



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 464597

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 26.06.73 (21) 1944313/23-4

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 23.03.75. Бюллетень № 11

Дата опубликования описания 11.12.75

(51) М. Кл. С 07g 1/00

(53) УДК 547.992.3
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Я. Г. Милешкевич, М. В. Латош и В. М. Резников

(71) Заявитель

Белорусский технологический институт им. С. М. Кирова

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АМИНОЛИГНИНА

1

Изобретение относится к способам получения аминлигнина, который может быть использован в качестве ингибитора окислительных процессов.

Способ получения аминлигнина основан на известной реакции получения первичных аминов восстановлением азосоединений, которая, однако, не применялась для синтеза аналогичных соединений.

Предлагается способ получения аминлигнина, заключающийся в том, что лигнин сочетают в слабощелочном растворе с солью диазония с последующим восстановлением азосоединения в щелочной среде и выделением целевого продукта известным приемом. Желательно проводить процесс восстановления сульфидом, полисульфидом или солью сернистых кислот, например, гидросернистым натрием. Предпочтительно процесс восстановления проводят при повышенной температуре, например при 75—90°C.

Пример. 35 г *n*-нитроанилина растворяют в 320 мл 2 н. соляной кислоты и после охлаждения льдом постепенно добавляют 20 г азотистокислого натрия и 0,4 г гипосульфита натрия. Раствор лигнина готовят путем растворения 46 г сульфатного лигнина в смеси, содержащей 6 г едкого натра и 16 г углекислого натрия в 500 мл воды. К охлажденному раствору лигнина постепенно при перемешивании

2

приливают диазотированный *n*-нитроанилин. Через 2,5 час реакционную смесь подкисляют соляной кислотой до слабокислой реакции, нагревают до 90°C, а выпавший осадок отфильтровывают на полотняном фильтре, промывают горячей водой и эфиром. Полученный азопродукт растворяют в 200 мл 10%-ного едкого натра, нагревают до 75°C и при постоянном перемешивании порциями добавляют 100 г гидросернистокислого натрия. Через 20 мин температуру поднимают до 90°C, реакционную смесь подкисляют уксусной кислотой до слабокислой реакции. После выпадения осадка смесь охлаждают, аминлигнин отфильтровывают, многократно промывают водой и высушивают.

Полученный продукт с выходом 41,2 г представляет собою светлокоричневый порошок. Содержание азота — 2,3%.

Предмет изобретения

1. Способ получения аминлигнина, отличающийся тем, что лигнин сочетают в слабощелочном растворе с солью диазония с последующим восстановлением азосоединения в щелочной среде и выделением целевого продукта известным приемом.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что азопроизводное восстанавливают сульфидами, полисульфидами или солями сернистых кислот, например гидросернистокислым натрием.

3. Способ по пп. 1 и 2, отличающийся тем, что процесс восстановления ведут при повышенной температуре, например при 75—90°C.

Составитель **В. Дерябин**

Редактор **Е. Гончар**

Техред **З. Тараненко**

Корректор **А. Дзесова**

Заказ 2211/13

Изд. № 584

Тираж 529

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР
по делам изобретений и открытий
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2