



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106794425 A

(43)申请公布日 2017.05.31

(21)申请号 201580053988.0

(74)专利代理机构 北京市柳沈律师事务所  
11105

(22)申请日 2015.09.30

代理人 詹承斌

(30)优先权数据

1451174-5 2014.10.03 SE

(51)Int.Cl.

B01D 61/42(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

B01D 35/06(2006.01)

2017.04.05

C07G 1/00(2011.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/IB2015/057478 2015.09.30

C08L 9/00(2006.01)

D21C 11/00(2006.01)

(87)PCT国际申请的公布数据

W02016/051351 EN 2016.04.07

(71)申请人 斯道拉恩索公司

地址 芬兰赫尔辛基

(72)发明人 I.海斯卡宁 K.巴克福克

V.盖德利斯 J.西达拉维休斯

权利要求书2页 说明书10页 附图5页

## (54)发明名称

通过使含木质素的浆料经受电场纯化木质素的方法

## (57)摘要

本发明涉及纯化包括木质素或木质素衍生物或它们的组合的浆料的方法,例如盐/离子消耗、和/或降灰、和/或脱硫、和/或游离糖消耗、和/或VOC消耗或分级方法,优选通过脱水。还公开了能够由所述方法获得的木质素或木质素衍生物及其用途。

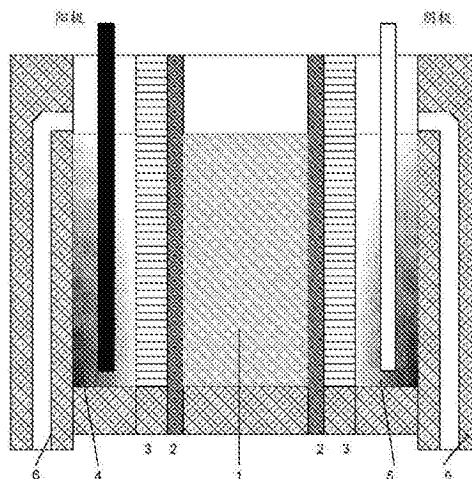


图 10.1-样品腔室 (隔室), 2-脱, 3-穿孔板, 4-纤维腔室 (隔室), 5-液腔室 (隔室), 6-具有水出口的侧边。

1. 包括木质素或木质素衍生物或它们的组合的浆料的纯化方法, 例如盐/离子消耗、和/或降灰、和/或脱硫、和/或游离糖消耗和/或VOC消耗、或分级, 优选使用脱水, 其中所述方法包括以下步骤:

a) 提供包括木质素或木质素衍生物或它们的组合的浆料,

b) 使所述浆料经受电场, 诱导如下流动: 浆料的液体及其极性的分子、物质或组分, 例如离子, 任选地与压力和/或吸力组合,

c) 将所述液体与木质素或木质素衍生物或与发源于所述木质素物质两者的级分分离, 因此获得液体被消耗的经纯化或分级的木质素或木质素衍生物或中间体木质素产物, 任选地以浆料的形式。

2. 根据权利要求1所述的方法, 其还包括以下步骤:

d) 向液体被消耗的浆料中或在脱水期间添加洗涤液体、和/或pH控制试剂, 所述洗涤液体例如为有机溶剂或水或它们的组合, 所述pH控制试剂例如为CO<sub>2</sub>,

e) 使步骤d) 的浆料经受电场, 诱导浆料的洗涤液体流动, 优选包含电流的相对快速的升高,

f) 从浆料中分离洗涤液体, 因此获得经纯化的木质素或木质素衍生物或发源于所述经纯化的木质素或木质素衍生物两者或中间体木质素产物的级分, 和

g) 任选地重复步骤d) -f), 优选重复至少3次。

3. 根据权利要求1所述的方法, 其特征在于通过电渗透进行脱水。

4. 根据前述权利要求任一项所述的方法, 其特征在于使用具有10-200V、优选10-100V电压的电场, 其中所述电压可是AC或DC或两者的组合。

5. 根据前述权利要求任一项所述的方法, 其特征在于还施加压力和/或吸力和/或超声和/或磁力诱导的分离以使所述浆料脱水。

6. 根据权利要求5所述的方法, 其特征在于在已经施加电场和已经开始脱水之后施加压力。

7. 根据权利要求5-6任一项所述的方法, 其特征在于所述压力为机械压力。

8. 根据前述权利要求任一项所述的方法, 其特征在于包含木质素或木质素衍生物或组合的浆料在脱水 and/或盐/离子消耗和/或游离糖消耗之前的干含量为约1-50重量%。

9. 根据前述权利要求任一项所述的方法, 其特征在于在脱水期间浆料的温度为30°C以上且140°C以下, 优选30°C以上且100°C以下。

10. 根据前述权利要求任一项所述的方法, 其特征在于所述浆料包括受电场激发的纳米颗粒、吸附剂、盐、游离糖和/或表面活性剂。

11. 根据前述权利要求任一项所述的方法, 其中洗涤液体为水和/或有机溶剂、或它们的组合。

12. 根据前述权利要求任一项所述的方法, 在所述方法之后或之前进行抗衡离子改变和/或一个或多个洗涤步骤、例如酸或碱洗涤步骤, 和/或过滤步骤、例如超滤步骤, 和/或分级步骤。

13. 根据权利要求1-12任一项所述的方法脱水的木质素或木质素衍生物或中间体木质素产物。

14. 能够通过根据权利要求1-12任一项所述的方法获得的木质素或木质素衍生物或中

间体木质素产物。

15. 根据权利要求13或14所述的木质素或木质素衍生物或中间体木质素产品的用途,用于产生热量、香草醛、乙基香草醛、双酚,用作化学原料,用在碳纤维、活性炭中,用在导电纤维或膜中,用在药品、复合物、电子产品、食物、碳化的木质素、粘合剂、发泡体或络合试剂中,或用作化学合成中的材料。

## 通过使含木质素的浆料经受电场纯化木质素的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及纯化方法,例如包括木质素或木质素衍生物或它们的组合的浆料的盐/离子消耗(depletion)、和/或降灰(ash reduction)、和/或脱硫、和/或游离糖消耗和/或VOC消耗、或分级(分馏,fractionate),优选通过脱水。还公开了能够从所述方法获得的木质素或木质素衍生物及其用途。

### 背景技术

[0002] 来自森林生物质或木质纤维素材料的木质素可被回收并用作用于进一步转化、改性的有价值的原材料,或者以所获得的天然形式被使用。第一个问题是从木质纤维素材料中移除木质素。在纸浆硫酸盐法中,可从黑液中移除木质素。商业LignoBoost方法已经表现出对生产经纯化的木质素是有效的。然而,该产品仍含有灰分(无机化合物)、离子、和有机材料,其对中间或最终产品可为有害的。例如,对于碳纤维生产,木质素中的灰分含量和半纤维素含量应优选越低越好。

[0003] 从硫酸盐制浆方法中移除和生产经纯化的木质素的商业方法(也称为LignoBoost方法)公开在US2008047674A中(来自黑液的木质素)。该文献公开了从黑液分离木质素的方法,包括如下步骤:用酸沉淀、脱水、悬浮、pH调节、和置换洗涤和最终脱水。

[0004] US2008051566A(来自含木质素的液体木质素/使用少量的酸的木质素的浆料沉淀)中公开了改进的版本,其进一步包括添加硫酸盐化合物或硫酸根离子的步骤。进一步的文献表现出沉淀木质素的不同变化,例如在W010143997A1中(通过使用废气从黑液沉淀木质素的方法)和在US2010041879A(从黑液回收低钠含量木质素燃料的方法)

[0005] 可用多种方法从黑液移除木质素,然而最常见的方法是与洗涤和脱水步骤的组合的中和并沉淀木质素。重复所述步骤可降低灰分、离子和半纤维素的量,但会有少量存在且可能以化学方式与木质素结合。重复洗涤也会降低产率(yield),因此增加成本。特别地,低硫含量的木质素是高度有利的(high interest),但难以从以硫酸盐纸浆方法制得的黑液获得。

[0006] CN103709414A进一步公开了制备单分散液态碱性木质素分子的方法和它们的应用,凭借使用碱溶性的木质素、二氧化硅沉淀(Shen silicon dioxide)、氧化钙杂质、纳滤纯化、反渗透富集、催化裂解技术以生产液态的液体碱性木质素分子。

[0007] 此外,W02012156880涉及通过使浆料经受电场而纯化含纤维素(例如微原纤化纤维素的浆料)的方法,例如盐/离子消耗和/或游离糖消耗,优选通过脱水。

[0008] 仍存在这样的技术问题:从得自黑液方法或类似方法或侧流(side stream)的木质素中移除灰分和离子,且特别是硫。虽然酸化和随后的洗涤和脱水步骤以一个或多个序列重复,但不足以有效移除灰分和离子的最后部分,这对于生产高质量的经纯化的木质素是必要的。对于高质量木质素,当在525°C测量时,灰分含量应为<1.0%且更优选<0.5%。

[0009] 另一个要求是该方法应为无溶剂的,虽然本发明的应用不限于此。可缩放且可集成的低成本和可成本有效地以批次或连续模式运行的方案是另一个先决条件(pre-

requisition)。

[0010] 因此存在这样的需要:改进的纯化包含木质素或木质素衍生物或它们的组合的浆料的方法,例如盐/离子消耗、和/或降灰、和/或脱硫、和/或游离糖(包括碳水化合物、聚合糖)消耗和/或VOC消耗、或分级,优选通过使用脱水)方法。

### 发明内容

[0011] 通过根据第一方面提供纯化包含木质素或木质素衍生物或它们的组合的浆料的方法,例如盐/离子消耗、和/或降灰、和/或脱硫、和/或游离糖消耗、和/或VOC(挥发性有机化合物)消耗、或分级,优选通过使用脱水,本发明解决了一个或多个上述问题,其中所述方法包括以下步骤:

[0012] a) 提供包含木质素或木质素衍生物或它们的组合的浆料,

[0013] b) 使浆料经受电场,诱导(induce)浆料的液体及其极性的(极子,polar)分子、物质(种,species)或组分(例如离子)流动,任选地与压力和/或吸力组合,

[0014] c) 将所述液体与木质素或木质素衍生物或与发源于(emanate from)所述木质素物质两者的级分(fraction)分离,因此获得液体被消耗的经纯化或分级的木质素或木质素衍生物或中间体木质素产物,任选地以浆料的形式。

[0015] 本发明还根据第二方面提供木质素或木质素衍生或中间体木质素产物,其根据第一方面的方法脱水。

[0016] 本发明还根据第三方面提供能够通过根据第一方面的方法获得的木质素或木质素衍生物或中间体木质素产物。

[0017] 本发明还根据第四方面提供根据第二或第三方面的木质素或木质素衍生物或中间体木质素产物的用途,其用于生产热量、香草醛、乙基香草醛、双酚,作为化学原料,用在碳纤维、活性炭中,用在导电纤维或膜中、用在药品、复合物、电子产品、食物、碳化的木质素、粘合剂、发泡体或络合试剂中、或作为化学合成中的材料的用途。

[0018] 优选使用10-200V电压的电场,优选10-200V。提高电压典型地提高水提取速率(water extraction rate)。最佳值是当所产生的电场的电流密度和电压梯度处于最大的可允许的水平。

[0019] 还可对浆料施加压力、超声、溶剂、混合和/或热量以便进一步改进浆料的纯化,例如盐/离子消耗、和/或降灰和/或脱硫和/或游离糖消耗和/或VOC消耗,优选当使用脱水时。可在已经施加电场和已经开始浆料脱水之后施加压力。这是因为在施加压力之前提高浆料的干含量(dry content)可为优选地。另一个可能是施加机械压力同时,在E场(电场)中具有较弱的脱水。然而这当然取决于被处理的浆料的干含量。

### 具体实施方式

[0020] 在整个说明书中表述“木质素”意在包含可在根据第一方面的方法中使用的任意木质素。木质素可以是来自多种木质纤维素材料的经研磨的木质(wood)-木质素、有机溶剂型木质素、亚硫酸盐木质素、碱性木质素、蒸汽爆破木质素(steam explosion lignin)、酸水解木质素。优选地,所述木质素为碱性木质素。其可例如为硫酸盐木质素(Kraft lignin)。除了硫酸盐木质素外,还可使用所述方法纯化其他类型的木质素,例如天然木质

素、二噁烷木质素 (dioxane lignin) 或酶释放的木质素。优选可通过使用EP1794363中公开的方法获得木质素。不限于硫酸盐木质素或包含木质素的液体悬浮体,当然还可包括木质素磺酸盐(衍生自硫酸盐木质素、Soda AQ和亚硫酸盐制浆)、以离子液体或基于溶剂的方法获得的木质素级分、化学改性的木质素级分、化学活化的木质素、酶处理的木质素等。

[0021] 在整个说明书中表述“游离糖”意在不仅包含有单体形式的糖,还包含较小的聚合物,例如聚合的糖单体。其还包含游离碳水化合物。其还包含纳米尺寸的纤维素颗粒。

[0022] 不受限于任何理论,据信该纯化强化了木质素的反应性。

[0023] 一部分木质素在E0处理期间还可能经历了氧化。

[0024] 本发明第一方面优选的优选实施方式从从属权利要求是明显的并且其主题在下面进一步列出。

[0025] 根据本发明进一步优选的实施方式,根据本发明第一方面的方法还包括以下步骤:

[0026] d) 向经液体消耗的浆料中或在脱水期间添加洗涤液体(例如有机溶剂或水或它们的组合),和/或pH控制试剂(例如CO<sub>2</sub>),

[0027] e) 使步骤d)的浆料经受电场,诱导浆料的洗涤液体流动,优选包含电流的相对快速升高,

[0028] f) 从浆料中分离洗涤液体,因此获得经纯化的木质素或木质素衍生物或发源于所述经纯化的木质素或木质素衍生物两者或中间体木质素产物的级分(因此获得经纯化的木质素或木质素衍生物或发源于所述经纯化的木质素或木质素衍生物两者的级分或中间体木质素产物),和

[0029] g) 任选地重复步骤d) -f), 优选重复至少3次。

[0030] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,通过电渗透进行脱水,优选通过压力支撑的(pressure supported)电渗透(E0)。

[0031] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,使用具有10-200V、优选10-100V电压的电场,其中所述电压可是AC或DC、或两者的组合(替代地)。

[0032] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,还施用压力和/或吸力和/或超声和/或磁力引发的分离以使浆料脱水。

[0033] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,在已经施加电场和开始脱水之后施加压力。

[0034] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,压力为机械压力。

[0035] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,包含木质素或木质素衍生物或它们的组合的浆料在脱水和/或盐/离子消耗和/或游离糖消耗之前的干含量为约1-50重量%。

[0036] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,在脱水期间浆料的温度为30℃以上且140℃以下,优选30℃以上且100℃以下。

[0037] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,浆料包括受电场激发的纳米颗粒、吸附剂、盐、游离糖和/或表面活性剂。

[0038] 根据本发明第一方面的方法进一步优选的实施方式,洗涤液体为水和/或有机溶剂、或它们的组合。

[0039] 根据本发明进一步优选的实施方式,根据本发明第一方面的方法之后、或之前是抗衡离子改变和/或一个或多个洗涤步骤(例如酸或碱洗涤步骤)、和/或过滤步骤(例如超滤步骤)、和/或分级(fractionation)步骤。

[0040] 脱水可如所述的通过使用电渗透实施。电渗透流通常简称为EOF,其与电渗透或电内渗同义。FFF(场流分级)也是分级或纯化方法的另一种模式,其中可利用电场。电渗透是可极化的物质或分子和液体(例如水)的运动,其由跨过(across)多孔材料、毛细管、膜、导线、微通道、或任意其他流体管道施加的电势或电场诱发。电场产生的电压优选10-200V,最优选10-100V。

[0041] 压力可如上所述地为以任何方式施加的机械压力。还可将用电场的处理与其他类型的处理结合以便增加脱水和以便例如优化纯化或分级,或以便控制例如堵塞或结垢速率(rate of fouling)。除提高压力外,其他处理的实例为基于真空和声学的系统。

[0042] 使用本发明第一方面中所述的电场另外还降低了细菌的数量,因为它们的细胞壁会爆裂(blow up)。由于第一发明的方法移除离子,其也从微生物移除离子和水。这意味着该离子移除和水移除会杀死/具有抗菌效果。

[0043] 根据本发明进一步优选的实施方式,根据本发明第一方面的方法之后使一个或多个改性步骤,例如如下所述的抗衡离子改变。

[0044] 如上所述,根据公开在文献W02012156880A1(处理微原纤化纤维素的方法和经根据所述方法处理的微原纤化纤维素)中公开的相似方法,如本申请中所述的根据所述第一方面的方法可包括上述电渗透或电泳以从分散的木质素中移除离子。已显示,结合公开的方法条件结合使用电场将显著地改善木质素的纯化。该脱水也可额外地包括其他外源(例如机械、压力或光学或磁力场)的激发。一个例子是超声处理。纯化之后也可可是以下方法的任一个或它们的组合,以进一步地干燥所述材料。

[0045] 本发明第一方面中所述的方法可因此包括以下步骤:

[0046] 制备木质素分散体。木质素可按收取时的形式使用,即如果为湿的情况,或然后在任意木质素溶剂或混合物(例如乙醇、水)中分散。优选使用基于含水物的溶剂。木质素的分散体还可含有添加剂,例如表面活性剂或其他分散试剂。在脱水和纯化之前,木质素还可被碱化、酶处理或用电氧化。

[0047] 可调节pH以使得方法更有效,虽然目标pH值取决于起始材料。可使用碱(NaOH, KOH等)或酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl等)或气体调节pH。

[0048] 可根据方法和产物性质调节温度以便控制悬浮体的溶解度和粘度。还可在脱水和纯化步骤中变化温度。

[0049] 可将木质素悬浮体(浆料)放置于两个电极之间,之后在电极之间施加电压。优选使用10-200V电压的电场(最优选10-100V)。提高电压典型地提高水或液体移除速率。

[0050] 还可对木质素浆料施加压力和/或热以便进一步改善纯化。可在已经施加电场和已经开始浆料脱水之后施加压力。这是因为在施加压力之前提高浆料的干含量可为优选的。另一个可能的情形是施加机械压力时,同时在E场中具有较弱的脱水。然而这当然取决于受处理的浆料的干含量。

[0051] 在脱水和纯化步骤期间,通过向脱水的悬浮体加入新鲜(干净的)水或液体(例如水和/或溶剂),可进行悬浮体的同时洗涤。可在一个或多个步骤中实施脱水和纯化步骤。

[0052] 一种另外的改善木质素品质的方案是使用超滤进行过滤。这在上述Lignoboost™法中使用。

[0053] 本发明第二和第三方面中所述的这样的经纯化的产物的应用领域可作为最终产物或中间产物,其中后者被进一步转化。来自高纯度木质素或经改善品质的(upgraded)木质素的产物的实例为碳纤维、活性碳、粘合剂、食品或药品中的功能添加剂、络合试剂、燃料。还可使用木质素制造香草醛、乙基香皂醛、和二酚。其还可用于制造聚氨酯或用作聚合型建筑构造块(building block)。单体木质素还具有作为燃料中的组分或当在催化剂上在合适条件下反应时作为酚的多种应用。当从合成气中制得时,经转化的单体木质素的其他例子为例如苯、甲苯和二甲苯[Integrated Forest Biorefineries.Challenges and opportunities,Lew P.Christopher,RSC Publishing,2013]。

[0054] 虽然在一些应用(例如燃料)中硫的存在可为有利地,因为其降低由与钾组合的氯化物造成的腐蚀的风险,但是已经存在找到可降低来自木质素的所述硫的方法的兴趣,并且本发明的方法解决了这个问题。

[0055] 第二和第三方面的木质素或木质素衍生物还可被纯化然后脱水、被挤压和造粒以便生成生物燃料。硫酸盐木质素可以做为丸粒(pellet)使用。

[0056] 对于用在碳纤维中的木质素,具有高纯度是重要的,所述高纯度可通过分级和溶剂交换方法、大量酸洗或通过沉淀前使用膜过滤而维持。

[0057] 当作为酚醛树脂中或在例如聚氨酯、聚酯和环氧树脂的材料中的共反应物时,木质素如果经过纯化也会具有益的。木质素作为聚氨酯中的多元醇组分是早已知晓的,但还已经认识到该应用中的反应性是重要的。文献进一步揭示用于这样的应用的纯化是极其重要的。使用聚合的木质素也是的引起兴趣的。

[0058] 根据本发明第一方面的工艺(方法)可以分批或连续运行。

[0059] 根据本发明第一方面的方法可用于得自黑液的木质素,所述黑液来自硫酸盐制浆方法,这是优选的。在根据本发明第一方面的方法中待使用的木质素可以其本身使用或作为得自例如Lignoboost™的纯化方法的中间或最终产物使用。可从不同原材料制备硫酸盐木质素,这对本领域技术人员而言是明显的。

[0060] 因此本发明提供了纯化木质素和生产其产物的方法。得自硫酸盐制浆和或生物炼制(biorefinery)的木质素通常含有用普通酸洗难以去除的灰分、盐和有机材料。

[0061] 本发明每个方面优选的特征比照适用于其他方面的每个特征。本文提及的现有技术文件以法律允许的最大限度纳入到本文中。在下列实施例与后附图一起对本发明进一步描述,其唯一目的在于阐述本发明并且不意图以任何方式限制本发明的范围。

## 附图说明

[0062] 图1公开了实验1的结果。

[0063] 图2公开了实验1中阳极过滤器(左)和饼状物(cakes)阳极侧(右)。

[0064] 图3公开了实验1中的阴极过滤器(左)和饼状物阴极侧(右)。

[0065] 图4公开了实验2的结果。

[0066] 图5公开了实验2中的阳极过滤器(左)和饼状物阳极侧(右)。

[0067] 图6公开了实验2中饼状物的阴极侧。



[0068] 图7公开了实验3的结果。

[0069] 图8公开了实验3中的阳极过滤器(左)和饼状物阳极侧(右)。

[0070] 图9公开了实验3中的阴极过滤器(左)和饼状物阴极侧(右)。

[0071] 图10公开了实施例1的单元(cell)。

[0072] 图11公开了设置图(左)和具有孔的阴极板。在实施例1中使用木质素分散体而不是MFC分散体。

[0073] 实施例

[0074] 木质素得自LignoBoost™类型的方法且当在550℃测定时含有约1.04%的灰分。

[0075] 实验1。

[0076] 在研钵中研磨干木质素粉末并且将30g粉末与30ml蒸馏水混合。在轻轻摇动后,其为液态物质。将20g该混合物放置在脱水单元中,且压力为650Pa。在底部使用滤纸。对于第一个5分钟,监测到没有(游离,free)脱水,没有水出现。在5分钟时,施加97V电压,只存在非常缓慢的水的流出。开始时电流较强,但在约3分钟后急剧地下降。在12.5分钟,在阳极上添加20ml水,之后电流快速升高和非常快速的水的流出。之后,再添加3次水,每次添加后的流出都非常快速。结果在图1中。在20分钟时,水蒸气通过阴极出现。在22.5分钟后实验结束;对收集的水采样。饼状物的质量为16.2g,该饼状物具有大的裂纹(图2,3)且其在阴极侧上是硬的。饼状物中裂纹的存在是添加后非常快速的水的流出的造成的。

[0077] 实验2

[0078] 以类似于实验1的方式制备3:5的木质素粉末和水的混合物。为了避免裂纹形成,在电流降低至低值后很快就结束了实验。没有加入水。只收集到少量的水。在阳极侧上的饼状物是软的,但是在阴极侧的饼状物是硬的且具有裂纹。饼状物的质量为约19g。

[0079] 实验3

[0080] 使用与实验2中相同的混合物。该实验与前述实验相似,但是更早地施加电压并且实验持续更长。图7示出在约6分钟后结束水的流出;同样,收集的水的量较低。将在该实验中和实验2收集的水混合在一起制得一个样品。饼状物的质量为约17g。饼状物的阳极侧为液体,但是在阴极侧上形成固体壳(crust)。饼状物没有裂纹且不清楚原因,而在实验3中其具有裂纹。

样品	干固体物含量, DS (%)	在 550 °C 的灰分含量(% , 以 DS 计)	在 925 °C 的灰分含量(% , 以 DS 计)
[0081] 参比木质素	63.0	1.04	0.96
实验 1	66.2	0.15	0.12
实验 2	55.8	0.30	0.29
实验 3	59.3	0.20	0.19

[0082] 表1.使用图11的设置。

[0083] 实施例1

[0084] 将单元设计为用在根据本发明第一方面的方法中,且所述单元在图10中进行说明(参考文献[1,2])。

[0085] 在实验前,在腔室(隔室(camera))1填充待研究的材料,且将腔室(隔室)4和5中填充水。在实验期间,水流入腔室(隔室)4或5之一并且被收集用于分析。根据计划和实验的结果可通过将水加入隔室中的任一个而再填充损失的水。

[0086] 在实验期间,游离离子通过电场被提取至阴极或阳极隔室并且其会通过流动的水被带走。在电极处可能的反应产物也会通过水被带出而不会污染待研究的材料。

[0087] 可通过将温度保持足够低(通过电极隔室中足够的水流)而避免在木质素粉末情形中壳的形成。

[0088] 进行测试其中图10中公开的单元与图11中提供的设置进行比较。

[0089] 图10的元件给出以下结果:

[0090] a. 移除单价、二价、多价阳离子和阴离子

[0091] b. s-含量的重大变化

[0092] 图11的设备给出以下结果:

[0093] c. 单侧脱水(正常地移除单价、二价和/或多价阳离子)

[0094] d. 无S-含量的重大变化

[0095] 将对于硫(S)降低进行的估计总结于以下:

[0096] -参比木质素-约0.24%S

[0097] -经洗涤的木质素-约0.012%S

[0098] 约95%的降低(其中图11的方法,所述降低接近于0%)。

[0099] 在表2和3中分别给出来自图10的装置和图11的装置的结果:

样品	干固体含量, DS (%)	在 550 °C 的灰分含量(% , 以 DS 计)	在 925 °C 的灰分含量(% , 以 DS 计)
原始木质素粉末	83.3	1.11	无数据
木质素粉末 Exp. LP14	67.3	0.11	无数据

[0101] 表2-图10装置。灰分移除。

样品	干固体含量, DS (%)	在 550 °C 的灰分含量(%，以 DS 计)	在 925 °C 的灰分含量(%，以 DS 计)
[0102] 参比木质素	63.0	1.04	0.96
实验 1	66.2	0.15	0.12
实验 2	55.8	0.30	0.29
实验 3	59.3	0.20	0.19

[0103] 表3-图11装置。灰分移除。数据也出现在表1中。

[0104] 在表4中给出具体元素：

[0105] 元素\*\*mg/kg, 图11.设置 用图10的设置洗涤对灰分以干重计

[0106]

定量极限 (LOQ)	理论的, 基于 0.5%	mg/kg 以 DS 计	56	6
Na	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	2480	130
Mg	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	20*	0*
Al	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	170	50
Si	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	260	170
P	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	10*	0*
S	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	2380	120
K	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	1110	70
Ca	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	80	10
Ti	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	0*	0*
Mn	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	30*	10
Fe	计算所得, TGA 残留的 EDXA	mg/kg 以 DS 计	70	40

[0107] \*\*) 该值仅对  
 [0108] 应于在 550°C  
 [0109] 燃烧过程中不  
 [0110] 挥发的元素  
 [0111] (或元素分数  
 [0112] (elemental  
 [0113] fraction))

[0114] 低于LOQ的

[0115] 值标用\*标记

[0116] 表4:元素。

[0117] 1. R. Hofmann, T. Käppler, C. Posten. Electrofiltration of Biomaterials. Biomaterials, DOI:10.1007/978-0-387-79374-0\_6.

[0118] 2. G. Gözke, C. Posten. Electrofiltration of Biopolymers. Food Eng Rev (2010) 2:131-146. DOI 10.1007/s12393-010-9016-2.

[0119] 基于本发明上述详细描述,其他改变和变化对所属领域技术人员会是明显的。然而,明显的是可实现这些其他改变和变化而不偏离本发明的精神和范围。

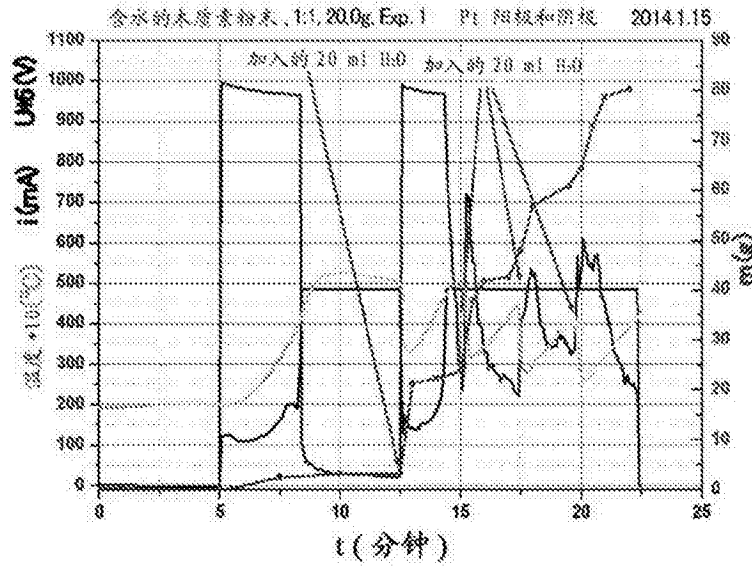


图 1. 实验 1 的结果。

图1

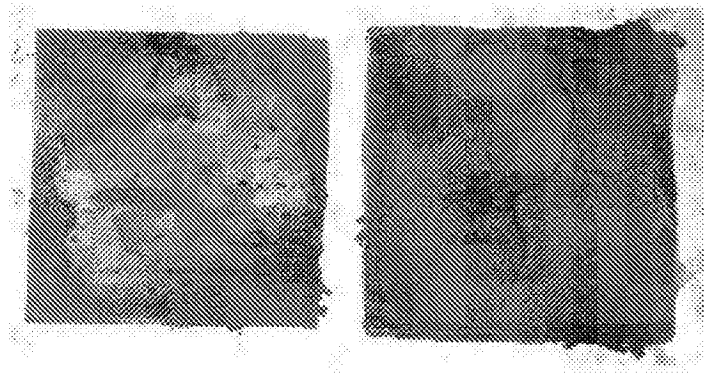


图 2. 实验1中的阳极过滤器 (左) 和饼状物阳极侧 (右)。

图2

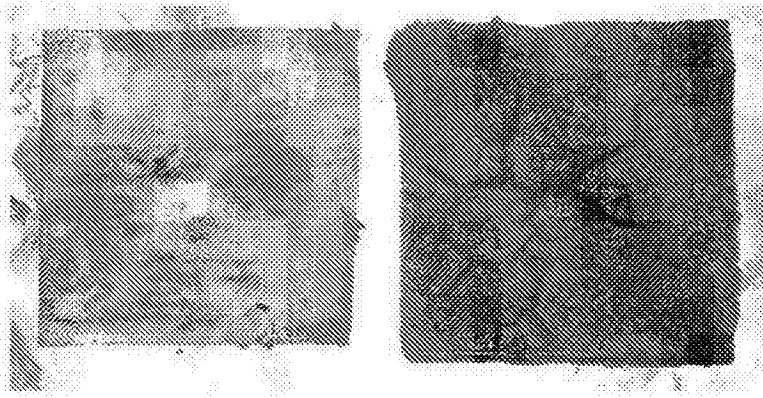


图 3. 实验1中的阴极过滤器（左）和饼状物阴极侧（右）。

图3

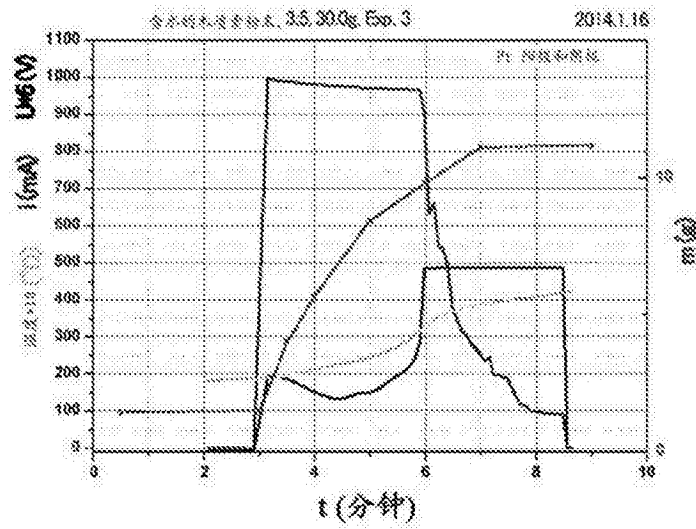


图 4. 实验2的结果。

图4

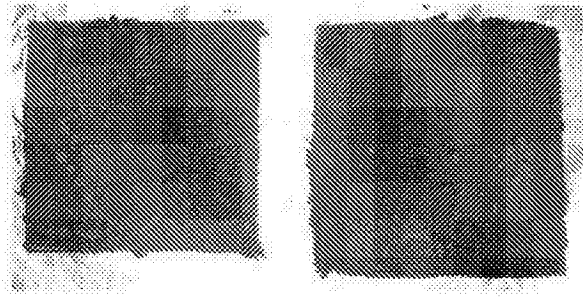


图 5. 实验2中的阳极过滤器（左）和饼状物阳极侧（右）。

图5

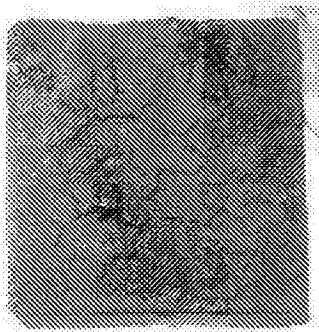


图 6. 实验2中饼状物的阴极侧。

图6

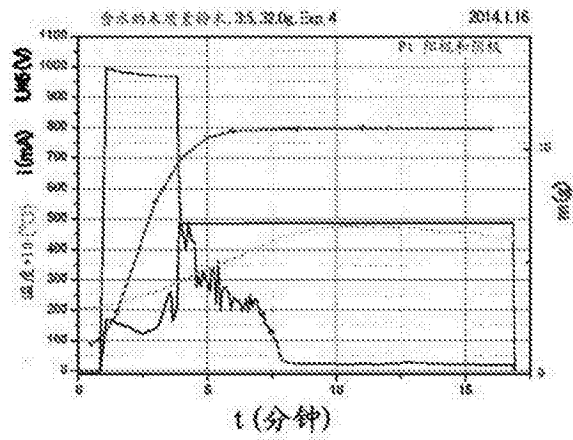


图 7. 实验3的结果。

图7

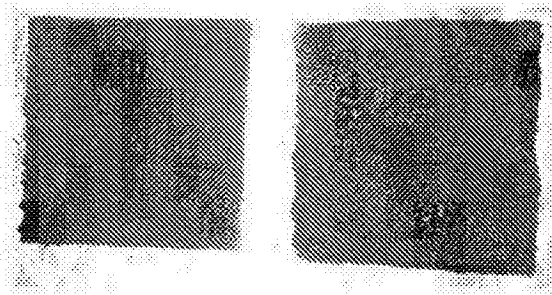


图 8. 实验3中的阳极过滤器（左）和饼状物阳极侧（右）。

图8



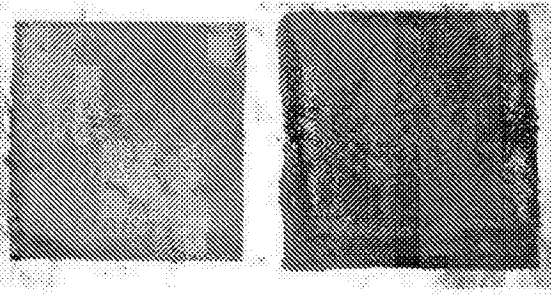


图9.实验3中的阴极过滤器（左）和饼状物阴极侧（右）。

图9

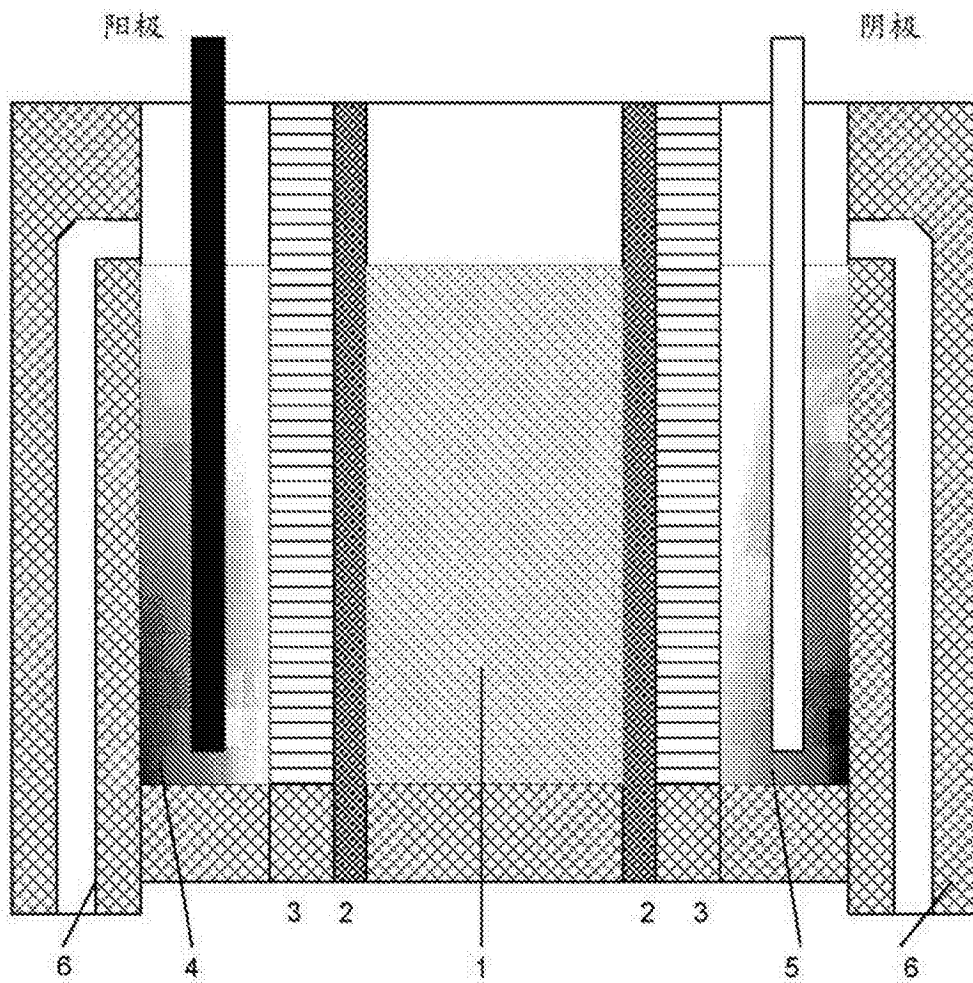


图 10.1-样品腔室（隔室），2-膜,3-穿孔板,4-阳极腔室（隔室），  
5-阴极腔室（隔室），6-具有水出口的侧边。

图10

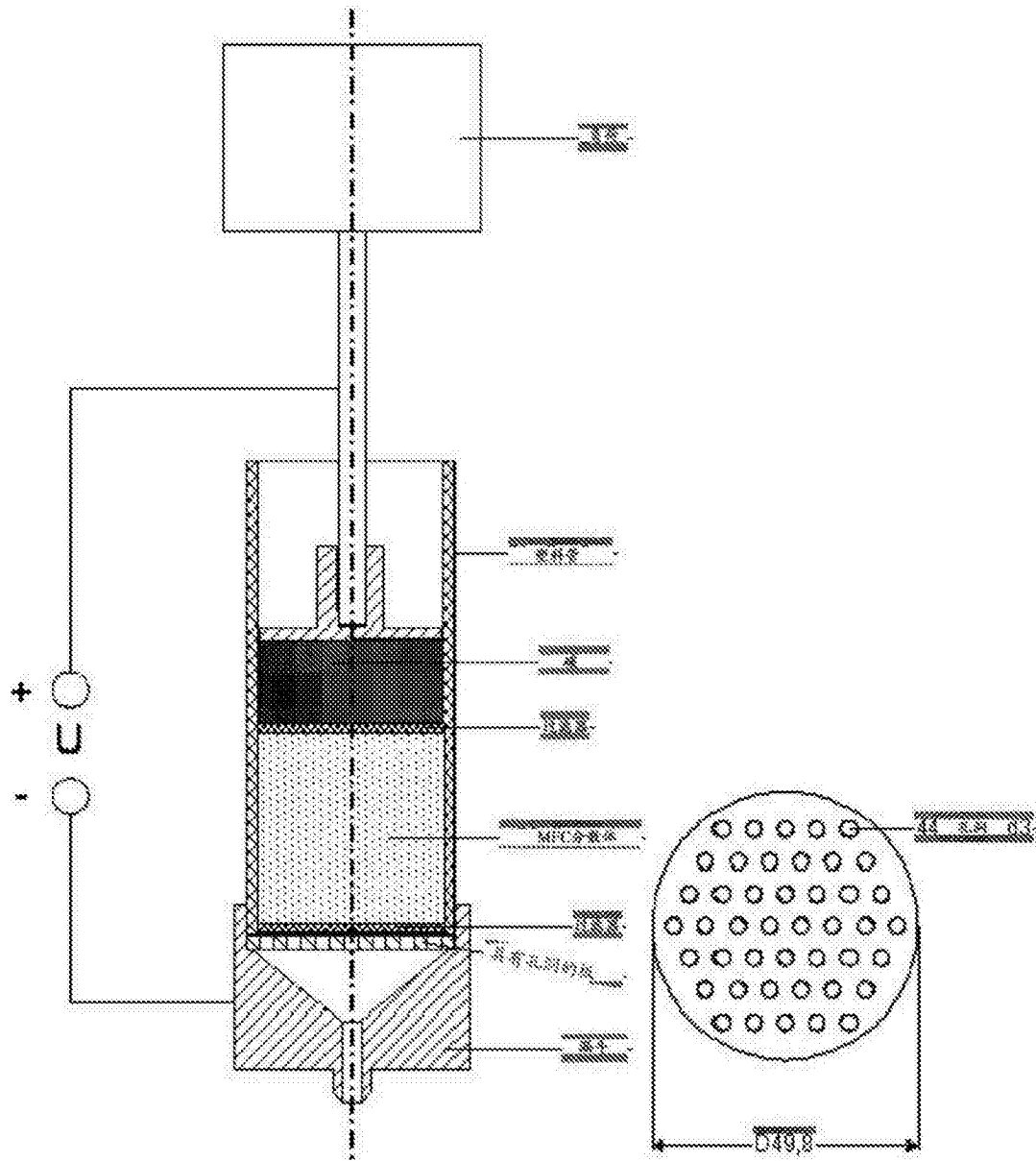


图 11、脱水设备图（左）和具有孔洞的阴极板。在实施例1中使用木质素分散体而不是MFC分散体。

图11