

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
B27N 3/04 (2006.01); C08L 97/02 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2016145029, 16.11.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.11.2016Дата регистрации:
30.05.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 16.11.2016

(43) Дата публикации заявки: 16.05.2018 Бюл. № 14

(45) Опубликовано: 30.05.2018 Бюл. № 16

Адрес для переписки:

656049, г. Барнаул, пр. Ленина, 61, ФГБОУ ВО
"Алтайский государственный университет",
отдел охраны интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Катраков Игорь Борисович (RU),
Маркин Вадим Иванович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Алтайский государственный
университет" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2381244 C2, 10.02.2010. RU
2541323 C1, 10.02.2015. SU 601179 A1,
05.04.1978. US 5536533 A1, 16.07.1996. EP
1080879 B1, 13.12.2006.

(54) Способ получения плитных материалов на основе кавитированного растительного сырья и синтетических связующих

(57) Реферат:

Изобретение относится к деревообрабатывающей промышленности, в частности к получению плитных материалов из пресс-массы в виде растительного сырья. В результате кавитационного воздействия образуется пресс-масса с содержанием легко- и трудногидролизуемых полисахаридов 14-16% и 34-36% соответственно, содержанием целлюлозы 56-58% и медным числом 2,1-2,3 г/100 г, содержанием лигнина по Комарову 36-37%.

Содержание карбоксильных групп составляет 1,2-1,4%. В состав пресс-массы дополнительно вводят связующее с общим содержанием от 5 до 15% по массе: малеиновая кислота или фталевый ангидрид, или малеиновый ангидрид, или этиленгликоль, или бутандиол-1,4, или их комбинации. Повышаются физико-механические показатели получаемых плитных материалов. 4 з.п. ф-лы, 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
B27N 3/04 (2006.01)
C08L 97/02 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
B27N 3/04 (2006.01); *C08L 97/02* (2006.01)

(21)(22) Application: **2016145029, 16.11.2016**

(24) Effective date for property rights:
16.11.2016

Registration date:
30.05.2018

Priority:

(22) Date of filing: **16.11.2016**

(43) Application published: **16.05.2018** Bull. № 14

(45) Date of publication: **30.05.2018** Bull. № 16

Mail address:

**656049, g. Barnaul, pr. Lenina, 61, FGBOU VO
"Altajskij gosudarstvennyj universitet", otdel
okhrany intellektualnoj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Katracov Igor Borisovich (RU),
Markin Vadim Ivanovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Altajskij gosudarstvennyj
universitet" (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING PLATE MATERIALS BASED ON CAVITABLE VEGETABLE RAW MATERIAL AND SYNTHETIC CONNECTIONS**

(57) Abstract:

FIELD: wood-working industry.

SUBSTANCE: invention relates to woodworking industry, in particular to production of plate materials from press mass in the form of plant raw materials. As a result of cavitation action, press mass with content of easily and hardly hydrolysable polysaccharides 14-16% and 34-36%, respectively, cellulose content of 56-58% and copper number of 2.1-2.3 g / 100 g, lignin content of Komarov is 36-37%. Content of carboxyl groups is

1.2-1.4%. Composition of press-mass is additionally input with binder with total content of 5 to 15% by weight: maleic acid or phthalic anhydride, or maleic anhydride, or ethylene glycol, or butanediol-1,4, or combinations thereof.

EFFECT: physico-mechanical characteristics of plate materials obtained are increased.

5 cl, 2 tbl

Изобретение относится к производству плитных материалов типа древесноволокнистых высокой плотности (ДВП-ВП) из растительного сырья с использования синтетических связующих.

Изобретение может быть использовано для изготовления погонажных изделий, конструкционного и другого назначения в мебельной и строительной промышленности.

Плитные материалы типа ДВП-ВП из растительного сырья традиционно изготавливают с использованием терморезактивных смол: феноло-, карбамидо- и меламиноформальдегидных и др., имеющих ряд недостатков. Процесс их изготовления и эксплуатации является токсичным. При эмиссии формальдегид оказывает раздражающее действие на кожу и нервную систему человека. Для замены линейки формальдегидосодержащих связующих необходимо активировать растительное сырье. Известны различные способы получения плитных материалов из измельченной древесины без применения связующих веществ: одностадийный способ получения пьезотермопластиков; двухстадийный способ получения пластиков из гидролизированных опилок; технология получения лигноуглеводных древесных пластиков [Щербаков А.С. Технология композиционных древесных материалов / А.С. Щербаков, И.А. Гамова, Л.В. Мельникова. - М.: Экология, 1992. - 192 с.]; технология парового взрыва [Гравитис Я.А. Теоретические и прикладные аспекты метода взрывного автогидролиза растительной биомассы: (Обзор) // Химия древесины. 1987. № 5. С. 3-21]; технология получения биопластиков [Болобова А.В. Теоретические основы биотехнологии древесных композитов: В 2-х кн. Кн. II: Ферменты, модели, процессы / Болобова А.В., Аскадский А.А., Кондратенко В.И., Рабинович М.Л.; [Отв. ред. А.М. Безбородое]. - М.: Наука, 2002. - 343 с.], получение пресс-масс из кавитированного растительного сырья [Катраков И.Б. Древесные композиционные материалы без синтетических связующих: монография / И.Б. Катраков - Барнаул: Изд-во АлтГУ, 2012. - 164 с.]. Основными недостатками этих способов является использование высоких давлений (до 20-30 МПа) и температуры (170-225°C), т.е. высокая материал- и энергоемкость, а в некоторых случаях и необходимость нейтрализации и регенерации продукта, что ухудшает экологическую ситуацию.

Наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому изобретению является способ получения композиционных материалов из лигноцеллюлозного материала, полученного при кавитационной обработке [Патент RU 2381244] (прототип). Сущность данного способа заключается в следующем: растительное сырье (древесина или солома злаковых) подвергается кавитационному воздействию в течение 15-120 мин в присутствии гидролизующего агента в количестве 1 мас. ч. на 100 мас. ч. Полученные пресс-массы, содержащие 0,6-4,9 % карбоксильных групп и имеющие медное число 1,7-2,9 г/100 г, подсушиваются до влажности 5-20 % и без добавки связующих веществ подвергают горячему формованию при температуре 120-160°C и давлении 2,5-11 МПа в течение 1 мин на 1 мм готового изделия.

Недостатком описанного способа является то, что свойства изделий, получаемых данным способом, сильно зависят от продолжительности кавитационного воздействия на применяемое сырье. В результате получают плитки с недостаточно высокими физико-механическими показателями по водопоглощению и набуханию по толщине за 24 ч, которые бы удовлетворяли требованиям ГОСТов и евростандартов.

В предлагаемом изобретении указанные недостатки устраняются вследствие применения бифункциональных синтетических связующих, не содержащих формальдегид (фталева кислота, малеиновая кислота, фталевый ангидрид, малеиновый ангидрид, этиленгликоль, бутандиол-1,4).

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что пресс-массу в виде растительного сырья (древесные опилки, солома злаковых и др.), содержащую легкогидролизуемые полисахариды, получают кавитационной обработкой продолжительностью до 30 мин. При прессовании полученной пресс-массы с использованием бифункциональных синтетических связующих получается композиционный материал с физико-механическими показателями, удовлетворяющими требованиям евростандартов.

В результате кавитационного воздействия на древесину сосны в течение 30 мин в нейтральной среде (без добавления гидролизующего агента) образуется пресс-масса с содержанием легко- и трудногидролизуемых полисахаридов 14-16% и 34-36% соответственно, содержанием целлюлозы 56-58% и медным числом 2,1-2,3 г/100 г, содержанием лигнина по Комарову 36-37%. Содержание карбоксильных групп 1,2-1,4%. Таким образом, химический и функциональный анализ древесной массы, подвергнутой кавитационной обработке, свидетельствует о том, что в ней содержится достаточное количество веществ, имеющих высокорекреационные функциональные группы. При определенных условиях формования из этих веществ в точках контакта древесных пресс-масс с бифункциональными синтетическими связующими кроме воссоздающихся лигноуглеводных связей, аналогичных по типу и свойствам природным связям в исходной древесине, появляются новые углерод-углеродные и кислород-углеродные связи, вследствие этого могут быть получены полимерные вещества с высокими физико-механическими характеристиками.

Осуществление изобретения достигается тем, что в способе получения пресс-массы согласно изобретению опилки древесины сосны с влажностью 6-8%, фракцией 0,6-1,2 мм и 2 см соответственно) помещают в емкость с водой (гидромодуль равен 10). Массу подвергают кавитационному воздействию в течение 30 мин, и такая обработка, сопровождающаяся самопроизвольным разогреванием смеси, обеспечивает необходимую интенсификацию процессов разволокнения частиц и быстрый гидролиз гемицеллюлоз, деградацию лигнина с образованием более реакционноспособных соединений, способных к образованию трехмерной структуры с бифункциональными синтетическими связующими - этиленгликолем, бутандиолом-1,4, фталевой и малеиновой кислотой и их ангидридными производными.

Именно заявленный качественный и количественный состав, кавитационная обработка растительного сырья с вышеперечисленными связующими позволяют согласно способу изготавливать плитные материалы с хорошими прочностными и гидрофобными свойствами в более мягких условиях - при удельном давлении 10 МПа и температуре прессования 160-165°C.

Пресс-масса согласно изобретению является продуктом частичного гидролиза полисахаридной части и частичной деградации лигнина, не имеющим низкомолекулярных легкокипящих веществ различного класса опасности, и способна перерабатываться в готовые изделия с добавлением бифункциональных синтетических связующих количеством от 5 до 15%.

Примеры получения предлагаемой пресс-массы.

Пример 1

В емкость помещают 1000 г воздушно-сухих опилок древесины сосны (фракция 0,6-1,2 мм). Содержание основных компонентов в древесине сосны составляет: целлюлоза (медное число 1,8) - 52,2%, лигнин - 29,2%, легкогидролизуемые полисахариды (ЛГП) - 18,5%, трудногидролизуемые полисахариды (ТГП) - 42,0%.

К древесному материалу добавляют 0,01 м³ воды (гидромодуль 10). Массу подвергают

кавитационному воздействию (производительность 9 т/ч) в течение 30 мин, поддерживая температуру в реакционной зоне кавитатора 60-70°C. Образующуюся массу подсушивают до влагосодержания 7-10%) и используют для изготовления плитных материалов. Готовят 5 %-ный ацетоновый раствор фталевого ангидрида и равномерно наносят на кавитированную массу. Полученную пресс-массу высушивают и загружают в пресс-форму для горячего формования.

Плитные материалы изготавливались методом горячего прессования под давлением. После формования ковра проводилась теплая подпрессовка при 1 МПа, а затем осуществлялось горячее прессование при температуре 160°C и удельном давлении 10 МПа в течение 1 мин/мм готовой плиты. После этого полученное изделие охлаждали до 50-60°C без снятия давления. Общая продолжительность прессования составляет 40-50 мин.

Плитный материал, отпрессованный из пресс-массы, полученной по данному примеру, имеет следующие физико-механические характеристики:

плотность, кг/м ³	1140
прочность при изгибе, МПа	13,0
разбухание по толщине за 24 ч, %	97,0
водопоглощение за 24 ч, %	112
влажность, %	3

В таблице 1 приведены примеры изготовления плитных материалов с использованием различных связующих при различной концентрации и их физико-механические показатели.

В таблице 2 приведены примеры изготовления плитных материалов с использованием комбинаций различных связующих при различной концентрации и их физико-механические показатели.

Таблица 1 – Физико-механические характеристики композиционных материалов на основе кавитированной древесины сосны с использованием различных связующих

При-мер	Связующее	Концентрация связующего, %	Прочность на изгиб, МПа	Плотность, кг/м ³	Водопоглощение за 24 ч, %	Водоразбухание по толщине за 24 ч, %	Влажность, %
2	Фталевый ангидрид	10	35,6	1400	65	34	3
3	Фталевый ангидрид	15	38,0	1300	65	32	3
4	Этиленгликоль	5	19,0	1380	86	53	10
5	Этиленгликоль	10	35,7	1290	37	16	2
6	Этиленгликоль	15	34,0	1400	37	21	2
7	Бутандиол-1,4	5	23,9	1290	–	–	3
8	Бутандиол-1,4	10	26,1	1370	74	75	3
9	Бутандиол-1,4	15	38,1	1200	50	41	6
10	Фталевая кислота	5	33,5	1390	34	22	4
11	Фталевая кислота	10	13,2	1460	19	17	4
12	Малеиновый ангидрид	5	19,7	1320	66	58	4
13	Малеиновый ангидрид	10	14,9	1320	11	8	4
14	Малеиновая кислота	5	17,2	1290	1	21	4
15	Малеиновая кислота	10	24,4	1350	50	36	4

Таблица 2 – Физико-механические характеристики древесных композиционных материалов на основе кавитированной древесины сосны с использованием комбинаций различных связующих

При- мер	Состав связующего	Концен- трация свя- зующего, %	Прочность на изгиб, МПа	Плотность, кг/м ³	Водопоглоще- ние за 24 ч, %	Водоразбухание по толщине за 24 ч, %	Влажность, %
1	2	3	4	5	6	7	8
16	Фталевый ангидрид + этиленгликоль	5	38,2	1390	59	81	6
17	Фталевый ангидрид + этиленгликоль	10	32,0	1430	18	33	3
18	Фталевая кислота + эти- ленгликоль	5	33,0	1370	58	58	4
19	Фталевая кислота + эти- ленгликоль	10	23,9	1110	98	57	4
20	Фталевый ангидрид + бутандиол-1,4	5	14,9	1420	28	34	3
21	Фталевый ангидрид + бу- тандиол-1,4	10	13,1	1420	29	32	5
22	Фталевая кислота + бутандиол-1,4	5	21,5	1340	72	64	3
23	Фталевая кислота + бутандиол-1,4	10	16,0	1270	–	96	3
24	Малеиновый ангидрид + этиленгликоль	5	30,2	1350	10	9	5
25	Малеиновый ангидрид + этиленгликоль	10	24,5	1390	7	10	8

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5	6	7	8
26	Малеиновый ангидрид + бутандиол-1,4	5	32,3	1390	9	8	4
27	Малеиновый ангидрид + бутандиол-1,4	10	26,8	1400	10	12	5
28	Малеиновая кислота + этиленгликоль	5	31,3	1380	9	9	5
29	Малеиновая кислота + этиленгликоль	10	30,0	1390	10	3	5,
30	Малеиновая кислота + бутандиол-1,4	5	28,9	1390	12	10	6
31	Малеиновая кислота + бутандиол-1,4	10	23,6	1400	11	13	8

(57) Формула изобретения

1. Способ получения плитных материалов из пресс-массы в виде частиц растительного сырья, имеющих в своем составе целлюлозу, лигнин, легко- и трудногидролизуемые полисахариды и карбоксильные группы, полученной кавитационной обработкой растительного сырья, при этом содержит легко- и трудногидролизуемые полисахариды 14-16% и 34-36% соответственно, целлюлозу с медным числом 2,1-2,3 г/100 г - 56-58%, лигнин по Комарову 36-37% и карбоксильные группы 1,2-1,4%, отличающийся тем, что в состав пресс-массы дополнительно вводят связующее с общим содержанием от 5 до 15% (по массе): малеиновая кислота или фталевый ангидрид; или малеиновый ангидрид; или этиленгликоль; или бутандиол-1,4; или их комбинации (в эквимолярном соотношении) - фталевая кислота и этиленгликоль; или фталевая кислота и бутандиол-1,4; или фталевый ангидрид и этиленгликоль; или фталевый ангидрид и бутандиол-1,4; малеиновая кислота и этиленгликоль; или малеиновая кислота и бутандиол-1,4; или малеиновый ангидрид и этиленгликоль; или малеиновый ангидрид и бутандиол-1,4.

2. Способ получения плитных материалов по п. 1, отличающийся тем, что в качестве растительного сырья используют измельченную древесину сосны без формальдегидных связующих.

3. Способ получения плитных материалов по п. 1, отличающийся тем, что пресс-

массу получают кавитационной обработкой древесины сосны с добавлением бифункциональных связующих - этиленгликоль, бутандиол-1,4, фталевая и малеиновая кислота и их ангидриды, а также композиций на их основе.

5 4. Способ получения плитных материалов по одному из пп. 1-3, включающий помещение древесины сосны в емкость с водой, которое подвергают кавитационной обработке в течение 30 мин, и за счет самопроизвольного разогревания смеси до 60-70°C осуществляют разрушение клеточной стенки без существенной деструкции основных структурных компонентов и с образованием большого количества функциональных групп, способных образовывать новые химические связи с синтетическими связующими с формированием трехмерной полимерной сетки.

10 5. Способ получения плитных материалов по одному из пп. 1-3, включающий формование ковра, теплую подпрессовку и горячее прессование растительного сырья, которое осуществляют при 160-165°C и давлении 10 МПа при влажности ковра 7-9%.

15

20

25

30

35

40

45