



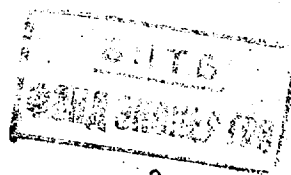
Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -
(22) Заявлено 03.02.77 (21) 2449247/23-05
с присоединением заявки № -
(23) Приоритет -
Опубликовано 25.05.80. Бюллетень № 19
Дата опубликования описания 25.05.80

(11) 735596



(51) М. Кл.²
С 08 В 3/06

(53) УДК 677.464
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

А.Х.Иноятова, Е.И.Беренштейн,
Р.Х.Кайбушева и Б.И.Айходжаев

(71) Заявитель

Институт химии АН Узбекской ССР

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВОДОРАСТВОРИМОЙ АЦЕТИЛЦЕЛЛЮЛОЗЫ

1

Изобретение касается получения производных целлюлозы, в частности получения ацетилцеллюлозы, растворимой в воде, методом прямой этерификации.

Известен способ получения водорастворимой ацетилцеллюлозы активацией целлюлозы ледяной уксусной кислотой с последующим ацетилированием уксусным ангидридом в среде органического растворителя в присутствии серной кислоты в качестве катализатора с последующим омылением полученного триацетата целлюлозы в течение длительного времени [1].

Недостатком такого способа является то, что процесс проводят в две стадии, сначала получают триацетат целлюлозы ($\eta = 300$), затем проводят его глубокий гидролиз до водорастворимой ацетилцеллюлозы ($\eta = 55-85$).

Цель изобретения - сокращение процесса получения водорастворимой ацетилцеллюлозы.

Это достигается тем, что в качестве органического растворителя используют диоксан и ацетилирование проводят при следующем соотношении компонентов (% от веса целлюлозы):

2

Уксусный ангидрид	250-350
Серная кислота	120-160
Диоксан	700-900.

5 Полученные таким образом уксуснокислые эфиры целлюлозы не уступают водорастворимым ацетатам по растворимости в воде, полученным по стандартной методике.

10 Преимуществом данного метода получения ацетилцеллюлозы с $\eta = 55-85$ является сокращение времени получения водорастворимой ацетилцеллюлозы.

Пример 1. 100 г целлюлозы, активированной 100 г ледяной уксусной кислоты, помещают в ацетилятор, куда приливают ацетилирующую смесь, состоящую из 120 г (120%) серной кислоты, 350 г (350%) уксусного ангидрида и 700 г диоксана (от веса целлюлозы). Перед добавлением смесь охлаждают, температура в ацетиляторе не должна превышать 38-40° С. Ацетилирование проводят без дополнительного обогрева в течение 15 мин до окончания реакции этерификации, которая проверяется пробой на "чистоту поля". Затем добавляют 50 г воды и стабилизируют в течение 30 мин. По окончании процесса продукт высаживают в метиленхлорид и хлороформ и от-

30

мывают им ацетат целлюлозы до нейтральной реакции. Затем эфир сушат и анализируют: степень замещения по уксусной кислоте составляет 85 (j). Продукт полностью растворим и из него получают 10%-ные растворы в воде.

Пример 2. 100 г целлюлозы, активированной 100 г ледяной уксусной кислоты, помещают в ацетилятор, куда приливают ацетилирующую смесь, состоящую из 140 г (140%) серной кислоты, 350 г (350%) уксусного ангидрида 800 г диоксана. Перед добавлением смесь охлаждают, температура в ацетиляторе не должна превышать 38-40°С. Ацетилирование проводят без дополнительного обогрева в течение 15 мин до окончания реакции этерификации, которая проверяется пробой на "чистоту поля". Затем добавляют 50 г воды и стабилизируют в течение 30 мин, высаживают в метиленхлорид или хлороформ, промывают до нейтральной реакции, сушат и анализируют. Степень замещения по уксусной кислоте составляет 75 (j). Продукт полностью растворим в воде.

Пример 3. 100 г целлюлозы, активированной 100 г ледяной уксусной кислоты, помещают в ацетилятор, куда приливают ацетилирующую смесь, состоящую из 160 г (160%) серной кислоты, 350 г (350%) уксусного ангидрида и 900 г диоксана (от веса целлюлозы). Перед добавлением смесь охлаждают, температура в ацетиляторе не должна превышать 38-40°С. Ацетилирование проводят без дополнительного обогрева в течение 15 мин до окончания реакции этерификации, которая проверяется пробой на "чистоту поля". Затем добавляют 50 г воды и стабилизируют в течение 30 мин. По окончании процесса продукт высаживают в метиленхлорид или хлороформ, отмывают им ацетат целлюлозы до нейтральной реакции. Затем эфир сушат и анализируют. Степень замещения по уксусной кислоте составляет 60 (j). Продукт полностью растворим в воде.

Пример 4. 100 г целлюлозы, активированной 100 г ледяной уксусной кислоты, помещают в ацетилятор, куда приливают ацетилирующую смесь, состоящую из 140 г (140%) серной кислоты, 300 г (300%) уксусного ангидрида и 900 г диоксана (от веса целлюлозы). Перед добавлением смесь охлаждают, температура в ацетиляторе не должна превышать 38-40°С. Ацетилирование проводят без дополнительного обогрева в течение 20 мин до окончания реакции этерификации, которая проверяется пробой на "чистоту поля". Затем добавляют 50 г воды и стабилизируют в течение 30 мин. По окончании процесса продукт высаживают в метиленхлорид или хлороформ, промывают до нейтральной реакции,

сушат и анализируют. Степень замещения по уксусной кислоте составляет 75 (j). Продукт полностью растворим в воде.

Пример 5. 100 г целлюлозы, активированной 100 г ледяной уксусной кислоты, помещают в ацетилятор, куда приливают ацетилирующую смесь, состоящую из 160 г (160%) серной кислоты, 300 г (300%) уксусного ангидрида и 900 г диоксана (от веса целлюлозы). Перед добавлением смесь охлаждают, температура в ацетиляторе не должна превышать 38-40°С. Ацетилирование проводят без дополнительного обогрева в течение 20 мин до окончания реакции этерификации, которая проверяется пробой на "чистоту поля". Затем добавляют 50 г воды и стабилизируют в течение 30 мин. По окончании процесса продукт высаживают в метиленхлорид или хлороформ, промывают до нейтральной реакции, сушат и анализируют. Степень замещения по уксусной кислоте составляет 70 (j). Продукт полностью растворим в воде.

Пример 6. 100 г целлюлозы, активированной 100 г ледяной уксусной кислоты, помещают в ацетилятор, куда приливают ацетилирующую смесь, состоящую из 140 г (140%) серной кислоты, 250 г (250%) уксусного ангидрида и 900 г диоксана (от веса целлюлозы).

Перед добавлением смесь охлаждают, температура в ацетиляторе не должна превышать 38-40°С. Ацетилирование проводят без дополнительного обогрева в течение 25 мин до окончания реакции этерификации, которая проверяется пробой на "чистоту поля". Затем добавляют 50 г воды и стабилизируют в течение 30 мин. По окончании процесса продукт высаживают в метиленхлорид или хлороформ, сушат и анализируют.

Степень замещения по уксусной кислоте составляет 70 (j). Продукт полностью растворим в воде.

Пример 7. 100 г целлюлозы, активированной 100 г ледяной уксусной кислоты, помещают в ацетилятор, куда приливают ацетилирующую смесь, состоящую из 160 г (160%) серной кислоты, 250 г (250%) уксусного ангидрида и 900 г диоксана (от веса целлюлозы). Перед добавлением смесь охлаждают, температура в ацетиляторе не должна превышать 38-40°С. Ацетилирование проводят без дополнительного обогрева в течение 30 мин. Затем добавляют 50 г воды и стабилизируют в течение 30 мин. По окончании процесса продукт высаживают в метиленхлорид или хлороформ, промывают до нейтральной реакции, сушат и анализируют. Степень замещения по уксус-

ной кислоте составляет 60 (р). Продукт полностью растворим в воде.

Эффективность данного метода получения водорастворимых ацетатов целлюлозы позволяет сократить время их получения до 30 мин с использованием стандартного оборудования ацетатных заводов.

Формула изобретения

Способ получения водорастворимой ацетилцеллюлозы активацией целлюлозы ледяной уксусной кислотой с последующим ацетилированием уксусным ангидридом в среде органического

растворителя в присутствии серной кислоты, отличающийся тем, что, с целью сокращения процесса, в качестве органического растворителя используют диоксан и ацетилирование проводят 15-30 мин при следующем соотношении компонентов (% от веса целлюлозы):

Уксусный ангидрид	250-350
Серная кислота	120-160
Диоксан	700-900

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе
 1. Бытенский В.Я., Кузнецова Е.П. Производство эфиров целлюлозы. Л., 1974, с.24-28 (прототип).

Составитель С.Арсентьева

Редактор М.Рогова Техред Н.Ковалева Корректор В.Бутяга

Заказ 2355/17 Тираж 549 Подписное

ЦНИИПИ 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