



(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)



1-0035670

(51)⁸ C01B 33/00

(13) B

(21) 1-2018-01149

(22) 18/08/2016

(86) PCT/EP2016/069586 18/08/2016

(87) WO2017/042011 16/03/2017

(30) 15184491.7 09/09/2015 EP

(45) 25/05/2023 422

(43) 27/08/2018 365A

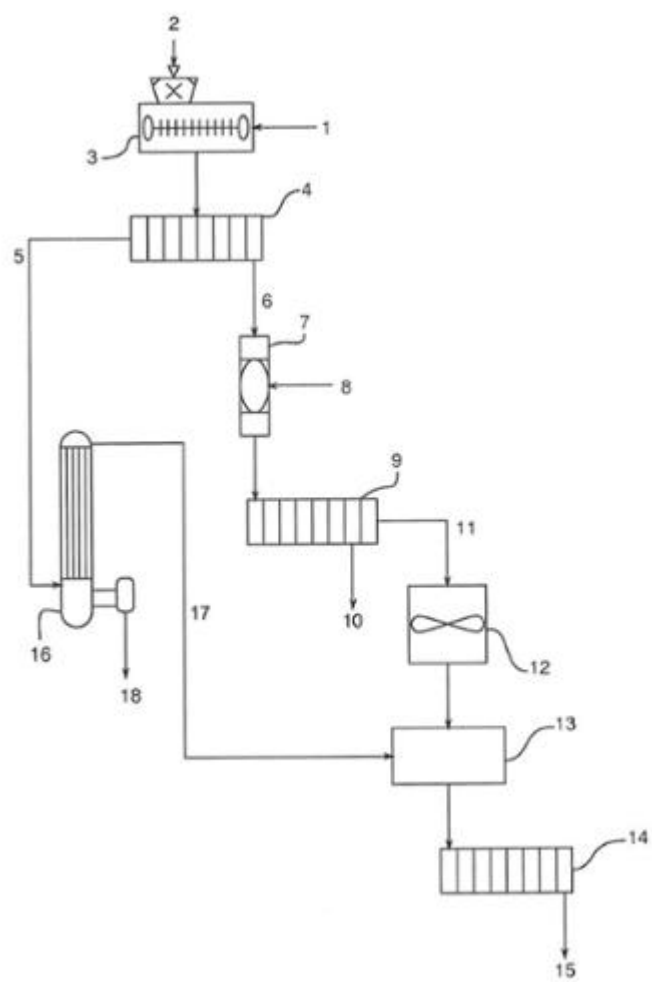
(73) COMPAGNIE INDUSTRIELLE DE LA MATIERE VEGETALE - CIMV (FR)
11-11bis rue Louis Philippe, 92200 Neuilly sur Seine, France

(72) BENJELLOUN MLAYAH Bouchra (FR); DELMAS Michel (FR); LLOVERA
Laurence (FR); TEJADO ETAYO Alvaro (ES).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH CHIẾT SILIC DIOXIT

(57) Sáng chế đề xuất quy trình chiết silic đioxit ra khỏi nguyên liệu lignoxenluloza thực vật, bao gồm các bước: a) phân đoạn nguyên liệu lignoxenluloza thực vật với sự có mặt của dung dịch axit, để thu được phân đoạn rắn chứa xenluloza, b) chiết silic đioxit ra khỏi phân đoạn rắn thu được ở bước a) bằng dung dịch bazơ, ở độ pH nằm trong khoảng từ 10 đến 13 và ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 90°C, để thu được pha lỏng chứa silic đioxit và pha rắn, c) tách pha lỏng và pha rắn thu được ở bước b), d) kết tủa silic đioxit chứa trong pha lỏng, ở độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 6.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề xuất quy trình và hệ thống chiết silic dioxit ra khỏi nguyên liệu lignoxenluloza thực vật.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Silic dioxit được sử dụng trong rất nhiều ứng dụng, lĩnh vực quang học lẫn ngành công nghiệp xe máy hoặc điện tử.

Silic dioxit được sử dụng trong các ứng dụng này chủ yếu có nguồn gốc từ khoáng sản.

Tuy nhiên, vẫn tồn tại một nguồn silic dioxit đáng kể khác. Một số nguyên liệu thực vật, như ngũ cốc, rất giàu silic dioxit. Rơm rạ lúa gạo có thể chứa hơn 10% silic dioxit. Do đó, rơm rạ lúa gạo và trấu thu được từ quá trình canh tác ngũ cốc chứa nguồn silic dioxit đáng kể. Trong thực tế, các chất thải từ cây trồng này chỉ được sử dụng ở mức nhỏ và, khi chúng được sử dụng, silic dioxit thường gây hạn chế việc sử dụng này. Cụ thể, silic dioxit là trở ngại chính trong việc sử dụng rơm rạ ngũ cốc để sản xuất bột giấy. Kỹ thuật phổ biến nhất để chiết silic dioxit ra khỏi chất thải từ cây trồng là đốt cháy chúng. Tuy nhiên, chất lượng của silic dioxit thu được bằng cách đốt cháy chỉ đạt mức bình thường. Sở dĩ như vậy là do silic dioxit thu được như vậy có độ tinh khiết thấp và hạt silic dioxit có đường kính lớn. Hơn nữa, việc đốt cháy chất thải này gây ảnh hưởng tiêu cực đến môi trường. Cụ thể là, việc đốt cháy này gây ra sự thoát khí lưu huỳnh và nitơ oxit. Cuối cùng, với việc đốt cháy chất thải này có thể làm mất các hợp chất hữu cơ có lợi mà có thể tái chế được.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là nhằm khắc phục ít nhất một số nhược điểm của các quy trình và hệ thống chiết silic dioxit ra khỏi nguyên liệu lignoxenluloza thực vật đã biết.

Cụ thể, sáng chế đề xuất, theo ít nhất một phương án, quy trình và hệ thống chiết silic đioxit ra khỏi nguyên liệu lignoxenluloza thực vật mà không phá hủy sự kết hợp của các hợp chất có lợi khác có mặt trong nguyên liệu thực vật này. Cụ thể, sáng chế đề xuất, theo ít nhất một phương án, quy trình và hệ thống lắp đặt có thể chiết silic đioxit và cả bột giấy, lignin và/hoặc đường.

Sáng chế cũng đề xuất, theo ít nhất một phương án, quy trình và hệ thống lắp đặt này có thể thu hồi được 70% đến 80% silic đioxit có mặt trong nguyên liệu lignoxenluloza thực vật.

Sáng chế cũng đề xuất, theo ít nhất một phương án, quy trình và hệ thống lắp đặt này có thể thu hồi được silic đioxit có độ tinh khiết cao.

Sáng chế cũng đề xuất, theo ít nhất một phương án, quy trình và hệ thống lắp đặt này có thể thu hồi được silic đioxit ở dạng hạt có đường kính nhỏ.

Để đạt được mục đích này, sáng chế đề xuất quy trình chiết silic đioxit ra khỏi nguyên liệu lignoxenluloza thực vật, khác biệt ở chỗ, nó bao gồm các bước:

- a) phân đoạn nguyên liệu lignoxenluloza thực vật với sự có mặt của dung dịch axit, để thu được phân đoạn rắn chứa xenluloza,
- b) chiết silic đioxit ra khỏi phân đoạn rắn thu được ở bước a) bằng dung dịch bazơ, ở độ pH nằm trong khoảng từ 10 đến 13 và ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 90°C, để thu được pha lỏng chứa silic đioxit và pha rắn,
- c) tách pha lỏng và pha rắn thu được ở bước b),
- d) kết tủa silic đioxit chứa trong pha lỏng, ở độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 6.

Sáng chế cũng đề xuất silic đioxit chiết được bằng quy trình này.

Sáng chế cũng đề xuất hệ thống chiết silic đioxit ra khỏi nguyên liệu lignoxenluloza thực vật, khác biệt ở chỗ, nó bao gồm:

- bộ phân đoạn:
- ống dẫn dung dịch axit, thích hợp để tách phân đoạn rắn và phân đoạn lỏng, và
- có đường thoát phân đoạn lỏng và đường thoát phân đoạn rắn, đường thoát phân đoạn rắn được nối với bộ chiết,
- bộ chiết:

- bao gồm ống dẫn dung dịch axit, thích hợp để tách pha rắn và pha lỏng, và
- có đường thoát pha rắn và đường thoát pha lỏng, đường thoát pha lỏng được nối với bộ kết tủa,
- bộ kết tủa ống dẫn dung dịch axit.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig. 1 là sơ đồ và một phần của quy trình và hệ thống lắp đặt theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Bước đầu tiên của quy trình theo sáng chế là bước phân đoạn nguyên liệu lignoxenluloza thực vật với sự có mặt của dung dịch axit, để thu được phân đoạn rắn chứa xenluloza.

Nguyên liệu lignoxenluloza thực vật có thể là nguyên liệu lignoxenluloza thực vật bất kỳ chứa silic đioxit. Cụ thể, nguyên liệu lignoxenluloza thực vật có thể là rơm rạ lúa gạo, ngũ cốc và/hoặc trấu. Ngũ cốc giàu silic đioxit. Rơm rạ lúa gạo và trấu thu được từ quá trình canh tác chứa lượng đáng kể chất thải nông nghiệp có giá trị mà có thể thu hồi được. Ngũ cốc được sử dụng trong quy trình theo sáng chế có thể là, ví dụ, lúa mỳ, lúa gạo, ngô hoặc lúa mạch. Do vậy, nguyên liệu lignoxenluloza thực vật có thể là rơm rạ lúa mỳ hoặc lúa và/hoặc trấu lúa mỳ hoặc lúa gạo. Theo một phương án, nguyên liệu lignoxenluloza thực vật là rơm rạ lúa mỳ. Theo phương án khác, nguyên liệu lignoxenluloza thực vật là rơm rạ lúa gạo. Rơm rạ lúa gạo đặc biệt giàu silic đioxit.

Trước bước phân đoạn, tốt hơn là độ ẩm của nguyên liệu lignoxenluloza thực vật được chăm sóc để đạt mức thấp hơn hoặc bằng 25% khối lượng nước tính theo chất khô. Tốt hơn là, việc nghiền nguyên liệu lignoxenluloza thực vật được thực hiện để làm giảm kích thước của nó thành các mảnh hoặc miếng có chiều dài về cơ bản nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 cm. Trước bước phân đoạn, cũng có thể thực hiện thấm dầm sơ bộ nguyên liệu lignoxenluloza thực vật thấp hơn ít nhất 30°C so với nhiệt độ phản ứng. Việc thấm dầm sơ bộ bằng

cách ngâm có thể được thực hiện trong khoảng thời gian từ 10 đến 30 phút trong hỗn hợp axit formic/axit axetic.

Đã biết phân đoạn nguyên liệu lignoxenluloza thực vật với sự có mặt của dung dịch axit. Các quá trình phân đoạn và các bước như vậy trước quá trình phân đoạn này được mô tả một cách cụ thể trong các Công bố đơn yêu cầu cấp patent số WO00/68494, WO2009/092749 và WO2012/049054 của Compagnie Industrielle de la Matiere Vegetale (CIMV).

Phân đoạn nguyên liệu thực vật trong môi trường axit có thể giữ lại được silic đioxit trong phân đoạn rắn chứa xenluloza để có thể chiết được nó trong suốt bước tiếp sau. Kiểu phân đoạn này là trái với thực tiễn áp dụng chung là, trong trường hợp nguyên liệu thực vật có hàm lượng silic đioxit cao, đề xuất thực hiện quá trình phân đoạn trong môi trường bazơ để loại bỏ silic đioxit ngay từ bước phân đoạn xenluloza và do đó ngăn không cho silic đioxit can thiệp vào quá trình chiết xenluloza mà cũng có thể là các loại đường và lignin có trong nguyên liệu thực vật.

Theo phương án được ưu tiên, bước phân đoạn a) bao gồm các việc:

a1) cho nguyên liệu lignoxenluloza thực vật tiếp xúc với dung dịch axit, để thu được phân đoạn rắn chứa xenluloza và phân đoạn lỏng,

a2) tách phân đoạn rắn và phân đoạn lỏng thu được ở bước a1).

Việc vận hành trong đó nguyên liệu lignoxenluloza thực vật được đưa vào tiếp xúc với dung dịch axit có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 115°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95°C đến 110°C.

Tốt hơn là, việc vận hành trong đó nguyên liệu lignoxenluloza thực vật được đưa vào tiếp xúc với dung dịch axit kéo dài từ 1 đến 3 giờ.

Dung dịch axit thu được ở bước phân đoạn a) có thể chứa ít nhất một axit hữu cơ. Cụ thể, dung dịch axit thu được ở bước phân đoạn a) có thể chứa axit formic và/hoặc axit axetic.

Theo phương án được ưu tiên, dung dịch axit thu được ở bước phân đoạn a) là dung dịch axit hữu cơ, tốt hơn là dung dịch chứa axit formic và/hoặc axit axetic. Tốt hơn là, dung dịch axit thu được ở bước phân đoạn a) là hỗn hợp chứa axit formic và axit axetic. Hỗn hợp chứa axit formic và axit axetic này có thể chứa ít nhất 20% khối lượng axit axetic và ít nhất 50% khối lượng axit formic.

Phân đoạn chứa hỗn hợp gồm axit axetic và axit formic có thể giúp tránh được việc gây tổn hại cho sợi xenluloza xuất hiện cùng với axit formic đặc đơn lẻ trong các điều kiện sử dụng bình thường. Do vậy, chất lượng của bột giấy có thể thu được từ quá trình phân đoạn rắn chứa xenluloza khi silic đioxit đã được chiết từ xenluloza này được giữ lại.

Theo phương án được ưu tiên, nguyên liệu lignoxenluloza thực vật được đưa vào cùng với hỗn hợp chứa axit formic gồm ít nhất 5% khối lượng axit axetic và hỗn hợp này được đưa đến nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 50°C đến 115°C,

- phân đoạn rắn được tách sau đó ra khỏi phân đoạn lỏng cụ thể chứa, trong dung dịch, axit formic và axit axetic ban đầu, đường monome và polyme hòa tan, lignin và axit axetic thu được từ nguyên liệu lignoxenluloza thực vật.

Thông thường, phân đoạn lỏng thu được ở bước tách a1) bao gồm lignin. Nó cũng có thể chứa đường và/hoặc hemixenluloza. Phân đoạn lỏng này có thể được đưa vào các xử lý khác nhau để thu được một số hợp chất chứa nó. Cụ thể, phân đoạn này có thể được xử lý, ví dụ, bằng cách làm bay hơi, để tái chế dung dịch axit. Do vậy, nếu hỗn hợp chứa axit axetic và axit formic được sử dụng trong bước a), nó có thể được chiết ra khỏi phân đoạn lỏng thu được ở bước a2). Sau đó, hỗn hợp này có thể được tái chế trong các bước đòi hỏi phải bổ sung dung dịch axit dạng này.

Lignin và đường của phân đoạn lỏng này cũng có thể được tinh chế. Cụ thể, đường được tinh chế như vậy có thể được lên men để thu được etanol. Đã biết các quy trình tinh chế lignin và đường từ các phân đoạn lỏng như vậy. Các quy trình này được mô tả một cách cụ thể trong Công bố đơn yêu cầu cấp patent số WO2011/154293 của CIMV.

Đối với quá trình phân đoạn xảy ra trong môi trường axit, silic đioxit được giữ lại trong phân đoạn rắn và không được dùng trong phân đoạn lỏng. Do đó, xử lý tùy ý của phân đoạn lỏng này không còn gặp phải các nhược điểm liên quan đến sự có mặt của silic đioxit.

Phân đoạn rắn thu được ở bước a) chứa xenluloza. Tốt hơn là, xenluloza chứa trong phân đoạn này bao gồm phần lớn xenluloza chứa trong nguyên liệu lignoxenluloza thực vật.

Bước thứ hai của quy trình theo sáng chế là việc chiết silic đioxit ra khỏi phân đoạn rắn thu được ở bước a) bằng dung dịch bazơ, ở độ pH nằm trong khoảng từ 10 đến 13 và ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 90°C, để thu được pha lỏng chứa silic đioxit và pha rắn.

Trong bước chiết, silic đioxit có mặt trong phân đoạn rắn thu được ở bước a) hòa tan ở dạng silicat. Sau đó thu được pha lỏng chứa silic đioxit và pha rắn chứa xenluloza nhưng đã cạn kiệt silic oxit, tức là tinh chế từ silic đioxit chứa nó.

Bước chiết có thể kéo dài trong khoảng thời gian từ 30 đến 60 phút.

Các điều kiện của bước này và độ pH cụ thể của bước này có thể kiểm soát được lượng cặn lignin và, vì lý do này, đảm bảo được độ tinh khiết của silic đioxit.

Bước chiết b) được thực hiện ở độ pH nằm trong khoảng từ 10 đến 13.

Theo phương án được ưu tiên, bước chiết b) được thực hiện ở độ pH nằm trong khoảng từ 10,5 đến 12,5, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10,5 và 11,5.

Khoảng pH như vậy làm cho có thể thu được hạt silic đioxit có đường kính vài micromet. Đặc biệt bất ngờ là vai trò của độ pH trong quá trình chiết liên quan đến kích thước của hạt silic đioxit. Điều này là bởi vì chỉ có các thông số của bước kết tủa đường như có ảnh hưởng đến đường kính này. Hơn nữa, độ pH cũng đóng vai trò trong độ tinh khiết của silic đioxit. Độ pH nằm trong khoảng từ 10 đến 11,5 có thể làm giảm một cách đáng kể lượng cặn lignin có mặt trong silic đioxit.

Dung dịch bazơ của bước chiết b), cũng được gọi là dung dịch chiết, có thể là dung dịch natri hydroxit hoặc kali hydroxit.

Dung dịch bazơ của bước chiết b) có thể, ví dụ, chứa trong khoảng từ 2% đến 5% khối lượng NaOH. Tốt hơn là, dung dịch này chứa 1,5% khối lượng NaOH.

Bước thứ ba của quy trình theo sáng chế là việc tách pha lỏng và pha rắn thu được ở bước chiết b).

Bước tách này có thể được thực hiện bằng kỹ thuật thông thường để tách chất rắn – chất lỏng, ví dụ, bằng cách tách bằng cách lắng, bằng cách lọc, ví dụ, bằng cách ép lọc, hoặc bằng cách ly tâm.

Quy trình theo sáng chế có thể bao gồm bước cô pha lỏng sau bước tách c) và trước bước kết tủa d) để làm tăng hiệu suất kết tủa.

Tốt hơn là, pha lỏng được cô đặc để chứa 10% chất khô.

Bước thứ tư của quy trình theo sáng chế là việc kết tủa silic đioxit chứa trong pha lỏng ở độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 6. Việc kết tủa silic đioxit chứa trong pha lỏng có thể được thực hiện trực tiếp sau bước tách c) mà không có bước cô trước hoặc sau bước cô. Tốt hơn là, bước kết tủa được thực hiện sau bước cô pha lỏng. Bằng cách tối ưu hóa các điều kiện của bước chiết b), thu được silic đioxit có độ tinh khiết mong muốn và đường kính mong muốn. Do vậy, theo quy trình này, không cần phải sử dụng các điều kiện kết tủa cụ thể, ví dụ, để làm giảm đường kính của hạt silic đioxit.

Việc kết tủa silic đioxit ở độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 6 có thể được thực hiện bằng cách bổ sung dung dịch axit, tốt hơn là bằng dung dịch axit thu được nhờ tái chế phân đoạn lỏng thu được sau bước tách a2). Việc tái chế dung dịch axit giúp hạn chế được sự tham gia của chất phản ứng và do đó làm giảm được chi phí của quy trình.

Tương tự, để hạn chế sự tham gia của chất phản ứng, dung dịch axit được sử dụng ở bước phân đoạn cũng có thể thu được từ quá trình tái chế phân đoạn lỏng.

Khi silic đioxit đã được kết tủa, nó có thể được rửa để loại bỏ muối cặn hoặc các tạp chất khác bất kỳ.

Sau đó, silic đioxit kết tủa có thể được lọc, ví dụ, bằng cách lọc trên thiết bị ly tâm.

Sau đó, silic đioxit được thu hồi.

Sáng chế cũng đề xuất silic đioxit chiết được theo quy trình được mô tả trên đây.

Silic đioxit chiết được theo quy trình theo sáng chế có nguồn gốc thực vật.

Silic đioxit chiết được theo quy trình theo sáng chế có thể chứa cặn lignin. Theo một phương án, quy trình theo sáng chế có thể bao gồm bước đốt cháy silic đioxit. Do đó, các tạp chất không phải vô cơ, cụ thể là các tạp chất như cặn lignin, có thể được loại ra khỏi silic đioxit.

Hạt silic đioxit chiết được theo quy trình theo sáng chế có thể có đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 3 μm đến 200 μm . Đường kính trung bình của hạt thay đổi theo hàm của các điều kiện chiết. Ở độ pH nằm trong khoảng từ 10,5 đến 11,5, có thể thu được đường kính trung bình khả biến nằm trong khoảng từ 1 μm đến 10 μm . Do đó không cần phải sử dụng bước bổ sung, như siêu âm, để làm giảm kích thước của hạt.

Sáng chế cũng đề xuất hệ thống lắp đặt để thực hiện quy trình theo sáng chế.

Cụ thể, sáng chế đề cập đến hệ thống chiết silic đioxit ra khỏi nguyên liệu lignoxenluloza thực vật, khác biệt ở chỗ, nó bao gồm:

- bộ phân đoạn:
- ống dẫn dung dịch axit,
- thích hợp để tách phân đoạn rắn và phân đoạn lỏng, và
- có đường thoát phân đoạn lỏng và đường thoát phân đoạn rắn, đường thoát phân đoạn rắn được nối với bộ chiết,
- bộ chiết:
- bao gồm ống dẫn dung dịch axit,
- thích hợp để tách pha rắn và pha lỏng, và
- có đường thoát phân đoạn rắn và đường thoát pha lỏng, đường thoát pha lỏng được nối với bộ kết tủa,
- bộ kết tủa ống dẫn dung dịch axit.

Theo phương án được ưu tiên, đường thoát phân đoạn lỏng của bộ phân đoạn được nối với bộ tái chế thích hợp để tái chế dung dịch axit. Bộ tái chế có đường thoát dung dịch axit đã được tái chế được nối với đường cấp liệu dung dịch axit của bộ kết tủa.

Sáng chế sẽ được minh họa dưới đây bằng các hình vẽ và ví dụ sau. Tuy nhiên, các hình vẽ và ví dụ này không được hiểu là giới hạn phạm vi của sáng chế.

Fig. 1 là sơ đồ và một phần của quy trình và hệ thống lắp đặt theo sáng chế.

Nguyên liệu lignoxenluloza thực vật nhờ ống dẫn 1 được đưa vào bình phản ứng 3, trong đó nguyên liệu lignoxenluloza thực vật được tiếp xúc với dung dịch axit để thu được phân đoạn rắn chứa xenluloza và phân đoạn lỏng

chứa lignin và đường. Dung dịch axit được đưa vào bình phản ứng 3 nhờ ống dẫn 2. Tổ hợp bao gồm các phân đoạn lỏng và rắn được chuyển vào bộ ép 4 để tách hai phân đoạn này. Bình phản ứng 3 và bộ ép 4 tạo thành bộ phân đoạn 3,4.

Phân đoạn lỏng được chuyển đến bộ tái chế 16 nhờ đường thoát phân đoạn lỏng 5. Phân đoạn lỏng được xử lý tại đó bằng cách làm bay hơi để thu được dung dịch axit đã được tái chế. Dung dịch này được thu hồi nhờ ống dẫn 17. Các thành phần khác của phân đoạn lỏng, như lignin hoặc đường, cũng có thể thu hồi được nhờ đường thoát 18 và được tinh chế.

Phân đoạn rắn được chuyển đến bình phản ứng chiết nhờ ống dẫn 6. Phân đoạn rắn được đưa vào tiếp xúc tại đây với dung dịch chiết bazơ được đưa vào nhờ ống dẫn 8. Bước chiết này được thực hiện ở độ pH nằm trong khoảng từ 10,5 đến 11,5 ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 90°C. Sau đó, silic đioxit có mặt trong phân đoạn rắn được hòa tan trong dung dịch chiết, tạo thành pha lỏng chứa silic đioxit và pha rắn chứa xenluloza và đã cạn kiệt silic đioxit.

Sau đó, tổ hợp bao gồm pha rắn và pha lỏng được đưa vào bộ ép 9 để tách chúng. Bình phản ứng chiết 7 và bộ ép 9 tạo thành bộ chiết 7,9.

Pha rắn được tách như vậy được thu hồi nhờ ống dẫn 10. Pha rắn này có thể được đưa vào các xử lý khác nhau để thu hồi xenluloza có giá trị chứa trong đó.

Pha lỏng được cô đặc trong bộ 12 và sau đó được kết tủa trong bộ kết tủa 13 bằng cách điều chỉnh độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 6. Việc điều chỉnh độ pH được thực hiện bằng dung dịch axit đã được tái chế bắt nguồn từ ống dẫn 17.

Silic đioxit đã được kết tủa sau đó được lọc trong bộ lọc 14.

Silic đioxit được thu hồi nhờ ống dẫn 15.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Nguyên liệu và phương pháp:

Bước phân đoạn được thực hiện bằng dung dịch chứa axit axetic/axit formic/nước trong khoảng thời gian từ 3 giờ, ở nhiệt độ 105°C và ở độ pH 3.

Bước chiết được thực hiện bằng dung dịch natri hydroxit 12% khối lượng, trong thời gian 60 phút, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C và ở độ pH 10,5 hoặc 12,5.

Bước kết tủa được thực hiện bằng dung dịch axit axetic 1%, trong khoảng thời gian 10 phút, ở nhiệt độ 25°C và ở độ pH 5,5.

Kết quả

Kết quả thu được được kết hợp trong Bảng 1 dưới đây.

Hạt silic đioxit	Chiết ở pH 10,5	Chiết ở pH 12,5
Đường kính trung bình xác định được bằng cách phân tích kích thước hạt bằng laze	4,8 μm	176 μm
Diện tích bề mặt riêng xác định được bằng phương pháp BET	155,93 m^2/g	413,46 m^2/g
Dung tích lỗ rỗng tích lũy xác định được bằng phương pháp hấp thu BJH	0,28 cm^3/g	1,21 cm^3/g
Đường kính lỗ rỗng trung bình xác định được bằng phương pháp hấp thu BJH	8,2282 nm	11,0661 nm
Đường kính lỗ rỗng trung bình	0,9441 nm	0,9326 nm

Bảng 1

Các kết quả này cho thấy rằng kích thước hạt silic đioxit giảm một cách đáng kể theo độ pH của dung dịch chiết.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình chiết silic dioxit ra khỏi nguyên liệu lignoxenluloza thực vật, bao gồm các bước:

a) phân đoạn nguyên liệu lignoxenluloza thực vật với sự có mặt của dung dịch axit, để thu được phân đoạn rắn bao gồm xenluloza,

b) chiết silic dioxit ra khỏi phân đoạn rắn thu được ở bước a) bằng dung dịch bazơ, ở độ pH nằm trong khoảng từ 10 đến 13 và ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 90°C, để thu được pha lỏng chứa silic dioxit và pha rắn,

c) tách pha lỏng và pha rắn thu được ở bước b),

d) kết tủa silic dioxit chứa trong pha lỏng, ở độ pH nằm trong khoảng từ 5 đến 6.

2. Quy trình chiết silic dioxit theo điểm 1, trong đó bước chiết b) được thực hiện ở độ pH nằm trong khoảng từ 10,5 đến 11,5.

3. Quy trình chiết silic dioxit theo điểm 1 hoặc 2, trong đó bước phân đoạn a) bao gồm các bước: a1) cho nguyên liệu lignoxenluloza thực vật tiếp xúc với dung dịch axit, để thu được phân đoạn rắn bao gồm xenluloza và phân đoạn lỏng, a2) tách phân đoạn rắn và phân đoạn lỏng thu được ở bước a1).

4. Quy trình chiết silic dioxit theo điểm 3, trong đó bước kết tủa d) được thực hiện bằng dung dịch axit thu được bằng cách tái chế phân đoạn lỏng thu được sau bước tách a2).

5. Quy trình chiết silic dioxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó dung dịch axit thu được ở bước phân đoạn a) là dung dịch của (các) axit hữu cơ.

6. Quy trình chiết silic dioxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó dung dịch axit thu được ở bước phân đoạn a) là dung dịch của axit formic và/hoặc của axit axetic.

7. Quy trình chiết silic đioxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó dung dịch bazơ của bước chiết b) chứa 1,5% khối lượng NaOH.
8. Quy trình chiết silic đioxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó nguyên liệu lignoxenluloza thực vật là rơm ngũ cốc và/hoặc trấu.
9. Quy trình chiết silic đioxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó quy trình này còn bao gồm bước cô pha lỏng sau bước tách c) và trước bước kết tủa d).
10. Quy trình chiết silic đioxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó quy trình này còn bao gồm bước lọc silic đioxit đã được kết tủa thu được ở bước d).

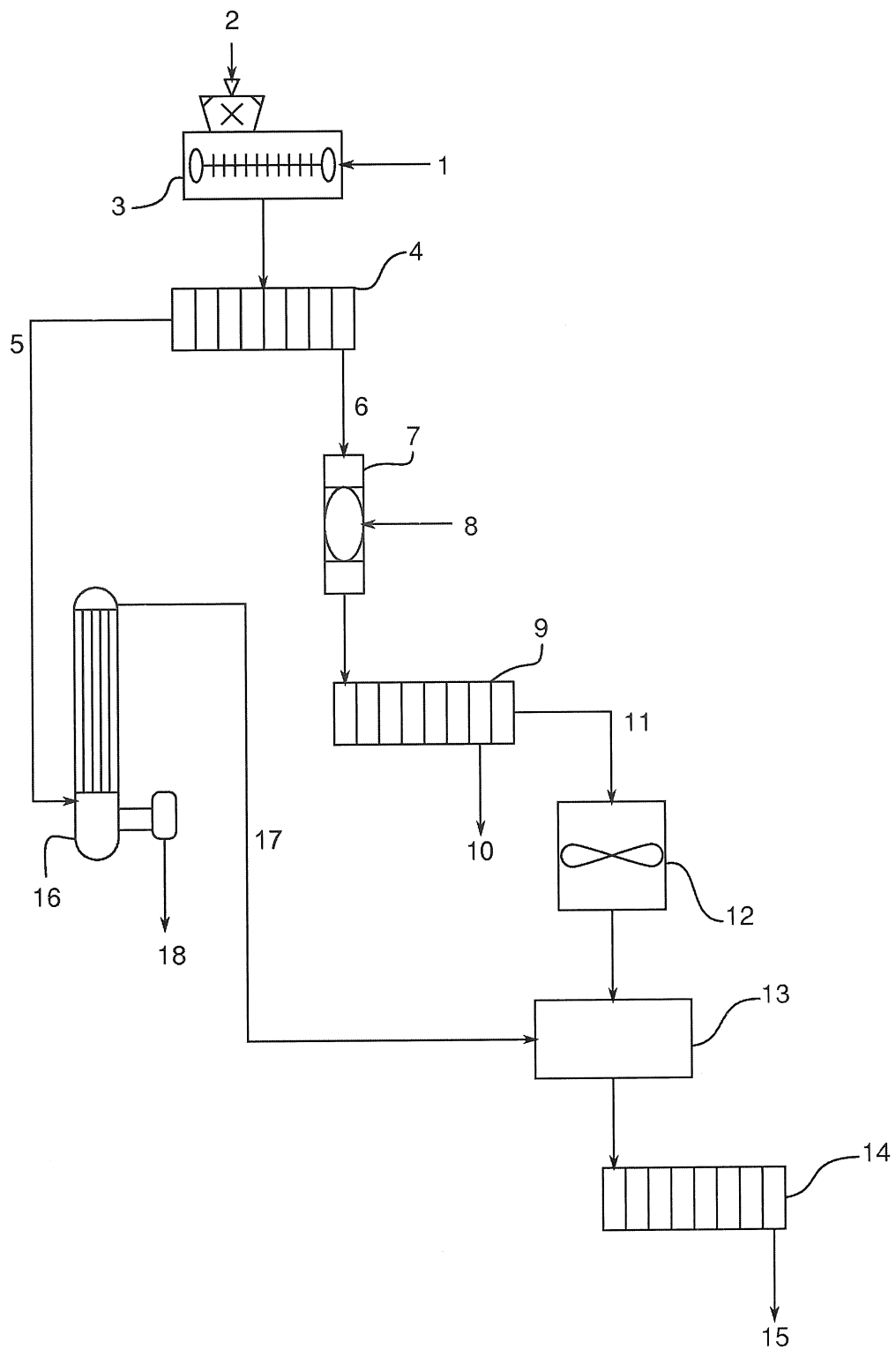


FIG. 1