

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19)

RU

(11)

2 135 517

(13)

C1

(51) МПК

[C08B 15/04 \(1995.01\)](#)

[B27K 5/00 \(1995.01\)](#)

[B27K 9/00 \(1995.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: [98104137/04](#), 19.03.1998

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
19.03.1998

(45) Опубликовано: 27.08.1999

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: Практические работы по химии древесины и целлюлозы/Под ред.Никитина В.М. - М.: Лесная пром-сть, 1965, с.412. Никитин Н.И. Химия древесины и целлюлозы. - М. - Л.: Изд-во АН СССР, 1962, с.346 - 351. SU 990762 (Ивченко Т.Е. и др.), 23.01.83, С 08 В 15/04.

Адрес для переписки:

656099, Барнаул, ул.Димитрова 66,
Алтайский госуниверситет научно-
организационный отдел, комн.307-а,
Рудскому В.В.

(71) Заявитель(и):

Алтайский государственный университет

(72) Автор(ы):

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

(73) Патентообладатель(и):

Алтайский государственный университет

(54) СПОСОБ КАРБОКСИМЕТИЛИРОВАНИЯ ЛИГНОУГЛЕВОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

(57) Реферат:

Способ карбоксиметилирования лигноуглеводных материалов (ЛУМ) заключается в том, что воздушно-сухие образцы ЛУМ обрабатывают натриевой солью монохлоруксусной кислоты (Na-МХУК), гидроксидом натрия при следующем весовом соотношении: 20 г ЛУМ : 2,8-10, 6 г NaOH : 7,2-29,0 г Na-МХУК и интенсивном измельчении в течение 5-30 мин при 10°C без добавления воды.

Продукты, полученные таким способом, растворимы в воде и образуют вязкие водные растворы. 1 табл.

Изобретение относится к области химической технологии и предназначено для получения натриевых солей карбоксиметилловых эфиров 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 продукты (Петропавловский Г.А. Гидрофильные частично замещенные эфиры целлюлозы и их модификация путем химического сшивания. -Л.: Наука, 1988, 296 с. [1]).

Недостатками этих способов является то, что обязательно необходима предварительная активация целлюлозы, а также то, что растворы щелочи в воде или в изопропанолу необходимо в дальнейшем регенерировать, что приводит к значительному увеличению продолжительности карбоксиметилирования и ухудшает экологическую ситуацию.

Наиболее близким по назначению и технической сущности заявляемому изобретению является способ карбоксиметилирования целлюлозы, в результате которого получается водорастворимая карбоксиметилированная целлюлоза (прототип) (Практические работы по химии древесины и целлюлозы, под ред. Никитина В.М. -М. : Лесная промышленность, 1965, 412 с. [2]). Воздушно-сухую целлюлозу перемешивают в изопропиловом спирте. Добавляют водный раствор NaOH при 20°C. Затем смесь перемешивают еще один час при этой же температуре, после добавляют Na-МХУК и реакционную смесь выдерживают 3,5 часа при 55°C. Полученный продукт - натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы (Na-МХУК) - промывают и сушат при 60°C. Продукты, полученные таким образом, растворимы в воде и образуют вязкие водные растворы.

Недостатками прототипа является то, что в качестве гидроксилсодержащего сырья используется только целлюлоза, которую предварительно активируют, а затем еще в течение 3,5 часов карбоксиметилируют, для проведения процесса используют воду и изопропанол. В предлагаемом нами изобретении указанные недостатки устраняются следующим образом: вместо целлюлозы используют любой целлюлозосодержащий материал (древесина различных пород и ее отходы, однолетние растения, тростник, камыш и т.д.), который предварительно не подвергают активации, а длительность процесса составляет 5-30 минут, растворители не используются вообще, т.е. реакция проводится в твердой фазе.

Сущность предлагаемого нами изобретения заключается в том, что лигноуглеводный материал в виде воздушно-сухих опилок (влажность 3-6%) смешивают с твердым Na-МХУК, NaOH и подвергают интенсивному механическому измельчению, в результате чего образуются водорастворимые карбоксиметилированные продукты. Растворимость в воде 61,0-99,0%, относительная вязкость 1,03-1,07.

Осуществление изобретения достигается следующим образом: навеску нефракционированных воздушно-сухих опилок ЛУМ (20 г) смешивают с твердыми NaOH марки ч. или х.ч. (2,8-10,6 г), Na-МХУК марки ч. или х.ч. (7,2-29,0 г). Реакционную массу помещают в вибрационную мельницу и подвергают

интенсивному измельчению в течение 5-30 минут без добавления воды. Температура воздуха в помещении 10°C.

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

Пример 1.

Навеску воздушно-сухих опилок древесины осины (20 г), NaOH (10,6 г), Na-MXUK (29,0 г) интенсивно измельчают в течение 8 минут. Растворимость продукта в воде 84%, относительная вязкость 1,03. Содержание карбоксиметильных групп 17,4%.

Примеры 2-9 проведены в условиях аналогичных примеру 1, но при различных соотношениях реагентов и продолжительности реакции (см. таблицу).

Формула изобретения

Способ карбоксиметилирования лигноуглеводных материалов (ЛУМ), заключающийся в том, что воздушно-сухие образцы лигноуглеводных материалов обрабатывают натриевой солью монохлоруксусной кислоты (Na-MXUK), гидроксидом натрия (NaOH), отличающийся тем, что компоненты реакционной смеси с весовым соотношением 20 г ЛУМ : 2,8 - 10,6 г NaOH : 7,2 - 29,0 г Na-MXUK подвергают интенсивному измельчению в течение 5 - 30 мин при 10°C без добавления воды.

Свойства продуктов карбоксиметилирования древесины осины

№ примера	Масса древесины, г	Масса NaOH, г	Масса Na-MXUK, г	Продолжительность измельчения, мин	Растворимость в воде, %	Относительная вязкость	Содержание карбоксиметильных групп, %
1	20,0	10,6	29,0	8	84,0	1,03	17,40
2	20,0	10,6	14,5	10	84,0	1,03	17,60
3	20,0	10,6	29,0	15	89,0	1,03	22,6
4	20,0	10,6	14,5	15	70,0	1,01	9,69
5	20,0	5,5	14,5	30	99,2	1,07	—
6	20,0	5,5	14,5	20	98,0	1,06	19,20
7	20,0	5,5	14,5	10	84,9	1,06	12,91
8	20,0	5,5	14,5	5	61,5	1,04	8,54
9	20,0	2,8	7,2	10	-	-	7,9

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **20.03.2002**

Извещение опубликовано: **20.05.2003**БИ: 14/2003