

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19)

**RU**

(11)

**2 131 884**

(13)

**C1**

(51) МПК

C08B 11/12 (1995.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: [97117425/04](#), 02.10.1997

(45) Опубликовано: 20.06.1999

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: SU, 1691363 A1, 1991. SU, 1193121 A, 1979. SU, 1696435 A1, 1983. SU, 1063803 A, 1983. SU, 608807 A, 1978. SU, 639898 A, 1979. DE, 1295810 A, 1969. DE, 2623500 B2, 1978. GB, 1110697 A, 1968.

Адрес для переписки:

656099, Барнаул, ул.Димитрова 66, к.307а,  
АГУ, Научно-организационный отдел,  
Богатыревой Н.А.

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

Базарнова Н.Г.,  
Маркин В.И.,  
Галочкин А.И.,  
Токарева И.В.

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) **СПОСОБ КАРБОКСИМЕТИЛИРОВАНИЯ ЛИГНОУГЛЕВОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

(57) Реферат:

Способ карбоксиметилирования лигноуглеводных материалов заключается в том, что лигноуглеводный материал в виде опилок подвергают механохимической обработке смесью натриевой соли монохлоруксусной кислоты, гидроксида натрия, воды в течение 0,5-3,0 ч при 20-80°C. Способ позволяет получить продукты с более широким спектром свойств при минимальной длительности процесса получения. 2 табл.

Изобретение относится к химической технологии и предназначено для получения натриевых солей карбоксиметилэфиров лигноуглеводных материалов (ЛУМ), которые могут быть использованы в качестве химических добавок для регулирования

свойств промывочных жидкостей при бурении, для стабилизации растворов в строительной индустрии, в качестве химических реагентов при флотации, в горнодобывающей промышленности.

Известны способы карбоксиметилирования, в которых целлюлозу предварительно активируют щелочью, растворенной в изопропиловом спирте или воде, с последующим отжимом или без него, смешивают с МХУК или Na-МХУК, в результате чего получают водорастворимые продукты [Петропавловский Г.А. Гидрофильные частично замещенные эфиры целлюлозы и их модификация путем химического сшивания. - Л.: Наука, 1988. - 296 с.]. Недостатками этих способов является то, что обязательно необходима предварительная стадия активации целлюлозы, а также то, что растворы щелочи в воде или в изопропаноле необходимо в дальнейшем регенерировать, что приводит к значительному увеличению продолжительности карбоксиметилирования и ухудшает экологическую ситуацию.

Наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому изобретению является способ карбоксиметилирования целлюлозы, в результате которого получается водорастворимая карбоксиметилированная целлюлоза (прототип) [SU 1691363 A1, 1991]. Целлюлозу смешивают с водным раствором гидроокиси натрия и монохлоруксусной кислоты в присутствии C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> алифатического спирта в количестве 0,16 - 1,2 мас. ч. на 1 мас.ч. целлюлозы при (-10)-(+50)°С, в двухнековом реакторе-смесителе с последующей загрузкой реакционной массы в реактор-дозреватель и выдержкой ее при 70-80°С в течение 30-120 мин.

Недостатком прототипа является то, что в качестве гидроксилсодержащего сырья используется только целлюлоза, а процесс карбоксиметилирования включает две стадии. В предлагаемом нами изобретении указанные недостатки устраняются следующим образом: вместо целлюлозы используют любой лигноуглеводный материал (древесина различных пород и ее отходы, однолетние растения, тростник, камыш и т.д.), который предварительно не подвергают активации, процесс осуществляется в одну стадию, а его продолжительность составляет 3 часа.

Сущность предлагаемого нами изобретения заключается в том, что лигноуглеводный материал в виде опилок смешивается с твердыми Na-МХУК и NaOH, водой (гидромодуль составляет ≈ 0,3) и подвергают интенсивному механическому измельчению при 20 - 80°С в течение 0,5 - 3 часов, в результате чего образуются водорастворимые карбоксиметилированные продукт. Растворимость в воде 87,9-96,0%, относительная вязкость - 1,08 - 1,30.

Структуру полученных продуктов идентифицируют методом ИК-спектроскопии, после того как его отмывают от NaOH и Na-МХУК подкисленным раствором этанола до отрицательной реакции на Cl<sup>-</sup> ионы и нейтральной среды по фенолфталеину.

Пример 1.

Навеску тростника *Fragmites communis* 3 г, 1,7 г NaOH (0,04 моль), 4,4 г Na-МХУК (0,04 моль) и 3 мл H<sub>2</sub>O (0,17 моль) (гидромодуль 0,3) выдерживают 3 часа при 60°С, подвергая измельчению в течение 1 минуты через каждые 15 минут. Продукт реакции высушивают до постоянной массы. Растворимость продукта в воде - 96%, относительная вязкость - 1,19.

Примеры 2 - 4 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но при других температурах реакции (табл. 1 и 2 см. в конце описания).

Пример 5.

Навеску тростника *Fragmites communis* 3 г, 1,7 г NaOH (0,04 моль), 4,4 г Na-МХУК (0,04 моль) и 3 мл H<sub>2</sub>O (0,17 моль) (гидромодуль 0,3) выдерживают 0,5 часа при 20°С, подвергая измельчению в течение 1 минуты через каждые 15 минут. Продукт реакции высушивают до постоянной массы. Растворимость продукта в воде - 91,3%, относительная вязкость - 1,3.

Примеры 6 - 8 проведены в условиях, аналогичных примеру 1, но при разной продолжительности реакции (табл. 2).

Пример 9.

Навеску опилок древесины осины 3 г (фракция < 0,385 меш), 1,7 г NaOH (0,04 моль), 4,4 г Na-MХУК (0,04 моль) и 3 мг H<sub>2</sub>O (0,17 моль) (гидромодуль 0,3) выдерживают 3 часа при 60°C, подвергая измельчению в течение 1 минуты через каждые 15 минут. Продукт реакции высушивали до постоянной массы. Растворимость в воде - 94,0%, относительная вязкость - 1,10.

Пример 10.

Навеску опилок древесины сосны 3 г (фракция < 0,385 меш, проэкстрагированные спирто-бензольной смесью), 1,7 г NaOH (0,04 моль), 4,4 г Na-MХУК (0,04 моль) и 3 мл H<sub>2</sub>O (0,17 моль) (гидромодуль 0,3) выдерживают 3 часа при 60°C, подвергая измельчению в течение 1 минуты через каждые 15 минут. Продукт реакции высушивали до постоянной массы. Растворимость в воде - 87,9%, относительная вязкость - 1,08.

#### Формула изобретения

Способ карбоксиметилирования лигноуглеводных материалов, заключающийся в том, что лигноуглеводные материалы обрабатывают натриевой солью монохлоруксусной кислоты, гидроксидом натрия и водой, отличающийся тем, что исходный материал без предварительной активации подвергают механохимической обработке смесью натриевой соли монохлоруксусной кислоты, гидроксида натрия, воды в течение 0,5 - 3,0 ч при 20 - 80°C.

Таблица 1

Свойства тростника, карбоксиметилированного в течение 3 часов при различных температурах

№	Температура, °С	Растворимость в воде, %	Относительная вязкость
1	60	96.0	1.19
2	20	95.0	1.23
3	40	96.0	1.20
4	80	94.0	1.09

Таблица 2

Свойства тростника, карбоксиметилированного при 20°C и различной продолжительности реакции

№	Продолжительность, час	Растворимость в воде, %	Относительная вязкость
5	0.5	91.3	1.30
6	1.0	91.5	1.20
7	2.0	93.0	1.20
8	3.0	95.2	1.20

## 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: [97117425](#)

Дата прекращения действия патента: **02.10.2002**

Извещение опубликовано: **10.04.2004**БИ: **10/2004**