



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005109752/04, 04.04.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.04.2005

(45) Опубликовано: 20.10.2006 Бюл. № 29

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2143436 C1, 27.12.1999. SU 188948
A1, 01.01.1966. GB 1005747 A, 29.09.1965.

Адрес для переписки:

656049, г.Барнаул, пр. Ленина, 61, комн.801,
Алтайский государственный университет, отдел
информации, Н.А. Богатыревой

(72) Автор(ы):

Ефанов Максим Викторович (RU),
Галочкин Александр Иванович (RU),
Дымов Константин Юрьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
"Алтайский государственный университет" (RU)

(54) СПОСОБ АЦЕТИЛИРОВАНИЯ ЛИГНОУГЛЕВОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области химической технологии и может быть использовано в производстве пластических масс и для получения композиционных материалов с минеральными и органическими наполнителями. Способ ацетилирования лигноуглеводных материалов включает обработку исходного материала уксусным ангидридом в присутствии катализатора. Обработку осуществляют уксусным ангидридом из

расчета 0.5÷3.0 моль на 1 моль гидроксильных групп материала при интенсивном механическом измельчении реакционной смеси при 25°C от 0.5 до 3 ч, а в качестве катализатора используют сульфат аммония в количестве 5÷30% от массы лигноуглеводного материала. Изобретение позволяет сократить расход реагентов в 3-10 раз, продолжительность процесса до 1÷3 ч и уменьшить температуру процесса до 25°C, а также удешевить процесс. 4 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2005109752/04, 04.04.2005**(24) Effective date for property rights: **04.04.2005**(45) Date of publication: **20.10.2006 Bull. 29**

Mail address:

**656049, g.Barnaul, pr. Lenina, 61, komn.801,
Altajskij gosudarstvennyj universitet, otdel
informatsii, N.A. Bogatyrevoj**

(72) Inventor(s):

**Efanov Maksim Viktorovich (RU),
Galochkin Aleksandr Ivanovich (RU),
Dymov Konstantin Jur'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
"Altajskij gosudarstvennyj universitet" (RU)**

(54) **METHOD OF ACETYLATION OF LIGNOHYDROCARBON MATERIALS**

(57) Abstract:

FIELD: resin industry.

SUBSTANCE: method is designed for use in fabrication of plastics and composites with mineral and organic fillers. Method of invention comprises treating initial material with acetic anhydride in presence of catalyst at a ratio of 0.5-3.0 mole anhydride per 1 mole hydroxyl groups of material at intensive mechanical division of

reaction mixture for 0.5 to 3 h at 25°C, said catalyst being ammonium sulfate used in amount 5-30% of the mass of lignohydrocarbon material.

EFFECT: reduced consumption of reagents by a factor 3 to 10, reduced duration of process to 1-3 h at temperature lowered to 25°C, and reduced process expenses.

4 tbl, 19 ex

Изобретение относится к области химической технологии и конкретно к способу получения ацетилованных лигноуглеводных материалов и может быть использовано в производстве пластических масс и композиционных материалов с минеральными и органическими наполнителями.

Известны способы получения сложных эфиров древесины с помощью обычных этерифицирующих реагентов: уксусный ангидрид с серной кислотой в качестве катализатора. Получаемые ацилированные производные сохраняют внешний вид исходной древесины и мало растворимы в органических растворителях, что является основным недостатком этого способа, поскольку продукты не представляют интереса для промышленного использования [Химия древесины / Под ред. Л.Э.Уайза и Э.С.Джана. М. - Л.: Гослесбумиздат, 1960, т.2, с.243].

Из известных технических решений наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому объекту является способ получения сложных эфиров древесины путем обработки смесью уксусного ангидрида с предельной одноосновной карбоновой кислотой с числом атомов углерода от 2 до 8 в количестве $3 \div 10$ моль на 1 моль ОН групп древесины при $100 \div 130^\circ\text{C}$ в течение 4-6 ч в присутствии в качестве катализатора перхлората магния в количестве 20% от массы древесины (прототип) [Патент РФ №2143436, 1999, БИ №36].

Общие признаки прототипа и предлагаемого изобретения заключаются в том, что для ацилирования используется уксусный ангидрид в присутствии солевого катализатора. К недостаткам прототипа следует отнести: высокий расход ацетилирующего реагента ($3 \div 10$ моль), длительность процесса $4 \div 6$ ч при повышенной температуре $100 \div 130^\circ\text{C}$.

Предлагаемое изобретение позволяет устранить основные недостатки прототипа. Применение механического измельчения реакционной смеси позволяет снизить расход ацетилирующего реагента в $3 \div 10$ раз, сократить продолжительность процесса от $4 \div 6$ до $1 \div 3$ ч и проводить ацетилирование при температуре 25°C , то есть интенсифицировать процесс. Использование в качестве катализатора сульфата аммония вместо перхлората магния в количестве $5 \div 30\%$ от массы сырья позволяет удешевить процесс.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в обработке лигноуглеводных материалов уксусным ангидридом в количестве $0.5 \div 3$ моль на 1 моль ОН групп материала при интенсивном механическом измельчении при 25°C от 0.5 до 3 ч в присутствии сульфата аммония в качестве катализатора в количестве $5 \div 30\%$ от массы лигноуглеводного материала.

Заявляемое изобретение осуществляется следующим образом.

В реактор вибромельницы (промышленный вибратор ИВ - 98Б, частота - 2800 см^{-1}) с 15 стальными стержнями (10.100 мм) загружают навеску воздушно-сухих опилок лигноуглеводного материала массой 2.0 г и добавляют уксусный ангидрид (из расчета $0.5 \div 3$ моль/моль ОН групп сырья). Температура в реакционной камере - 25°C (термостат).

В реактор мельницы загружают $0.1 \div 0.6$ г сульфата аммония ($5 \div 30\%$ от массы сырья) и реакционную смесь подвергают интенсивному механическому измельчению в течение $0.5 \div 3$ ч. Затем полученные продукты выгружают из мельницы и отделяют от размалывающих тел, промывают водой от кислоты и катализатора и сушат в эксикаторе до постоянной массы.

Пример 1. В реактор вибромельницы (частота - 2800 см^{-1}) с 15 стальными стержнями (10.100 мм) загружают навеску воздушно-сухих опилок древесины осины массой 2.0 г и добавляют уксусный ангидрид (из расчета 1 моль/моль ОН групп сырья). Температура в реакционной камере - 25°C (термостат). В реактор мельницы загружают 0.4 г сульфата аммония (20% от массы сырья) и реакционную смесь подвергают интенсивному механическому измельчению в течение 0.5 ч. Затем полученный продукт выгружают из мельницы и отделяют от размалывающих тел, промывают водой от кислоты и катализатора и сушат до постоянной массы. Растворимость в хлороформе - 13%, содержание связанных ацетильных групп - 11.8%.

Примеры 2-6 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но при различной продолжительности механического измельчения (табл.1).

Примеры 7-10 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но с использованием различных лигноуглеводных материалов (древесина различных пород, не древесное растительное сырье, табл.2).

Примеры 11-15 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но при различном количестве уксусного ангидрида (табл.3). При продолжительности менее 0.5 ч и количестве уксусного ангидрида менее 0.5 моль/моль ОН групп получают низкозамещенные продукты, не растворимые в хлороформе.

Пример 16. В реактор вибромельницы (частота - 2800 см^{-1}) с 15 стальными стержнями (10-100 мм) загружают навеску воздушно-сухих опилок древесины осины массой 2.0 г и добавляют уксусный ангидрид (из расчета 1 моль/моль ОН групп сырья). Температура в реакционной камере - 25°C (термостат). В реактор мельницы загружают 0.1 г сульфата аммония (5% от массы сырья) и реакционную смесь подвергают интенсивному механическому измельчению в течение 1 ч. Затем полученный продукт выгружают из мельницы и отделяют от размалывающих тел, промывают водой от кислот и катализатора и сушат до постоянной массы. Растворимость в хлороформе - 13%, содержание связанных ацетильных групп - 14.0%.

Примеры 17 и 18 проведены в условиях, аналогичных примеру 16, но при различном количестве катализатора - сульфата аммония (табл.4), пример 19 проведен для сравнения с использованием в качестве катализатора перхлората магния в количестве 20% от массы лигноуглеводного материала.

Таблица 1.			
Свойства ацетатов древесины осины			
Пример	Продолжительность измельчения, ч	Растворимость в хлороформе, %	Содержание связанных ацетильных групп, %
1	0.5	13	11.8
2	1.0	26	28.5
3	1.5	38	29.7
4	2.0	51	30.6
5	2.5	58	31.4
6	3.0	65	32.6

Таблица 2.			
Свойства ацетатов различных лигноуглеводных материалов			
Пример	Лигноуглеводный материал	Растворимость в хлороформе, %	Содержание связанных ацетильных групп, %
1	Древесина осины	26	28.5
7	Древесина березы	10	10.2
8	Древесина сосны	14	11.8
9	Подсолнечная лузга	19	13.9
10	Костра льна	14	11.4

Таблица 3.			
Свойства ацетатов древесины осины			
Пример	Количество уксусного ангидрида, моль/моль ОН групп древесины	Растворимость в хлороформе, %	Содержание связанных ацетильных групп, %
1	1.0	26	28.5
11	0.5	18	21.2
12	1.5	37	33.8
13	2.0	45	34.5
14	2.5	56	35.7
15	3.0	68	36.2

Таблица 4.			
Свойства ацетатов древесины осины			
Пример	Количество катализатора (сульфат аммония), % от массы сырья	Растворимость в хлороформе, %	Содержание связанных ацетильных групп, %
Без катализатора	-	13	12.5

1	20	26	28.5
16	5	13	14.0
17	10	20	23.7
18	30	29	32.1
19*	20*	25	26.3
* - катализатор - перхлорат магния.			

5

Формула изобретения

Способ ацетилирования лигноуглеводных материалов, включающий обработку
 10 исходного материала уксусным ангидридом в присутствии катализатора, отличающийся тем, что обработку осуществляют уксусным ангидридом из расчета 0,5÷3,0 моль на 1 моль гидроксильных групп материала при интенсивном механическом измельчении реакционной смеси при 25°C от 0,5 до 3 ч, а в качестве катализатора используют сульфат аммония в количестве 5÷30% от массы лигноуглеводного материала.

15

20

25

30

35

40

45

50