

**ОКИСЛЕНИЕ ГИДРОЛИЗНОГО ЛИГНИНА**  
*II сообщение*  
**ОКИСЛЕНИЕ ПЯТИОКИСЬЮ ВАНАДИЯ**

Л. А. ПЕРШИНА, В. Н. КУКСИНА, В. П. ВАСИЛЬЕВА

(Представлена кафедрой органической химии)

При окислении серноокислотного гидролизного лигнина в присутствии окислов и гидратов окислов металлов переменной валентности (сообщ. 1) мы пришли к выводу, что пятиокись ванадия значительно (в 2 с лишним раза) увеличивает выход низкомолекулярных веществ, растворимых в эфире.

Целью настоящей работы является выяснение влияния количества пятиокиси ванадия на выход эфирорастворимых веществ.

В литературе имеются указания на то, что при окислении гидролизного и других лигнинов наибольшие выходы эфирорастворимых получаются при применении значительных количеств окислителя [1, 2, 3]. Естественно было предположить, что с увеличением количества  $V_2O_5$  выход эфирорастворимых возрастет.

Был поставлен ряд опытов с различным количеством пятиокиси ванадия от 1 до 180% по отношению к лигнину с 30% едкой щелочи, при гидромодуле 1/10,  $T=180$ ; время 4 часа.

Продукты реакции разделены на растворимые в щелочи, эфире и воде.

Растворимые в эфире вещества представляют собой низкомолекулярные соединения, которые мы разделяли на альдегиды, кислоты и фенолы. Для этого эфирный раствор экстрагировали 10% бисульфитом натрия 2—4 раза. Бисульфитную вытяжку подкисляли  $H_2SO_4$  (1:1) и удаляли  $SO_2$  током углекислого газа, при нагревании на водяной бане в течение 3-х часов. Раствор насыщали хлористым натрием и экстрагировали эфиром 8 раз. Эфирные вытяжки сушили над серноокислым натрием, эфир отгоняли, остаток взвешивали. Для выделения кислой фракции оставшийся после обработки бисульфитом натрия эфирный раствор экстрагировали 8% раствором  $NaHCO_3$  четыре раза, раствор подкисляли серной кислотой и экстрагировали эфиром. Тот же эфирный раствор обрабатывали 5% едким натрием и аналогично выделяли фенолы.

Количество исходных веществ, выход растворимых в щелочи и эфире, а также результаты их анализа приведены в табл. 1.

**Выводы**

1. С увеличением количества пятиокиси ванадия уменьшается выход растворимых в щелочи лигниновых кислот.

Таблица 1

№ пп	Количество V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> в % к лигнину	Продукты реакции						всего	бисульфитная фракция, %	бикарбонатная фракция, %	щелочная фракция, %
		растворимые в щелочи			растворимые в эфире						
		колич. от лигнина, %	%C	%H	из фильтра-та в % от лигнина	из I осадка в % от лигнина	из II осадка в % от лигнина				
1	180,0	—	—	—	3,5	6,2	0	9,7	13,2	—	—
2	90,0	—	—	—	3,3	1,0	0	4,3	10,0	5,0	10,0
3	50,0	61,5	4,97	—	6,0	1,0	0	7,0	17,0	13,5	7,0
4	25,0	10,0	—	—	9,0	4,5	5,3	18,8	8,8	8,8	12,3
5	18,0	15,0	5,97	—	5,0	0,53	10,5	16,03	30,0	16,7	3,3
6	10,0	20,0	4,62	—	3,3	4,5	10,6	18,4	—	—	—
7	7,5	14,7	—	—	4,3	—	—	—	—	—	—
8	5,0	21,3	5,6	—	16,0	3,0	18,3	37,3	3,0	3,5	8,4
9	4,0	30,0	—	—	4,0	2,0	6,7	12,7	4,6	33,0	28,0
10	2,5	36,0	6,3	—	7,0	2,0	6,0	15,0	4,6	—	—
11	1,0	76,0	5,5	—	10,0	0	4,3	14,3	—	—	—
12	без катализа-тора	87,7	—	—	3,3	0	5,0	8,3	8,0	12,0	32,0

2. Наибольший выход эфирорастворимых получается с 5% количеством пятиоксида ванадия от веса лигнина.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. J. A. Pearl, Studies of lignin, J. Am. chem. Soc. 71, 2196, 1949.
  2. А. Д. Григорьев. Сравнительное изучение методов получения ванилина из гидролизного лигнина и древесных опилок хвойных пород, Тр. Уральского политехнического института, сб. 96, 4—7, 1960.
  3. А. Д. Григорьев, З. В. Пушкарева. Получение ванилина из древесных опилок хвойных пород и гидролизного лигнина с помощью окиси меди, Тр. Уральского политехнического института, сб. 96, 8—18, 1960.
-