



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 119 503** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) МПК<sup>6</sup> **C 08 H 5/04**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 96102551/04, 13.02.1996

(46) Дата публикации: 27.09.1998

(56) Ссылки: Мирошниченко Е.В., Федорищев Т.И. Новый метод выделения суберина из бересты и поверхностно-активные вещества на его основе. Сборник "Химическая и механическая переработка древесины и древесных отходов". Вып.2. - Л.: 1976, с.19 - 25.

(71) Заявитель:

Институт химии природного органического сырья СО РАН

(72) Изобретатель: Левданский В.А.,

Еськин А.П., Полежаева Н.И., Кузнецов Б.Н.

(73) Патентообладатель:

Институт химии природного органического сырья СО РАН

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СУБЕРИНА ИЗ КОРЫ БЕРЕЗЫ

(57) Реферат:

Использование: выделение ценных органических соединений, используемых в медицинской, химической и парфюмерной промышленности, из отходов переработки древесины. Сущность изобретения: кора березы предварительно активируется в условиях взрывного автогидролиза при следующих параметрах: давление 3 - 5 МПа,

температура 180 - 260°C и продолжительность активации 60 - 360 секунд с последующим гидролизом в водно-спиртощелочной или в водно-щелочной среде при дальнейшем подкислении гидролизата. Достигается интенсификация процесса за счет упрощения технологии при снижении энергетических затрат. 2 табл.

RU 2 1 1 9 5 0 3 C 1

RU 2 1 1 9 5 0 3 C 1



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 119 503** <sup>(13)</sup> **C1**

(51) Int. Cl.<sup>6</sup> **C 08 H 5/04**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 96102551/04, 13.02.1996

(46) Date of publication: 27.09.1998

(71) Applicant:  
Institut khimii prirodnogo organicheskogo  
syr'ja SO RAN

(72) Inventor: Levdanskij V.A.,  
Es'kin A.P., Polezhaeva N.I., Kuznetsov B.N.

(73) Proprietor:  
Institut khimii prirodnogo organicheskogo  
syr'ja SO RAN

(54) **METHOD OF PREPARING SUBERIN FROM BIRCH BARK**

(57) Abstract:

FIELD: chemical technology. SUBSTANCE:  
birch bark is activated preliminary under  
conditions of explosive autohydrolysis at  
the following parameters: pressure is 3-5  
MPa, temperature is 180-260 C, activation  
time is 60-360 s followed by hydrolysis in  
an aqueous-spirituous or an aqueous-alkaline

medium and at the further acidification of  
hydrolyzate. Method is used for isolation of  
valuable organic compounds used in medicine,  
chemical and perfume industry from the wood  
waste processing. EFFECT: intensified  
process, simplified technology, decreased  
energy consumption. 2 tbl

RU 2 1 1 9 5 0 3 C 1

RU 2 1 1 9 5 0 3 C 1

Изобретение относится к выделению ценных химических продуктов из отходов переработки древесины, а именно к способу получения суберина из коры березы.

Известен способ получения суберина, заключающийся в том, что березовую кору, освобожденную от луба, предварительно измельчают в водной щелочи, экстрагируют горячим изопропиловым спиртом, далее из водного раствора экстракта путем подкисления выделяют суберин [1].

Недостатком описанного выше способа является то, что процесс измельчения березовой коры в водном растворе щелочи является сложным в технологическом плане, длительным во времени, требует больших энергетических затрат и вследствие этого весь процесс выделения суберина становится малоэффективным.

Наиболее близким по технологической сущности и конечному результату к предлагаемому способу является способ выделения суберина из грубоизмельченной коры березы путем гидролиза в водно-спиртощелочной среде с последующим подкислением гидролизата [2].

Недостатком известного способа является низкая эффективность процесса из-за его сложности и длительности.

Недостаток обусловлен трудоемкой и длительной операцией измельчения коры.

Цель изобретения - интенсификация процесса за счет упрощения технологии, снижения энергетических затрат.

Поставленная цель достигается тем, что в способе получения суберина из коры березы путем гидролиза в водно-спиртощелочной среде или в водно-щелочной среде с последующим подкислением гидролизата согласно изобретению кору предварительно подвергают активации в условиях взрывного автогидролиза при давлении 3-5 МПа, температуре 180 - 260°C и продолжительности активации 60 - 360 с.

Способ получения суберина осуществляется следующим образом.

Бересту подвергают активации взрывным автогидролизом [3] при давлении 3 - 5 МПа, температуре 180 - 260°C и продолжительности активации 60 - 360 с. При этом береста разрыхляется в пыль и одновременно осуществляется гидролиз слабых связей в макромолекулярной структуре лигноуглеводного комплекса органического вещества. После активации бересту кипятят в водно-спиртовом растворе щелочи в течение 20 - 25 минут, отделяют раствор, из которого отгоняют спирт, отфильтровывают бетулин, а затем реакционную смесь подкисляют серной кислотой до pH 4 - 5. При этом выпадает желтый хлопьевидный осадок суберина, который отделяют фильтрованием.

Способ подтверждается следующим примером.

Пример 1. К 5 г коры, освобожденной от луба, подвергнутой активации в условиях взрывного автогидролиза при давлении 3,4 МПа, температуре 240°C и продолжительности активации 240 с, с влажностью до 1%, добавляют 25 мл воды, 8 г едкого натра и кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 20 минут, затем охлаждают до 70°C и в реакционную смесь добавляют 30 мл изопропилового спирта и

кипятят еще 5 минут. Горячий раствор фильтруют, отгоняют изопропиловый спирт, остаток разбавляют 30 - 40 мл воды, фильтрованием отделяют бетулин. Водный раствор подкисляют серной кислотой до pH 4 - 5. Суберин отфильтровывают, промывают на фильтре холодной водой до нейтральной среды. Выход суберина 1,50 г (30%) в пересчете на абсолютно сухую кору.

Выход суберина при различных режимах активации коры и использовании метилового, этилового и изопропилового спиртов приведен в табл. 1.

Возможно получение одного суберина, тогда проводят гидролиз коры в водно-щелочной среде, что подтверждает пример 2.

Пример 2. К 5 г коры освобожденной от луба, подвергнутой активации в условиях взрывного автогидролиза при давлении 3,4 МПа, температуре 240°C и продолжительности активации 300 с, с влажностью до 1%, добавляют 25 мл воды, 8 г едкого натра и кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 25 минут. Горячий раствор разбавляют 20 - 25 мл воды, отфильтровывают, фильтрат подкисляют серной кислотой до pH 4 - 5. Суберин отфильтровывают, промывают на фильтре холодной водой до нейтральной среды. Выход суберина 1,45 г (29%) в пересчете на абсолютно сухую кору.

Выход суберина при различных режимах активации коры приведен в табл. 2.

Проведение активации коры при давлении, меньшем 3 МПа, температуре ниже 180°C недостаточно для эффективного разрыхления и гидролиза коры. Это приводит к увеличению времени активации и снижению интенсивности всего процесса. Активация коры при давлении, большем 5 МПа, температуре выше 260°C приводит к деструкции суберина.

Продолжительность процесса активации коры меньше 60 с и больше 360 с нецелесообразна из-за низкого выхода суберина.

Оптимальные условия проведения неизобарного парокрекинга: давление 3,4 МПа, температура 240°C, продолжительность активации в зависимости от размера технологической щепы бересты может варьироваться от 60 до 360 с. При размерах щепы (бересты): длина 30 - 25 мм, ширина 25 - 20 мм, толщина 2 - 5 мм; оптимальное время активации 180 - 360 с.

Природа спирта на выход суберина существенного влияния не оказывает.

Источники информации:

1. Авторское свидетельство СССР N 382657, кл. С 08 Н 5/04, 1973, бюлл. N 23.

2. Мирошниченко Е.В., Федорищев Т.И. Новый метод выделения суберина из бересты и поверхностно-активные вещества на его основе. // Сборник "Химическая и механическая переработка древесины и древесных отходов". Вып. 2. Л., 1976, с. 19 - 25.

3. Гравитис Я. А. Теоретические и прикладные аспекты метода взрывного автогидролиза растительной биомассы. // Химия древесины. 1987, N 5, с. 3 - 21.

### Формула изобретения:

Способ получения суберина из коры

березы путем гидролиза в водно-спиртощелочной или в водно-щелочной среде с последующим подкислением гидролизата, отличающийся тем, что кору

предварительно подвергают активации при давлении 3-5 МПа, температуре 180-260°C и продолжительности активации 60-360 с.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

-4-

RU 2 1 1 9 5 0 3 C 1

RU 2 1 1 9 5 0 3 C 1

Таблица 1

Выход суберина из активированной бересты (давление 3.4 МПа, температура 240°C) в зависимости от продолжительности активации при использовании различных алифатических спиртов

Спирт	Продолжительности активации, сек.							
	30	60	120	180	240	300	360	420
Выход суберина % от веса абсолютно сухой бересты								
Метилловый	23	26	25	26	27	29	30	26
Этиловый	24	25	27	27	28	28	31	27
Изопропиловый	23	26	27	28	30	31	29	25

Таблица 2

Выход суберина из активированной бересты (давление 3.4 МПа, температура 240°C) в зависимости от продолжительности активации

Продолжительность активации, сек.							
30	60	120	180	240	300	360	420
Выход суберина % от веса абсолютно сухой бересты							
22	26	25	27	30	29	32	28

RU 2 1 1 9 5 0 3 C 1

RU 2 1 1 9 5 0 3 C 1