



(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)



1-0035074

(51)⁷ C08B 37/00; C08H 7/00; C08B 37/14

(13) B

(21) 1-2013-00060

(22) 01/06/2011

(86) PCT/EP2011/059020 01/06/2011

(87) WO 2011/154293 A1 15/12/2011

(30) 1054478 08/06/2010 FR

(45) 27/03/2023 420

(43) 25/03/2013 300A

(73) COMPAGNIE INDUSTRIELLE DE LA MATIERE VEGETALE - CIMV (FR)

134-142 Rue Danton, F-92300 Levallois Perret, France

(72) DELMAS, Michel (FR); BENJELLOUN MLAYAH, Bouchra (FR).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ WINCO (WINCO CO., LTD.)

(54) QUY TRÌNH TÁCH LIGNIN VÀ ĐƯỜNG RA KHỎI CHẤT LÔNG CHIẾT

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình tách lignin và đường ra khỏi chất lỏng chiết chứa lignin và đường ở dạng chất khô, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước:

a) cô chất lỏng chiết được để thu được chất lỏng chứa chất khô theo tỷ lệ nằm trong khoảng từ 60 đến 70% trọng lượng;

b) trộn chất lỏng đậm đặc với nước theo phần trọng lượng bằng nhau;

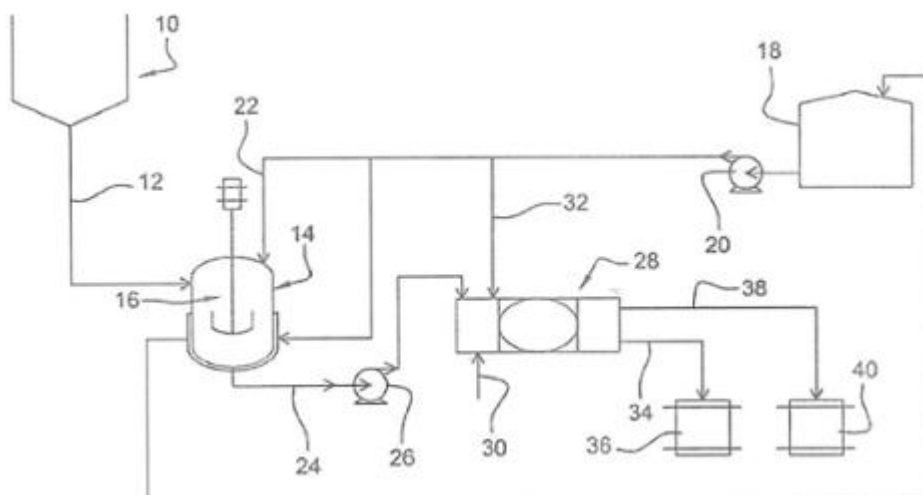
c) khuấy hỗn hợp này để phân tán lignin và thu được huyền phù ổn định của lignin;

d) lọc dung dịch thu được,

trong đó trong quy trình này:

- việc trộn được tiến hành bằng cách cho chất lỏng đậm đặc vào nước;

- nhiệt độ của dung dịch trong quá trình tạo huyền phù nằm trong khoảng từ 50°C đến 60°C.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình tách lignin và đường ra khỏi chất lỏng chiết, chất lỏng này chứa lignin và đường ở dạng chất khô.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cụ thể, sáng chế đề cập đến, nhưng không chỉ giới hạn ở, quy trình tách lignin và đường trong chất lỏng chiết thu được từ quy trình sản xuất bột giấy, lignin, đường và axit axetic và là quy trình đã được mô tả trong Bằng độc quyền sáng chế châu Âu số EP-B1-1 180 171 (hoặc Bằng độc quyền sáng chế Mỹ số US-B1-7 402 224).

Quy trình này, ngoài các quy trình chiết khác, cụ thể là bắt đầu từ nguyên liệu ban đầu là lignoxenluloza, cho phép có thể thu được, ngoài phân đoạn chất rắn tạo ra bột giấy của pha hữu cơ, pha hữu cơ chứa, cụ thể là, các đường monome và polyme và lignin tạo ra từ nguyên liệu thực vật ban đầu trong dung dịch.

Trong trường hợp thu hồi giá trị của tất cả các sản phẩm thu được bằng quy trình này, điều quan trọng là có thể tách lignin ra khỏi đường càng hoàn toàn càng tốt mà không làm giảm chất lượng của lignin.

Điều này cũng được thực hiện để tránh thu được “bột giấy” được tạo bởi lignin có mặt, theo các kỹ thuật đã biết khác nhau, khi “các hạt” lignin “bị dính với nhau” bởi đường.

Cụ thể, các quy trình đã biết khác nhau cho phép có thể thu được lignin bị phân hủy và chứa lưu huỳnh trong công nghiệp (sự có mặt của lưu huỳnh là do quy trình sản xuất).

Lignin loại “Kraft” có liên quan cụ thể.

Quy trình đã biết khác từ tài liệu EP-1686138 là quy trình tách và thu hồi pha lỏng axit/đường từ nguyên liệu ban đầu là lignoxenluloza. Tuy nhiên, quy trình này không thể tách lignin và do đó làm thoái biến chúng, do trong quy trình này, lignin bị kết tụ để tạo ra sản phẩm “dẫn xuất lignophenol” thu được trong quy trình bằng cách thấm ướt nguyên liệu ban đầu bằng cách sử dụng “dẫn xuất phenol”.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế nhằm đề xuất quy trình tách, cụ thể là quy trình có hiệu quả cao trong

môi trường axit, tránh được hiện tượng bất kỳ do sự kết tụ của các hạt lignin, điều này có nghĩa là ngăn ngừa sự tạo thành khối kết tụ chứa lignin và đường.

Nhằm mục đích này, sáng chế đề xuất quy trình tách lignin và đường ra khỏi chất lỏng chiết, được gọi là chất lỏng chiết được, chứa lignin và đường ở dạng chất khô (dry matter: DM), khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước:

- a) cô chất lỏng chiết được, cụ thể là bằng cách làm bay hơi để thu được chất lỏng đậm đặc chứa chất khô theo tỷ lệ nằm trong khoảng từ 60 đến 70% trọng lượng;
 - b) tạo ra dung dịch bằng cách trộn chất lỏng đậm đặc với nước theo phần trọng lượng bằng nhau;
 - c) khuấy hỗn hợp này để tạo ra hệ phân tán của lignin trong hỗn hợp và thu được huyền phù ổn định của lignin trong dung dịch;
 - d) lọc dung dịch chứa lignin dạng huyền phù, cụ thể là bằng cách sử dụng máy ép lọc, để tách lignin trong huyền phù trong dung dịch,
- trong đó trong quy trình này:
- việc trộn được tiến hành bằng cách cho chất lỏng đậm đặc vào nước;
 - nhiệt độ của dung dịch trong quá trình tạo huyền phù nằm trong khoảng từ 50°C đến 60°C.

Do đó, theo sáng chế, việc tách lignin và đường được dựa trên đặc tính kỵ nước của lignin.

Trước khi tách riêng bằng cách lọc, việc tạo huyền phù ổn định của lignin trong môi trường nước được tiến hành.

Ngoài ra, việc tạo huyền phù ổn định cho phép có thể tránh được tất cả các hiện tượng vón cục và làm chẹn hoặc làm tắc các dòng chảy khác nhau cũng như các màng lọc.

Việc tạo huyền phù theo sáng chế trước khi lọc cho phép có thể tách riêng các hạt lignin riêng biệt ra khỏi dung dịch đường và do đó thu được các điều kiện tối ưu để lọc đối với trạng thái vật lý này của huyền phù.

Theo các đặc tính khác của sáng chế:

- việc khuấy dung dịch được tiến hành bằng cách quay;
- sau bước lọc d), vật liệu đã lọc được làm khô để thu được lignin dưới dạng bột, cỡ hạt của bột này nằm trong khoảng từ 20 đến 50 micron;
- chất khô chứa lignin với lượng khoảng 50% trọng lượng, và đường và các sản

phẩm khác với lượng khoảng 50% trọng lượng;

- ở nhiệt độ 50°C, độ nhớt của dung dịch bằng khoảng 0,26 Pa.s và tỷ trọng của dung dịch bằng khoảng 1,074;

- huyền phù thu được trong bước c) có độ ổn định ở nhiệt độ môi trường trong ít nhất hai giờ;

- chất lỏng chiết thu được từ quy trình sản xuất bột giấy, lignin, đường và axit axetic bao gồm các công đoạn theo thứ tự như sau (i) cho các cây một năm hoặc cây lâu năm được sử dụng một phần hoặc toàn bộ làm nguyên liệu ban đầu chứa lignoxenluloza vào hỗn hợp axit formic chứa axit axetic với lượng ít nhất 5% trọng lượng đã được làm tăng đến nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 50°C đến 115°C; và (ii) sau đó, tách phân đoạn chất rắn tạo ra bột giấy từ pha hữu cơ ở áp suất khí quyển, chứa cụ thể là, axit formic và axit axetic ban đầu trong dung dịch, các đường monome và polyme đã hòa tan, lignin và axit axetic tạo ra từ nguyên liệu thực vật ban đầu; quy trình này còn bao gồm công đoạn sơ bộ là tiến hành làm ướt sơ bộ nguyên liệu thực vật ở áp suất khí quyển và ở nhiệt độ thấp hơn ít nhất 30°C so với nhiệt độ phản ứng.

Việc cho chất lỏng chiết được tiếp xúc với nước để tạo ra hệ phân tán, và việc tạo huyền phù được tiến hành ở nhiệt độ 55°C ± 5°C.

Đây là nhiệt độ thu được sau khi tiến hành việc trộn, lúc đầu, chất lỏng chiết đậm đặc, cụ thể là sau khi làm bay hơi, có thể có nhiệt độ cao hơn, ví dụ khoảng 80°C.

Việc cho chất lỏng chiết được đậm đặc tiếp xúc với nước được tiến hành, ví dụ, trong bình mà trước tiên nước được cho vào và sau đó chất lỏng đậm đặc được cho vào kèm theo khuấy bằng cách quay, ví dụ, bằng cách sử dụng tua bin, để thu được hiệu quả phân tán và tạo huyền phù.

Các thử nghiệm đã cho thấy rằng huyền phù này ổn định ở nhiệt độ môi trường trong ít nhất hai giờ.

Các thử nghiệm khác nhau cũng được tiến hành để cho thấy rằng độ ổn định này hầu như không phụ thuộc vào nhiệt độ và do đó việc làm lạnh từ nhiệt độ trộn với nước xuống nhiệt độ môi trường không làm ảnh hưởng đến độ ổn định.

Sau khi lọc, cụ thể là trong máy ép lọc, thu được bánh ép chứa lignin, và còn thu được phần nước lọc được gọi là chất lỏng chứa đường.

Ngoài chất lỏng chứa đường thu hồi được một cách trực tiếp bằng cách lọc

tương ứng với khoảng $\frac{3}{4}$ tổng thể tích của chất lỏng chứa đường, khoảng $\frac{1}{4}$ chất lỏng chứa đường được thu hồi sau đó bằng cách rửa bánh ép chứa lignin.

Sau khi rửa, hàm lượng đường của bánh lignin là nhỏ hơn 1%.

Đã phát hiện ra rằng các đặc tính vật lý và hóa học của lignin không bị thay đổi bởi quy trình tách theo sáng chế.

Cụ thể, trong trường hợp quy trình theo Bằng độc quyền sáng chế châu Âu EP-B1-1 180 171 đã được đề cập trên đây, lignin vẫn duy trì được các đặc tính lý hóa học mà chúng có khi thu được từ quy trình này.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 thể hiện sơ đồ thiết bị để thực hiện quy trình theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Fig.1 thể hiện sơ đồ thiết bị làm bay hơi 10 mà chất lỏng chiết hoặc chất lỏng chiết được được đưa vào để tiến hành việc cô đặc chất lỏng này bằng cách làm bay hơi.

Việc làm bay hơi, ví dụ, được tiến hành cho đến khi thu được hàm lượng chất khô tốt hơn là bằng 65% trọng lượng.

Sau đó, chất lỏng đậm đặc được đưa vào bình 14 bằng phương tiện là ống 12.

Bình 14 được lắp với phương tiện 16 để khuấy bằng cách quay.

Sản phẩm này chứa nguồn nước 18 được gia nhiệt, ví dụ, đến nhiệt độ khoảng 50°C.

Việc gia nhiệt nước có mặt trong nguyên liệu hoặc nguồn 18 có thể được tiến hành, ví dụ, bằng cách cho nước tiếp xúc với xung quanh bình 14 mà chất lỏng đậm đặc nóng hơn và nước được đưa vào.

Bơm 20 có thể làm cho nước tuần hoàn từ nguồn 18, một mặt xung quanh bình này và mặt khác làm cho có thể đưa nước vào bình 14 qua ống 22.

Theo sáng chế, việc trộn chất lỏng đậm đặc/nước được tiến hành bằng cách xử lý các mẻ liên tục và có thể diễn ra bằng cách trước tiên đưa nước vào và sau đó cho chất lỏng đậm đặc vào nước.

Kết quả của việc trộn và phân tán huyền phù ổn định của lignin trong dung dịch được tiến hành trong bình 14, dung dịch chứa lignin dạng huyền phù được chiết ra

khởi bình qua ống 24 và bơm 26.

Sau đó, dung dịch chứa lignin trong huyền phù ổn định này được đưa vào máy ép lọc 28 để tách lignin trong huyền phù trong dung dịch.

Máy ép lọc có phương tiện 30 cho phép có thể đưa không khí nén vào để tiến hành thổi.

Máy ép lọc 28 còn được nối với nguồn nước 18 qua ống 32 để có thể đưa nước vào máy ép này để rửa bánh lọc và bánh ép chứa lignin.

Fig.1 còn thể hiện sơ đồ của ống ra 34 mà qua đó chất lỏng chứa đường 36 thu được từ quá trình ép được thu hồi và ống 38 mà qua đó dung dịch nước rửa 40 từ bánh lọc và bánh ép chứa lignin được thu hồi.

Tổng lượng thu hồi chất lỏng chứa đường bằng tổng lượng chất lỏng chứa đường 36 thu được một cách trực tiếp bằng cách ép và lượng chất lỏng chứa đường có mặt trong dung dịch nước rửa 40.

Bình 14 và phương tiện phân tán 16 của nó được cung cấp, ví dụ bởi công ty PMS.

Một ví dụ về thiết bị khuấy bằng cách quay, còn được gọi là “thiết bị trộn Rôto/stato”, sản phẩm của công ty PMS (Pompes et Mélangeurs Michel Sarrazin) đã được mô tả và thể hiện trong tài liệu FR-B1-2 868 336.

Máy trộn nêu trên được sử dụng cho các thử nghiệm được mô tả chi tiết dưới đây, cho phép có thể tiến hành phân tán bằng cách sử dụng tua bin, tốc độ quay của tua bin nằm trong khoảng từ 10000 đến 15000 vòng/phút đối với tuabin của thiết bị dùng trong phòng thí nghiệm có chu vi bằng 20 mm, nghĩa là tương ứng với tua bin dùng trong thiết bị bán sản xuất có chu vi bằng 140 mm, quay với tốc độ từ 1700 đến 2100 vòng/phút

Trong các điều kiện thực hiện quy trình theo sáng chế, cỡ hạt của lignin nằm trong khoảng từ 20 đến 50 micron và thời gian huyền phù có độ ổn định luôn lớn hơn ít nhất hai giờ, được khẳng định bằng phương pháp đo quang học “Turbiscan”.

Máy ép lọc được sử dụng, ví dụ, sản phẩm của Faure hoặc Choquenot, chứa màng thuộc loại polypropylen có một số tấm được nạp đầy huyền phù ở áp suất định trước, ví dụ, bằng 5×10^5 Pa (5ba).

Công đoạn rửa được tiến hành sau đó, tiếp theo là công đoạn ép cuối.

Việc rửa làm cho có thể thu hồi toàn bộ chất lỏng chứa đường và loại bỏ axit dư

ra khỏi bánh lignin.

Việc rửa này có thể được tiến hành với nước ở nhiệt độ khoảng 50°C hoặc bằng cách kết hợp không khí và nước (rửa/thổi).

Trong các thử nghiệm khác nhau, tỷ lệ trọng lượng chất lỏng đậm đặc/nước luôn bằng 1 và nhiệt độ của hỗn hợp này bằng khoảng 50°C.

Các thông số sau đây được sử dụng trong bước lọc thứ nhất:

- áp suất lọc: 5×10^5 Pa (5ba)
- áp suất rửa: 25×10^4 Pa (2,5ba)
- nhiệt độ: dung dịch nước rửa được làm tăng nhiệt độ để “gia nhiệt lại” bánh lignin và tiến hành việc rửa ở nhiệt độ lớn hơn 40°C
- rửa đến khi độ pH bằng khoảng 4
- việc nén được tiến hành ở áp suất bằng 7×10^5 Pa (7ba).

Ví dụ về các kết quả của huyền phù lignin thu được từ nguyên liệu thực vật là rom lúa mì được thể hiện trong các Bảng sau đây.

1. Tạo huyền phù

Thử nghiệm	Khối lượng chất lỏng chiết (kg)	Nhiệt độ chất lỏng chiết (°C)	Tỷ lệ chất khô trong chất lỏng chiết (%)	Khối lượng nước (kg)	Nhiệt độ nước (°C)	Thời gian khuấy (phút)	Tốc độ quay của tuabin (vòng/phút)
1	100	80	55,94	100	50	5	1800
2	100	72	52,4	100	55	5	1800

2. Lọc

Thử nghiệm	Khối lượng hệ phân tán (kg)	Nhiệt độ hệ phân tán (°C)	Nhiệt độ đầu vào của bộ lọc (°C)	Áp suất lọc (Pa)	Thời gian lọc (phút)	Áp suất nén sơ bộ (ba)
1	72	58,8	51	5×10^5	15	5×10^5
2	100	55	46	5×10^5	50	5×10^5

3. Rửa

Thử nghiệm 1

Khối lượng dung dịch nước rửa (kg)	Nhiệt độ dung dịch nước rửa (°C)	Áp suất rửa (Pa)	Thời gian rửa (phút)	Áp suất nén (Pa)
24	46	5×10^5	60	7×10^5

Thử nghiệm 2

Khối lượng dung dịch nước rửa (kg)	Nhiệt độ dung dịch nước rửa (°C)	Áp suất rửa (Pa)	Thời gian rửa bằng thiết bị (phút)	Áp suất thổi (Pa)	Thời gian thổi bằng thiết bị (phút)	Thời gian rửa (phút)	Áp suất nén (Pa)
65,5	48-40	5×10^5	3	5×10^5	B1 = 10 phút, từ B2 đến B8 = 7 phút	80	7×10^5

4. Tỷ lệ nguyên liệu

Thử nghiệm 1

	Huyền phù	Chất lỏng chứa đường	Lignin	Dung dịch nước rửa
Khối lượng (kg)	72,0	58	19	24
Độ axit (%)	19,68	27,87	2,96	2,00
Axit (kg)	14,18	16,17	0,56	0,48
H ₂ O (kg)	37,22	32,52	7,12	23,19
DM (%)	28,65	16,07	59,59	1,38
DM (kg)	20,64	9,32	11,32	0,33

Thử nghiệm 2

	Huyền phù	Chất lỏng chứa đường	Lignin	Dung dịch nước rửa
Khối lượng (kg)	100,0	74	21	65,5
Độ axit (%)	21,00	22,35	2,90	1,40

Axit (kg)	21,00	16,54	0,62	0,92
H ₂ O (kg)	53,23	48,59	7,52	60,53
DM (%)	25,77	11,98	61,21	2,65
DM (kg)	25,77	8,87	12,85	4,05

Sáng chế cũng có thể được thực hiện trong máy trộn chất rắn/chất lỏng, máy trộn này vận hành một cách liên tục, ví dụ nhờ thiết bị “magic LAB®” được lắp với môđun khuấy theo một công đoạn “Ultra-Turrax®”, sản phẩm của công ty IKA®-Werke GmbH & Co. KG, D-79219, Staufen, Đức.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tách lignin và đường ra khỏi chất lỏng chiết thu được từ quá trình sản xuất bột giấy, lignin và đường từ nguyên liệu ban đầu là lignoxenuloza, được gọi là chất lỏng chiết được, chứa lignin và đường ở dạng chất khô (dry matter: DM), khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước:
 - a) cô chất lỏng chiết được, cụ thể là bằng cách làm bay hơi, để thu được chất lỏng đậm đặc chứa chất khô với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 60 đến 70% trọng lượng;
 - b) tạo ra dung dịch bằng cách trộn lẫn chất lỏng đậm đặc với nước theo phần trọng lượng bằng nhau;
 - c) khuấy hỗn hợp này để tạo ra hệ phân tán chứa lignin trong hỗn hợp và thu được huyền phù ổn định của lignin trong dung dịch;
 - d) lọc dung dịch chứa lignin dạng huyền phù, cụ thể là bằng cách sử dụng máy ép lọc,
trong đó trong quy trình này:
 - việc trộn nêu trên được tiến hành bằng cách cho chất lỏng đậm đặc vào nước;
 - nhiệt độ của dung dịch trong quá trình tạo huyền phù nằm trong khoảng từ 50°C đến 60°C.
2. Quy trình theo điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, bước khuấy dung dịch nêu trên được tiến hành bằng cách quay.
3. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, sau bước lọc d), vật liệu đã lọc được làm khô để thu được lignin dưới dạng bột, cỡ hạt của bột này nằm trong khoảng từ 20 đến 50 micron.
4. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, chất khô nêu trên chứa lignin với lượng khoảng 50% trọng lượng, và đường và các sản phẩm khác với lượng khoảng 50% trọng lượng.
5. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, ở nhiệt độ 50°C, độ nhớt của dung dịch

bằng khoảng 0,26 Pa.s và tỷ trọng của dung dịch bằng khoảng 1,074.

6. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, huyền phù thu được trong bước c) có độ ổn định ở nhiệt độ môi trường trong ít nhất hai giờ.
7. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, chất lỏng chiết được nêu trên thu được từ quy trình sản xuất bột giấy, lignin, đường và axit axetic, bao gồm các công đoạn theo thứ tự sau đây (i) cho các cây một năm hoặc cây lâu năm, được sử dụng một phần hoặc toàn bộ làm nguyên liệu ban đầu chứa lignoxenluloza vào hỗn hợp axit formic chứa axit axetic với lượng ít nhất 5% trọng lượng đã được làm tăng đến nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 50°C đến 115°C; và (ii) sau đó tách phân đoạn chất rắn tạo ra bột giấy từ pha hữu cơ ở áp suất khí quyển, chứa cụ thể là, axit formic và axit axetic ban đầu trong dung dịch, các đường monome và polyme đã hòa tan, lignin và axit axetic tạo ra từ nguyên liệu thực vật ban đầu; quy trình này còn bao gồm công đoạn sơ bộ là tiến hành làm ướt sơ bộ nguyên liệu thực vật ở áp suất khí quyển và ở nhiệt độ thấp hơn ít nhất là 30°C so với nhiệt độ phản ứng.

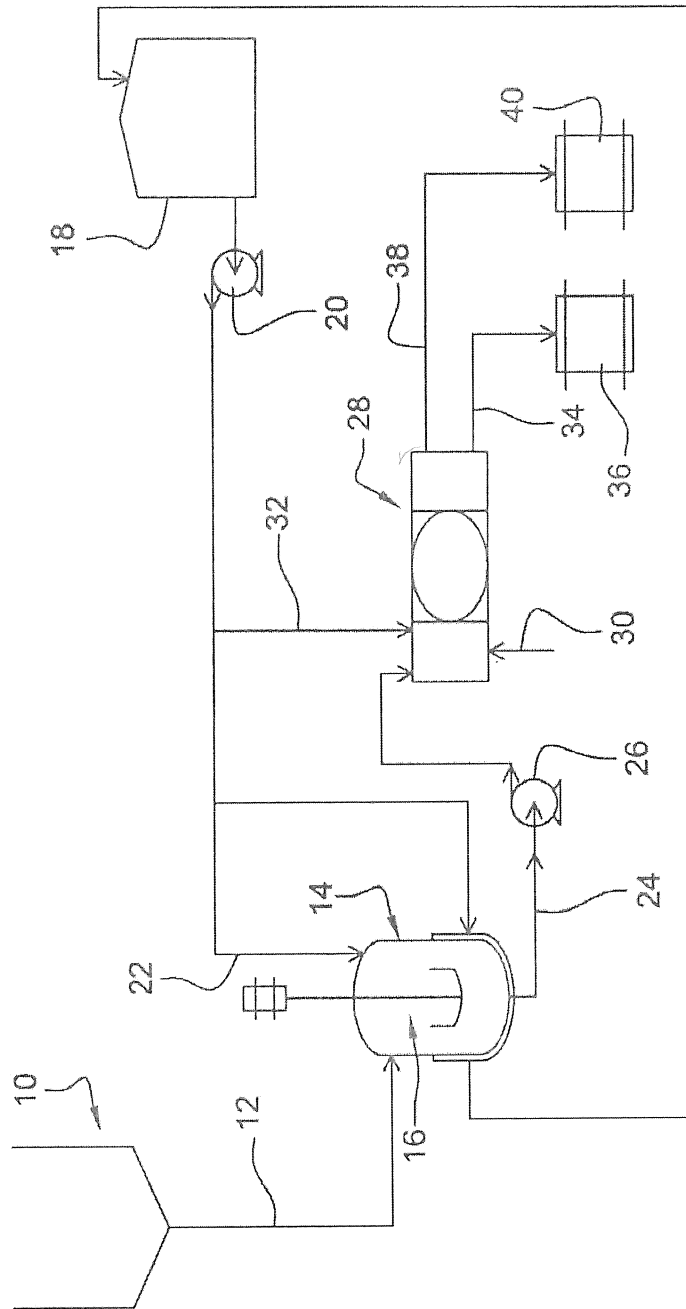


Fig.1