



(51) МПК
B27K 3/36 (2006.01)
B05D 7/06 (2006.01)
B27K 5/06 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2008112303/05, 01.09.2006**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.09.2006

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
01.09.2005 EP 05108018.2(43) Дата публикации заявки: **10.10.2009** Бюл. № 28(45) Опубликовано: **10.03.2011** Бюл. № 7(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **WO 03065807 A1, 14.08.2003. EP 1273233 A, 08.01.2003. US 2006025308 A1, 02.02.2006. EP 0461419 A, 18.12.1991. EP 1473996, 10.11.2004. US 5426121, 20.06.1995. US 6103848 A, 15.08.2000. US 3544537 A, 01.12.1970. RU 2133191 C1, 20.07.1999. RU 98111768 A, 20.03.2000.**(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на национальной фазе: **01.04.2008**(86) Заявка РСТ:
EP 2006/065901 (01.09.2006)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2007/026008 (08.03.2007)

Адрес для переписки:

**129090, Москва, ул.Б.Спасская, 25, стр.3,
 ООО "Юридическая фирма Городисский и
 Партнеры", пат.пов. А.В.Мицу, рег.№ 364**

(72) Автор(ы):

ВАН ДЕР ФЛАС Марк Артур Йосефа (BE)

(73) Патентообладатель(и):

ЯНССЕН ФАРМАЦЕВТИКА Н.В. (BE)

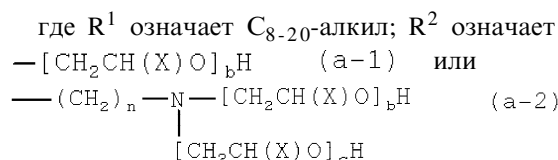
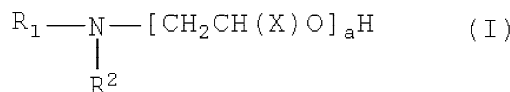
RU 2 413 610 C2

RU 2 413 610 C2

(54) ПРИМЕНЕНИЕ АЛКОКСИЛИРОВАННЫХ АМИНОВ ДЛЯ УЛУЧШЕНИЯ ВОДООТТАЛКИВАЮЩИХ СВОЙСТВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к применению алкоксилированных аминов для обработки древесины, чтобы улучшить водоотталкивающие свойства древесины или уменьшить количество поглощаемой древесиной воды. Для обработки применяют алкоксилированные амины формулы



n является целым числом от 1 до 4; каждый из a, b, и c независимо означает целое число, которое может составлять от 1 до 20; каждый X независимо выбран из группы, состоящей из водорода, метила, этила и фенила. Алкоксированные амины формулы (I), в частности N,N',N'-трис(2-гидроксиэтил)-N-кооалкил-1,3-диаминопропан или N,N',N'-трис(2-гидроксиэтил)-N-галловый алкил-1,3-

диаминопропан, могут быть использованы в составе для обработки древесины в количестве от 0,1 до 90 мас.%. Применение алкоксированных аминов формулы (I) для обработки древесины улучшает водоотталкивающие свойства древесины и уменьшает количество поглощаемой древесиной воды. 9 з.п. ф-лы, 2 табл.

RU 2 4 1 3 6 1 0 C 2

RU 2 4 1 3 6 1 0 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

B27K 3/36 (2006.01)**B05D 7/06** (2006.01)**B27K 5/06** (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2008112303/05, 01.09.2006**(24) Effective date for property rights:
01.09.2006

Priority:

(30) Priority:

01.09.2005 EP 05108018.2(43) Application published: **10.10.2009 Bull. 28**(45) Date of publication: **10.03.2011 Bull. 7**(85) Commencement of national phase: **01.04.2008**

(86) PCT application:

EP 2006/065901 (01.09.2006)

(87) PCT publication:

WO 2007/026008 (08.03.2007)

Mail address:

**129090, Moskva, ul.B.Spasskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. A.V.Mitsu, reg.№ 364**

(72) Inventor(s):

VAN DER FLAS Mark Artur Josefa (BE)

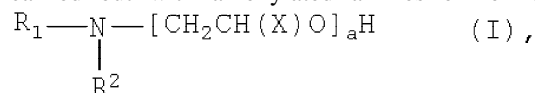
(73) Proprietor(s):

JaNSSEN FARMATsEVTIKA N.V. (BE)**(54) USE OF ALKOXYLATED AMINES TO IMPROVE WATER-REPELLENT PROPERTIES**

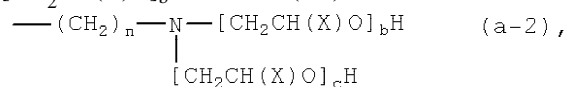
(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to use of alkoxyated amines to treat wood in order to improve water-repellent properties of wood or reduce the amount of water absorbed by wood. Treatment is carried out with alkoxyated amines of formula



where R^1 denotes C_{8-20} -alkyl; R^2 denotes -
 $[CH_2CH(X)O]_bH$ (a-1) or



n is an integer from 1 to 4; each of a , b and c independently denotes an integer ranging from 1 to 20; each X is independently selected from a group comprising hydrogen, methyl, ethyl and phenyl. Alkoxyated amines of formula (I), particularly N,N',N' -tris(2-hydroxyethyl)- N -cocoalkyl-1,3-diaminopropane or N,N',N' -tris(2-hydroxyethyl)- N -tall alkyl-1,3-diaminopropane can be used in the composition for treating wood in amount of 0.1-90 wt %.

EFFECT: use of alkoxyated amines of formula (I) to treat wood improves water-repellent properties of wood and reduces the amount of water absorbed by wood.

10 cl, 2 tbl

Настоящее изобретение относится к применению алкоксилированных аминов для обработки древесины и других целлюлозных материалов, чтобы усилить их водоотталкивающие свойства и уменьшить поглощение воды при контакте обработанной древесины или других целлюлозных материалов с водой.

Сразу после спиливания деревьев древесина начинает гнить в результате поражения грибами. Одним из наиболее успешных путей защиты древесины от гниения является пропитка древесины посредством обработки под давлением с использованием антисептика для древесины на водной основе. Такая обработка может быть осуществлена более эффективно за счет введения в процесс обработки добавок, которые улучшают устойчивость обрабатываемой древесины к деформации за счет придания высокой степени водоотталкивающей способности.

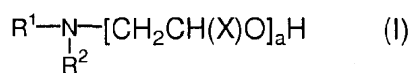
Цель обработки древесины водоотталкивающим средством заключается в уменьшении смачиваемости поверхности древесины, для того чтобы жидкая вода не образовывала адгезивный слой и чтобы уменьшить абсорбцию жидкой воды. Такое предотвращение абсорбции жидкой воды обеспечивает определенную степень устойчивости к деформациям и предотвращает стремительное разбухание и усушку древесины во время смачивания и сушки, а также эффективно уменьшает степень механического разрушения, образование трещин на поверхности и растрескивание обработанной древесины во время исходной сушки или во время эксплуатации. Естественное сродство древесины к воде уменьшают путем обработки водоотталкивающими средствами, таким образом минимизируя расщепление древесины, растрескивание торцов и поднятие волокон, что приводит к увеличению срока службы древесины и качества ее окончательной обработки.

Можно получить водоотталкивающую древесину посредством ее обработки растворами смол, составами для покрытия, содержащими латекс, или парафиновыми эмульсиями или углеводородными эмульсиями, содержащими поверхностно-активные вещества.

Алкоксилированные амины общей формулы (I), также известные как этомины и этодуомины, являются катионогенными поверхностно-активными веществами, используемыми для многочисленных применений, таких как производство вискозы, пищевых добавок, применение добавок в сельском хозяйстве, очистка, флотационные реагенты в горной промышленности, эмульгаторы и усилители адгезии для битума и агенты против слипания удобрений. В WO-96/10332, WO-03/065807 и EP-1273233 описаны такие алкоксилированные амины для усиления фунгицидной активности катионов меди, триазолов и оксатиазинов, соответственно.

В настоящее время обнаружено, что алкоксилированные амины формулы (I) могут быть использованы в качестве водоотталкивающих средств для пропитки древесины и улучшения ее водоотталкивающей способности и уменьшения поглощения воды при контакте обработанной древесины с водой.

Алкоксилированные амины формулы (I) имеют следующую общую формулу

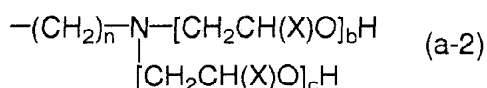


где R^1 означает C_{8-20} -алкил;

R^2 означает



или



п является целым числом от 1 до 4;
каждый из a, b, и c независимо означает целое число, которое может составлять от 1 до 20;

каждый X независимо выбран из группы, состоящей из водорода, метила, этила и фенила.

К группе представляющих интерес соединений формулы (I) относятся соединения формулы (I), в которых каждый из a, b и c независимо означает целое число, которое может составлять от 1 до 6.

Первую конкретную группу алкоксилированных аминов формулы (I) составляют соединения формулы (I), в которых R² означает радикал (a-1).

Вторую конкретную группу алкоксилированных аминов формулы (I) составляют соединения формулы (I), в которых R² означает радикал (a-2).

Более конкретными алкоксилированными аминами формулы (I) являются алкоксилированные амины формулы (I), к которым применимо одно или несколько из следующих ограничений:

а) n является целым числом 2 или 3, предпочтительно n равно 3;

б) X означает водород;

в) R означает C₁₀₋₂₀-алкил, предпочтительно кокосовый алкил или талловый алкил.

Коммерчески доступные алкоксилированные амины формулы (I), в которых R² означает радикал (a-1), приведены в следующей таблице:

Название продукта	Химическое название
Этомин С/12	Бис(2-гидроксиэтил)кокоалкиламин
Этомин С/15	Этоксилированный(5)кокоалкиламин
Этомин С/25	Этоксилированный(15)кокоалкиламин
Этомин О/12	Бис(2-гидроксиэтил)олеиламин
Этомин О/17	Этоксилированный(7)олеиламин
Этомин О/20	Этоксилированный(10)олеиламин
Этомин S/15	Этоксилированный(5)соевый алкиламин
Этомин S/25	Этоксилированный(15)соевый алкиламин
Этомин Т/12	Бис(2-гидроксиэтил)талловый алкиламин
Этомин Т/15	Этоксилированный(5)талловый алкиламин
Этомин Т/25	Этоксилированный(15)талловый алкиламин
Этомин НТ/12	Бис(2-гидроксиэтил)гидрогенизированный талловый алкиламин
Этомин НТ/14	этоксилированный(4) гидрогенизированный талловый алкиламин
Этомин НТ/17	этоксилированный(7) гидрогенизированный талловый алкиламин
Этомин НТ/20	этоксилированный(10) гидрогенизированный талловый алкиламин
Этомин НТ/25	этоксилированный(15) гидрогенизированный талловый алкиламин
Этомин НТ/30	этоксилированный(20) гидрогенизированный талловый алкиламин
Этомин 12/12	Бис(2-гидроксиэтил)додециламин
Этомин 18/12	Бис(2-гидроксиэтил)октадециламин

Коммерчески доступные алкоксилированные амины формулы (I), в которых R² означает радикал (a-2), приведены в следующей таблице:

Название продукта	Химическое название
Проподуомин С13	N,N',N'-трис(2-гидроксипропил)-N-кокоалкил-1,3-диаминопропан
Этодуомин Т11	моно(2-гидроксиэтил)-N-талловый алкил-1,3-диаминопропан

Этодуомин T13	N,N',N'-трис(2-гидроксиэтил)-N-талловый алкил-1,3-диаминопропан
Этодуомин T25	N,N',N'-полиоксиэтилен(15)-N-талловый алкил-1,3-диаминопропан
Этодуомин C13	N,N',N'-трис(2-гидроксиэтил)-N-кокоалкил-1,3-диаминопропан

5 Наиболее предпочтительными алкоксилированными аминами формулы (I) являются N,N',N'-трис(2-гидроксиэтил)-N-кокоалкил-1,3-диаминопропан (= этодуомин T13) и N,N',N'-трис(2-гидроксиэтил)-N-кокоалкил-1,3-диаминопропан (= этодуомин C13).

10 В используемом в данном описании смысле термины «древесина», «древесные материалы» и «изделия из древесины» означают все формы древесины, например твердую древесину (такую как пиломатериалы или пиломатериалы в форме бревен, брусьев, планок, листов и досок), композитные древесные материалы (такие как древесноволокнистая плита, древесно-стружечная плита и фанера) и все изделия, 15 изготовленные из древесины и композитных древесных материалов (такие как лесопильные рамы, террасные доски, сайдинг, наружная облицовка стен, кровельные плитки, столбы и железнодорожные шпалы).

В следующем аспекте изобретения алкоксилированные амины формулы (I) могут быть использованы для улучшения водоотталкивающих свойств различных 20 целлюлозных материалов, таких как бумага и картон.

Алкоксилированные амины формулы (I) используют в форме жидкого раствора для обработки древесины, чтобы улучшить водоотталкивающие свойства древесины или 25 уменьшить поглощение воды при контакте обработанной древесины с водой. Однако алкоксилированные амины формулы (I) также можно наносить на древесину неразбавленными.

Алкоксилированные амины формулы (I) могут быть использованы в форме жидкого состава, который может представлять собой состав, готовый к 30 употреблению, или концентрированный состав, который необходимо разбавлять непосредственно перед применением. Такие жидкие составы содержат алкоксилированные амины формулы (I) в количестве от 0,1 до 90 мас. %.

Подходящие носители для жидких составов, содержащих водоотталкивающие алкоксилированные амины формулы (I), представляют собой любую жидкость, 35 которая не оказывает отрицательного воздействия на алкоксилированные амины формулы (I), например воду, спирты (например, метиловый спирт, этиловый спирт, этиленгликоль, пропиленгликоль, диэтиленгликоль, глицерин, и другие), кетоны (например, ацетон, метилэтилкетон, и т.д.), простые эфиры (например, диоксан, тетрагидрофуран, целлозольв, диметиловый эфир диэтиленгликоля и т.д.), 40 алифатические углеводороды (например, гексан, керосин и т.д.), ароматические углеводороды (например, бензол, толуол, ксилол, лигроин, метилнафталин и т.д.), галогенированные углеводороды (например, хлороформ, четыреххлористый углерод и т.д.), амиды кислот (например, диметилформамид и т.д.), сложные эфиры (например, метилацетат, этилацетат, бутилацетат, сложные эфиры глицерина и жирных кислот и 45 т.д.) и нитрилы (например, ацетонитрил и т.д.). Указанные растворители можно использовать либо по отдельности, либо в виде комбинации двух или более видов.

Носителем для жидких составов также может быть сверхкритический CO₂.

Алкоксилированные амины формулы (I) так же могут быть использованы в 50 качестве водоотталкивающей добавки в составах для обработки древесины, которые используют прежде всего для получения древесины, более устойчивой к поражению бактериями, грибами, плесенью или насекомыми.

Жидкие составы, содержащие алкоксилированные амины формулы (I), могут быть

применимы по отношению к древесине любым способом, например способами обработки погружением, распылением, электростатическим распылением, нанесением покрытия наливом, нанесением покрытия кистью, нанесением покрытия погружением, нанесением покрытия обливанием, нанесением покрытия с помощью валика и способами обработки в вакууме/под давлением, в которых используют разницу в давлении для проникания жидкости.

Экспериментальная часть

Материалы и способы

Обработка древесины

Алкоксилированные амины: этодуомин C/13 (Akzo Nobel), CAS 90367-21-8, этодуомин T/13 (Akzo Nobel), CAS 90367-27-4.

Тестируемые концентрации: 500, 2500 и 12500 мг/литр (ч/млн) в деминерализованной воде, однако этодуомин T/13 в концентрации 12500 ч/млн растворяли в 0,2% 0,1 N HCl (= $2 \cdot 10^{-4}$ M или 7,3 ч/млн).

Растворитель: стерильная деминерализованная вода.

Вид древесины: Шотландская сосна (*Pinus sylvestris*); 556,58 кг/м³.

Размеры древесины: 15 × 25 × 50 мм (объем 18,75 см³, средняя лабораторная сухая масса блоков (n = 110) 10,50 г при стандартном отклонении 0,72).

Обработка: пропитка под давлением: 400 мбар в течение 10 минут; нанесение на поверхность: погружение на 30 секунд.

Контроль: обработка деминерализованной водой или обработка деминерализованной водой с добавлением 0,2% 0,1 N HCl (= $2 \cdot 10^{-4}$ M или 7,3 ч/млн) (только в случае этодуомина T/13 тестируемый раствор 12500 ч/млн).

Повторы: 5

Фиксация: 14 дней

Сушка: 14 дней + 3 дня

Тестирование водоотталкивающих свойств

Способ оценки: увеличение массы в % после погружения в деминерализованную воду на 30 минут при комнатной температуре;

% набухания в тангенциальном направлении, которое измеряют вдоль стороны блоков длиной 25 мм после погружения в деминерализованную воду на 30 минут при комнатной температуре (стандарт AWWA E4-78).

Статистика: Обработки сравнивали с контролями, используя ANOVA с поправкой Даннета для множественных сравнений. В общем, $p = 0,05$, критическое t-значение = 2,72 ($g = 6$, $df = 32$), в результате $\alpha = 0,0105$.

Результат и обсуждение

Таблица 1:

Увеличение массы в % после 30-минутного погружения древесины, обрабатываемой этодуомином C/13 и T/13.

	Контроли		Этодуомин T/13 (ч/млн)			Этодуомин C/13 (ч/млн)		
	Вода	HCl	500	2500	12500	500	2500	12500
Вакуум	44,15	44,67	43,28	22,40	21,61	33,17	23,23	27,97
	46,42	43,60	42,06	20,48	17,35	31,80	38,69	24,79
	49,85	46,99	39,20	25,56	17,52	31,29	23,13	21,22
	46,27	37,93	41,59	32,74	24,13	35,77	32,81	37,78
	47,57	46,69	38,56	25,97	18,93	44,79	27,67	22,00
Средние*	46,85	43,98	40,94	25,43*	19,91*	35,37*	29,10*	26,75*

	Контроли	Этодуомин T/13 (ч/млн)	Этодуомин C/13 (ч/млн)
--	----------	------------------------	------------------------

	Вода	HCl	500	2500	12500	500	2500	12500
Погружение	31,07	37,23	35,53	32,18	17,86	33,11	25,61	17,71
5	33,83	25,32	28,76	31,53	23,41	22,86	28,68	22,04
	28,90	39,15	37,75	34,44	24,45	32,69	31,76	22,83
	43,18	20,68	37,16	26,05	24,46	32,21	27,03	26,99
	31,42	27,59	30,05	39,83	22,12	35,16	17,75	23,08
Средние*	33,68	29,99	33,85	32,81	22,46*	31,21	26,17	22,53*

Средние, указанные *, значимо отличаются (P = 0,05) от контроля.

10 После вакуумной пропитки среднее увеличение массы в % за счет поглощения воды обработанными блоками значимо ниже, чем в контролях (уровень 5%) в случае всех тестируемых концентраций этодуомина С/13, и для 2500 и 12500 ч/млн этодуомина Т/13.

15 После погружения среднее увеличение массы в % за счет поглощения воды обработанными блоками значимо ниже, чем в контролях (уровень 5%) в случае 12500 ч/млн этодуомина С/13 и Т/13.

20 Таблица 2:
Набухание в тангенциальном направлении в % после 30-минутного погружения древесины, обрабатываемой этодуомином С/13 и Т/13.

	Контроли		Этодуомин Т/13 (ч/млн)			Этодуомин С/13 (ч/млн)		
	Вода	HCl	500	2500	12500	500	2500	12500
Вакуум	3,76	3,16	3,29	0,84	1,80	2,50	0,92	2,92
25	4,08	3,55	3,05	2,00	1,21	2,72	3,72	1,43
	3,63	2,83	3,81	2,53	1,52	1,39	1,93	2,22
	4,76	3,48	3,68	2,51	1,40	1,98	2,56	3,12
	4,80	3,44	2,90	1,36	1,56	3,30	1,28	0,48
Средние*	4,21	3,29	3,35*	1,85*	1,50*	2,38*	2,08*	2,03*
	Контроли		Этодуомин Т/13 (ч/млн)			Этодуомин С/13 (ч/млн)		
	Вода	HCl	500	2500	12500	500	2500	12500
Погружение	2,64	1,97	2,08	2,02	0,80	1,45	1,20	1,58
30	2,21	1,40	2,40	1,52	1,17	0,56	1,41	1,21
	1,81	1,81	1,93	2,38	0,97	2,10	1,52	1,20
	3,66	0,89	1,93	0,68	0,79	1,40	1,68	1,46
	1,80	1,45	1,41	2,46	0,88	1,96	1,08	0,84
Средние*	2,42	1,50	1,95	1,81	0,92*	1,49	1,38	1,26*

35 Средние, указанные *, значимо отличаются (P = 0,05) от контроля.

40 После вакуумной пропитки среднее набухание в тангенциальном направлении в % в результате поглощения воды обработанными блоками значимо ниже, чем в контролях (уровень 5%) в случае всех тестируемых концентраций этодуомина С/13 и Т/13.

45 После погружения среднее набухание в тангенциальном направлении в % в результате поглощения воды обработанными блоками значимо ниже, чем в контролях (уровень 5%) в случае 12500 ч/млн этодуомина С/13 и Т/13.

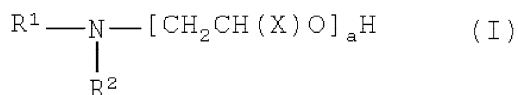
Заключение

45 Вакуумная пропитка сосны алкоксилированными аминами этодуомином С/13 и Т/13 значимо уменьшает поглощение воды обработанной древесиной даже при относительно низких концентрациях аминов.

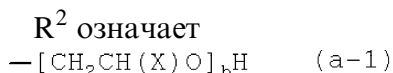
50 Кратковременное погружение древесины сосны в растворы этодуомина дает значимое уменьшение поглощения воды только при использовании высокой концентрации этодуомина С/13 или Т/13.

Формула изобретения

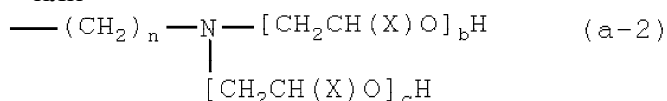
1. Применение алкоксилированных аминов формулы



где R^1 означает C_{8-20} -алкил;



или



n является целым числом от 1 до 4; каждый из a , b и c независимо означает целое число, которое может составлять от 1 до 20; каждый X независимо выбран из группы, состоящей из водорода, метила, этила и фенила; для улучшения водоотталкивающих свойств древесины или уменьшения количества поглощаемой древесиной воды.

2. Применение по п.1, в котором R^2 означает радикал формулы (a-1).

3. Применение по п.1, в котором R^2 означает радикал формулы (a-2).

4. Применение по п.1, в котором алкоксилированным амином формулы (I) является N,N',N' -трис(2-гидроксиэтил)- N -кокоалкил-1,3-диаминопропан.

5. Применение по п.1, в котором алкоксилированным амином формулы (I) является N,N',N' -трис(2-гидроксиэтил)- N -талловый алкил-1,3-диаминопропан.

6. Применение по любому из пп.1-5, в котором древесину обрабатывают составом, содержащим алкоксилированные амины формулы (I) по п.1.

7. Применение по п.6, в котором обработка представляет собой вакуумную обработку или обработку древесины под давлением жидким составом, содержащим алкоксилированные амины формулы (I) по п.1.

8. Применение по п.7, в котором обработка древесины включает погружение, распыление, электростатическое распыление, нанесение покрытия наливом, нанесение покрытия кистью, нанесение покрытия погружением, нанесение покрытия обливанием или нанесение покрытия с помощью валика, с использованием жидкого состава, содержащего алкоксилированные амины формулы (I) по п.1.

9. Применение по п.7, в котором алкоксилированные амины формулы (I) присутствуют в жидком составе в количестве от 0,1 до 90 мас.%.
40

10. Применение по п.8, в котором алкоксилированные амины формулы (I) присутствуют в жидком составе в количестве от 0,1 до 90 мас.%.
45

50