



УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **107226**

(13) **C2**

(51) МПК

C07D 307/46 (2006.01)

C07D 307/36 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки: **а 2012 14197**

(22) Дата подання заявки: **13.12.2012**

(24) Дата, з якої є чинними
права на винахід: **10.12.2014**

(41) Публікація відомостей
про заявку: **10.07.2013, Бюл.№ 13**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **10.12.2014, Бюл.№ 23**

(72) Винахідник(и):

**Головко Леонід Володимирович (UA),
Поважний Володимир Ананійович (UA),
Молодий Дмитро Валерійович (UA),
Ткаченко Тетяна Вікторівна (UA)**

(73) Власник(и):

**ІНСТИТУТ БІООРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ ТА
НАФТОХІМІЇ НАН УКРАЇНИ,
вул. Мурманська, 1, м. Київ-94, 02660 (UA)**

(56) Перелік документів, взятих до уваги
експертизою:
CN 102702144 A, 03.10.2012

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ 5-ГІДРОКСИМЕТИЛФУРФУРОЛУ З ГЛЮКОЗИ

(57) Реферат:

Даний винахід належить до способу одержання 5-гідроксиметилфурфуролу в гідротермальних умовах у водному середовищі в інтервалі температур 140-220 °С з глюкози за відсутності каталізатора. Перевагою цього методу є те, що після видалення 5-гідроксиметилфурфуролу з реакційної суміші вона придатна для подальшої переробки без додаткового очищення та обробки. Зокрема одержано вихід 5-ГМФ із глюкози в водному середовищі при 190 °С на рівні 23 %.

UA 107226 C2

Винахід належить до області органічного синтезу, конкретно до отримання 5-гідроксиметилфурфуролу (5-ГМФ), який застосовують для виробництва присадок (додатків) до моторних палив, для виробництва полімерних матеріалів, харчових продуктів, фармацевтичних препаратів та ін.

5 Основний спосіб отримання 5-ГМФ - це кислотно-каталітична конверсія гексозних вуглеводів (фруктоза, глюкоза та ін), а також гексозвмістних матеріалів [1-5].

Відомо, що 5-ГМФ можна отримувати при дегідратації целюлозних матеріалів при температурах понад 200 °C [6] в присутності сильних мінеральних кислот. Недоліками відомого способу є високі робочі тиски процесу та низький вихід цільового продукту.

10 Відомий метод одержання 5-ГМФ у водному середовищі без каталізатора з целюлози, але ефективність його невисока відносно виходу цільового продукту [7].

Задачею, на вирішення якої спрямовано запропонований винахід є проведення екобезпечного процесу ефективної переробки біомаси.

15 Поставлена задача вирішується тим, що застосовують спосіб одержання 5-гідроксиметилфурфуролу, який відрізняється тим, що процес проводять в гідротермальних умовах у водному середовищі в інтервалі температур 140-220 °C з глюкози за відсутності каталізатора.

20 Суттєва відмінна ознака розробленого способу від відомого способу полягає в тому, що процес проводять за відсутності каталізатора з високим виходом 5-ГМФ та після видалення кінцевого продукту (5-ГМФ) можливо проводити подальшу поглиблену переробку сировини вже з використанням каталітичних чи інших методів.

Спосіб здійснюють наступним чином.

25 Гідротермальний гідроліз глюкози проводять так. У реактор вносять наважку конверсійної речовини і додають дозований об'єм дистильованої води, суміш ретельно перемішують. Реактор герметизують, нагрівають поступово підвищуючи температуру до заданої і витримують зразки протягом певного часу.

30 Продукти реакції аналізують на рідинному хроматографі (Agilent 1100 LC/MSD SL) з ультрафіолетовим детектором і мас-спектрометричним контролем. Перед аналізом із каталізату відбирають аліквати по 0,5 мл. До кожної відібраної порції додають 1 мл метанолу, обробляють ультразвуком протягом 5 хв. Після цього проби центрифугують 15 хв при 4000 об/хв та аналізують верхній шар. Розділення виконують на колонці Rapid Resolution HT Cartige 4,6 × 30 мм, 1,8-Micron, Zorbx SB-C18. Структура 5-ГМФ встановлена за допомогою хроматомас-спектрометрії.

35 Сутність запропонованого способу пояснюється прикладами у порівнянні з одержанням 5-ГМФ з целюлози [7].

Приклад 1.

40 У товстостінну ампулу місткістю 15 мл вносять наважку целюлози масою 0,29 г, додають 8,1 см³ дистильованої води і ретельно перемішують. Герметично запаяну ампулу вміщують в піч, нагрівають за поступового підвищення температури зі швидкістю 2 град/хв до температури 140 °C і витримують при цій температурі протягом 5 год.

У результаті проведеного експерименту отримують 0,000083 г 5-ГМФ, що становить 0,074 мол. %.

Приклад 2.

45 Процес проводять, як у прикладі 1, але реакцію проводять при температурі 190 °C. Вихід цільового продукту становить 0,00344 г (3,011 мол. %).

Приклад 3.

Процес проводять, як у прикладі 1, але реакцію проводять при температурі 220 °C. Вихід цільового продукту становить 0,00538 г (4,724 мол. %).

Приклад 4.

50 Процес проводять, як у прикладі 1, але в ампулу вносять наважку глюкози масою 0,162 г, додають в кожну ампулу по 8,1 см³ дистильованої води і теж ретельно перемішують. Вихід цільового продукту становить 0,00277 г (1,95 мол. %).

Приклад 5.

55 Процес проводять, як у прикладі 1, але в ампулу вносять наважку глюкози масою 0,162 г, додають в кожну ампулу по 8,1 см³ дистильованої води і теж ретельно перемішують. Процес проводять при температурі 160 °C. Вихід цільового продукту становить 0,01935 г (16,75 мол. %).

Приклад 6.

60 Процес проводять, як у прикладі 1, але в ампулу вносять наважку глюкози масою 0,162 г, додають в кожну ампулу по 8,1 см³ дистильованої води і теж ретельно перемішують. Процес проводять при температурі 190 °C. Вихід цільового продукту становить 0,02594 г (23,16 мол. %).

Приклад 7.

Процес проводять, як у прикладі 1, але в ампулу вносять наважку глюкози масою 0,162 г, додають в кожну ампулу по 8,1 см³ дистильованої води і теж ретельно перемішують. Процес проводять при температурі 220 °С. Вихід цільового продукту становить 0,00614 г (5,38 мол. %).

- 5 Таким чином, одержання 5-гідроксиметилфурфуролу проводять в гідротермальних умовах у водному середовищі в інтервалі температур 140-220 °С з глюкози у відсутності каталізаторів. Перевагою цього методу є те, що вихід цільового продукту з глюкози багаторазово перевищує його вихід з целюлози за однакових умов реакції. Після видалення з реакційної суміші 5-гідроксиметилфурфуролу вона придатна для подальшої переробки без додаткового очищення.
- 10 5-Гідроксиметилфурфурол застосовується для виробництва присадок (додатків) до моторних палив, полімерних матеріалів, фармацевтичних препаратів та інш.

Джерела інформації:

1. Brown D.W. et al. Dehydration Reactions of Fructose in Non-Aqueous Media // Journal of Chemical Technology and Biotechnology. - 1982. Vol. 32, No. 10. - P. 920-924.
- 15 2. Chemical Abstracts. - 1982. Vol. 96, No. 11. - P. 576, Abstract No. 85408u.
3. Schraufnagel et al. // Chemical Abstracts. - 1975. - Vol. 82. - P. p. 464, Abstract No. 98278n.
4. Techniques of Chemistry, Organic Solvents, vol. II, 3. Edition, pp. 1-19.
5. Bull. Chem. Soc. Jpn. - 1980. - Vol. 53. - P. 3705-3706.
6. US 2851468 A, 09.09.1958.
- 20 7. CN 102702144 A, 03.10.2012.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

- 25 Спосіб одержання 5-гідроксиметилфурфуролу, який **відрізняється** тим, що процес проводять в гідротермальних умовах у водному середовищі в інтервалі температур 140-220 °С з глюкози за відсутності каталізатора.

Комп'ютерна верстка Л. Литвиненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601