



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

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

(11)



1-0052657

(51)^{2021.01} D21C 3/06

(13) B

(21) 1-2022-05371

(22) 26/02/2021

(86) PCT/CA2021/000018 26/02/2021

(87) WO2021/168538 02/09/2021

(30) 3,074,198 28/02/2020 CA

(45) 27/10/2025 451

(43) 27/03/2023 420A

(73) SIXRING INC. (CA)

1500, 140 - 10 Avenue SE Calgary, AB T2G 0R1 (CA)

(72) PURDY, Clay (CA); WEISSENBERGER, Markus (CA); WYNNYK, Kyle, G. (CA);
DAWSON, Karl, W. (CA).

(74) Công ty cổ phần Tư vấn S&B (S&B CONSULTANT., CORP.)

(54) CHẾ PHẨM AXIT NGÂM NƯỚC VÀ PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÁCH SINH
KHỐI THỰC VẬT HOẶC NGUYÊN LIỆU SINH KHỐI

(21) 1-2022-05371

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp phân tách nguyên liệu thực vật, phương pháp này bao gồm: cung cấp nguyên liệu thực vật bao gồm sợi xenluloza và lignin; để lộ nguyên liệu thực vật yêu cầu cho chế phẩm bao gồm: axit alkansulfonic; và peroxit, trong đó axit alkylsulfonic và peroxit có mặt theo tỷ lệ mol từ 1: 1 đến 15: 1 và thời gian tiếp xúc đủ để loại bỏ về cơ bản tất cả lignin có trên nguyên liệu thực vật. Sáng chế còn đề cập đến các chế phẩm có khả năng phân tách.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp và chế phẩm hữu ích trong việc phân hủy vật liệu hữu cơ như sinh khối bằng quy trình oxy hóa, chẳng hạn như, nhưng không giới hạn, sự phân tách chất gỗ như một ví dụ rộng và cụ thể hơn, về phương pháp và chế phẩm để thực hiện điều này trong các điều kiện đơn giản hơn so với những điều kiện mà quy trình kraft được tiến hành.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bước thứ nhất trong sản xuất giấy và tiêu tốn nhiều năng lượng nhất là sản xuất bột giấy. Không phụ thuộc vào nước, gỗ và các nguyên liệu thực vật khác được sử dụng để làm bột giấy có chứa ba thành phần chính: sợi xenluloza; lignin; và các hemixenluloza. Việc nghiền bột có mục tiêu chính là tách các sợi ra khỏi lignin. Lignin là một polyme ba chiều, theo nghĩa bóng hoạt động như một lớp vữa để giữ tất cả các sợi lại với nhau trong cây. Sự hiện diện của nó trong bột giấy thành phẩm là không mong muốn và không bổ sung gì cho thành phẩm. Gỗ nghiền đề cập đến việc phá vỡ cấu trúc khối lượng lớn của nguồn sợi, có thể là vụn, thân cây hoặc các bộ phận thực vật khác, thành các sợi cấu thành. Sợi xenluloza là thành phần mong muốn nhất khi tham gia vào quy trình sản xuất giấy. Hemixenluloza là một polyme cacbohydrat phân nhánh ngắn hơn bao gồm các monome đường khác nhau tạo thành cấu trúc polyme vô định hình ngẫu nhiên. Sự hiện diện của hemixenluloza trong bột giấy thành phẩm không quan trọng đối với độ cứng của giấy như xenluloza. Điều này cũng đúng đối với chuyển đổi sinh khối. Các thách thức cũng tương tự như vậy. Chỉ có kết quả mong muốn là khác nhau. Chuyển đổi sinh khối sẽ có sự phân hủy sâu hơn thành monocacbohydrat như một kết quả mong muốn trong khi quy trình giấy và bột giấy thường dừng ngay sau khi hòa tan lignin.

Có hai cách tiếp cận chính để điều chế bột gỗ hoặc sinh khối gỗ: xử lý cơ học và xử lý hóa học. Xử lý cơ học hoặc nghiền thành bột thường bao gồm việc xé mảnh vụn gỗ ra một cách vật lý và do đó, xé sợi xenluloza để cố gắng tách chúng ra khỏi nhau. Những thiếu sót của phương pháp này bao gồm: sợi xenluloza bị đứt hoặc bị hư hỏng, do đó sợi ngắn hơn; và làm ô nhiễm lignin hoặc cặn trên sợi xenluloza, do đó đưa vào hoặc để lại các tạp chất của sản phẩm cuối cùng. Quy trình này cũng tiêu tốn một lượng lớn năng lượng và tốn nhiều vốn do áp suất cao, hóa chất ăn mòn và yêu cầu về nhiệt. Có một số cách tiếp cận hoặc quy trình bao gồm trong quy trình nghiền bột hóa học. Chúng thường tập trung vào sự phân hủy lignin và hemixenluloza thành các phân tử có thể hòa tan trong nước. Các

thành phần hiện đã bị phân huỷ này được tách ra khỏi sợi xenluloza bằng cách rửa phần sau mà không làm hỏng sợi xenluloza. Quy trình hóa học hiện cũng tiêu tốn nhiều năng lượng, vì thường yêu cầu lượng nhiệt cao; và, trong nhiều trường hợp, cũng đòi hỏi sự tác động hoặc can thiệp máy móc làm tăng thêm sự kém hiệu quả và chi phí cho quy trình.

Có những phương pháp nghiền bột kết hợp ở nhiều mức độ khác nhau giữa các khía cạnh hóa học của quy trình nghiền bột với các khía cạnh cơ học của nghiền bột. Để kể ra một vài cái tên, người ta phải xem xét đến phương pháp nghiền bột cơ nhiệt (còn thường được gọi là TMP) và nghiền bột cơ điện tử (CTMP). Thông qua một số ưu điểm được cung cấp bởi mỗi phương pháp nghiền bột nói chung, các phương pháp xử lý được thiết kế để giảm lượng năng lượng cần thiết của mặt cơ học của quy trình xử lý nghiền bột. Điều này cũng có thể tác động trực tiếp đến sự suy giảm độ bền của các sợi chịu các phương pháp nghiền bột kết hợp này. Nói chung, các phương pháp này bao gồm xử lý hóa học rút ngắn (so với nghiền bột hóa học thông thường), sau đó là xử lý cơ học để tách các sợi.

Quy trình phổ biến nhất để tạo ra bột giấy cho sản xuất giấy là quy trình kraft. Trong quy trình kraft, mảnh vụn gỗ được chuyển thành bột gỗ, gần như hoàn toàn là các sợi xenluloza nguyên chất. Quy trình kraft gồm nhiều bước - bước thứ nhất, trong đó mảnh vụn gỗ được ngâm tẩm với dung dịch hóa học. Điều này được thực hiện bằng cách ngâm mảnh vụn gỗ và làm nóng sơ bộ bằng hơi nước. Bước này làm phồng các mảnh vụn gỗ và loại bỏ không khí có trong chúng và thay thế không khí bằng chất lỏng. Sau đó, các mảnh vụn gỗ được bão hòa với một loại chất lỏng màu đen và một loại chất lỏng màu trắng. Chất lỏng màu đen là sản phẩm thu được từ quy trình kraft. Sản phẩm này ngâm nước, dư lượng lignin, hemixenluloza và các hóa chất vô cơ. Chất lỏng màu trắng là dung dịch kiềm mạnh bao gồm natri hidroxit và natri sulfua. Sau khi các mảnh vụn gỗ đã được ngâm trong các dung dịch hóa chất khác nhau, chúng sẽ được nấu chín. Để đạt được sự phân tách trong mảnh vụn gỗ, quy trình nấu được thực hiện trong vài giờ ở nhiệt độ lên đến 176 °C. Ở nhiệt độ này, lignin bị phân huỷ để tạo ra các mảnh hòa tan trong nước. Các sợi xenluloza còn lại được thu gom và rửa sạch sau bước nấu.

Axit của Caro, còn được gọi là axit peroxymonosulfuric (H_2SO_5), là một trong những chất oxy hóa mạnh nhất được biết đến. Có một số phản ứng đã biết để điều chế axit của Caro nhưng một trong những phản ứng đơn giản nhất liên quan đến phản ứng giữa axit sulfuric (H_2SO_4) và hydro peroxit (H_2O_2). Điều chế axit Caro theo phương pháp này cho phép một sản lượng trong phản ứng tiếp theo là kali monopersulfat (PMPS) là chất tẩy trắng và chất oxy hóa hiệu quả. Mặc dù axit của Caro có một số ứng dụng hữu ích đã biết, nhưng đáng chú ý là việc sử dụng nó trong việc phân tách gỗ.

Bằng sáng chế Hoa Kỳ số 5,080,756 đề cập đến quy trình nghiền bột kraft cải tiến có khác biệt ở chỗ việc bổ sung thành phần axit sulfuric đậm đặc đã qua sử dụng có chứa chất

hữu cơ vào hệ thống thu hồi kraft để cung cấp hỗn hợp được làm giàu trong tổng hàm lượng lưu huỳnh, mà có thể bị khử nước, nhiệt phân và phân tách trong lò thu hồi. Chất hữu cơ của thành phần axit sulfuric đặc biệt có lợi như một nguồn năng lượng nhiệt cho phép dễ dàng duy trì mức nhiệt cao để tạo điều kiện thuận lợi cho các phản ứng oxy hóa và khử diễn ra trong lò, do đó dẫn đến sự hình thành sulfite được sử dụng để điều chế rượu nấu thích hợp cho nghiền bột.

Tài liệu Rackemann và cộng sự với nội dung “The effect of pretreatment on Metansulfonic acid-catalyzed hydrolysis of bagasse to levulinic acid, formic acid and furfural” (2018) bộc lộ việc sử dụng axit metansulfonic trên bã mía được xử lý sơ bộ bằng dung dịch kiềm.

Đơn đăng ký sáng chế Hoa Kỳ số 2016/0074549 bộc lộ chế phẩm phân tách hydro peroxit được hoạt hóa cho các ứng dụng ít tạo bọt. Một chất cô đặc để pha loãng bởi người dùng cuối được cung cấp, bao gồm hydro peroxit, axit sulfonic hữu cơ không hoạt động bề mặt hoặc muối của chất này, chất hoạt động bề mặt không ion và axit hữu cơ tùy chọn. Sáng chế còn đề cập đến dung dịch phân tách, hydro peroxit sẵn sàng để sử dụng bao gồm một lượng hydro peroxit diệt khuẩn, axit sulfonic hữu cơ không hoạt động bề mặt hoặc muối của chất này, chất hoạt động bề mặt không ion, nước làm dung môi và axit hữu cơ tùy chọn. Người dùng cuối có thể phân tách bề mặt vi sinh vật bằng cách tiếp xúc bề mặt với chế phẩm phân tách trong một khoảng thời gian có hiệu quả để tiêu diệt phần lớn vi sinh vật nằm trên bề mặt.

Sản xuất nhiên liệu sinh học là một ứng dụng tiềm năng khác cho quy trình kraft. Một trong những hạn chế hiện nay của sản xuất nhiên liệu sinh học là nó đòi hỏi phải sử dụng các bộ phận của thực vật loại thực phẩm (chẳng hạn như hạt giống) để chuyển hóa cacbohydrat thành nhiên liệu trong một quy trình hiệu quả hợp lý. Cacbohydrat có thể thu được từ sợi xenluloza, bằng cách sử dụng sinh khối không phải thực phẩm trong quy trình kraft, tuy nhiên, bản chất tiêu tốn nhiều năng lượng của quy trình kraft để phân tách làm cho điều này trở thành một lựa chọn kém khả thi hơn về mặt thương mại. Để xây dựng một chu trình tài nguyên hóa học dựa trên thực vật, rất cần các quy trình tiết kiệm năng lượng có thể sử dụng các nguyên liệu từ thực vật không cạnh tranh với sản xuất thực phẩm của con người.

Trong khi quy trình nghiền bột kraft là quy trình nghiền bột hóa học được sử dụng rộng rãi nhất trên thế giới, nó cực kỳ tiêu tốn năng lượng và có những nhược điểm khác, chẳng hạn như mùi hôi phát ra xung quanh các nhà máy sản xuất bột giấy.

Trước những thách thức môi trường hiện tại và những thay đổi khí hậu xảy ra do ô nhiễm nhân tạo, tác giả sáng chế rất mong muốn có thể thực hiện phân hủy vật chất hữu cơ bằng quy trình oxy hóa nhẹ. Điều này sẽ giúp cải tiến công nghệ nghiền bột để cung cấp

các sợi chất lượng tốt mà không gây ảnh hưởng đáng kể đến môi trường trong quy trình sản xuất chúng. Do đó, vẫn tồn tại nhu cầu về một chế phẩm có khả năng thực hiện quy trình phân tách chất gỗ trong điều kiện nhiệt độ và áp suất vừa phải.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo phương án của sáng chế, sáng chế đã đề xuất chế phẩm axit ngâm nước, chế phẩm này bao gồm:

- axit alkylsulfonic; và
- peroxit;

trong đó axit alkylsulfonic và peroxit có mặt theo tỷ lệ mol từ 1: 1 đến 15: 1.

Các tác giả đã phát hiện ra rằng sự tách rời vật liệu hữu cơ như vật liệu gỗ (chẳng hạn như, nhưng không giới hạn ở, vụn hoặc mùn cưa) có thể xảy ra ở nhiệt độ thấp hơn đáng kể so với nhiệt độ được sử dụng trong quy trình nghiền bột kraft thông thường. Trên thực tế, các thí nghiệm được tiến hành ở nhiệt độ phòng với các chế phẩm tốt hơn theo sáng chế đã được chứng minh là làm phân hủy lignin có trong mảnh vụn gỗ để tạo ra sợi xenluloza chất lượng cao. Theo phương án tốt hơn theo phương pháp theo sáng chế, mẫu gỗ được xử lý ở 30 °C khi tiếp xúc với chế phẩm theo phương án tốt hơn theo sáng chế. Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, người ta có thể giảm đáng kể chi phí năng lượng liên quan đến việc khử tạp chất bột giấy bằng cách áp dụng phương pháp liên quan đến chế phẩm tốt hơn của sáng chế.

Bằng cách giảm yêu cầu năng lượng và do đó chi phí vốn trong quy trình nghiền bột, những giáo lý này sẽ làm cho quy trình nghiền bột ít gây ô nhiễm môi trường hơn bằng cách đốt cháy ít nhiên liệu hóa thạch hoặc chất hữu cơ hơn để tạo ra nhiệt lượng cần thiết trong quy trình nghiền bột thông thường. Nó cũng sẽ giữ lại nhiều thành phần có giá trị trong sinh khối thường bị phân hủy hoặc phá hủy trong quy trình Kraft, chẳng hạn như monome thơm. Công nghệ được bộc lộ ở đây thể hiện một tiến bộ đáng kể cả về trọng tâm môi trường mà còn là phương pháp tạo ra các hợp chất hóa học được sử dụng làm khối xây dựng hoặc nguyên liệu ban đầu trong một số quy trình hóa học công nghiệp.

Theo phương án của sáng chế, chế phẩm axit ngâm nước bao gồm:

- axit alkylsulfonic; và
- peroxit;

trong đó axit chiếm từ 20% - 65% khối lượng của tổng khối lượng của chế phẩm và trong đó peroxit có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1% - 30% khối lượng của tổng khối lượng của chế phẩm.

Theo phương án khác của sáng chế, chế phẩm axit ngâm nước bao gồm:

- axit alkylsulfonic; và

- peroxit;

trong đó axit alkylsulfonic; và peroxit có mặt theo tỷ lệ mol không nhỏ hơn 1: 1.

Tốt hơn là, chế phẩm còn bao gồm hợp chất bao gồm gốc amin.

Tốt hơn là, axit alkylsulfonic được chọn từ nhóm bao gồm: axit alkylsulfonic trong đó các nhóm alkyl nằm trong khoảng từ C1-C6 và mạch thẳng hoặc mạch phân nhánh; và sự kết hợp của các chất này. Tốt hơn là, axit alkylsulfonic được chọn từ nhóm bao gồm: axit metansulfonic; axit etansulfonic; axit propansulfonic; Axit 2-propansulfonic; axit isobutylsulfonic; axit t-butylsulfonic; axit butansulfonic; axit iso-pentylsulfonic; axit t-pentylsulfonic; axit pentansulfonic; axit t-butylhexansulfonic; và sự kết hợp của các chất này. Tốt hơn nữa là, axit alkylsulfonic là axit metansulfonic.

Theo phương án khác của sáng chế, sáng chế đề xuất một chế phẩm ngâm nước để sử dụng trong việc phân tách sinh khối/gỗ, trong đó chế phẩm này bao gồm:

- axit alkylsulfonic; và

- peroxit,

trong đó axit alkylsulfonic và peroxit có mặt theo tỷ lệ mol từ 1: 1 đến 15: 1.

Tốt hơn là, peroxit là hydro peroxit.

Theo phương án khác của sáng chế đề cập đến phương pháp phân tách sinh khối/nguyên liệu thực vật, phương pháp này bao gồm:

- cung cấp nguyên liệu thực vật bao gồm sợi xenluloza và lignin;

- để lộ nguyên liệu thực vật yêu cầu cho chế phẩm bao gồm:

- axit alkansulfonic; và

- peroxit,

trong đó axit alkansulfonic và peroxit có mặt theo tỷ lệ mol từ 1: 1 đến 15: 1 và thời gian tiếp xúc đủ để loại bỏ về cơ bản tất cả lignin có trên nguyên liệu thực vật. Tốt hơn là, chế phẩm còn bao gồm hợp chất bao gồm gốc amin. Tốt hơn là hợp chất bao gồm gốc amin có khối lượng phân tử dưới 300 g/mol. Tốt hơn là hợp chất bao gồm gốc amin là amin bậc một. Tốt hơn nữa là, hợp chất bao gồm gốc amin là alkanolamin. Tốt hơn là hợp chất bao gồm gốc amin là amin bậc ba.

Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, alkanolamin được chọn từ nhóm bao gồm: monoetanolamin; dietanolamin; trietanolamin; và sự kết hợp của các chất này. Tốt hơn là, alkanolamin là trietanolamin.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng sự không đồng nhất của vật liệu gỗ (chẳng hạn như, nhưng không giới hạn ở mảnh vụn gỗ hoặc sinh khối thông thường khác) có thể xảy ra ở nhiệt độ thấp hơn đáng kể so với nhiệt độ được sử dụng trong quy trình nghiền bột kraft thông thường. Trên thực tế, một số thí nghiệm được tiến hành ở nhiệt độ phòng trung bình trong khoảng 18 - 21 °C với các chế phẩm tốt hơn và theo sáng chế được chứng minh là làm phân hủy lignin có trên mảnh vụn gỗ để giải phóng sợi xenluloza rất hiệu quả. Theo phương án tốt hơn khác của phương pháp theo sáng chế, mẫu gỗ được hòa tan ở 30 °C khi tiếp xúc với chế phẩm theo phương án tốt hơn theo sáng chế. Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, người ta có thể giảm đáng kể chi phí năng lượng, chi phí vốn liên quan và giảm đáng kể lượng khí thải liên quan hiện phát ra trong quy trình phân tách bột giấy bằng cách áp dụng phương pháp liên quan đến chế phẩm tốt hơn của sáng chế.

Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, có một quy trình gồm nhiều bước tùy thuộc vào thời gian và nhiệt độ và tỷ lệ mol của chế phẩm tốt hơn theo sáng chế, trong đó các bước hòa tan riêng biệt đạt được:

1. Sự phân tách;
2. Sự hòa tan của hemixenluloza; và
3. Sự hòa tan của xenluloza nguyên vẹn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Sáng chế có thể được hiểu đầy đủ hơn khi xem xét mô tả sau đây về các phương án khác nhau của sáng chế liên quan đến các hình kèm theo, trong đó:

Hình 1 là hình ảnh của một mảnh vụn gỗ trong chế phẩm theo phương án tốt hơn theo sáng chế ở $t = 1$ phút;

Hình 2 là hình ảnh của một mảnh vụn gỗ trong chế phẩm theo phương án tốt hơn theo sáng chế ở $t = 60$ phút;

Hình 3 là hình ảnh của một mảnh vụn gỗ trong chế phẩm theo phương án tốt hơn theo sáng chế tại $t = 1$ ngày; và

Hình 4 là hình ảnh của một mảnh vụn gỗ trong chế phẩm theo phương án tốt hơn theo sáng chế ở $t = 8$ ngày.

Mô tả chi tiết sáng chế

Những mô tả chi tiết mang lại sự hiểu biết rõ ràng về các phương án lấy làm ví dụ được mô tả trong mục này sẽ được đánh giá cao. Tuy nhiên, những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ hiểu rằng các phương án được mô tả trong mục này có thể được thực hiện mà không cần có các mô tả chi tiết này. Trong các trường hợp khác, các phương pháp, quy trình và thành phần được biết rộng rãi chưa được mô tả chi tiết để không

làm khó hiểu các phương án được mô tả trong mục này. Hơn nữa, mô tả này không được xem xét để giới hạn phạm vi của các phương án được mô tả trong sáng chế này theo bất kỳ cách nào, mà chỉ là mô tả việc triển khai các phương án khác nhau được mô tả trong sáng chế này.

Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, chế phẩm này được đề xuất là chế phẩm có tính axit bao gồm thành phần axit alkylsulfonic và thành phần peroxit. Khi chế phẩm này tiếp xúc với sinh khối chẳng hạn như mảnh vụn gỗ, nó sẽ phân tách các mảnh vụn gỗ và để lại nguyên vẹn xenluloza và hemixenluloza. Xử lý như mô tả ở trên có thể được xem là thuận lợi khi điều chế bột giấy từ vật liệu hữu cơ. Việc tách vật liệu lignin khỏi cả vật liệu xenluloza và hemixenluloza giúp quy trình xử lý xuống dây chuyền dễ dàng hơn để thu hồi monome lignin và các thành phần khác. Các monome lignin được hiểu rằng đó là những hóa chất là một phần của cấu trúc lignin trước khi vật liệu trải qua quy trình thủy phân bằng axit.

Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, sáng chế đề cập đến phương pháp để xử lý vật liệu hữu cơ để thu được bột giấy và/hoặc vật liệu xenluloza, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

- cung cấp vật liệu hữu cơ bao gồm xenluloza và lignin;
- cung cấp chế phẩm có tính axit bao gồm thành phần axit alkylsulfonic và thành phần peroxit;
- tiếp xúc với vật liệu hữu cơ có thành phần trong một khoảng thời gian đủ để loại bỏ về cơ bản tất cả lignin khỏi vật liệu hữu cơ đó; và
- tùy chọn tách lignin khỏi xenluloza.

Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, vật liệu xenluloza còn lại có thể được xử lý thêm để cuối cùng thu được các monome glucoza. Tốt hơn là, bước xử lý này được thực hiện bằng cách sử dụng axit sulfuric hoặc axit biến tính có chứa thành phần axit sulfuric.

Tốt hơn là, quy trình xử lý vật liệu hữu cơ đã được phân tách bao gồm bước trung gian trong đó hemixenluloza được tách ra khỏi xenluloza và sau đó được loại bỏ khỏi xenluloza còn lại. Hemixenluloza hiện đã được tách ra có thể được xử lý thêm để tạo ra nhiều loại hợp chất hóa học khác nhau để sử dụng trong tương lai. Xenluloza còn lại có thể được tiếp tục phân hủy bằng cách thủy phân axit để tạo ra các monome glucoza. Sau đó, glucoza thu được có thể được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu trong nhiều quy trình hóa học công nghiệp.

Theo phương án tốt hơn theo phương pháp theo sáng chế, lignin được thu hồi không yêu cầu xử lý đáng kể để tách nó ra khỏi hemixenluloza và/hoặc xenluloza vì phương pháp

này khá chọn lọc. Tốt hơn là thực hiện phương pháp dưới sự kiểm soát thích hợp của chúng sẽ tạo điều kiện thuận lợi hơn rất nhiều cho quy trình xử lý lignin tiếp theo trước khi ứng dụng nó vào các lĩnh vực khác. Lignin có nhiều lĩnh vực ứng dụng như: phụ gia khoan giếng dầu khí; hóa chất nông nghiệp; polyme đặc chủng; cũng như việc sử dụng phổ biến nhất của nó như một nguồn nhiên liệu. Trên thực tế, việc ứng dụng lignin và các dẫn xuất của nó trong các ngành công nghiệp khác nhau hiện là một thị trường trị giá hàng tỷ đô la, và việc cải thiện chuỗi cung ứng trong khi giảm các yêu cầu xử lý để sử dụng trong tương lai sẽ rất có lợi.

Các thí nghiệm được thực hiện bằng cách sử dụng chế phẩm axit ngâm nước theo phương án tốt hơn theo sáng chế đã chỉ ra rằng mảnh vụn gỗ có thể được tách lớp trong các điều kiện phản ứng được kiểm soát và loại bỏ hoặc ít nhất là giảm thiểu đáng kể sự phân hủy của xenluloza. Sự biến chất được hiểu là sự sẫm màu của xenluloza hoặc cacbon hóa (chuyển đổi thành muối than), là dấu hiệu của sự xâm nhập không kiểm soát được của axit vào xenluloza và làm nó bị ố vàng.

Thí nghiệm 1

Phương án tốt hơn theo chế phẩm theo sáng chế đã được thử nghiệm để xác định khả năng phân tách một mảnh vụn gỗ.

Các thí nghiệm được hoàn thành bằng cách sử dụng khoảng 0,2g gỗ và khoảng 20g dung dịch. Hỗn hợp được khuấy ở tốc độ 200 vòng/phút ở nhiệt độ 30 °C trong một giờ (Hình 1 và 2). Hình 3 và 4 cho thấy các mảnh vụn gỗ trong dung dịch theo thời gian. Dung dịch được thử nghiệm bao gồm axit metansulfonic và hydro peroxit ở nồng độ từ 5,6: 1. Chuẩn độ chế phẩm thu được bằng cách sử dụng pemanganat và kết quả được lập bảng trong Bảng 1 dưới đây.

Bảng 1: Chuẩn độ thành phần của Ví dụ 1

Thời gian	MSA-H ₂ O ₂ (% hiệu suất của H ₂ O ₂)
Khi tổng hợp (trộn)	100
Sau 4 ngày	97,6
Sau 7 ngày	95,8

Giá trị pH ghi được là -0,45 ở điều kiện môi trường xung quanh (pH <0). Tỷ lệ mol của MSA so với peroxit là 5,6: 1.

Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, axit metansulfonic là thành phần chính về khối lượng và phần trăm khối lượng của chế phẩm theo sáng chế. Theo phương án tốt hơn

theo sáng chế, độ pH của chế phẩm nhỏ hơn 1. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, độ pH của chế phẩm nhỏ hơn 0,5.

Hình 3 và hình 4 cho thấy sự phân tách của một mảnh vụn gỗ khi có mặt của axit alkylsulfonic (axit metansulfonic) và hydro peroxit trong khoảng thời gian lên đến 8 ngày ở nhiệt độ khoảng 22 °C. Đáng chú ý là vào cuối thí nghiệm (ngày thứ 8) không có dấu hiệu của muội than. Đây là một dấu hiệu cho thấy không có sự biến chất của vật liệu xenluloza đối với cấu trúc gốc của nó.

Thí nghiệm trên là một chỉ dẫn rõ ràng rằng chế phẩm theo sáng chế không chỉ cung cấp axit hòa tan đầy đủ để phân chia nguyên liệu thực vật, mà còn có giá trị trong việc hạn chế sự phân hủy vật liệu xenluloza thành cặn muội than, mang lại năng suất cao hơn cho người vận hành nhà máy, và tăng lợi nhuận đồng thời giảm lượng khí thải và rủi ro cho nhân viên, nhà thầu và xã hội.

Phương pháp để tạo ra glucoza từ bột gỗ sẽ đại diện cho một tiến bộ đáng kể đối với quy trình hiện tại, khi mà quy trình chuyển đổi hiện tại tốn nhiều năng lượng và khí thải; tốn kém; và nguy hiểm trong khi không mang lại kết quả hiệu quả cao, đặc biệt là trong các hoạt động quy mô lớn. Tác giả sáng chế mong muốn sử dụng một chế phẩm có thể phân tách gỗ nhưng cũng cho phép người vận hành kiểm soát để bảo quản xenluloza thay vì phân hủy nó thành muội than, nhằm nâng cao hiệu quả và sản lượng, tăng độ an toàn và giảm chi phí tổng thể.

Tốt hơn là hợp chất axit alkylsulfonic và hydro peroxit có mặt với số lượng nằm trong khoảng từ 1: 1 đến 15: 1 theo tỷ lệ mol. Tốt hơn là độ pH thu được của chế phẩm nhỏ hơn 1. Tốt hơn là độ pH thu được của chế phẩm nhỏ hơn 0,5.

Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, hợp chất chứa gốc axit sulfonic được chọn từ nhóm bao gồm: axit alkylsulfonic trong đó nhóm alkyl nằm trong khoảng từ C1-C6 và là mạch thẳng hoặc mạch phân nhánh; và sự kết hợp của các chất này. Tốt hơn là hợp chất này bao gồm gốc axit sulfonic được chọn từ nhóm bao gồm: axit metansulfonic; axit etansulfonic; axit propansulfonic; Axit 2-propanulfonic; axit isobutylsulfonic; axit t-butylsulfonic; axit butansulfonic; axit iso-pentylsulfonic; axit t-pentylsulfonic; axit pentansulfonic; axit t-butylhexansulfonic; và sự kết hợp của các chất này. Tốt hơn nữa là, hợp chất này bao gồm gốc axit sulfonic là axit metansulfonic.

Bằng sự hiểu biết của người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, axit alkylsulfonic được hiểu là bao gồm các hợp chất axit alkylsulfonic, trong đó alkyl bão hòa hoặc không bão hòa, mạch vòng, mạch thẳng hoặc phân nhánh và/hoặc được thế hoặc không được thế.

Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, sự kết hợp nồng độ cao của axit alkylsulfonic và peroxit tạo ra chế phẩm axit đã biến tính có khả năng tạo ra sự phân tách có kiểm soát của vật liệu hữu cơ và để các sợi xenluloza tương đối không bị ảnh hưởng.

Khi thực hiện phân tách gỗ bằng chế phẩm theo phương án tốt hơn theo sáng chế, quy trình này có thể được thực hiện ở nhiệt độ và áp suất thấp hơn đáng kể so với quy trình hiện đang được sử dụng trong quy trình nghiền bột kraft thông thường. Dưới đây là một số ưu điểm đáng kể: quy trình nghiền bột Kraft yêu cầu nhiệt độ trong khoảng 176 - 180 °C để thực hiện quy trình phân tách, phương án tốt hơn theo quy trình theo sáng chế có thể phân loại gỗ ở nhiệt độ như thấp đến 25 °C. Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp nhất là 10 °C. Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 0 °C. Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 20 °C. Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 30 °C. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, quy trình phân tách của gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 40 °C. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 50 °C. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 60 °C. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 80 °C. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 90 °C. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 100 °C. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 120 °C. Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, quy trình phân tách gỗ có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp đến 130 °C.

Theo mỗi phương án tốt hơn ở trên, nhiệt độ tại đó các quy trình được thực hiện về cơ bản thấp hơn đáng kể so với quy trình kraft sử dụng nhiều năng lượng và tương đối kém hiệu quả hiện tại.

Hơn nữa, quy trình kraft đòi hỏi áp suất cao để thực hiện quy trình phân tách gỗ. Theo phương án tốt hơn theo sáng chế, quy trình khử tạp chất của gỗ có thể được thực hiện ở áp suất khí quyển. Do đó, điều này làm giảm nhu cầu về các thiết bị công nghiệp chuyên dụng cao và đắt tiền. Nó cũng cho phép thực hiện các công việc phân tách ở nhiều nơi trên thế giới, nơi mà trước đây việc triển khai một nhà máy làm giấy và bột giấy là không thể thực hiện được do nhiều lý do.

Một số ưu điểm của quy trình theo phương án tốt hơn theo sáng chế, so với quy trình kraft thông thường là đáng kể vì nhiệt đưa vào quy trình sau không chỉ là nguồn ô nhiễm lớn mà phần lớn là lý do khiến bột giấy tạo thành có giá cao. Chỉ riêng việc tiết kiệm

năng lượng từ việc thực hiện quy trình theo phương án tốt hơn theo sáng chế sẽ được phản ánh trong giá bột giấy thấp hơn và lợi ích về môi trường, cả hai đều có tác động tức thì và lợi ích môi trường và thương mại đa thế hệ.

Tiết kiệm chi phí hơn nữa từ việc thực hiện quy trình theo phương án tốt hơn theo sáng chế, có thể được tìm thấy khi không có hoặc giảm thiểu các quy định hạn chế đối với hoạt động của thiết bị đun nóng bột giấy ở nhiệt độ cao và áp suất cao.

Phương pháp để tạo ra glucoza từ bột gỗ sẽ là một tiên bộ đáng kể đối với các quy trình hiện tại, trong đó việc chuyển đổi như vậy tốn nhiều hóa chất và tốn kém và không mang lại kết quả đáng chú ý, đặc biệt là trong các hoạt động quy mô lớn. Tác giả mong muốn sử dụng một chế phẩm có thể phân định sinh khối, nhưng cũng cho phép người thực hiện một số kiểm soát để bảo quản xenluloza hơn là phân huỷ nó thành muối than. Cung cấp thêm các giá trị doanh thu cho người điều hành các nhà máy đó.

Theo phương án tốt hơn theo phương pháp theo sáng chế, việc tách lignin có thể được thực hiện và các sợi xenluloza tạo thành có thể được xử lý thêm để tạo ra các monome glucoza. Đường hóa học glucoza có rất nhiều ứng dụng, bao gồm như một tiền chất trong việc điều chế các hóa chất được sử dụng rộng rãi, bao gồm nhưng không giới hạn, đối với diaxetonit, dithioaxetal, etanol, glucosit, glugal và hydroxyglugal.

Một ưu điểm khác của việc sử dụng chế phẩm tốt hơn theo sáng chế, so với cách nghiền bột kraft hiện tại, là không có khí hoặc khí độc hại. Nguồn khí trong quy trình nghiền bột kraft được cho là chủ yếu phát thải SO_2 . Cho đến nay, việc phân tách bằng cách sử dụng chế phẩm tốt hơn theo sáng chế đã cho đến nay và với khả năng phát hiện tốt nhất hiện có, không dẫn đến việc tạo ra SO_2 .

Axit metansulfonic (MSA), trietanolamin (TEOA) và hydro peroxit được pha trộn với các chất MSA, TEOA và hydro peroxit khác nhau và phản ứng với sinh khối (mảnh vụn gỗ) qua đêm ở điều kiện nhiệt độ và áp suất môi trường xung quanh để đánh giá hiệu quả của sự thay đổi dựa trên tỷ lệ số mol. Các thử nghiệm đối chứng được thực hiện với các công thức tương ứng chỉ có kraft lignin hoặc chỉ thêm xenluloza so với sinh khối. Lignin có sẵn trên thị trường (Sigma-Aldrich; Lignin, kraft; Prod # 471003) được sử dụng làm chất kiểm soát trong thử nghiệm. Xenlulo thương mại (Sigma-Aldrich; Xenluloza, sợi (trung bình); Prod # C6288) cũng được sử dụng làm chất kiểm soát trong thử nghiệm.

Pha rắn của mỗi hỗn hợp được lọc sau thời gian phản ứng 20 giờ, rửa sạch bằng nước và làm khô trong tủ sấy ở 45 °C đến khối lượng khan không đổi. Tất cả dữ liệu là trung bình của các lần chạy ba lần. Một công thức hiệu quả sẽ hòa tan tất cả lignin và để lại xenluloza càng nguyên vẹn và không bị hư hại. Kết quả của các thí nghiệm được báo cáo trong Bảng 2 dưới đây.

Bảng 2: Thu hồi chất rắn (% khối lượng ban đầu) sau 20 giờ phản ứng

Tỷ lệ công thức	Gỗ (% khối lượng còn lại sau phản ứng)	Kiểm soát lignin (% khối lượng còn lại sau phản ứng)	Kiểm soát xenluloza (% khối lượng còn lại sau phản ứng)
1: 0: 1	57,61	25,47	80,89
1: 0: 7	85,07	51,16	79,54
15: 0: 1	58,8	37,73	82,94
1: 1: 1	100	54,39	83,87
1: 1: 7	100	71,05	91,57

Sử dụng quy trình hàng loạt - pha trộn MSA: H₂O₂ theo tỷ lệ mol 1: 1

Một quy trình hàng loạt lớn hơn đã được thực hiện để đánh giá và xác minh các thành phần và quy trình đã thảo luận trước đó đã thực hiện trên các khối lượng nhỏ hơn. Để chuẩn bị cho một quy trình lớn hơn, 548g axit metanulfonic (MSA) (70%) được trộn với 453g dung dịch hydro peroxit (29%) trong một cốc lớn ở điều kiện thông thường (không cần làm mát do phản ứng tỏa nhiệt tối thiểu). Tỷ lệ pha trộn mol là 1: 1. 50g dăm bào gỗ (mùn cưa) không có kích thước được thêm vào và khuấy hỗn hợp ở điều kiện môi trường xung quanh. Sau 20 giờ, hỗn hợp phản ứng được chuyển sang hệ thống lọc với tấm lọc Teflon 20µm và chất rắn còn lại được làm khô ở 45 °C trong 12 giờ. Hiệu suất chất rắn khi so với sinh khối thêm vào là 54,2%.

Hàm lượng hydrocacbon của xenluloza tạo thành được xác định là 93,0%, gần với hàm lượng xenluloza Sigma-Aldrich # WXBC9745V - 95,7% được sử dụng để so sánh. Hàm lượng nước được xác định là 3,38%, tương đương với Sigma-Aldrich xenluloza # WXBC9745V - tiêu chuẩn 3% được sử dụng để so sánh. Kappa # = 11, có nghĩa là độ phân tách không hoàn toàn nhưng đủ tốt cho các tông và giấy tiện ích. Sự nhiễu xạ tia X được thực hiện trên mẫu và chỉ ra rằng độ kết tinh biểu kiến là 58,2%, phù hợp với các con số đã thử nghiệm trước đây của các tác giả và xenluloza thương mại từ Aldrich được đo là 61,3%. Kính hiển vi điện tử quét được thực hiện trên các mẫu và cho thấy hàm lượng sợi rất cao.

Theo phương án tốt hơn khác của sáng chế, chế phẩm này có thể được sử dụng để phân hủy vật liệu hữu cơ bằng quy trình oxy hóa, chẳng hạn như chế phẩm được sử dụng trong xử lý nước, lọc nước và/hoặc khử muối trong nước. Một ví dụ của điều này là loại

bỏ (tức là phân hủy) tảo trên màng lọc. Vì những màng như vậy đắt tiền, nên điều bắt buộc về mặt tài chính là chúng phải được sử dụng càng lâu càng tốt. Tuy nhiên, do khó khăn trong việc loại bỏ các chất hữu cơ tích tụ theo thời gian, các phương pháp tiếp cận mới là cần thiết để làm điều đó một cách hiệu quả và ít làm hỏng màng nhất có thể. Axit vô cơ quá mạnh, trong khi chúng sẽ loại bỏ các chất hữu cơ, chúng sẽ làm hỏng màng lọc. Chế phẩm tốt hơn theo sáng chế khắc phục vấn đề này vì nó ít xâm thực hơn axit vô cơ và như vậy, sẽ loại bỏ các chất bẩn hữu cơ theo cách tiếp cận nhẹ nhàng hơn nhiều, do đó giảm thiểu thiệt hại màng.

Mặc dù sáng chế ở trên đã được mô tả một số chi tiết nhằm mục đích rõ ràng và dễ hiểu, nhưng sáng chế đó sẽ được những người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật có liên quan đánh giá cao, khi họ đã quen thuộc với sáng chế này thì có thể thực hiện các thay đổi khác nhau về hình thức và chi tiết mà không vượt quá phạm vi thực sự của sáng chế trong các yêu cầu bảo hộ đính kèm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm axit ngâm nước bao gồm:

axit alkylsulfonic trong đó nhóm alkyl có từ C_1 - C_6 và là mạch thẳng hoặc mạch nhánh;

hợp chất chứa nhóm amin được chọn từ nhóm bao gồm các alkanolamin; và
peroxit;

trong đó axit có mặt với hàm lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 65% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chế phẩm và peroxit có mặt với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chế phẩm; và

trong đó axit alkylsulfonic nói trên và peroxit có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 1:1 đến 15:1 và chế phẩm có pH dưới 1.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó axit alkylsulfonic nói trên được chọn từ nhóm bao gồm: axit metansulfonic; axit etansulfonic; axit propansulfonic; axit 2-propansulfonic; axit isobutylsulfonic; axit t-butylsulfonic; axit butansulfonic; axit iso-pentylsulfonic; axit t-pentylsulfonic; axit pentansulfonic; axit t-butylhexansulfonic; và các kết hợp của các chất này.

3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó axit alkylsulfonic nói trên là axit metansulfonic.

4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ từ 1 đến 3, trong đó peroxit là hydro peroxit.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ từ 1 đến 4, trong đó hợp chất chứa nhóm amin có trọng lượng phân tử dưới 300 g/mol.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ từ 1 đến 5, trong đó alkanolamin nói trên được chọn từ nhóm bao gồm: monoetanolamin; dietanolamin; trietanolamin; và các kết hợp của các chất này.

7. Chế phẩm theo điểm 6, trong đó alkanolamin nói trên là trietanolamin.

8. Phương pháp tách lignin của vật liệu sinh khối/thực vật, phương pháp nói trên bao gồm:

cung cấp vật liệu thực vật nói trên chứa các sợi cellulose và lignin;

tiếp xúc vật liệu thực vật cần thiết với chế phẩm bao gồm: axit alkylsulfonic; hợp chất chứa nhóm amin; và

peroxit;

trong đó axit alkylsulfonic nói trên trong đó nhóm alkyl có từ C_1 - C_6 và là mạch thẳng hoặc mạch nhánh; và hợp chất nói trên chứa nhóm amin được chọn từ nhóm bao gồm các alkanolamin; và

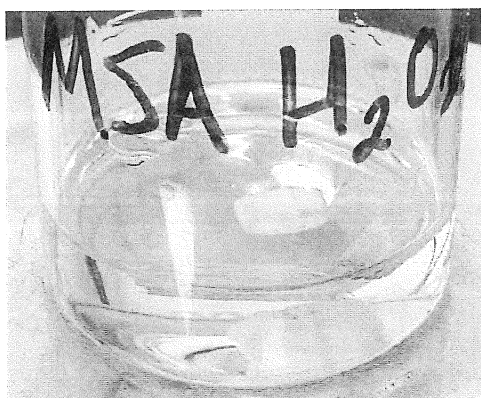
trong đó axit alkylsulfonic nói trên và peroxit có mặt với tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 1:1 đến 15:1 và thời gian tiếp xúc đủ để loại bỏ đáng kể tất cả lignin hiện diện trên vật liệu thực vật nói trên.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó hợp chất chứa nhóm amin có trọng lượng phân tử dưới 300 g/mol.

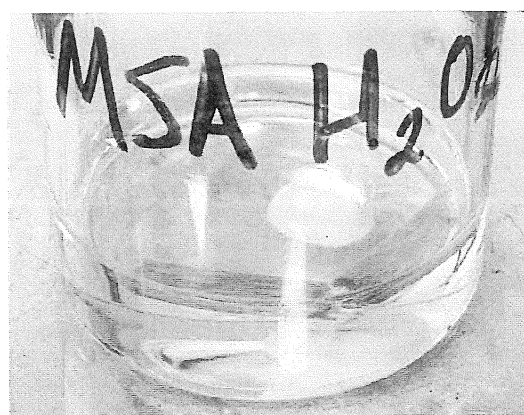
10. Phương pháp theo điểm 8 hoặc 9, trong đó hợp chất nói trên chứa nhóm amin được chọn từ nhóm bao gồm: monoetanolamin; dietanolamin; trietanolamin; và các kết hợp của các chất này.

11. Phương pháp theo điểm 9 hoặc 10, trong đó hợp chất nói trên chứa nhóm amin là trietanolamin.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ từ 9 đến 11, trong đó peroxit là hydro peroxit.

**HÌNH 1**

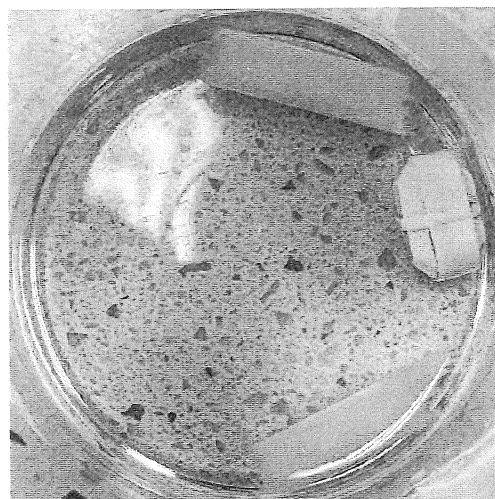
(Thời gian đã trôi qua $t = 1$ phút (MSA-
 H_2O_2))

**HÌNH 2**

(Thời gian đã trôi qua $t = 60$ phút (MSA-
 H_2O_2))

**HÌNH 3**

(Thời gian đã trôi qua $t = 1$ ngày (MSA-
 H_2O_2))

**HÌNH 4**

(Thời gian đã trôi qua $t = 8$ ngày (MSA-
 H_2O_2))