



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **118746** (13) **C2**
(51) МПК (2019.01)

C08B 3/00

C08H 8/00

B27K 5/00

B27K 3/08 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2014 09669	(72) Винахідник(и):	Пол Бернардус Джозеф Марія (GB), Александр Джонатан Філіп (GB), Бонгерс Хендрікус Петрус Марія (GB)
(22) Дата подання заявки:	07.02.2013	(73) Власник(и):	ТІТАН ВУД ЛІМІТЕД, Brettenham House, 19 Lancaster Place, London WC2E 7EN, United Kingdom (GB)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	11.03.2019	(74) Представник:	Олішевич Людмила Анатоліївна, реєстр. №194
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	12154335.9	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	EP1491305, A1, 29.12.2004 WO2009095687, A1, 06.08.2009 EP1491305, A1, 29.12.2004 WO2009095687, A1, 06.08.2009
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	07.02.2012		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	EP		
(41) Публікація відомостей про заявку:	10.10.2014, Бюл.№ 19		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	11.03.2019, Бюл.№ 5		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	РСТ/EP2013/052429, 07.02.2013		

(54) СПОСІБ АЦЕТИЛУВАННЯ ДЕРЕВИНИ ТА АЦЕТИЛЬОВАНА ДЕРЕВИНА

(57) Реферат:

Винахід стосується способу ацетилювання деревини, яка має щільність вищу за 400 кг/м³, зокрема сосни болотної, та ацетильованої деревини, яка отримується таким способом. Описаний процес ацетилювання дозволяє виробляти ацетильовану деревину, яка має вищі рівні ацетилювання, щоб вміст ацетилу становив щонайменше 20 ваг. %. Ацетильована деревина має низький вміст залишку оцтової кислоти, зокрема нижчий ніж 1 ваг. %. Винахід є вкрай корисним для ацетилювання в промислових масштабах шматків цільної деревини, бажано дерев'яних брусків.

UA 118746 C2

Галузь техніки винаходу

Винахід стосується галузі ацетилюваної цільної деревини. Зокрема, винахід стосується області ацетилювання деревних порід середньої та високої щільності, як-то сосна болотна (SYP).

5 Рівень техніки винаходу

Ацетилювання деревини довгий час розглядалось як спосіб покращення стійкості порід з м'якою деревиною, які є недовговічними. Також, воно відоме як спосіб покращення властивостей деревини, як-то міцність та стабільність розмірів.

10 Специфічною проблемою ацетилювання великих шматків деревини в промислових масштабах є т. зв. "поверхнева обробка". Поверхнева обробка представляє собою ацетилювання деревини біля її поверхні, залишаючи внутрішню деревину з менш ефективним ступенем ацетилювання або взагалі без ацетилювання. Деревина, яка ацетилюється у різних ступенях при різній глибині може напряду піддаватись дії вологи, коли ацетилюваний шматок розрізається, профілюється або ріжеться впоперек. Ацетилювана деревина дозволяє волозі 15 проходити всередину та назовні всього поперечного перерізу. У високоацетилюваних частинах волога стикається з захищеними клітинними стінками та не може застосовуватись для сприяння розмноженню грибка. Посилання з рівня техніки, що стосується конкретного підходящого способу уникнення поверхневої обробки є WO 2009/095687.

20 Однак, в процесі реалізації описаного способу на практиці було виявлено, що спосіб є менш придатним для видів деревини, які мають вищу щільність, як-то сосна болотна. В результаті, ацетилювання сосни болотної призводить до більш низького ступеня ацетилювання аніж для сосни промислової.

25 Бажано було б мати можливість ацетилювати види деревини, які мають щільність від середньої до високої, як-то сосна болотна, до більш високого ступеня ацетилювання та низького ступеня залишку оцтової кислоти у спосіб, що здійснює однорідну обробку деревини. На додачу, спосіб має бути економічним та швидким і бути застосовним у промислових масштабах.

Короткий виклад сутності винаходу

З метою якнайкращого задоволення вищевказаних потреб, винахід представляє, з однієї 30 сторони, спосіб ацетилювання деревини, що включає стадії:

(a) занурення у камеру реакційного тиску деревини, яка має вміст вологи менше, ніж 5 ваг. % до ацетилюючої рідини, яка містить оцтовий ангідрид і/або оцтову кислоту при температурі від 10 °C до 120 °C,

(b) підвищення тиску у камері від 2 до 20 бар на період від 1 до 300 хвилин,

(c) видалення надлишкової ацетилюючої рідини з камери,

35 (d) введення до камери інертної рідини, розповсюдження та нагрівання рідини до поки внутрішня температура деревини почне виявляти екзотермічний ефект, контролювання подачі тепла до деревини до поки екзотермічний ефект буде завершений та утримання внутрішньої температури деревини нижче 180 °C,

40 (e) нагрівання циркулюючої рідини до температури від 85 °C до 160 °C протягом часу від 10 до 120 хвилин для запуску другої екзотермічної реакції, контролювання подачі тепла до деревини до поки екзотермічна реакція не буде завершена та утримання внутрішньої температури деревини нижче 180 °C,

(f) видалення циркулюючої рідини шляхом випарювання під вакуумом.

45 З іншого боку, винахід представляє ацетилювану деревину, яка має абсолютно суху щільність вищу, аніж 550 кг/м³, що має вміст ацетилену щонайменше 20 ваг. % та вміст залишку оцтової кислоти менше, ніж 1 ваг. %.

Детальний опис винаходу

50 Винахід у широкому розумінні базується на неочікуваному виявленні того, що породи деревини, які мають щільність від середньої до високої, як-то сосна болотна, можуть бути ацетилювані до високих ступенів ацетилювання, порівнюваними зі ступенями для деревних порід з меншою щільністю, шляхом застосування способу за винаходом, який починається з нижчого вмісту вологи у деревині. Ацетилювана деревина має на додачу низький вміст кислотного залишку та високу компресійну міцність.

55 Без обмеження будь-якою теорією вважається, що це може бути спричинене труднощами у достатньому насичуванні деревної матриці з високою щільністю ацетилюючою рідиною. Нижчий коефіцієнт насичування деревини потім призведе до нижчих ацетилових рівнів кінцевого продукту. На додачу, вважається, що через високу щільність деревної матриці також більш складно видалити ацетилюючу рідину з ацетилюваної деревини. Це призводить до високого рівня залишкової оцтової кислоти у ацетилюваній деревині, надаючи їй характерний запах 60 оцту.

Винахід зокрема стосується ацетилювання деревних порід середньої та високої щільності, як-то тих, що мають щільність в сухому стані вищу за 400 кг/м^3 , більш бажано вищу за 450 кг/м^3 , ще більш бажано вищу за 500 кг/м^3 . У бажаному варіанті виконання винаходу щільність висушеної деревини, яка має пройти обробку, становить в межах від 500 до 750 кг/м^3 .

Конкретним прикладом деревних порід з щільністю від середньої до високої є сосна болотна. Сосна болотна є однією з найбільш тривких та міцних деревин хвойних порід. Назва стосується групи порід дерев, які класифікуються як сосна болотна та походять з південних штатів Америки. Найбільш розповсюджений вид цієї групи включає сосну ладанну, сосну південну, сосну віргінську та сосну карибську. Породи схожі своїми властивостями та поведінкою. Сосна болотна характеризується відносно високою щільністю, зазвичай вищою, ніж 420 кг/м^3 і зазвичай в діапазоні $500\text{--}680 \text{ кг/м}^3$. Щільності стосуються висушених матеріалів. Хоча й винахід є особливо придатним для деревини з відносно високою щільністю, від також може використовуватись для інших деревних порід, наприклад, сосна звичайна і сосна промениста.

Говорячи про "деревину" мається на увазі загалом будь-яка форма, розмір або форма. Бажано, винахід стосується шматків цільної деревини і більш бажано відносно високих шматків, як-то бруси або дошки.

Спосіб ацетилювання згідно з винаходом включає наступні стадії:

(a) занурення до камери реакційного тиску деревини, яка має вміст води менше, ніж 5 ваг. % до ацетилюючої рідини, яка містить оцтовий ангідрид і/або оцтову кислоту при температурі $10^\circ\text{C} - 120^\circ\text{C}$,

(b) підвищення тиску у камері до 2 - 20 бар протягом періоду від 1 до 300 хвилин,

(c) видалення надлишкової ацетилюючої рідини з камери,

(d) введення до камери інертної рідини, циркулювання та нагрівання рідини доки внутрішня температура деревини не почне виявляти екзотермічний ефект, контролювання подавання тепла до деревини до закінчення екзотермічної реакції і підтримання внутрішньої температури деревини нижче 180°C ,

(e) нагрівання циркулюючої деревини до температури від 85°C до 160°C протягом часу 10 - 120 хвилин для ініціювання другої екзотермічної реакції, контролювання подавання тепла до деревини доки екзотермічна реакція не буде завершена та підтримання внутрішньої температури деревини нижче 180°C ,

(f) видалення циркулюючої рідини шляхом випаровування під вакуумом.

Спосіб починається з надавання деревини. Деревина з низьким вмістом води є необхідною для отримання кінцевого продукту гарної якості, тому, в разі необхідності, деревина має бути висушена. Висушена деревина має містити не більше, ніж 5 ваг. %, бажано в межах 1 та 4 ваг. %. Будь-який придатний спосіб висушування деревини може бути використаний, наприклад, методи сушіння у сушильній печі, як-то вакуумна піч, традиційна піч або піч з високою температурою. Способи сушіння розчинником не є бажаними, оскільки вони призводять до того, що висушена деревина може містити залишки розчинника, які мають бути видалені. Вміст води, на який посилаються в цьому описі, вимірюється способом зважування деревини перед способом, наприклад, одразу після процесу сушіння в печі. Такий зразок деревини потім поміщується до температури $103 \pm 2^\circ\text{C}$ згідно норми EN-13183-1 доки різниця в масі між двома послідовними зважуваннями, розділеними інтервалом в 2 години, становила менше, ніж 0,1 %. Це призводить до деревини, яка вважається вислою в печі.

Зазвичай, деревина постачається у вигляді брусків. Даний винахід є вкрай важливим при ацетилюванні шматків деревини в промислових масштабах. Бажано, щоб шматки деревини мали найменший розмір (зазвичай, товщину) вищу, ніж 0,8 см, як-то, наприклад, щонайменше 0,9 см, більш бажано щонайменше 1 см, ще більш бажано щонайменше 1,5 см. Бажано, щоб найменший розмір становив щонайменше 2 см, більш бажано щонайменше 2,5 см та ще більш бажано щонайменше 3 см. У бажаному варіанті виконання винаходу шматки деревини мають вихідну ширину від 2 до 30 см, товщину від 2 до 16 см і довжину від 1,5 до 6 м. Більш бажано, щоб ширина шматків деревини становила від 2 до 10 см, товщина становила від 2 до 10 см, а довжина становила від 1,5 до 4 м. Також переважними є шматки деревини, які мають ширину від 2 до 30 см, ширину від 0,9 до 16 см і довжину від 1,5 до 6 м.

Деревина далі поміщається до придатної камери реакційного тиску або реактору. Будь-який реактор, придатний для ацетилювання деревних шматків, може бути використаний.

На стадії (a) реактор наповнюють ацетилюючою рідиною таким чином занурюючи деревину при температурі від 10°C до 120°C . Занурення деревини бажано здійснюється шляхом використання вакууму, який переважно може бути реалізований першим застосуванням вакууму до деревини у реакційній камері і послідовним введенням ацетилюючої рідини до камери. Для забезпечення високого рівня просочення реактор бажано наповнюється в умовах неперервного

вакууму. Підтримання вакууму під час наповнення є важливим з метою досягнення високого навантаження ацетилюючої рідини у деревині після просочення і як наслідок - для досягнення високої ефективності просочення. Бажано, щоб реактор наповнювався при значенні тиску менше, ніж -0,5 бар н. т., більш бажано менше, ніж -0,7 бар н. т.

5 Ацетилююча рідина включає оцтовий ангідрид і/або оцтову кислоту. Бажано, щоб ацетилююча рідина включала щонайменше 70 об'єм. % оцтового ангідриду. Оцтова кислота бажано наявна у кількості до 30 об'єм. %. Підходяща композиція, наприклад, включає від 80 до 100 об'єм. % оцтового ангідриду і від 0 до 20 об'єм. % оцтової кислоти. Більш бажано, ацетилююча рідина містить від 90 до 99 об'єм. % оцтового ангідриду та від 1 до 10 об'єм. % оцтової кислоти. Бажано, щоб ацетилююча рідина мала температуру від 20 до 120 °C, 35-75C.

10 На стадії (b) тиск у камері збільшується до 2 - 20 бар протягом періоду 1 - 300 хвилин. Ця стадія є особливо корисною при обробці великих шматків деревини з метою повного просочення деревини. Бажано, щоб тиск було підвищено від 10 - 15 бар. Бажаний час просочення становить від 1 до 90 хвилин, що може залежати від розмірів деревини, яка має бути оброблена. Утворення надлишкового тиску може бути зроблене за допомогою азоту, але також і іншими інертними газами, як-то двоокис вуглецю.

На стадії (c) надлишкова ацетилююча рідина видаляється з камери після просочення. Під надлишком розуміється ацетилююча рідина, яка не просочилась до деревини. Вона може бути видалена з камери тиску шляхом використання наявного тиску всередині камери, тобто 20 газоподібного азоту для направлення рідини до камери зберігання або шляхом викачування рідини в той же час утримуючи тиск азоту в камері. Бажано, щоб надлишкова ацетилююча рідина була видалена шляхом створення надлишкового тиску газоподібним азотом.

На стадії (d) та (e) реакційна камера нагрівається до температури ацетилювання і відбувається ацетилювання. Стадія (d) включає введення до камери інертної рідини, циркулювання та нагрівання рідини до поки внутрішня температура деревини почне виявляти екзотермічний ефект, контролювання подачі тепла до деревини до поки екзотермічна реакція не буде завершена та підтримання внутрішньої температури деревини нижче 180 °C. Інертна рідина є рідиною, яка не вступає в реакцію з оцтовим ангідридом або оцтовою кислотою і може зазвичай являти собою газоподібний азот, загоподібним двоокис вуглецю або димовий газ. На цій стадії ацетилююча рідина бажано нагрівається до температури від 60 до 150 °C, більш бажано від 70 до 120 °C протягом часу 10-120 хвилин, бажано 15-60 хвилин. Початок, тривалість та завершення екзотермічної реакції бажано визначається та відслідковується термopарами, розташованими у деревині. У деяких прикладах, інертна рідина, наприклад, азот, може бути частково або повністю насичений оцтовим ангідридом і/або оцтовою кислотою. Це 35 може становити в межах від 20 % до повного насичення (100 %) від об'єму.

Стадія (e) залучає нагрівання циркулюючої рідини до температури від 85 °C до 160 °C протягом періоду від 10 до 120 хвилин, бажано від 15 до 60 хвилин для ініціювання другої екзотермічної реакції, контролювання подачі тепла до деревини до поки екзотермічна реакція не буде завершена, та підтримання внутрішньої температури деревини нижче 180 °C.

40 Під час циркуляції інертної рідини може бути необхідним охолодити циркулюючу рідину для уникнення підвищення внутрішньої температури, що вимірюється термopарами, більше за 180 °C, і бажано не більше 155 °C. Під час другої екзотермічної реакції циркулююча рідина нагрівається до температури від 85 до 160 °C, бажано від 100 до 155 °C протягом часу від 10 до 120 хвилин, бажано від 5 до 60 хвилин. Загалом, вся реакція ацетилювання може тримати 45 приблизно від 0,5 до 5 годин.

На стадії (f), яка також іменується в цьому документі як стадія хімічного відновлення, ацетилююча рідина, яка містить продукти реакції ацетилювання, видаляється з деревини шляхом випаровування під вакуумом. Бажано, щоб невикористаний оцтовий ангідрид і побічні продукти оцтової кислоти конденсувались з циркулюючого газу. Застосування вакууму 50 призводить до охолодження деревини, тому може бути необхідним повторне нагрівання деревини. Бажано, щоб деревина повторно нагрівалась під час застосування вакууму до температури від 120 до 160 °C. Може бути необхідним застосування декількох стадій тиску та повторного нагрівання до отримання бажаного вмісту кислотного залишку.

Після видалення продуктів ацетилювання з деревини, реактор приводиться до атмосферного тиску, що реактор можна було відкрити для вивільнення ацетилюваної 55 деревини.

В описаному способі деревина ацетилюється до вмісту ацетилю щонайменше 20 ваг. % у її геометричному центрі. Стадії просочення та ацетилювання можуть повторюватись з метою подальшого покращення ступеню ацетилювання. Однак, перевагою даного винаходу є те, що 60 високий ступінь ацетилювання деревини може вже бути досягнутий в одному циклі просочення

та ацетилювання, що має значну економічну перевагу у порівнянні з традиційними способами ацетилювання з багаторазовими стадіями.

Спосіб ацетилювання за даним винаходом призводить до ацетильованої деревини з кращими властивостями. Тому, винахід також представляє ацетильовану деревину, яка отримується у спосіб згідно з винаходом. Спосіб є особливо підходящим для деревних шматків, які мають суху щільність вище, ніж 500 кг/м^3 . У особливо переважному варіанті виконання винаходу ацетильована деревина є ацетильованою сосною болотною. Також можуть бути ацетильовані породи з меншою щільністю, наприклад, сосна звичайна та сосна промениста. Після ацетилювання суха щільність деревини є бажано вищою за 550 кг/м^3 , більш бажано - вищою за 580 кг/м^3 і ще більш бажано вищою за 600 кг/м^3 . У переважному варіанті виконання винаходу щільність ацетильованої деревини становить від 550 до 800 кг/м^3 .

Ацетильована деревина, яка отримана вищевказаним способом, має високий ступінь ацетилювання. Зокрема, вона має вміст ацетилу вищий за 20 ваг. % у її геометричному центрі. Бажано, щоб вміст ацетилу становив вище, ніж 21 ваг. %, більш бажано вище, ніж 22 ваг. %, ще більш бажано вище, ніж 23 ваг. % в її геометричному центрі. У переважному варіанті виконання винаходу вміст ацетилу ацетильованої деревини становить від 21 до 26 ваг. % в її геометричному центрі.

Ацетильована деревина згідно з винаходом має також високу однорідність в межах партії і низьке відхилення вмісту ацетилу в межах одного бруска або дошки. Однорідність в межах однієї партії означає відхилення вмісту ацетилу, що виміряне у різних брусках чи дощок з однієї партії. Висока однорідність (або низьке відхилення вмісту ацетилу) відповідає низькій різниці між найвищим і найнижчим виміряним вмістом ацетилу на вагу з однієї партії. У деревині згідно з винаходом ця різниця становить менше, ніж 4 %, бажано, менше ніж 3 ваг. %. Більш бажано, вона становить менше, ніж 2 ваг. %. Відхилення вмісту ацетилу в межах одного бруска становить менше, ніж 3 %, бажано менше, ніж 2 %, більш бажано менше, ніж 1 ваг. %.

З метою визначення вмісту ацетилу в деревині зразки розмелюються на деревні частки. З цих часток видаляються залишкові сліди оцтової кислоти і/або оцтового ангідриду шляхом промивання водою і послідовного сушіння при 103 ± 2 °C протягом 14-24 годин. Після зважування таких висушених зразків ацетилові групи вивільняються з деревини у формі ацетат-іонів шляхом сапоніфікації розчином гідроксиду натрію при підвищеній температурі. Така реакція сапоніфікації триває 4 години з помішуванням кожні 15 хвилин. Ацетат-іони підраховуються за допомогою рідинної хроматографії високого тиску (HPLC), після калібрування такої HPLC стандартними ацетатними розчинами та використання бутирату натрію як внутрішнього стандарту. Це дає пряме вимірювання вмісту ацетилу, що є переважним у порівнянні з загальним коефіцієнтом масової частки (WPG), що часто використовується в інших дослідженнях.

На додачу, ацетильована деревина має перевагу у дуже низькому вмісті залишку оцтової кислоти (RA), що є мірилом залишкової, незв'язаної оцтової кислоти, що міститься в деревині. Оцтова кислота може походити власне з самої деревини, тому RA вимірює і оригінальну оцтову кислоту і оцтову кислоту, що залишилась від реакції ацетилювання. Для визначення кислотного залишку (RA) чітко визначена кількість в 3-5 грами зразку матеріалу струшується у демінералізованій воді протягом 1 години. Після такої стадії екстракції зразки відокремлюються від водної фракції шляхом фільтрації. Потім, така водна фракція титрується відомим розчином гідроксиду натрію (NaOH), використовуючи фенолфталеїн в якості індикатора, з якого можна підрахувати концентрацію кислотного залишку у зразку.

RA ацетильованої деревини становить нижче 1 ваг. %, бажано нижче, ніж 0,9 %, більш бажано нижче, ніж 0,5 ваг. %. Більш бажано, щоб ацетильована деревина містила менше, ніж 0,2 ваг. % кислотного залишку. У переважному варіанті виконання винаходу вміст RA становить від 0,05 до 0,9 ваг. %. Це є перевагою, оскільки ацетильована деревина з низькими рівнями залишку оцтової кислоти не має будь-якого запаху оцту і, більш того, не виявляє корозійних властивостей.

У переважному варіанті виконання винаходу ацетильована деревина згідно з винаходом має суху щільність в межах $550 - 800 \text{ кг/м}^3$, вміст ацетилу щонайменше 20 ваг. % в її геометричному центрі, та вміст залишку оцтової кислоти менше, ніж 1 ваг. %. Більш того, ацетильована деревина має вміст ацетилу щонайменше 22 ваг. % у її геометричному центрі, та вміст кислотного залишку менше, ніж 0,9 ваг. %. Ацетильована деревина має бажано ширину 2 см до 30 см, товщину 2 см - 16 см та довжину від 1,5 м до 6,0 м.

Ацетильована деревина надалі виявляє кращі механічні властивості. Зокрема, сила стиснення покращена до 30 % у порівнянні з неацетильованою деревиною, що проілюстровано у прикладах, наведених нижче. Ацетильована деревина зазвичай має значення сили стиснення

паралельно волокнам в діапазоні 40-60 Н/мм². Показники сили стиснення перпендикулярно волокнам можуть бути отримані в діапазоні 1,90-2,30 Н/мм².

Наразі винахід наведено у наступних прикладах, які не є обмежувальними.

Приклад 1 Ацетилювання сосни болотної

Близько 40 м³ дощок сосни болотної (38 мм х 140 мм х 3000 мм) з середнім вмістом води 2,8 % були розділені вертикально на 15 мм рейки. Деревина була завантажена до камери реакційного тиску з обсягом 150 м³ рідини. Камера оснащена газовим контуром.

Було застосовано вакуум -0,85 бар н. т. Реактор був наповнений ацетилюючою рідиною (95 % оцтовий ангідрид та 5 % оцтова кислота, 60 °С) при утриманні вакууму нижче -0,70 бар н. т., що призвело до занурення кожної дошки. В реакторі було створено надлишковий тиск до 10 бар н. т. протягом 60 хвилин.

Газоподібний азот, насичений оцтовим ангідридом при приблизно 85 °С було використано як нагріваюче середовище для реакції ацетилювання. Під час ацетилювання тиск у газовому контурі підвищився до 2,5 бар н. т. та утримувався в межах 2 та 2,5 бар н. т. Ацетилювання зайняло приблизно 5 годин загалом, включаючи час нагрівання.

Наприкінці періоду ацетилювання більшість невикористаного оцтового ангідриду та побічних продуктів оцтової кислоти були конденсовані з циркулюючого газу. Температура поступово була підвищена до приблизно 130 °С. Дощки були висушені до моменту, коли вони містили менше, ніж 0,50 ваг. % вільних ацетилів (оцтова кислота та оцтовий ангідрид).

Ацетиловий рівень було визначено для 18 зразків деревних дощок. Ацетиловий рівень виявився 22,6 ± 0,8 % (мінімальне значення 21,3 %; максимальне значення 23,9 % в межах партії). Відхилення вмісту ацетилу по одній дошці становило до 2 %. Залишковий ацетил (RA) становив 0,2 ± 0,1 % (мінімальне значення 0,1 %; максимальне значення 0,4 %).

Для порівняння, сосна болотна, ацетильована за прикладом, наданим в WO 2009/095687 з вихідним вмістом води 7 ваг. % призвела до вмісту ацетилу від 17 до 20 ваг. %.

Приклад 2 Міцність при стисненні паралельно та перпендикулярно волокнам

Тести проведені у відповідності до BS 373:1957 (Способи тестування невеликих цільних зразків деревини), де стійкість до стиснення була визначена і а) паралельно поздовжньому волокну, і б) перпендикулярно поздовжньому волокну. У всіх 55 зразках необробленої та ацетильованої сосни болотної згідно з Прикладом 1 були виміряні на зразках розміром 20 х 20 х 60 мм.

Отримані значення відображені в Таблиці 1. Через ацетилювання можна відзначити значний ріст обох властивостей.

Таблиця 1

Властивість	Необроблена	Ацетильована	Різниця
Показник стиснення паралельно текстурі [Н/мм ²]	40,1	52,0	30 %
Показник стиснення перпендикулярно текстурі [Н/мм ²]	1,57	2,06	31 %

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб ацетилювання деревини, який включає стадії:

(а) занурення до камери реакційного тиску деревини, яка має вміст води менше ніж 5 % мас. до ацетилюючого флюїду, який включає оцтовий ангідрид і/або оцтову кислоту при температурі від 10 °С до 120 °С,

(б) підвищення тиску у камері від 2 до 20 бар протягом періоду від 1 до 300 хвилин,

(в) видалення надлишкового ацетилюючого флюїду з камери,

(г) введення до камери інертного флюїду, циркулювання і нагрівання флюїду доки внутрішня температура деревини не почне виявляти екзотермічну реакцію, контролювання подачі тепла до деревини, доки екзотермічна реакція не буде завершена, та підтримання внутрішньої температури деревини нижче 180 °С,

(д) нагрівання циркулюючого флюїду до температури від 85 °С до 160 °С протягом періоду від 10 до 120 хвилин для ініціювання другої екзотермічної реакції, контролювання подачі тепла до деревини, доки екзотермічна реакція не буде завершена, і підтримання внутрішньої температури деревини нижче 180 °С,

(е) видалення циркулюючого флюїду шляхом випаровування під дією вакууму.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що деревина, яка має бути оброблена, має суху щільність вище 400 кг/м^3 і бажано вище за 500 кг/м^3 .
3. Спосіб за п. 1 або 2, який **відрізняється** тим, що деревина є сосною болотною або сосною звичайною.
- 5 4. Спосіб за будь-яким із пп. 1-3, який **відрізняється** тим, що вміст вологи деревини становить від 1 до 4 % мас.
5. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, який **відрізняється** тим, що ацетилюючий флюїд включає від 70 % до 100 об'єм. % оцтового ангідриду і від 0 % до 30 об'єм. % оцтової кислоти.
- 10 6. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, який **відрізняється** тим, що на стадії (а) реактор наповнюється при неперервному вакуумі.
7. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, який **відрізняється** тим, що інертний флюїд на стадії (d) вибирається із газоподібного азоту, газоподібного двоокису вуглецю або димового газу.
- 15 8. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, який **відрізняється** тим, що інертний флюїд нагрівається до температури від 60°C до 150°C на стадії (d).
9. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, який **відрізняється** тим, що інертний флюїд є частково або повністю насичений оцтовим ангідридом і/або оцтовою кислотою.
10. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, який **відрізняється** тим, що деревина ацетилюється до вмісту ацетилу щонайменше 20 % мас. у її геометричному центрі.
- 20 11. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів для ацетилювання деревних шматків, які мають ширину від 2 см до 30 см, товщину від 2 см до 16 см і довжину від 1,5 м до 6,0 м.

Комп'ютерна верстка О. Гергіль

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

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