



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1018906 A

3(5D) C 01 B 31/16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3419675/23-26
(22) 08.04.82
(46) 23.05.83. Бюл. № 19
(72) В. С. Лисова и В. М. Резников
(71) Белорусский ордена Трудового
Красного Знамени технологический
институт им. С. М. Кирова
(53) 661.183.122(088.8)
(56) 1. Патент США № 3681318,
кл. 260-124A, 1972.
2. Nahum L. S., Pellegrini P.
Reaction of Wood with Sulfur Trioxide
in Organic Medium. Preparation
of cationic Exchanges. *Holzforschung*,
24, № 5, 1970, 169-172 (прототип).
(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИОНООБ-
МЕННОВОГО МАТЕРИАЛА, включающий обра-

ботку суспензии древесных опилок в
пиридине комплексом серного ангидри-
да с органическим соединением при
нагревании, ее фильтрацию, промывку
и сушку осадка, отличающийся
тем, что, с целью повышения
обменной емкости, предварительно
древесные опилки обрабатывают 1,5-3%-
ным раствором серной кислоты при
110-130°C и используют комплекс
серного ангидрида с пиридином.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что используют комплекс с концентрацией серного ангидрида 50-60 г/л и обработку ведут при 100-120°C.

(19) SU (11) 1018906 A

Изобретение относится к способу получения ионообменного материала на основе древесины и может быть использовано в качестве ионообменника и сорбента.

Известен способ получения ионообменного материала на основе лигнина, выделенного из древесной ткани. Лигнин обрабатывают в органической среде комплексом серный ангидрид - диметилсульфоксид [1].

Недостатками способа являются низкая ионообменная емкость сульфоглинина, невысокий выход продукта, а также необходимость выделения лигнина из древесины.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к изобретению является продукт сульфирования древесины комплексом диметилсульфоксид - серный ангидрид. К древесным опилкам, суспендированным в различных органических растворителях (пиридин, диметилсульфоксид, диметилформамид, диоксан, тетрагидрофуран), добавляют комплекс серный ангидрид - диметилсульфоксид в таком количестве, чтобы концентрация серного ангидрида в реакционной смеси составляла 25, 50, 150 и 300 г/л. Реакцию осуществляют при комнатной температуре 50 и 100°C. Полученный осадок отфильтровывают, промывают водой и высушивают над пятиокисью фосфора [2].

Недостатком известного способа является низкая ионообменная емкость полученного материала, обусловленная невысоким содержанием сильнокислых и общих кислых групп.

Цель изобретения - повышение обменной емкости материала.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу предварительно древесные опилки обрабатывают 1,5-3%-ным раствором серной кислоты при 110-130°C и используют комплекс серного ангидрида с пиридином.

Причем используют комплекс с концентрацией серного ангидрида 50-60 г/л и обработку ведут при 100-120°C.

Обработка древесных опилок раствора серной кислоты (инактивация) с концентрацией 1,5-3% обусловлена тем, что при более низкой концентрации серной кислоты уменьшается выход целевого продукта, а при более высокой концентрации происходит значительная деструкция полисахаридов.

Температурный интервал обработки серной кислоты (100-130°C) обуслов-

лен тем, что при более низких температурах происходит переход лигнина в раствор в процессе сульфирования (обработки комплексом серного ангидрида), а при более высоких температурах лигнин значительно инактивируется и в лигнинную часть древесины вводится незначительное количество сульфоксильных групп.

Сульфирование при более низких температурах (<100°C) приводит, в основном, к образованию неустойчивых в процессе эксплуатации сульфатных групп, а сульфирование при температуре выше 120°C вызывает не только потерю древесины за счет растворения полисахаридов, но и приводит к уменьшению содержания кислых групп.

Степень замещения как в лигнинной, так и в полисахаридной частях древесины невелика при концентрации серного ангидрида в комплексе менее 50 г/л, а при концентрации более 60 г/л уменьшается выход целевого продукта.

Комплекс серный ангидрид - пиридин позволяет осуществлять сульфирование при более высоких температурах, при которых, наряду с сульфатными группами, в лигнинную часть древесины вводятся сульфоксильные группы, обладающие большей устойчивостью в процессе эксплуатации материала.

Пример 1. 1 г предварительно проэкстрагированных спиртобензольной смесью опилок древесины ели размером 1-2 мм подвергают обработке 10 мл 2%-ной серной кислоты при 120°C в течение 2 ч. Промытые водой до нейтральной реакции (по лакмусу) и высушенные до абсолютно сухого состояния опилки суспендируют в 20 мл абсолютно сухого пиридина в течение 4 ч. К подготовленному субстрату добавляют 2 г комплекса серный ангидрид - пиридин (концентрация серного ангидрида в растворе составляет 50 г/л). Реакцию осуществляют при 110°C в течение 60 мин. Нерастворимый продукт отфильтровывают, промывают водой до нейтральной реакции и высушивают в вакуум-эксикаторе над пятиокисью фосфора. Выход сульфированного продукта составляет 130% от веса инактивированных опилок.

Характеристика полученного ионообменного материала дана в таблице.

Пример 2 и 3. Аналогично примеру 1, за исключением условий процесса, которые приведены в таблице.

Пример	Условия инактивации		Условия сульфирования		
	Концентрация H_2SO_4 , %	Температура, °C	Концентрация SO_3 , г/л	Температура, °C	Продолжительность, мин
Известный	-	-	50	100	120
Предложенный					
1	2	120	50	110	60
2	1,5	130	55	120	90
3	3,0	110	60	100	120

Продолжение таблицы

Пример	Показатели ионообменного материала		
	СОЕ по NaCl, мг-экв/г	ПОЕ, мг-экв/г	Содержание сульфоксильных групп, мг-экв/г
Известный	1,3	1,8	0,5
Предложенный			
1	2,9	5,8	1,2
2	2,6	5,2	0,9
3	2,2	4,3	0,8

Таким образом, предложенный способ, как видно из таблицы, позволяет

значительно повысить обменную емкость ионообменного материала.

Составитель Н. Строганова

Редактор О. Бугир Техред О. Неце

Корректор Л. Боклан

Заказ 3621/16

Тираж 471

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4