



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0003697

(51) **D21C 11/00**
2020.01

(13) **Y**

(21) 2-2020-00380

(22) 12/08/2020

(45) 25/09/2024 438

(43) 25/02/2022 407

(73) **VIỆN HÓA HỌC CÁC HỢP CHẤT THIÊN NHIÊN (VN)**

Tòa Nhà 1H - Số 18 Hoàng Quốc Việt, phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội

(72) **ĐỖ HỮU NGHỊ (VN); LÊ THỊ KIM PHỤNG (VN); TRẦN TẤN VIỆT (VN); VŨ ĐÌNH GIÁP (VN).**

(54) **QUY TRÌNH THU HỒI LIGNIN TỪ RƠM RẠ BẰNG PHƯƠNG PHÁP HAI BƯỚC AXIT HÓA DỊCH ĐEN**

(57) Quy trình thu hồi lignin từ rơm rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen gồm ba giai đoạn chính: đun khuấy hoàn lưu rơm rạ với dung môi; loại bỏ xenluloza và silica; và thu hồi lignin.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực công nghệ hóa học và nông nghiệp, cụ thể là đề cập đến quy trình thu hồi lignin từ rơm rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Rơm rạ là một trong những rác thải có chứa nhiều lignoceluloza (lignocellulose) trên thế giới. Theo ước tính cứ một kilogram gạo được thu hoạch từ 1-1,5kg lúa. Như vậy, với sản lượng lúa gạo khổng lồ ở Việt Nam, rơm rạ được xem là nguồn sinh khối đầy tiềm năng. Tuy nhiên, hằng năm ở nước ta, lượng rơm rạ chủ yếu được đốt, ủ phân hay bị vứt đi như một loại rác thải gây lãng phí và ảnh hưởng đến môi trường.

Trong rơm rạ luôn chứa ba thành phần chính gồm khoảng 40% xenluloza, 30% hemixenluloza và 20% lignin. Trong đó, lignin là một polyme có cấu trúc được cấu thành từ các đơn vị phenylpropen. Với cấu trúc này, lignin có giàu nhóm thiom (aromatic), do đó lignin được ứng dụng rất nhiều trong cuộc sống như được làm chất phân tán, chất ổn định, chất phụ gia trong công nghiệp sản xuất cao su, sản xuất bê tông, chất kết dính hay chất dẻo trong công nghiệp. Trong các vật liệu tích điện, lignin còn đóng vai trò như một chất kết dính chúng tạo thành một lớp màng mỏng trên bề mặt bột than chì giúp đảm bảo cho tuổi thọ của thiết bị, v.v.. Hiện nay, lượng lignin từ các nhà máy sản xuất giấy, còn sinh học hay lượng lignin trong sinh khối rơm rạ vẫn chưa được tận dụng triệt để. Với tiềm năng dồi dào và khả năng ứng dụng rộng rãi, lignin hoàn toàn có thể được xem như một nguồn nguyên liệu có thể thay thế nguồn nguyên liệu hóa thạch đang dần cạn kiệt trong tương lai.

Tiền xử lý là một trong những phương pháp được sử dụng để phá vỡ cấu trúc của nguyên liệu, đồng thời tách rời các cấu tử trong nguyên liệu với nhau để dễ dàng thu được các thành phần thiết yếu. Với thành phần tương đối nhiều như rơm rạ, vai trò của tiền xử lý là rất quan trọng bởi vì sự liên kết giữa các thành phần trong rơm rạ rất phức tạp, đặc biệt là liên kết giữa lignin và các thành phần khác.

Trong giải pháp hữu ích này, việc tiền xử lý rơm rạ sẽ được tiến hành để phá vỡ liên kết giữa lignin và các thành phần khác, đây là nguyên nhân chính khiến cho sản

phẩm có độ tinh khiết thấp, đồng thời việc sử dụng phương pháp này cũng tăng hiệu suất cho quá trình thu hồi lignin.

Ngoài ra, việc áp dụng phương pháp tiên xử lý trong các ngành công nghiệp còn vấp phải một số bất cập về vấn đề gây ô nhiễm môi trường và khả năng thu hồi dung môi sau xử lý. Trong khi đó, việc thu hồi lignin từ dịch đen sau tiên xử lý cũng chưa được quan tâm gây lãng phí rất lớn. Do đó, có rất nhiều phương pháp tiên xử lý được nghiên cứu và áp dụng rộng rãi, có thể kể đến như phương pháp vật lý (như nghiền, cắt), phương pháp hóa học (sử dụng dung dịch kiềm, axit, dung môi hữu cơ, oxy hóa ướt), phương pháp sinh học (enzym), phương pháp nhiệt vật lý và nhiệt hóa học (như nổ hơi, chất thay thế chất lỏng ion). Tuy nhiên, các phương pháp này có nhiều hạn chế như: thao tác thủ công, thời gian phản ứng dài, không thể thu hồi dung môi, chi phí đầu tư và vận hành cao, khó thực hiện phản ứng với dung môi hữu cơ, tiêu thụ năng lượng lớn, hiệu suất thu hồi lignin thấp và tạo thành sản phẩm phụ. Điểm đặc biệt là trong rom có hàm lượng silica tương đối cao và các liên kết giữa các thành phần tương đối phức tạp. Do đó, giải pháp hữu ích đề xuất quy trình thu hồi lignin từ rom rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen. Ưu điểm của quy trình này là sử dụng dung môi kiềm nhẹ, quy trình đơn giản, chi phí đầu tư và vận hành thấp, tiêu thụ năng lượng nhỏ và lignin được thu hồi có độ tinh khiết cao. Tuy nhiên, việc thu hồi lignin có độ tinh khiết cao từ rom rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen vẫn chưa được công bố.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là thu hồi lignin có độ tinh khiết cao từ rom rạ.

Để thực hiện mục đích này, giải pháp hữu ích đề xuất quy trình thu hồi lignin từ rom rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen.

Quy trình theo sáng chế khác biệt với phương pháp thông thường ở chỗ: sử dụng dung môi kiềm có nồng độ thấp trong quá trình tiên xử lý rom rạ nhằm tăng hiệu suất thu hồi lignin, đồng thời thực hiện các bước thay đổi pH đơn giản để thu hồi lignin có trong dịch đen. Hơn thế nữa, dung môi kiềm nhẹ được sử dụng để hạn chế sự ảnh hưởng xấu đến con người và môi trường. Đồng thời, điều kiện phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ thấp, ít tiêu tốn năng lượng, trong khi lignin thu được có độ tinh khiết cao và hiệu suất thu hồi lignin lớn.

Quy trình thu hồi lignin từ rom rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen gồm 3 giai đoạn chính: đun khuấy hoàn lưu rom rạ với dung môi; loại bỏ xenluloza và

silica; và thu hồi lignin.

- Giai đoạn 1: đun khuấy hoàn lưu rom rạ với dung môi:

Mẫu rom rạ sau khi được làm sạch, sấy khô và xay nhỏ đến kích thước 0,5-1,0 cm thì được cho vào bình phản ứng với dung dịch NaOH 1% theo tỉ lệ 1/15. Bình phản ứng được đun khuấy hoàn lưu ở nhiệt độ từ 90°C trong thời gian 2 giờ và được khuấy liên tục ở tốc độ 150 vòng/phút.

- Giai đoạn 2: loại bỏ xenluloza và silica:

Dung dịch thu được ở giai đoạn 1 được lọc qua màn lọc để loại bỏ phần xenluloza và rom còn lại. Sau đó dung dịch được trung hòa bằng H₂SO₄ 18% để pH giảm xuống 9, được lắng trong 36 giờ và tiến hành lọc để loại bỏ silica.

- Giai đoạn 3: thu hồi lignin:

Dung dịch thu được ở giai đoạn 2 được hạ pH xuống pH 3 bằng cách sử dụng dung dịch H₂SO₄ 18%, sau đó tiến hành lắng dung dịch trong ít nhất 24 giờ, và tiến hành lọc chân không thu được chất rắn trên giấy lọc chính là lignin thô. Sau đó, tiến hành rửa chất rắn thu được với nước đến khi nước rửa bắt đầu có pH trung hòa. Mẫu lignin sau khi rửa được sấy khô (ở nhiệt độ 105°C trong 24 giờ), lignin thu được sau khi sấy là lignin thành phẩm. Cuối cùng, tiến hành xác định tính chất, khối lượng lignin thu được, tính toán độ tinh khiết và hiệu suất thu hồi lignin.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1 là sơ đồ quy trình thu hồi lignin từ rom rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Như đã trình bày ở trên, quy trình thu hồi lignin từ rom rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen gồm 3 giai đoạn chính:

- Giai đoạn 1: Nguyên liệu được sử dụng để thu hồi lignin là rom rạ. Mẫu rom rạ được thu về sau khi thu hoạch lúa là mẫu khô, khá nhiều bần do quá trình thu hoạch và lưu trữ. Để xử lý làm sạch mẫu rom, tiến hành đem rửa qua nhiều lần với nước sạch, đến khi nước rửa không ngả màu vàng nữa. Mẫu rom được mang đi phơi khô dưới nắng tự nhiên. Sau khi thu được mẫu rom rạ khô, đem xay nhỏ đến kích thước 2-10 mm. Mẫu được bảo quản trong túi nilon bọc kỹ, để nơi thoáng mát khô ráo. Để tiến hành phản ứng, mẫu rom rạ được cho vào bình phản ứng cùng với dung dịch NaOH 1% theo tỉ lệ 1/15.

Bình phản ứng được đun khuấy hoàn lưu ở nhiệt độ từ 90°C trong thời gian 2 giờ và được khuấy liên tục ở tốc độ 150 vòng/phút.

- Giai đoạn 2: Dung dịch thu được được lọc qua màn lọc để loại bỏ phần xenluloza và rơm còn lại. Sau đó, dung dịch được trung hòa bằng H₂SO₄ 18% để pH giảm xuống 9, được lắng trong 36 giờ và tiến hành lọc để loại bỏ silica.

- Giai đoạn 3: Tiếp tục hạ xuống pH 3 bằng cách sử dụng dung dịch H₂SO₄ 18%, dung dịch sau đó được loại bỏ hemixenluloza. Cuối cùng, tiến hành lắng dung dịch trong ít nhất 24 giờ, và lọc chân không thu được chất rắn trên giấy lọc chính là lignin thô. Ở đây lignin thô vẫn có thể còn lẫn muối của quá trình trung hòa nên tiếp tục được rửa với nước nhiều lần đến khi nước rửa bắt đầu có pH trung hòa. Mẫu lignin sau khi rửa được tiến hành sấy khô (ở nhiệt độ 105°C trong 24h), lignin thu được sau khi sấy là lignin thành phẩm. Cuối cùng, tiến hành xác định khối lượng lignin thu được, tính toán độ tinh khiết và hiệu suất.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Để thu hồi lignin từ rơm rạ, trước hết phải xử lý nguyên liệu. Nguyên liệu được sử dụng để thu hồi lignin là rơm rạ. Mẫu rơm rạ được thu về sau khi thu hoạch lúa là mẫu khô, khá nhiều bần do quá trình thu hoạch và lưu trữ. Để xử lý mẫu rơm sạch, tiến hành đem rửa qua nhiều lần với nước sạch, đến khi nước rửa không còn màu vàng. Mẫu rơm được mang đi phơi khô dưới nắng tự nhiên. Sau khi có được mẫu rơm rạ khô, đem xay nhỏ đến kích thước 2-10 mm. Mẫu được bảo quản trong túi nilon bọc kỹ, để nơi thoáng mát khô ráo.

Bảng 1. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nồng độ NaOH đến lượng lignin thu hồi.

Nồng độ (C%)	0,5%	1%	2%	3%
Lignin (g)	1,99	3,03	1,41	0,83
Độ tinh khiết (%)	78,91%	65,74%	62,05%	73,09%

Bảng 2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nồng độ NaOH đến hiệu suất thu hồi lignin.

Nồng độ (C%)	0,5%	1%	2%	3%
Hiệu suất (%)	52,64%	66,75%	29,37%	20,46%

Qua toàn bộ quá trình khảo sát, đã rút ra được điều kiện thực hiện phù hợp để thu hồi lignin có độ tinh khiết cao nhất, tại điều kiện phản ứng gồm 30g rơm, 150ml NaOH 0,5%, đun khuấy 2 giờ, với tốc độ khuấy 150 vòng/phút ở 90°C. Khối lượng sản phẩm thu được là 1,99g với độ tinh khiết của lignin là 78,91%. Trong khi đó, hiệu suất thu hồi lignin là 52,64%.

Hiệu quả đạt được bởi giải pháp hữu ích

Quy trình thu hồi lignin từ rơm rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen cho sản phẩm thu được có chất lượng cao hơn các phương pháp thông thường trong khi quy trình đơn giản hơn.

Quy trình theo giải pháp hữu ích thu được lượng lignin có độ tinh khiết cao. Hơn nữa, quy trình thực hiện đơn giản, chi phí đầu tư và vận hành thấp, điều kiện thực hiện dễ dàng và an toàn với con người và môi trường.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình thu hồi lignin từ rơm rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen bao gồm ba giai đoạn chính:

- giai đoạn 1: đun khuấy hoàn lưu rơm rạ với dung môi:

nguyên liệu được sử dụng để thu hồi lignin là rơm rạ; để làm sạch mẫu rơm rạ, tiến hành rửa mẫu qua nhiều lần nước sạch cho đến khi nước rửa không ngả màu vàng; mẫu rơm rạ được phơi khô dưới nắng tự nhiên và sau đó được xay nhỏ đến kích thước 2-10 mm; mẫu được bảo quản trong túi nilon bọc kĩ, để nơi thoáng mát khô ráo;

để tiến hành phản ứng, mẫu rơm rạ được cho vào bình phản ứng cùng với dung dịch NaOH 1% theo tỉ lệ 1/15; bình phản ứng được đun khuấy hoàn lưu ở nhiệt độ từ 90°C trong thời gian 2 giờ và được khuấy liên tục ở tốc độ 150 vòng/phút;

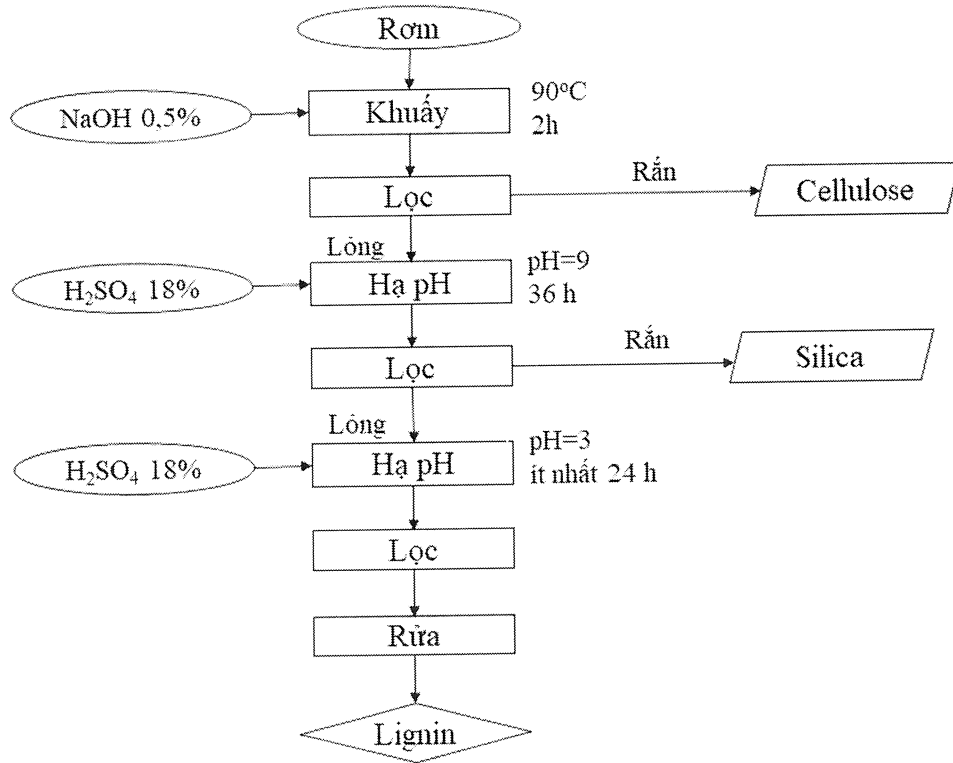
- giai đoạn 2: loại bỏ xenluloza và silica:

dung dịch thu được ở giai đoạn 1 được lọc qua màn lọc để loại bỏ phần xenluloza và rơm còn lại; sau đó dung dịch được trung hòa bằng H₂SO₄ 18% để pH giảm xuống 9, được lắng trong 36 giờ và tiến hành lọc để loại bỏ silica; và

- giai đoạn 3: thu hồi lignin:

tiếp tục hạ pH của dung dịch thu được ở giai đoạn 2 xuống pH 3 bằng cách sử dụng dung dịch H₂SO₄ 18%, dung dịch sau đó được loại bỏ hemixenluloza; cuối cùng, tiến hành lắng dung dịch trong ít nhất 24 giờ và lọc chân không, thu được chất rắn trên giấy lọc là lignin thô;

rửa lignin thô với nước nhiều lần đến khi nước rửa bắt đầu có pH trung hòa để loại bỏ muối lẫn của quá trình trung hòa; mẫu lignin sau khi rửa tiến hành sấy khô (ở nhiệt độ 105°C trong 24 giờ), lignin thu được sau khi sấy là lignin thành phẩm; sau đó tiến hành xác định khối lượng lignin thu được, tính toán độ tinh khiết và hiệu suất.



Hình 1. Sơ đồ quy trình thu hồi lignin từ rơm rạ bằng phương pháp hai bước axit hóa dịch đen