			Азота	Карбоксильных групп
11	1.0	99	1.6	8.2
12	0.5	97	1.6	7.1
13	1.5	95	2.3	11.0
14	2.0	93	2.8	11.7
15	2.5	92	3.0	11.9
16	3.0	92	3.0	11.9

Таблица 3

**Влияние давления воздуха на свойства
азотсодержащих производных лигнинсодержащего сырья**

Пример	Давление воздуха, атм	Выход, % от массы исходной древесины	Содержание, %	
			Азота	Карбоксильных групп
9	3	88	1.4	7.8
17	1	98	1.2	3.5
18	2	97	1.5	4.5
19	4	88	1.7	8.2
20	5	87	1.8	9.1
21	6	86	1.9	10.6
22	7	85	2.0	11.0
23	8	83	2.0	11.0
24	9	83	2.0	11.0

Таблица 4

**Свойства азотсодержащих производных различного
лигнинсодержащего сырья**

Пример	Лигноуглеводный материал	Содержание, %	
		Азота	Карбоксильных групп
1	Древесина березы	1.1	2.7
25	Древесина осины	1.6	3.2
26	Древесина сосны	2.5	4.3
27	Костра льна	3.2	5.1
28	Подсолнечная лузга	3.3	5.2

ИЗВЕЩЕНИЯ

QA4A - Сведения о заявлении обладателя патента Российской Федерации на изобретение о предоставлении любому лицу права на использование изобретения (открытая лицензия)

(21) Регистрационный номер заявки: [2002108600](#)

Номер и год публикации бюллетеня: **31-2003**

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ПРОИЗВОДНЫХ ЛИГНОУГЛЕВОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

(73) Патентообладатель:

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Алтайский государственный университет»

Адрес для переписки:

656049, г. Барнаул, пр-кт Ленина, 61

Извещение опубликовано: [10.02.2007](#)БИ: 04/2007

MM4A - Досрочное прекращение действия патента СССР или патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

(21) Регистрационный номер заявки: [2002108600](#)

Дата прекращения действия патента: **05.04.2008**

Извещение опубликовано: [27.05.2010](#)БИ: 15/2010

