

**RU**

(11)

2 236 416

(13)

C1

(51) МПК

[C08B 11/02 \(2000.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21)(22) Заявка: [2003102872/04](#), 31.01.2003(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
31.01.2003

(45) Опубликовано: 20.09.2004 Бюл. № 26

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **Практические работы по химии древесины и целлюлозы. /Под. ред. В.М. Никитина. Лесная промышленность. - М., 1965, 412 с. SU 939448 А, 30.06.1982. US 4137399 А, 30.01.1979. GB 1162197 А, 20.08.1969.**

Адрес для переписки:

656099, г.Барнаул, пр. Ленина, 61, комн.801,
Алтайский государственный университет,
отдел информации, Н.А. Богатыревой

(72) Автор(ы):

**Коринова В.Ю. (RU),
Базарнова Н.Г. (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Алтайский государственный университет
(RU)**

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТИЛИРОВАННЫХ ПОЛИОЗ ИЗ ДРЕВЕСИНЫ ОСИНЫ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области химической технологии и предназначено для получения метиловых эфиров полиоз из древесины осины, которые могут быть использованы в качестве связующего в индустрии, для повышения нефтеотдачи пластов и др. Способ получения метилированных полиоз из древесины осины включает обработку воздушно-сухой древесины осины 40%-ным водным раствором гидроксида натрия в соотношении 1 г : 11 мл в течение от 1 до 21 часов при комнатной температуре с образованием щелочной древесины, после чего щелочную

целлюлозу фильтруют, отжимают и высушивают до воздушно-сухого состояния, после чего щелочную древесину подвергают интенсивному измельчению в шаровой мельнице в течение 1,5 часов в среде диметилсульфата без или с добавлением изопропилового спирта. Изобретение позволяет вместо целлюлозы использовать весь древесный комплекс без предварительного его разделения на компоненты (целлюлозу, гемицеллюлозы, лигнин), но лигнин после метилирования в состав продуктов не входит. 1 табл.

Изобретение относится к области химической технологии и предназначено для получения метиловых эфиров полиоз из древесины осины, которые могут быть использованы в качестве связующего в индустрии, для повышения нефтеотдачи пластов и др.

Известны способы получения метилцеллюлозы, в которых ее получают действием алкилирующих агентов на щелочную целлюлозу или целлюлозу в присутствии концентрированных растворов едкого натра. В качестве алкилирующих агентов обычно используют метилгалогениды или диметилсульфат (Роговин З.А. Химия целлюлозы и ее производных. - М.: Химия, 1972, 520 с.). Метилцеллюлозу применяют для изготовления различных клеев (для кожи, обоев, слоистых материалов и др.), в качестве упаковочной растворимой пленки для гранулированных удобрений, основы при обрызгивании и опылении растений, связующего в бетонах, компонента буровых растворов, повышающего нефтеотдачу пластов, стабилизатора кремов для бритья и шампуней, загустителя в печатных пастах, покрытия таблеток, пилюль, стабилизатора мороженого и т.д.

Недостатками этих способов является то, что выделение целлюлозы из древесины и последующее ее метилирование с целью применения получаемых продуктов в отраслях промышленности, не требующих особой чистоты препарата, являются экономически не совсем оправданными. В способе предложено синтезировать метиловые эфиры полиоз непосредственно из древесины, что значительно уменьшает стоимость продукта. Продукты, получаемые при метилировании древесины, могут быть использованы вместо метилцеллюлозы.

Наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому изобретению является способ метилирования целлюлозы, в результате которого получается водорастворимая метилированная целлюлоза (прототип) (Практические работы по химии древесины и целлюлозы. /Под ред. В.М. Никитина. - М.: Лесная промышленность, 1965, 412 с.). Целлюлозу в течение 1 ч обрабатывают при комнатной температуре 35%-ным раствором едкого натра. Далее алкалицеллюлозу отжимают на прессе или центрифуге до трехкратного веса, тщательно измельчают и для предсозревания оставляют на воздухе в течение 1 ч при температуре 30-40°C. После предсозревания алкалицеллюлозу обрабатывают в герметически закрытом сосуде при механическом встряхивании со смесью диметилсульфата и бензола в течение 3 ч при 30°C. Полученную метилцеллюлозу отделяют от жидкости, нейтрализуют, промывают кипящей водой и сушат.

Недостатком прототипа является то, что в качестве гидроксилсодержащего сырья для синтеза используется целлюлоза, предварительно выделенная из древесины. В предлагаемом изобретении указанный недостаток устраняется следующим образом: вместо целлюлозы используют весь древесный комплекс без предварительного его разделения на компоненты (целлюлозу, гемицеллюлозы, лигнин), но лигнин после метилирования в состав продуктов не входит.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что при действии на древесину осины раствора гидроксида натрия и диметилсульфата получается продукт, содержащий в своем составе только метиловые эфиры полиоз. Продукты

метилования древесины имеют высокую растворимость в воде (90-98%) и относительную вязкость водных растворов 1,02-1,04.

Осуществление изобретения достигается следующим образом: навеску воздушно-сухих опилок древесины осины (размер частиц от 0,40 до 0,75 мм) выдерживают в 40%-ном водном растворе NaOH в течение 1-21 ч. Соотношение древесины и раствора гидроксида натрия составляет 1 г : 11 мл соответственно. По окончании реакции избыток щелочи удаляют фильтрованием, отжимают полученную щелочную древесину (ЩД), высушивают при 70°C до воздушно-сухого состояния таким образом, что масса древесины после обработки щелочью увеличивается по сравнению с исходной приблизительно в 3 раза. Далее образец ЩД (1 г) помещают в шаровую мельницу, добавляют диметилсульфат (6,9 мл) и измельчают в течение 1,5 ч. Продукт метилирования по окончании реакции отфильтровывают, промывают этиловым спиртом для удаления непрореагировавших диметилсульфата, гидроксида натрия, а также химических соединений, образующихся в результате протекания побочных реакций. Продукт сушат сначала на воздухе, а затем в эскикаторе.

Метилирование древесины осины в различных условиях с применением изопропилового спирта, использованием в синтезе освобожденной от избытка щелочи щелочной древесины фильтрованием, отжатой и не отжатой, подвергавшейся и не подвергавшейся сушке, проведением стадии метилирования без механохимической активации сопровождается образованием продуктов, незначительно отличающихся по свойствам между собой. Условия реакций и свойства продуктов метилирования приведены в таблице (примеры 1-4).

Пример 1

Навеску воздушно-сухих опилок древесины осины (6,5 г) в течение часа выдерживают в 40%-ном водном растворе гидроксида натрия (72 мл) при комнатной температуре. Избыток щелочи удаляют фильтрованием, а полученную щелочную древесину (ЩД) отжимают, высушивают до воздушно-сухого состояния при 70°C таким образом, что масса древесины после обработки щелочью увеличивается по сравнению с исходной приблизительно в 3 раза. Полученную таким образом ЩД измельчают в течение 1,5 ч в шаровой мельнице в среде диметилсульфата (45 мл). По окончании реакции продукт отфильтровывают, промывают этиловым спиртом для удаления непрореагировавших диметилсульфата, гидроксида натрия, а также химических соединений, образующихся в результате протекания побочных реакций. Продукт сушат сначала на воздухе, а затем - в эскикаторе.

Растворимость продукта в воде 96%, относительная вязкость 1,04, содержание метоксильных групп 13,8%.

Условия синтеза и свойства продуктов метилирования древесины осины

№ примера	1	2	3	4
Навеска исходной древесины осины, г	6.5	6.5	6.5	6.5
Продолжительность (ч) обработки древесины 40%-ным водным раствором NaOH (72 мл)	1	1	21	1
Объем диметилсульфата, мл	45	45	45	45
Продолжительность метилирования, ч	1.5	1.5	1.5	1.5
Дополнительные условия проведения синтеза	Древесина после щелочной обработки доведена до воздушно-сухого состояния	Древесина после щелочной обработки отжата до 3-х кратного веса	Древесина после щелочной обработки доведена до воздушно-сухого состояния, метилирование проведено без механохимической активации	Древесина после щелочной обработки доведена до воздушно-сухого состояния, метилирование проведено в среде изопропилового спирта (1г ЩД : 13 мл спирта)
Растворимость в воде, %	96	90	98	94
Содержание OCH ₃ – групп, %	13,8	12,8	13,5	10,8
Относительная вязкость	1,04	1,04	1,02	1,02

Полученные продукты - порошки от белого до светло-желтого цвета, сильно сорбирующие влагу, с растворимостью в воде (1%-ные растворы) 90-98% и

относительной вязкостью 1%-ных водных растворов 1,02-1,04. Методом ИК-спектроскопии показано, что полученные продукты (их водорастворимая часть) не содержат лигнина. Таким образом, при метилировании древесины диметилсульфатом образуются метиловые эфиры полиоз.

Формула изобретения

Способ получения метилированных полиоз из древесины осины, включающий обработку воздушно-сухой древесины осины 40%-ным водным раствором гидроксида натрия в соотношении 1 г:11 мл в течение от 1 до 21 ч при комнатной температуре с образованием щелочной древесины, фильтрование, отжим и высушивание до воздушно-сухого состояния, после чего щелочную древесину подвергают интенсивному измельчению в шаровой мельнице в течение 1,5 ч в среде диметилсульфата без или с добавлением изопропилового спирта.

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: [2003102872](#)

Дата прекращения действия патента: **01.02.2005**

Извещение опубликовано: [10.12.2006](#) БИ: **34/2006**