



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2016150490, 21.12.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
21.12.2016Дата регистрации:  
22.08.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.12.2016

(45) Опубликовано: 22.08.2017 Бюл. № 24

Адрес для переписки:

119991, Москва, Ленинский просп., 65, корп. 1,  
РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина,  
отдел защиты интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Масютин Яков Андреевич (RU),  
Литвин Артем Андреевич (RU),  
Новиков Андрей Александрович (RU),  
Котелев Михаил Сергеевич (RU),  
Тиунов Иван Александрович (RU),  
Аникушин Борис Михайлович (RU),  
Петрова Дарья Андреевна (RU),  
Гущин Павел Александрович (RU),  
Иванов Евгений Владимирович (RU),  
Винокуров Владимир Арнольдович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Российский государственный  
университет нефти и газа (национальный  
исследовательский университет) имени И.М.  
Губкина" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: Маслютин Я.А."Синтез и  
исследование энергонасыщенных  
фурановых соединений на базе  
возобновляемого растительного сырья"  
Автореферат дис. кхн., 1915, с.16. KR  
1020130000148 A, 02.01.2013. US 0008871957  
B2, 28.10.2014.

## (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФУРАНОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ УГЛЕВОДОВ, ЦЕЛЛЮЛОЗЫ ИЛИ ЛИГНОЦЕЛЛЮЛОЗНОГО СЫРЬЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области получения жидких органических веществ из лигноцеллюлозного сырья и углеводов, а именно к способу получения фурановых соединений, заключающемуся в том, что углеводы, целлюлозу или предобработанное с помощью гамма-облучения и/или окисления лигноцеллюлозное сырье смешивают с растворителем - ионной жидкостью или смесью ионных жидкостей и катализатором, в качестве которого используют кислоты Льюиса и кислоты Бренстеда. В качестве кислот Льюиса используют предпочтительно хлориды переходных металлов или их смеси с

хлоридом лития, в частности хлорид хрома(III), эквимолярная смесь хлорида хрома(III) и хлорида лития, комплекс хлорида алюминия с основанием Шиффа, эквимолярная смесь хлорида хрома(III) с хлоридом лития. В качестве кислот Бренстеда предпочтительно используют гетерополикислоты или их комплексы с основаниями Шиффа, в частности фосфорновольфрамовую кислоту, комплекс фосфорновольфрамовой кислоты с основанием Шиффа. Полученную реакционную смесь направляют в реакционный аппарат тонкопленочной перегонки, в котором поддерживают температуру поверхности нагрева

в диапазоне 110-150°C, температуру поверхности охлаждения в диапазоне минус 20 - минус 50°C, а давление - ниже давления паров продуктов при температуре поверхности нагрева. Реакционную смесь либо наносят слоем заданной толщины на поверхность нагрева с помощью пленкообразователей, либо подают самотеком с заданной скоростью на поверхность нагрева, регулируют время пребывания реакционной смеси на поверхности нагрева путем изменения вязкости реакционной смеси. С поверхности охлаждения

отводят сконденсированный целевой продукт, а остаток, состоящий из непрореагировавшего сырья, растворителя и катализатора, отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл на поверхность нагрева. Технический результат заключается в оптимизации технологических параметров, обеспечении одновременного проведения комплекса химических реакций и повышения выхода целевого продукта. 3 з.п. ф-лы, 17 пр.

R U 2 6 2 8 8 0 2 C 1

R U 2 6 2 8 8 0 2 C 1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C07D 307/48* (2006.01)  
*C07D 307/50* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2016150490, 21.12.2016**(24) Effective date for property rights:  
**21.12.2016**Registration date:  
**22.08.2017**

Priority:

(22) Date of filing: **21.12.2016**(45) Date of publication: **22.08.2017** Bull. № 24

Mail address:

119991, Moskva, Leninskij prosp., 65, korp. 1, RGU  
nefti i gaza (NIU) imeni I.M. Gubkina, otdel  
zashchity intellektualnoj sobstvennosti

(72) Inventor(s):

**Masyutin Yakov Andreevich (RU),  
Litvin Artem Andreevich (RU),  
Novikov Andrej Aleksandrovich (RU),  
Kotelev Mikhail Sergeevich (RU),  
Tiunov Ivan Aleksandrovich (RU),  
Anikushin Boris Mikhajlovich (RU),  
Petrova Darya Andreevna (RU),  
Gushchin Pavel Aleksandrovich (RU),  
Ivanov Evgenij Vladimirovich (RU),  
Vinokurov Vladimir Arnoldovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniya "Rossijskij gosudarstvennyj  
universitet nefti i gaza (natsionalnyj  
issledovatel'skij universitet) imeni I.M. Gubkina"  
(RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING FURANOUS COMPOUNDS FROM CARBOHYDRATES, CELLULOSE OR LIGNOCELLULOSIC RAW MATERIALS**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: carbohydrates, cellulose or gamma-irradiated and/or oxidized lignocellulosic raw materials are mixed with a solvent-ionic liquid or a mixture of ionic liquids and a catalyst, which uses Lewis acids and Bronsted acids. As Lewis acids, preferably transition metal chlorides or mixtures thereof with lithium chloride, in particular, chromium (III) chloride, equimolar mixture of chromium (III) chloride and lithium chloride, aluminium chloride complex with the Schiff base, equimolar mixture of chromium (III) chloride with lithium chloride are used. As the Bronsted acids, preferably heteropolyacids or their complexes with Schiff bases, in particular, phosphotungstic acid, phosphotungstic acid complex with Schiff base are used. The resulting reaction mixture is sent to a thin film distillation reactor, in which the temperature of the heating surface is maintained in the range of 110-150°C, the temperature of the cooling surface in the range

minus 20 - minus 50°C, and the pressure - below the vapor pressure of the products at the temperature of the heating surface. The reaction mixture is applied either by a layer of the predetermined thickness to the heating surface by means of film formers or is fed by gravity at the predetermined rate to the heating surface, the residence time of the reaction mixture on the heating surface is regulated by changing the viscosity of the reaction mixture. A condensed target product is withdrawn from the cooling surface and a residue consisting of unreacted feed, solvent and catalyst is removed from the heating surface and recycled to the heating surface.

EFFECT: optimisation of technological parameters, ensuring simultaneous implementation of chemical reaction complex and increasing the yield of the target product.

4 cl, 17 ex

Изобретение относится к области получения жидких органических веществ из лигноцеллюлозного сырья и углеводов, а именно к способам получения фурановых соединений (в частности, фурфурола, 5-гидроксиметилфурфурола и их производных).

Задача получения фурановых соединений осложнена тем, что дегидратация углеводов и деполимеризация исходного сырья проходят в достаточно жестких условиях, при которых ценные продукты (например, фурфурол, 5-гидроксиметилфурфурол) подвергаются осмолению или регидратации с образованием левулиновой кислоты и других побочных продуктов. При проведении процесса получения фурановых соединений периодическим способом без отвода продуктов их выход не превышает 30-40%. В связи с этим приобретает актуальность решение задачи получения фурановых соединений с обеспечением отвода продуктов из реакционной массы по мере их образования, исключив, при этом, такие процессы, как осмоление или регидратация.

Известен ряд способов получения фурановых соединений, например, фурфурола, с использованием классической перегонки.

Так, в способе, описанном в заявке US 2015152074, 2015 фурфурол получают путем взаимодействия исходного водного раствора, содержащего пятичленные сахара и/или шестичленные сахара, с твердым кислотным катализатором с использованием реакционной дистилляции для выделения целевого продукта. В результате достигают высокий выход и высокую конверсию без получения нерастворимых смол в реакционном сосуде. Разложение фурфурола минимизируют за счет небольшого времени его контакта с твердым кислотным катализатором. Увеличение срока службы катализатора достигают за счет его непрерывной промывки стекающим водным раствором.

В способе, изложенном в заявке WO 2013102000, 2013, фурфурол получают аналогично описанному выше за исключением того, что катализатор представляет собой растворимый кислотный катализатор.

Недостаток указанных способов заключается в использовании воды в качестве растворителя, что приводит к снижению выхода фурановых соединений за счет их регидратации, а также исключает возможность получения фурановых соединений из нерастворимого в воде сырья, например, лигноцеллюлозного сырья.

В способе по заявке AU 2011321090, 2011 описан способ получения фурфурола из пентоз и/или водорастворимых пентозанов. На первой стадии описываемый способ включает в себя конверсию пентоз и/или водорастворимых пентозанов в водной среде в фурфурол. На втором этапе водный раствор, содержащий фурфурол, полученный на первой стадии, подают в верхнюю часть дистилляционной колонны. Полученный при этом водный нисходящий поток нагревает колонну в нижней ее части, используя, при этом, по меньшей мере, один ребойлер для получения восходящего потока пара, извлечения воды и фурфурол-содержащего парофазного потока продукта из верхней части указанной колонны. Указанный парофазный поток компримируется и конденсируется на горячей стенке ребойлера в нижней части указанной колонны для получения достаточного количества пара в указанной нижней части колонны для получения вышеупомянутого восходящего потока пара, и извлечения водного раствора, содержащего фурфурол, в качестве конденсата ребойлера.

Недостатком такого способа также является использование воды в качестве растворителя, что приводит к снижению выхода фурановых соединений за счет их регидратации, а также исключает возможность получения фурановых соединений из нерастворимого в воде сырья, например, лигноцеллюлозного сырья.

Известен способ получения фурановых соединений, описанный в статье [Qi X. et al. Catalytic conversion of cellulose into 5-hydroxymethylfurfural in high yields via a two-step process

// Cellulose. - 2011. - Т. 18. - №. 5. - С. 1327-1333.], в котором на первой стадии процесса растворяют целлюлозу в хлориде 1-этил-3-метилимидазолия под действием микроволнового излучения в атмосфере азота, добавляют в раствор сильноокислотную катионообменную смолу и гидролизуют целлюлозу до глюкозы путем постепенного добавления воды. На второй стадии отделяют ионообменную смолу, добавляют хлорид хрома и проводят реакцию получения 5-гидроксиметилфурфурола из глюкозы.

Способ имеет следующие недостатки: многостадийность, что усложняет аппаратное оформление процесса. Кроме того, при осуществлении способа необходимо использовать микроволновое облучение раствора и проводить процесс в атмосфере азота, что также усложняет аппаратное оформление способа и, как следствие, приводит к удорожению процесса получения фурановых соединений в целом.

Из известных технических решений наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ, описанный в диссертации (Масютин, Я.А. Синтез и исследование энергонасыщенных фурановых соединений на базе возобновляемого растительного сырья: дис. ...канд. хим. наук: 05.17.07 / Масютин Яков Андреевич. - М., 2015. - 188 с.), в котором получают фурфурол и 5-гидроксиметилфурфурол из углеводов, целлюлозы и лигноцеллюлозного сырья. Способ проводят следующим образом: в хлориде 1-этил-3-метилимидазолия или системе диметилацетамид-хлорид лития растворяют целлюлозу или опилки сосновые, добавляют катализатор, представляющий собой: а) индивидуальные хлориды переходных металлов ( $\text{CrCl}_3$ ,  $\text{CuCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$ ) или их смеси, в количестве 6% мас. катализатора из расчета на массу сырья, б) хлорид хрома(III) в сочетании с соляной кислотой, в количестве 10-25% мол. и 6-10% мол. соответственно, из расчета на моль глюкозных звеньев в исходном сырье. Далее нагревают реакционную смесь до температуры 100-140°C и выдерживают при этой температуре определенное время. Наилучший выход целевых продуктов (38,3%) наблюдают при температуре 140°C и времени выдержки 20 минут. По окончании процесса, содержимое колбы растворяют в дистиллированной воде, перемешивают в течение 2 минут, фильтруют под вакуумом, отбирают пробу, которую центрифугируют, отделяют от осадка и анализируют выход продуктов методом капиллярного электрофореза. Наибольший средний выход 5-гидроксиметилфурфурола из целлюлозы составляет 38,3%, а из лигноцеллюлозного сырья, например, опилок сосновых - 10,7%, максимальный выход фурфурола из опилок сосновых - 10,7%.

При этом указанному способу свойственен относительно низкий выход целевых продуктов из лигноцеллюлозного сырья и целлюлозы. Кроме того, выделение продукта с помощью добавления воды приводит к высоким затратам на вакуумирование и отгонку воды, что увеличивает число стадий способа, усложняя и удорожая его.

Техническая проблема настоящего изобретения заключается в упрощении способа получения фурановых соединений из углеводов или лигноцеллюлозного сырья с получением высокого выхода целевых продуктов.

Поставленная техническая проблема решается описываемым способом получения фурановых соединений из углеводов, целлюлозы или лигноцеллюлозного сырья, заключающимся в том, что углеводы, целлюлозу или предобработанное с помощью гамма-облучения и/или окисления лигноцеллюлозное сырье смешивают с растворителем - ионной жидкостью - или смесью ионных жидкостей и катализатором, в качестве которого используют кислоты Льюиса и кислоты Бренстеда, нагревают до температуры 110-130°C и направляют в реакционный аппарат тонкоплочной перегонки, в котором температуру поверхности нагрева поддерживают в диапазоне 110-150°C, температуру поверхности охлаждения - в диапазоне минус 20 - минус 50°C, а давление - ниже давления

паров продуктов при температуре поверхности нагрева, при этом реакционную смесь на поверхность нагрева либо наносят слоем заданной толщины с помощью пленкообразователей, либо подают самотеком с заданной скоростью на поверхность нагрева, регулируют время пребывания реакционной смеси на поверхности нагрева  
5 путем изменения вязкости реакционной смеси, с поверхности охлаждения отводят сконденсированный целевой продукт, а остаток, состоящий из непрореагировавшего сырья, растворителя и катализатора, отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл на поверхность нагрева.

Предпочтительно изменение вязкости реакционной смеси осуществляют путем  
10 выбора ионной жидкости или изменения соотношения ионных жидкостей в смеси, а в качестве смеси ионных жидкостей используют смесь солей замещенных имидазолиев.

В качестве кислот Льюиса используют предпочтительно хлориды переходных металлов или их смеси с хлоридом лития, в частности, хлорид хрома(III), эквимольную смесь хлорида хрома(III) и хлорида лития, комплекс хлорида алюминия с основанием  
15 Шиффа, в качестве кислот Бренстеда предпочтительно используют гетерополикислоты или их комплексы с основаниями Шиффа, в частности, фосфорновольфрамовую кислоту, комплекс фосфорновольфрамовой кислоты с основанием Шиффа, эквимольную смесь хлорида хрома(III) с комплексом фосфорновольфрамовой кислоты с основанием Шиффа.

20 Достигаемый технический результат заключается в обеспечении одновременного проведения комплекса химических реакций с выделением целевого продукта за счет оптимизации технологических параметров.

Сущность способа заключается в следующем.

Углеводы, целлюлозу или предобработанное с помощью гамма-облучения и/или  
25 окисления лигноцеллюлозное сырье смешивают с растворителем - ионной жидкостью или смесью ионных жидкостей и катализатором. При этом лигноцеллюлозное сырье (например, солому злаковых культур, древесные опилки) предварительно подвергают радиационной предобработке при поглощенной дозе гамма-облучения от 100 до 300 кГр и/или окислительной предобработке при действии водного раствора пероксида  
30 водорода в присутствии катализатора - коллоидного оксида железа(III).

В качестве ионных жидкостей возможно использовать смесь солей замещенных имидазолиев, в частности, хлориды и ацетаты 1-бутил-3-метилимидазолия и 1-этил-3-метилимидазолия. При использовании смеси ионных жидкостей соотношение между последними подбирают, исходя из оптимальной вязкости получаемого раствора.

35 В описываемом способе в качестве катализатора используют кислоты Льюиса с высокой активностью хлорид-анионов, в качестве которых используют предпочтительно хлориды переходных металлов или их смеси с хлоридом лития, в частности, хлорид хрома(III), эквимольная смесь хлорида хрома(III) и хлорида лития, комплекс хлорида алюминия с основанием Шиффа. Используют также сильные кислоты Бренстеда, не являющихся окислителями по отношению к сахарам, предпочтительно используют  
40 гетерополикислоты или их комплексы с основаниями Шиффа, в частности, фосфорновольфрамовую кислоту, комплекс фосфорновольфрамовой кислоты с основанием Шиффа, эквимольная смесь хлорида хрома(III) и комплекса фосфорновольфрамовой кислоты с основанием Шиффа.

45 При этом в качестве основания Шиффа, предпочтительно, используют продукты реакции фурановых соединений, содержащих, по меньшей мере, одну альдегидную группу, с соединениями, содержащими, по меньшей мере, одну аминогруппу. В качестве соединений, содержащих одну альдегидную группу, предпочтительно, используют

фурфурол или 5-гидроксиметилфурфурол, в качестве соединений, содержащих одну аминогруппу, используют диамины, гидразин или замещенные гидразины. Наиболее предпочтительно в качестве основания Шиффа используют бис(фурфурилиден)гидразин.

5 Полученную реакционную смесь нагревают до 110-130°C и направляют в реакционный аппарат тонкопленочной перегонки, в котором поддерживают температуру поверхности нагрева в диапазоне 110-150°C, температуру поверхности охлаждения в диапазоне минус 20 - минус 50°C, а давление - ниже давления паров продуктов при температуре поверхности нагрева.

10 В описываемом способе возможно использовать реакционный аппарат тонкопленочной перегонки из числа известных в, том числе, описанный, например, в US 8858758, 2014.

Реакционную смесь распределяют по поверхности нагрева. В течение 10-40 минут поддерживают в температуру поверхности нагрева от плюс 110 до плюс 150°C и давление не выше давления паров целевых фурановых соединений (например, фурфурола и 5-15 гидроксиметилфурфурола) при заданной температуре поверхности нагрева для одновременного протекания реакций образования фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола и их выделения в ходе перегонки при пониженном давлении.

При этом реакционную смесь либо наносят слоем заданной толщины на поверхность нагрева с помощью пленкообразователей, либо подают самотеком, регулируя скорость20 подачи реакционной смеси на поверхность нагрева с учетом скорости самопроизвольного удаления реакционной смеси с поверхности нагрева.

Особенностью процесса получения целевых продуктов при использовании в качестве сырья целлюлозы или лигноцеллюлозного сырья является снижение вязкости реакционной смеси по мере протекания реакций образования целевых продуктов.

25 Вязкую реакционную смесь следует наносить на поверхность нагрева достаточно тонким слоем, так как при превышении заданной толщины реакции получения целевых продуктов будут протекать неравномерно по толщине слоя реакционной смеси, приводя к осмолению в слое, прилегающем к поверхности нагрева, до полного протекания реакций в наружном слое. По этим причинам при нанесении вязкой реакционной смеси30 на поверхность нагрева с помощью пленкообразователей толщину слоя реакционной смеси выбирают от 0,5 до 5,0 мм. Для повышения производительности процесса получения целевых продуктов и снижения риска осмоления реакционной смеси толщину слоя реакционной смеси выбирают предпочтительно от 2,0 до 3,0 мм.

При подаче реакционной смеси самотеком на поверхность нагрева выбирают35 скорость подачи реакционной смеси, равную скорости удаления реакционной смеси с поверхности нагрева. При этом следует учитывать, что для маловязких реакционных смесей, которые вообще возможно подавать на поверхность нагрева самотеком, также наблюдается снижение вязкости по мере протекания реакции, и такое снижение вязкости зависит как от типа используемого сырья, так и от условий проведения реакции. В связи40 с этим регулирование скорости подачи реакционной смеси на поверхность нагрева самотеком ведут, измеряя скорость стока реакционной смеси с поверхности нагрева.

Время пребывания реакционной смеси на поверхности нагрева регулируют путем изменения вязкости реакционной смеси.

45 Регулирование вязкости реакционной массы осуществляют, ориентируясь на зависимость вязкости растворов исходного сырья в ионных жидкостях от состава смеси и температуры. В частности, для растворов, содержащих до 3,0% мас. целлюлозы подбирают такое соотношение ионных жидкостей, при котором при температурах выше 100°C полученный раствор обладает вязкостью ниже 0,2 Па·с и может

распределяться по поверхности нагрева самотеком. В случаях, когда по соображениям повышения производительности по фурановым соединениям требуется использование реакционных смесей с более высоким содержанием целлюлозы, осуществляют подбор состава растворителя, при котором вязкость реакционной массы составляет не выше 5,0 Па·с, что позволяет использовать пленкообразователи для принудительного распределения реакционной смеси по поверхности нагрева. По мере протекания реакций деполимеризации целлюлозы и гемицеллюлоз, а также образования целевого продукта, например, фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола из продуктов деполимеризации, вязкость реакционной смеси снижается, обеспечивая тем самым удаление указанной смеси с поверхности нагрева самотеком. Нарушение вышеуказанных технологических параметров приводит к протеканию реакции осмоления фурановых соединений, приводящих к повышению вязкости реакционной смеси и, в конечном итоге, к образованию полимерной пленки на поверхности нагрева, требующей механического удаления.

Скорость подачи сырья на поверхность нагрева регулируют, исходя из скорости стекания пленки реакционной массы. Скорость стекания реакционной массы регулируют предпочтительно в пределах 5-12 см/мин, изменяя вязкость реакционной массы путем подбора соотношения растворителей. Возможно регулировать расстояние между поверхностью нагрева и пленкообразователями, тем самым обеспечивая равномерное распределение сырья и последующее выделение целевых продуктов путем дистилляции при пониженном давлении.

За счет нагрева реакционной смеси в присутствии катализатора происходит образование целевых компонентов, которые испаряются, конденсируются на поверхности охлаждения с температурой от минус 20 до минус 50°C.

Сконденсированный целевой продукт отводят с поверхности охлаждения, а остаток, состоящий из непрореагировавшего сырья, растворителя и катализатора, отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл на поверхность нагрева.

Ниже приведены примеры, иллюстрирующие описываемый способ, но не ограничивающие его.

#### 30 Пример 1

Предобработанное путем гамма-облучения (доза облучения 100 кГр) лигноцеллюлозное сырье (сосновые опилки) смешивают с ионной жидкостью - хлоридом 1-бутил-3-метилимидазолия (далее - [BMIM]Cl) и катализатором (эквимольярной смесью хлорида хрома CrCl<sub>3</sub> и хлорида лития LiCl, далее - CrCl<sub>3</sub>+LiCl) в круглодонной колбе.

35 Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 130°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 15 минут.

Полученную реакционную смесь наносят на поверхность нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 130°C, слоем заданной толщины (2,0-2,5 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 40°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 20 минут при остаточном давлении около 2 мбар. Сконденсированные целевые продукты отбирают с низа устройства, собирают в непрозрачные герметичные стеклянные емкости и хранят под атмосферой аргона. Суммарный выход фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола

составляет 42%.

Остаток, содержащий непрореагировавшее сырье, растворитель и катализатор, отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл на поверхность нагрева.

#### Пример 2

5 Предобработанное путем гамма-облучения (доза облучения 200 кГр) и затем гидропероксидного окисления (дозировка 37% раствора пероксида водорода 2 мл/г сырья, температура 60°C, время предобработки 6 ч) лигноцеллюлозное сырье (сосновые опилки) помещают в круглодонную колбу, добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Cl и ацетата 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM] 10 Ac в соотношении 2:3) и катализатор (CrCl<sub>3</sub>+LiCl). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 120°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного 15 аппарата тонкоплочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 130°C, слоем заданной толщины (2,0-2,5 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует 20 холодный теплоноситель с температурой минус 40°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 15 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола составляет 45%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### 25 Пример 3

Предобработанное путем гамма-облучения (доза облучения 100 кГр) и окисления кислородом воздуха в водной среде лигноцеллюлозное сырье (солома пшеничная) помещают в круглодонную колбу, добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1- 30 бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Cl и ацетата 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Ac в соотношении 3:2, а также катализатор (CrCl<sub>3</sub>+LiCl). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного 35 аппарата тонкоплочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 120°C, слоем заданной толщины (2,0-2,5 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует 40 холодный теплоноситель с температурой минус 50°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола составляет 49%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### 45 Пример 4

Предобработанное путем гидропероксидного окисления лигноцеллюлозное сырье (опилки сосновые) помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-этил-3-

метилимидазолия [EMIM]Cl и ацетата 1-этил-3-метилимидазолия [EMIM]Ac) в соотношении 3:2 и катализатор (CrCl<sub>3</sub>+LiCl). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 130°C, слоем заданной толщины (2,0-2,5 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 40°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 15 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола составляет 47%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### Пример 5

Микрокристаллическую целлюлозу помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Cl и ацетата 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Ac) в соотношении 3:2 и катализатор (CrCl<sub>3</sub>). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 120°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 120°C, слоем заданной толщины (2,5-3,0 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 20°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Выход 5-гидроксиметилфурфурола составляет 54%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### Пример 6

Предобработанное путем гамма-облучения (доза облучения 300 кГр) и гидропероксидного окисления лигноцеллюлозное сырье (сосновые опилки) помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Cl и ацетата 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Ac) в соотношении 2:3 и катализатор (CrCl<sub>3</sub>+LiCl). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 130°C, слоем заданной толщины (2,5-3,0 мм) с помощью

пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 40°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидрокси-метилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидрокси-метилфурфурола составляет 63%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично Примеру 1.

#### Пример 7

Предобработанное путем гамма-облучения (доза облучения 300 кГр) и последующим гидропероксидным окислением (дозировка 37% раствора пероксида водорода 4 мл/г сырья, температура 60°C, время предобработки 6 ч) лигноцеллюлозное сырье (сосновые опилки) помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют ионную жидкость ацетат 1-этил-3-метилимидазолия [EMIM]Ac и катализатор (CrCl<sub>3</sub>+LiCl). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 130°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 15 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 130°C, слоем заданной толщины (2,0-2,5 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси, при этом, протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 40°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидрокси-метилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидрокси-метилфурфурола составляет 61%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### Пример 8

Предобработанное путем гидропероксидного окисления (дозировка 37% раствора пероксида водорода 6 мл/г сырья, температура 60°C, время предобработки 6 ч) лигноцеллюлозное сырье (пшеничная солома) помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-бутил-3-метилимидазолия и ацетата 1-бутил-3-метилимидазолия в соотношении 1:1) и катализатор (CrCl<sub>3</sub>+LiCl). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 120°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 120°C, слоем заданной толщины (2,5-3,0 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 50°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидрокси-метилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидрокси-метилфурфурола составляет 48%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично Примеру 1.

#### Пример 9

Микрокристаллическую целлюлозу помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют ионную жидкость хлорид 1-этил-3-метилимидазолия [EMIM]Cl и катализатор ( $\text{CrCl}_3$ ). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры  $130^\circ\text{C}$  соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 15 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой  $120^\circ\text{C}$ , слоем заданной толщины (2,5-3,0 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус  $20^\circ\text{C}$ , целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Выход 5-гидроксиметилфурфурола составляет 62%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### Пример 10

Предобработанное путем гамма-облучения (доза облучения 300 кГр) лигноцеллюлозное сырье (сосновые опилки) помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-бутил-3-метилимидазолия и ацетата 1-бутил-3-метилимидазолия в соотношении 1:1) и катализатор ( $\text{CrCl}_3 + \text{LiCl}$ ). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры  $120^\circ\text{C}$  соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 15 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой  $130^\circ\text{C}$ , слоем заданной толщины (2,0-2,5 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус  $40^\circ\text{C}$ , целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола составляет 57%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### Пример 11

Предобработанное путем гамма-облучения (доза облучения 300 кГр) лигноцеллюлозное сырье (сосновые опилки) помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-этил-3-метилимидазолия и ацетата 1-этил-3-метилимидазолия в соотношении 3:2) и катализатор (металлорганический комплекс бис-(фурфурилен)-гидразина, представляющего собой основание Шиффа, с хлоридом алюминия  $\text{AlCl}_3$ ). В колбу

помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 130°C, слоем заданной толщины (2,0-2,5 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 40°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола составляет 54%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### 15 Пример 12

Предобработанное путем гамма-облучения (доза облучения 300 кГр) лигноцеллюлозное сырье (сосновые опилки) помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-этил-3-метилимидазолия и ацетата 1-этил-3-метилимидазолия в соотношении 2:3) и катализатор (эквимольярную смесь хлорида хрома(III) и металлорганического комплекса бис-(фурфурилиден)-гидразина, представляющего собой основание Шиффа, и фосфорновольфрамовой кислоты  $H_3PW_{12}O_{40} \cdot 2H_2O$ ). В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 130°C, слоем заданной толщины (2,0-2,5 мм) с помощью пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 40°C, целевых продуктов (фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Суммарный выход фурфурола и 5-гидроксиметилфурфурола составляет 56%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### Пример 13

Предобработанную путем гамма-облучения (доза облучения 300 кГр) микрокристаллическую целлюлозу помещают в реактор смешения, представляющий собой круглодонную колбу, и добавляют смесь ионных жидкостей (хлорида 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Cl и ацетата 1-бутил-3-метилимидазолия [BMIM]Ac в соотношении 1:1) и катализатор - фосфорновольфрамовую кислоту  $H_3PW_{12}O_{40} \cdot 2H_2O$ . В колбу помещают магнитный перемешивающий элемент. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 120°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 150°C, слоем заданной толщины (1,5-2,0 мм) с помощью

пленкообразователей. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 20°C, целевого продукта (5-  
5 гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Выход 5-гидроксиметилфурфурола составляет 46%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### Пример 14

10 Фруктозу смешивают с ионной жидкостью ([BMIM]Cl) и катализатором (CrCl<sub>3</sub>+LiCl) в круглодонной колбе. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

15 Полученную смесь равномерно распределяют самотеком по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 110°C. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует  
20 холодный теплоноситель с температурой минус 20°C, целевого продукта (5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Сконденсированные целевые продукты отбирают с низа устройства, собирают в непрозрачные герметичные стеклянные емкости и хранятся под атмосферой аргона. Выход 5-гидроксиметилфурфурола составляет 74%.

25 Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично Примеру 1.

#### Пример 15

30 Фруктозу смешивают с ионной жидкостью ([BMIM]Cl) и катализатором (фосфорновольфрамовую кислоту H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>·2H<sub>2</sub>O) в круглодонной колбе. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

35 Полученную смесь равномерно распределяют самотеком по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 110°C. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует  
40 холодный теплоноситель с температурой минус 20°C, целевого продукта (5-гидроксиметилфурфурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Сконденсированные целевые продукты отбирают с низа устройства, собирают в непрозрачные герметичные стеклянные емкости и хранят под атмосферой аргона. Выход 5-гидроксиметилфурфурола составляет 55%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично примеру 1.

#### Пример 16

45 Сахарозу смешивают с ионной жидкостью ([BMIM]Cl) и катализатором (металлорганическим комплексом бис-(фурфурилен)-гидразина, представляющего собой основание Шиффа, с хлоридом алюминия AlCl<sub>3</sub>) в круглодонной колбе. Далее

колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют самотеком по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 110°C. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 20°C, целевого продукта (5-гидроксиметилфурфуурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Сконденсированные целевые продукты отбираются с низа устройства, собираются в непрозрачные герметичные стеклянные емкости и хранятся под атмосферой аргона. Выход 5-гидроксиметилфурфуурола составляет 53%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично Примеру 1.

#### Пример 17

Сахарозу смешивают с ионной жидкостью ([BMIM]Cl) и катализатором (эквимольная смесь хлорида хрома(III) и металлорганического комплекса бис-(фурфурилиден)-гидразина, представляющего собой основание Шиффа, и фосфорновольфрамовой кислоты  $H_3PW_{12}O_{40} \cdot 2H_2O$ ) в круглодонной колбе. Далее колбу помещают в предварительно нагретую до температуры 110°C соляную ванну и ведут перемешивание с помощью магнитного устройства с нагревательным элементом в течение 10 минут.

Полученную смесь равномерно распределяют самотеком по поверхности нагрева реакционного аппарата тонкопленочной перегонки, по которой циркулирует горячий теплоноситель с температурой 110°C. В реакционной смеси при этом протекает реакция получения фурановых соединений с одновременным испарением с поверхности нагрева и последующей конденсацией на поверхности охлаждения, по которой циркулирует холодный теплоноситель с температурой минус 20°C, целевого продукта (5-гидроксиметилфурфуурола). Процесс проводят в течение 10 минут при пониженном давлении. Сконденсированные целевые продукты отбирают с низа устройства, собирают в непрозрачные герметичные стеклянные емкости и хранят под атмосферой аргона. Выход 5-гидроксиметилфурфуурола составляет 49%.

Остаток отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл аналогично Примеру 1.

Как следует из приведенных данных, выход фурановых соединений из лигноцеллюлозного сырья возрастает более, чем в 5,5 раз, из целлюлозы - более, чем в 3,5 раза.

Проведение процесса с использованием иных режимных параметров, типов растворителя и иного катализатора, оговоренных выше, приводит к аналогичным результатам. Нарушение вышеописанных условий не приводит к желаемым результатам.

Таким образом, способ согласно изобретения позволяет упростить процесс получения фурановых соединений и повысить выход целевых продуктов.

#### (57) Формула изобретения

1. Способ получения фурановых соединений из углеводов, целлюлозы или лигноцеллюлозного сырья, заключающийся в том, что углеводы, целлюлозу или предобработанное с помощью гамма-облучения и/или окисления лигноцеллюлозное сырье смешивают с растворителем - ионной жидкостью или смесью ионных жидкостей

и катализатором, в качестве которого используют кислоты Льюиса и кислоты Бренстеда, полученную смесь нагревают до 110-130°C и направляют в реакционный аппарат тонкопленочной перегонки, в котором поддерживают температуру поверхности нагрева в диапазоне 110-150°C, температуру поверхности охлаждения в диапазоне минус 20 -  
5 минус 50°C, а давление - ниже давления паров продуктов при температуре поверхности нагрева, при этом реакционную смесь либо наносят слоем заданной толщины на поверхность нагрева с помощью пленкообразователей, либо подают самотеком с заданной скоростью на поверхность нагрева, регулируют время пребывания  
10 реакционной смеси на поверхности нагрева путем изменения вязкости реакционной смеси, с поверхности охлаждения отводят сконденсированный целевой продукт, а остаток, состоящий из непрореагировавшего сырья, растворителя и катализатора, отводят с поверхности нагрева и направляют на рецикл на поверхность нагрева.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что изменение вязкости реакционной смеси осуществляют путем выбора ионной жидкости или изменения соотношения ионных  
15 жидкостей в смеси.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве смеси ионных жидкостей предпочтительно используют смесь солей замещенных имидазолиев.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве кислот Льюиса используют хлориды переходных металлов или их смеси с хлоридом лития, в частности хлорид  
20 хрома(III), эквимольную смесь хлорида хрома(III) и хлорида лития, комплекс хлорида алюминия с основанием Шиффа, в качестве кислот Бренстеда используют гетерополикислоты или их комплексы с основаниями Шиффа, предпочтительно фосфорновольфрамовую кислоту, комплекс фосфорновольфрамовой кислоты с  
основанием Шиффа, эквимольную смесь хлорида хрома(III) с комплексом  
25 фосфорновольфрамовой кислоты с основанием Шиффа.

30

35

40

45