



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0030773

(51)⁷ C08B 3/06; C08H 8/00; B27K 3/08;
B27K 5/00

(13) B

(21) 1-2014-02961

(22) 07/02/2013

(86) PCT/EP2013/052429 07/02/2013

(87) WO 2013/117641 A1 15/08/2013

(30) 12154335.9 07/02/2012 EP

(45) 25/01/2022 406

(43) 25/11/2014 320A

(73) TITAN WOOD LIMITED (GB)

Royal Albert House, Sheet Street, Windsor SL4 1BE, United Kingdom

(72) POL, Bernardus Jozef Maria (NL); ALEXANDER, Jonathan Philip (GB);
BONGERS, Hendrikus Petrus Maria (NL).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) QUY TRÌNH AXETYL HÓA GỖ VÀ GỖ ĐƯỢC AXETYL HÓA

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình axetyl hóa gỗ có tỷ trọng hơn 400kg/m³, cụ thể là gỗ thông vàng miền Nam và gỗ được axetyl hóa có thể thu được bằng quy trình này. Quy trình axetyl hóa này cho phép sản xuất gỗ được axetyl hóa có các mức axetyl hóa cao hơn, như là hàm lượng axetyl ít nhất là 20% trọng lượng. Gỗ được axetyl hóa cũng có hàm lượng axit axetic dư thấp, cụ thể là thấp hơn 1% trọng lượng. Sáng chế đặc biệt hữu ích để axetyl hóa ở quy mô công nghiệp các tấm gỗ đặc, tốt hơn là các súc gỗ.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực gỗ đặc được axetyl hóa. Cụ thể là, sáng chế đề cập đến axetyl hóa môi trường cho loại gỗ tỷ trọng cao như là gỗ cây thông vàng miền Nam (Southern Yellow Pine-SYP).

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Axetyl hóa gỗ từ lâu đã được công nhận là một quy trình để cải thiện độ bền của các loại gỗ mềm không bền khác. Đồng thời, đã biết đó là quy trình để cải thiện các đặc tính của gỗ, như là độ cứng và tính ổn định về kích thước.

Một vấn đề riêng đối với việc axetyl hóa các tấm gỗ kích thước lớn ở quy mô công nghiệp được gọi là “xử lý kiểu vỏ bọc”. Xử lý kiểu vỏ bọc là việc axetyl hóa gỗ gần bề mặt của nó, còn gỗ ở phía bên trong lại có mức hiệu quả axetyl hóa thấp hoặc hoàn toàn không axetyl hóa. Gỗ được axetyl hóa ở các mức khác nhau ở các độ sâu khác nhau có thể bị phơi ẩm trực tiếp khi miếng gỗ được axetyl hóa được bào, gia công theo đường định hình hoặc cưa. Gỗ được axetyl hóa cho phép ẩm xâm nhập vào và đi ra từ toàn bộ mặt cắt. Ở các phần được axetyl hóa cao, ẩm gặp phải các thành tế bào được bảo vệ và không có tác dụng hỗ trợ cho sự sinh trưởng của nấm. Tài liệu trong lĩnh vực kỹ thuật liên quan đến quy trình đặc biệt thích hợp tránh được việc xử lý kiểu vỏ bọc là WO 2009/095687.

Tuy nhiên, trong khi áp dụng quy trình được nêu ở trên trong thực tế, đã phát hiện ra rằng quy trình này là ít phù hợp đối với các loại gỗ có tỷ trọng cao hơn, như là gỗ thông vàng miền Nam. Kết quả là, việc axetyl hóa gỗ thông vàng miền Nam dẫn đến mức độ axetyl hóa thấp hơn so với thông radiata.

Có nhu cầu mà để có thể axetyl hóa loại gỗ có môi trường tỷ trọng cao như là thông vàng miền Nam tới mức độ axetyl hóa cao và mức độ axit axetic dư thấp, bằng một quy trình xử lý gỗ một cách đồng nhất. Ngoài ra, quy trình này là kinh tế và nhanh và có thể ứng dụng ở quy mô công nghiệp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để giải quyết tốt hơn một hoặc nhiều nhu cầu nêu trên, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất quy trình axetyl hóa gỗ bao gồm các bước:

(a) trong bể phản ứng chịu áp suất ngâm gỗ có độ ẩm thấp hơn 5% trọng lượng trong chất lỏng axetyl hóa chứa anhydrit axetic và/hoặc axit axetic ở nhiệt độ từ 10°C đến 120°C;

(b) tăng áp suất trong bể đến áp suất từ 0,2 đến 2 MPa trong khoảng thời gian từ 1 đến 300 phút;

(c) loại bỏ chất lỏng axetyl hóa dư khỏi bể;

(d) đưa vào bể chất lỏng trơ, tuần hoàn và gia nhiệt chất lỏng đến khi nhiệt độ bên trong của gỗ bắt đầu thể hiện sự tỏa nhiệt, kiểm soát việc cấp nhiệt cho gỗ đến khi sự tỏa nhiệt hoàn thành và duy trì nhiệt độ bên trong của gỗ dưới 180°C;

(e) gia nhiệt chất lỏng tuần hoàn đến nhiệt độ từ 85°C đến 160°C trong khoảng thời gian 10 đến 120 phút để bắt đầu phản ứng tỏa nhiệt thứ hai, kiểm soát việc cấp nhiệt cho gỗ đến khi sự tỏa nhiệt hoàn thành và duy trì nhiệt độ bên trong của gỗ dưới 180°C; và

(f) loại bỏ chất lỏng tuần hoàn bằng bay hơi ở điều kiện chân không.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất gỗ được axetyl hóa có tỷ trọng sấy khô trong lò cao hơn 550kg/m³, có hàm lượng axetyl ít nhất là 20% trọng lượng và hàm lượng axit axetic dư là thấp hơn 1% trọng lượng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế, theo ý nghĩa chung, được dựa trên phát hiện ngoài mong đợi là môi trường đối với loại gỗ tỷ trọng cao như là gỗ thông vàng miền Nam có thể được axetyl hóa tới các mức độ axetyl hóa cao có thể so sánh được với mức độ axetyl hóa cho loại gỗ kém chắc bằng cách áp dụng quy trình của sáng chế mà bắt đầu từ độ ẩm của gỗ thấp hơn. Ngoài ra gỗ được axetyl hóa có hàm lượng axit dư thấp và độ bền nén cao.

Không bị giới hạn bởi bất kỳ lý thuyết nào, người ta cho rằng điều này có thể gây ra những khó khăn trong việc thấm đủ cho hệ nền gỗ có độ chắc cao bằng chất lỏng axetyl hóa. Hiệu quả thấm thấp hơn của gỗ sau đó sẽ dẫn đến các mức

axetyl thấp hơn trong sản phẩm cuối. Ngoài ra, do tỷ trọng cao của hệ nền gỗ, người ta cho rằng cũng khó khăn hơn để loại bỏ chất lỏng axetyl hóa từ gỗ được axetyl hóa. Điều này dẫn đến mức axit axetic dư là cao trong gỗ được axetyl hóa làm cho nó có mùi chua đặc trưng.

Sáng chế đặc biệt nhằm vào việc axetyl hóa môi trường cho loại gỗ tỷ trọng cao, như là có tỷ trọng khô hơn 400kg/m^3 , tốt hơn là cao hơn 450kg/m^3 , tốt hơn nữa là cao hơn 500kg/m^3 . Trong phương án được ưu tiên, tỷ trọng sấy khô trong lò của gỗ được xử lý nằm trong khoảng từ 500 đến 750kg/m^3 .

Ví dụ cụ thể về môi trường cho loại gỗ tỷ trọng cao là thông vàng miền Nam. Thông vàng miền Nam là một trong số các loại gỗ mềm chắc chắn và bền nhất sẵn có. Tên gọi này đề cập đến nhóm các loài được phân loại là thông vàng và khởi đầu từ Miền Nam nước Mỹ. Loài phổ biến nhất của nhóm này bao gồm loài Loblolly, Longleaf, Shortleaf và Slash. Loài này là giống nhau về các đặc tính và động thái. Thông vàng miền Nam khác biệt ở tỷ trọng tương đối cao, thường là cao hơn 420kg/m^3 và điển hình là trong khoảng từ 500 đến 680kg/m^3 . Các tỷ trọng này là nói đến các vật liệu sấy khô trong lò. Mặc dù sáng chế đặc biệt thích hợp cho các gỗ có tỷ trọng tương đối cao, nhưng sáng chế cũng có thể được sử dụng cho loại gỗ khác, ví dụ thông Phần Lan và thông radiata.

Khi được đề cập là “gỗ” thì thường có nghĩa là có bất kỳ kiểu, kích thước hoặc hình dạng nào. Tốt hơn là, sáng chế đề cập đến loại gỗ đặc, và tốt hơn là loại tương đối lớn như là các súc gỗ hoặc các tấm.

Quy trình axetyl hóa theo sáng chế bao gồm các bước dưới đây:

(a) trong bể phản ứng chịu áp suất ngâm gỗ có độ ẩm thấp hơn 5% trọng lượng trong chất lỏng axetyl hóa chứa anhydrit axetic và/hoặc axit axetic ở nhiệt độ từ 10°C đến 120°C ;

(b) tăng áp suất trong bể tới 0,2 đến 2 MPa trong khoảng thời gian 1 đến 300 phút;

(c) loại bỏ chất lỏng axetyl hóa dư từ bể;

(d) đưa vào bể chất lỏng tro, tuần hoàn và gia nhiệt chất lỏng đến khi nhiệt độ bên trong của gỗ bắt đầu thể hiện sự tỏa nhiệt, kiểm soát việc cấp nhiệt cho gỗ đến khi sự tỏa nhiệt hoàn thành và duy trì nhiệt độ bên trong của gỗ dưới 180°C ;

(e) gia nhiệt chất lỏng tuần hoàn đến nhiệt độ từ 85°C đến 160°C trong khoảng thời gian 10 đến 120 phút để bắt đầu phản ứng tỏa nhiệt thứ hai, kiểm soát việc cấp nhiệt cho gỗ đến khi sự tỏa nhiệt hoàn thành và duy trì nhiệt độ bên trong của gỗ dưới 180°C ; và

(f) loại bỏ chất lỏng tuần hoàn nhờ bay hơi ở điều kiện chân không.

Quy trình bắt đầu với việc cung cấp gỗ. Gỗ có độ ẩm thấp cần thiết để thu được sản phẩm cuối có chất lượng tốt, do đó, nếu cần, gỗ nên được sấy. Gỗ được sấy chứa độ ẩm không cao hơn 5% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng 1 và 4% trọng lượng. Bất kỳ quy trình phù hợp nào để sấy gỗ có thể được sử dụng, chẳng hạn, các kỹ thuật sấy bằng lò như là trong lò chân không, trong lò thông thường hoặc trong lò nhiệt độ cao. Các kỹ thuật sấy bằng dung môi không được ưu tiên vì chúng dẫn đến việc gỗ được sấy có thể chứa những lượng nhỏ dung môi mà cần phải được loại bỏ. Độ ẩm được đề cập trong phần mô tả này được đo bằng cách cân gỗ trước quy trình, chẳng hạn trực tiếp sau quy trình sấy lò. Mẫu gỗ sau đó được để ở nhiệt độ từ $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ theo norm EN-13183-1, đến khi chênh lệch về khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp cách nhau một khoảng thời gian 2 giờ là ít hơn 0,1%. Quá trình này cho gỗ được coi như sấy khô trong lò.

Gỗ thường được tạo ra ở dạng các súc gỗ. Sáng chế đặc biệt có giá trị trong việc axetyl hóa loại gỗ có kích thước thương mại. Tốt hơn là, các tấm gỗ có kích thước nhỏ nhất (độ dày thông thường) lớn hơn 0,8cm, chẳng hạn như ít nhất là 0,9cm, tốt hơn ít nhất là 1cm, tốt hơn nữa ít nhất là 1,5cm. Được ưu tiên nếu kích thước nhỏ nhất ít nhất là 2cm, tốt hơn ít nhất là 2,5cm và tốt hơn nữa ít nhất là 3cm. Theo phương án được ưu tiên, các tấm gỗ có bề rộng ban đầu từ 2 đến 30cm, độ dày từ 2 đến 16cm, và độ dài từ 1,5 đến 6 m. Tốt hơn là, bề rộng của tấm gỗ là từ 2 đến 10cm, độ dày là từ 2 đến 10cm, và độ dài là từ 1,5 đến 4 m. Còn tốt hơn là các tấm gỗ có bề rộng từ 2 đến 30cm, độ dày từ 0,9 đến 16cm, và độ dài từ 1,5 đến 6 m.

Gỗ còn được đặt trong bể phản ứng chịu áp suất thích hợp, hoặc tháp phản ứng. Bất kỳ tháp phản ứng nào thích hợp để axetyl hóa các súc gỗ có thể được sử dụng.

Trong bước (a) tháp phản ứng được nạp chất lỏng axetyl hóa, nhờ đó ngâm gỗ, ở nhiệt độ từ 10°C đến 120°C. Ngâm gỗ tốt hơn là được thực hiện bằng cách sử dụng chân không, mà có thể được thực hiện thuận lợi bằng cách cấp chân không đầu tiên cho gỗ trong bể phản ứng, và tiếp sau là đưa chất lỏng axetyl hóa vào bể. Để đảm bảo tải lượng thấm cao, tháp phản ứng tốt hơn là được nạp ở điều kiện chân không liên tục. Duy trì chân không trong khi nạp là quan trọng để đạt được tải lượng cao của chất lỏng axetyl hóa trong gỗ sau khi thấm và, do đó, đạt được hiệu quả thấm cao. Tốt hơn là, tháp phản ứng được nạp ở áp suất thấp hơn -0,5 barg, tốt hơn là ít hơn -0,7 barg.

Chất lỏng axetyl hóa chứa anhydrit axetic và/hoặc axit axetic. Tốt hơn là chất lỏng axetyl hóa chứa anhydrit axetic với lượng ít nhất là 70% thể tích. Axit axetic tốt hơn là có mặt với lượng lên đến 30% thể tích. Hợp phần thích hợp, chẳng hạn, chứa anhydrit axetic với lượng từ 80 đến 100% thể tích và axit axetic với lượng từ 0 đến 20% thể tích. Tốt hơn nữa là chất lỏng axetyl hóa chứa anhydrit axetic với lượng từ 90 đến 99% thể tích và axit axetic với lượng từ 1 đến 10% thể tích. Tốt hơn là chất lỏng axetyl hóa có nhiệt độ từ 20 đến 120°C, 35-75°C.

Trong bước (b), áp suất trong bể được gia tăng từ 0,2 đến 2 MPa trong khoảng thời gian 1 đến 300 phút. Bước này là đặc biệt hữu ích khi xử lý các tấm gỗ lớn, để thấm gỗ hoàn toàn. Tốt hơn là, áp suất được gia tăng 1 đến 1,5 MPa. Thời gian thấm được tốt hơn là từ 1 đến 90 phút có thể phụ thuộc vào các kích thước của gỗ cần được xử lý. Sự điều áp có thể được thực hiện bằng nitơ nhưng cũng có bằng các khí trơ khác, như là carbon dioxit.

Trong bước (c), chất lỏng axetyl hóa dư được loại bỏ khỏi bể sau khi thấm. Dư nghĩa là chất lỏng axetyl hóa không được thấm vào gỗ. Nó có thể được loại bỏ khỏi bể áp suất bằng cách sử dụng áp suất có trong bể, ví dụ khí nitơ, đẩy chất lỏng vào bể lưu trữ, hoặc bằng cách bơm chất lỏng ra ngoài trong khi duy trì

áp suất nitơ trong bể. Tốt hơn là, chất lỏng axetyl hóa dư được loại bỏ bằng cách đẩy bằng áp suất khí nitơ.

Trong các bước (d) và (e), bể phản ứng được gia nhiệt lên đến nhiệt độ axetyl hóa và sự axetyl hóa xảy ra. Bước (d) gồm đưa chất lỏng trở vào bể, tuần hoàn và gia nhiệt chất lỏng đến khi nhiệt độ bên trong của gỗ bắt đầu thể hiện sự tỏa nhiệt, kiểm soát việc cấp nhiệt cho gỗ đến khi sự tỏa nhiệt hoàn thành và duy trì nhiệt độ bên trong của gỗ dưới 180°C . Chất lỏng trở là chất lỏng không phản ứng với anhydrit axetic hoặc axit axetic và cụ thể có thể là nitơ thể khí, carbon dioxide thể khí hoặc khí ông khói. Trong bước này, chất lỏng axetyl hóa tốt hơn là được gia nhiệt đến nhiệt độ từ 60 đến 150°C , tốt hơn là từ 70 đến 120°C , trong khoảng thời gian 10 - 120 phút, tốt hơn là 15 - 60 phút. Sự bắt đầu, thời gian diễn ra và hoàn thành của sự tỏa nhiệt tốt hơn là được theo dõi và được giám sát bằng các cặp nhiệt độ được bố trí trong gỗ. Trong một số trường hợp, chất lỏng trở, ví dụ nitơ, có thể được bão hòa một phần hoặc hoàn toàn với anhydrit axetic và/hoặc axit axetic. Sự bão hòa có thể nằm trong khoảng từ 20% tới bão hòa hoàn toàn (100%) theo thể tích.

Bước (e) gồm gia nhiệt chất lỏng tuần hoàn đến nhiệt độ từ 85°C đến 160°C trong khoảng thời gian từ 10 đến 120 phút, tốt hơn là từ 15 đến 60 phút, để bắt đầu phản ứng tỏa nhiệt thứ hai, kiểm soát việc cấp nhiệt cho gỗ đến khi sự tỏa nhiệt hoàn thành và duy trì nhiệt độ bên trong của gỗ dưới 180°C .

Trong quá trình tuần hoàn của chất lỏng trở, có thể cần làm mát chất lỏng tuần hoàn để tránh nhiệt độ bên trong của gỗ khi được theo dõi bởi các cặp nhiệt độ vượt quá 180°C , và tốt hơn là không vượt quá 155°C . Trong phản ứng tỏa nhiệt thứ hai, chất lỏng tuần hoàn được gia nhiệt đến nhiệt độ từ 85 đến 160°C , tốt hơn là từ 100 đến 155°C , trong khoảng thời gian từ 10 đến 120 phút, tốt hơn là từ 15 đến 60 phút. Nói chung, tổng thời gian của phản ứng axetyl hóa có thể mất xấp xỉ từ $0,5$ đến 5 giờ.

Trong bước (f), cũng được gọi là bước thu hồi hóa học, chất lỏng axetyl hóa chứa các sản phẩm phản ứng của quá trình axetyl hóa được loại bỏ khỏi gỗ bằng cách làm bay hơi ở điều kiện chân không. Tốt hơn là, anhydrit axetic chưa

sử dụng và sản phẩm phụ axit axetic được ngưng tụ từ khí tuần hoàn. Cấp chân không dẫn đến làm mát cho gỗ, do đó có thể cần gia nhiệt lại gỗ. Tốt hơn là, gỗ được gia nhiệt lại trong khi cấp chân không tới nhiệt độ từ 120 đến 160°C. Một số bước điều chỉnh áp suất và gia nhiệt lại có thể được sử dụng đến khi thu được hàm lượng axit dư mong muốn.

Sau khi loại bỏ các sản phẩm axetyl hóa khỏi gỗ, tháp phản ứng được đưa tới áp suất khí quyển sao cho tháp phản ứng có thể được mở ra để lấy gỗ được axetyl hóa.

Theo cách được mô tả, gỗ được axetyl hóa tới hàm lượng axetyl ít nhất là 20% trọng lượng ở tâm hình học của nó. Các bước thẩm và axetyl hóa có thể được lặp lại để cải thiện thêm mức độ axetyl hóa. Tuy nhiên, ưu điểm của sáng chế là ở chỗ mức độ axetyl hóa cao của gỗ có thể đã đạt được trong một chu kỳ thẩm và axetyl hóa, mà có lợi ích kinh tế đáng kể so với các quy trình axetyl hóa nhiều giai đoạn thông thường.

Quy trình axetyl hóa theo sáng chế dẫn đến gỗ được axetyl hóa có các đặc tính tốt hơn. Do đó, sáng chế cũng đề xuất gỗ được axetyl hóa có thể thu được bằng quy trình theo sáng chế. Quy trình này là đặc biệt thích hợp cho các tấm gỗ có tỷ trọng sấy khô trong lò cao hơn 500kg/m³. Theo phương án được đặc biệt ưu tiên, gỗ được axetyl hóa là thông vàng miền Nam được axetyl hóa. Ngoài ra loại gỗ kém chắc có thể được axetyl hóa, ví dụ thông Phần Lan và thông radiata. Sau khi axetyl hóa, tỷ trọng sấy khô trong lò của gỗ tốt hơn là cao hơn 550kg/m³, tốt hơn là cao hơn 580kg/m³ và tốt hơn nữa là cao hơn 600kg/m³. Theo phương án được ưu tiên, tỷ trọng của gỗ được axetyl hóa là từ 550 đến 800kg/m³.

Gỗ được axetyl hóa thu được bằng quy trình nêu trên có mức độ axetyl hóa cao. Cụ thể, nó có hàm lượng axetyl cao hơn 20% trọng lượng ở tâm hình học của nó. Tốt hơn là, hàm lượng axetyl là cao hơn 21% trọng lượng, tốt hơn là, cao hơn 22% trọng lượng, tốt hơn nữa là cao hơn 23% trọng lượng ở tâm hình học của nó. Theo phương án được ưu tiên, hàm lượng axetyl của gỗ được axetyl hóa là từ 21 đến 26 % trọng lượng ở tâm hình học của nó.

Gỗ được axetyl hóa theo sáng chế cũng có độ đồng nhất cao trong mẻ và gradient của hàm lượng axetyl thấp trong một súc gỗ hoặc dạng tấm. Độ đồng nhất trong một mẻ nghĩa là thay đổi về hàm lượng axetyl được đo trong các súc gỗ hoặc các tấm khác nhau trong một mẻ. Độ đồng nhất cao (hoặc thay đổi hàm lượng axetyl ít) tương ứng với chênh lệch thấp giữa hàm lượng axetyl cao nhất và thấp nhất được đo tính theo trọng lượng trong một mẻ. Trong gỗ theo sáng chế, sự khác biệt này là ít hơn 4%, tốt hơn là ít hơn 3% trọng lượng. Tốt hơn là, ít hơn 2% trọng lượng. Gradient của hàm lượng axetyl trong một súc gỗ là ít hơn 3%, tốt hơn là ít hơn 2%, tốt hơn là ít hơn 1% trọng lượng.

Để xác định hàm lượng axetyl của gỗ, các mẫu được nghiền thành các hạt gỗ. Từ các mẫu này, các lượng nhỏ dư axit axetic và/hoặc anhydrit axetic được loại bỏ, bằng cách rửa bằng nước và sau đó sấy ở $103 \pm 2^\circ\text{C}$ trong khoảng thời gian 14-24 giờ. Sau khi cân mẫu được sấy các nhóm axetyl được giải phóng từ gỗ dưới dạng các ion axetat bằng cách xà phòng hóa với dung dịch natri hydroxit ở nhiệt độ cao. Phản ứng xà phòng hóa tiến hành trong 4 giờ, có khuấy mỗi lần 15 phút. Các ion axetat được định lượng bằng sắc ký lỏng áp suất cao (HPLC), sau khi định cỡ HPLC bằng các dung dịch axetat chuẩn và sử dụng natri butyrat làm nội chuẩn. Cách này tạo ra phép đo trực tiếp hàm lượng axetyl được ưu tiên đối với sự tăng phần trăm trọng lượng (weight percentage gain-WPG) chung thường được sử dụng trong các nghiên cứu khác.

Ngoài ra, gỗ được axetyl hóa có hàm lượng axit axetic dư (RA) rất thấp một cách có lợi, mà là một đơn vị đo về axit axetic dư, không liên kết, được chứa trong gỗ. Axit axetic cũng có thể có nguồn gốc từ bản thân gỗ, do đó RA đo cả về axit axetic có ban đầu và axit axetic còn lại từ phản ứng axetyl hóa. Để xác định axit dư (RA) một lượng xác định từ 3 đến 5 gam vật liệu mẫu được lắc trong nước khử khoáng trong 1 giờ. Sau bước chiết này mẫu được tách từ phần chiết nước nhờ lọc. Tiếp sau, phần chiết nước được chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (NaOH) đã biết, sử dụng phenolphthalein làm chất chỉ thị, từ đó nồng độ axit dư của mẫu có thể được tính toán.

RA của gỗ được axetyl hóa là dưới 1% trọng lượng, tốt hơn là dưới 0,9%, tốt hơn là dưới 0,5% trọng lượng. Ưu tiên nhất là, gỗ được axetyl hóa chứa axit dư ít hơn 0,2% trọng lượng. Theo phương án được ưu tiên, hàm lượng RA từ 0,05 đến 0,9 % trọng lượng. Đó là ưu điểm vì gỗ được axetyl hóa có mức axit axetic dư thấp không có bất kỳ mùi chua nào và, hơn nữa, không thể hiện tính chất ăn mòn.

Theo phương án được ưu tiên, gỗ được axetyl hóa theo sáng chế có tỷ trọng sấy khô trong lò giữa 550 và 800 kg/m³, hàm lượng axetyl ít nhất là 20% trọng lượng ở tâm hình học của nó và hàm lượng axit axetic dư là thấp hơn 1% trọng lượng. Tốt hơn là, gỗ được axetyl hóa có hàm lượng axetyl ít nhất là 22% trọng lượng ở tâm hình học của nó và hàm lượng axit dư là thấp hơn 0,9% trọng lượng. Gỗ được axetyl hóa tốt hơn là có bề rộng từ 2cm đến 30cm, độ dày từ 2cm đến 16cm và độ dài từ 1,5 m đến 6,0 m.

Gỗ được axetyl hóa còn thể hiện tính chất cơ học tốt hơn. Cụ thể, độ bền nén được tăng tới 30% so với gỗ không được axetyl hóa được minh họa trong phần các ví dụ dưới đây. Gỗ được axetyl hóa điển hình là có giá trị đặc trưng về độ bền nén song song với thớ trong khoảng 40-60 N/mm². Các giá trị đặc trưng đối với độ bền nén vuông góc với thớ có thể thu được trong khoảng 1,90-2,30 N/mm².

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được minh họa trong các ví dụ nêu dưới đây, các ví dụ này không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ 1: Axetyl hóa gỗ thông vàng miền Nam

Khoảng 40 m³ các tấm gỗ thông vàng miền Nam (38mm x 140 mm x 3000mm) có độ ẩm trung bình là 2,8% được xẻ có móc 15 mm theo chiều thẳng đứng. Gỗ được cho vào bể phản ứng chịu áp suất có dung tích lỏng 150 m³. Bể được trang bị vòng khí.

Chân không được cấp tới -0,85 barg. Tháp phản ứng được nạp chất lỏng axetyl hóa (95% anhydrit axetic và 5% axit axetic, 60°C) trong khi duy trì chân

không dưới -0,70 barg, kết quả là tấm gỗ được ngâm. Tháp phản ứng được nâng áp lên tới 10 barg trong thời gian 60 phút.

Khí nitơ, được bão hòa với anhydrit axetic, ở khoảng 85°C, được sử dụng làm môi trường gia nhiệt cho phản ứng axetyl hóa. Trong khi axetyl hóa áp suất trong vòng khí tăng tới 2,5 barg và được giữ giữa 2 và 2,5 barg. Tổng thời gian axetyl hóa mất khoảng 5 giờ, gồm thời gian gia nhiệt.

Ở cuối giai đoạn axetyl hóa, nhiều anhydrit axetic chưa sử dụng và sản phẩm phụ axit axetic được ngưng tụ từ khí tuần hoàn. Nhiệt độ tăng lên từ từ đến khoảng 130°C. Các tấm được sấy tới điểm chúng được chứa ít hơn 0,50 % trọng lượng các axetyl tự do (axit axetic và anhydrit axetic).

Mức axetyl được xác định đối với 18 tấm mẫu gỗ. Mức axetyl được thấy là $22,6 \pm 0,8\%$ (giá trị nhỏ nhất 21,3%; giá trị lớn nhất 23,9% trong mẻ). Gradient của hàm lượng axetyl trong một tấm gỗ dưới 2%. Axetyl dư (RA) là $0,2 \pm 0,1\%$ (giá trị nhỏ nhất 0,1%; giá trị lớn nhất 0,4%).

Để so sánh, gỗ thông vàng miền Nam được axetyl hóa theo ví dụ được nêu trong WO2009/095687, bắt đầu từ độ ẩm là 7% trọng lượng, thu được hàm lượng axetyl từ 17 đến 20 % trọng lượng.

Ví dụ 2: Độ bền nén song song và vuông góc với thớ

Các thử nghiệm được thực hiện theo BS 373:1957 (Các quy trình thử nghiệm các mảnh gỗ xây dựng nhỏ) nhờ đó độ chịu nén được xác định cả theo a) song song với thớ dọc, và b) vuông góc với thớ dọc. Trong tổng số 55 mẫu SYP không được xử lý và được axetyl hóa theo ví dụ 1 được đo đối với mẫu có kích thước 20 x 20 x 60 mm.

Các giá trị đặc trưng thu được được thể hiện trên bảng 1. Do sự axetyl hóa thấy được sự tăng đáng kể cả hai tính chất.

Bảng 1

Tính chất	Không được xử lý	Được axetyl hóa	Khác biệt
Giá trị đặc trưng nén song song với thớ [N/mm ²]	40,1	52,0	30%
Giá trị đặc trưng nén vuông góc với thớ [N/mm ²]	1,57	2,06	31%

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình axetyl hóa gỗ bao gồm các bước:

(a) trong bể phản ứng chịu áp suất ngâm gỗ có độ ẩm thấp hơn 5% trọng lượng trong chất lỏng axetyl hóa chứa anhydrit axetic và/hoặc axit axetic ở nhiệt độ từ 10°C đến 120°C;

(b) tăng áp suất trong bể tới 0,2 đến 2 MPa (2 đến 20 bar) trong khoảng thời gian 1 đến 300 phút;

(c) loại bỏ chất lỏng axetyl hóa dư khỏi bể;

(d) đưa vào bể chất lỏng tro, tuần hoàn và gia nhiệt chất lỏng đến khi nhiệt độ bên trong của gỗ bắt đầu thể hiện sự tỏa nhiệt, kiểm soát việc cấp nhiệt cho gỗ đến khi sự tỏa nhiệt hoàn thành và duy trì nhiệt độ bên trong của gỗ dưới 180°C;

(e) gia nhiệt chất lỏng tuần hoàn tới nhiệt độ từ 85°C đến 160°C trong khoảng thời gian 10 đến 120 phút để bắt đầu phản ứng tỏa nhiệt thứ hai, kiểm soát việc cấp nhiệt cho gỗ đến khi sự tỏa nhiệt hoàn thành và duy trì nhiệt độ bên trong của gỗ dưới 180°C; và

(f) loại bỏ chất lỏng tuần hoàn nhờ làm bay hơi ở điều kiện chân không, trong đó gỗ cần xử lý có tỷ trọng sấy khô trong lò là trên 420kg/m³.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó gỗ cần được xử lý có tỷ trọng sấy khô trong lò trên 500 kg/m³.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó gỗ là gỗ thông vàng miền Nam hoặc gỗ thông Phần Lan (Lapland pine).

4. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó độ ẩm của gỗ là từ 1 đến 4% trọng lượng.

5. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất lỏng axetyl hóa chứa anhydrit axetic với lượng từ 70% đến 100% thể tích và axit axetic với lượng từ 0% đến 30% thể tích.

6. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trong bước (a) tháp phản ứng được nạp ở điều kiện chân không liên tục.

7. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất lỏng trơ trong bước (d) được lựa chọn từ nitơ thể khí, carbon dioxit thể khí hoặc khí ống khói.
8. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất lỏng trơ được gia nhiệt tới nhiệt độ từ 60°C đến 150°C trong bước (d) trong thời gian từ 10 đến 120 phút.
9. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất lỏng trơ được bão hòa một phần hoặc hoàn toàn với anhydrit axetic và/hoặc axit axetic.
10. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó gỗ được axetyl hóa tới hàm lượng axetyl ít nhất là 20% trọng lượng ở tâm hình học của nó.
11. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, để axetyl hóa các tấm gỗ có bề rộng từ 2cm đến 30cm, độ dày từ 2cm đến 16cm và độ dài từ 1,5m đến 6,0m.
12. Gỗ được axetyl hóa có tỷ trọng sấy khô trong lò từ 550 đến 800kg/m³, có hàm lượng axetyl ít nhất là 20% trọng lượng ở tâm hình học của nó và hàm lượng axit axetic dư là thấp hơn 1% trọng lượng.
13. Gỗ được axetyl hóa theo điểm 12, là gỗ thông vàng miền Nam hoặc gỗ thông Phần Lan (Lapland pine).
14. Gỗ được axetyl hóa theo điểm 12 hoặc 13, có hàm lượng axetyl ít nhất là 22% trọng lượng ở tâm hình học của nó và hàm lượng axit dư là thấp hơn 0,5% trọng lượng.
15. Gỗ được axetyl hóa theo điểm 12 hoặc 13 ở dạng tấm có bề rộng từ 2cm đến 30cm, độ dày từ 2cm đến 16cm và độ dài từ 1,5 m đến 6,0m.