(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년01월31일
(11) 등록번호 10-2631919
(24) 등록일자 2024년01월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07G 1/00 (2011.01) *B01J 31/00* (2006.01)
B01J 31/02 (2006.01) *B01J 37/36* (2006.01)
B01J 8/00 (2018.01)
(52) CPC특허분류
C07G 1/00 (2013.01)
B01J 31/003 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-7037301
(22) 출원일자(국제) 2016년05월26일
심사청구일자 2021년05월10일
(85) 번역문제출일자 2017년12월26일
(65) 공개번호 10-2018-0012804
(43) 공개일자 2018년02월06일
(86) 국제출원번호 PCT/FI2016/050362
(87) 국제공개번호 WO 2016/193535
국제공개일자 2016년12월08일
(30) 우선권주장
20155411 2015년05월29일 핀란드(FI)
(56) 선행기술조사문헌
WO2014143657 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
유피엠-키멘 코포레이션
핀랜드, 00100 헬싱키, 알바르 아알론 카투 1
(72) 발명자
미에티넨 마우노
핀란드, 53600 라펜란타, 레이리카투 23 디 35
(74) 대리인
특허법인한얼

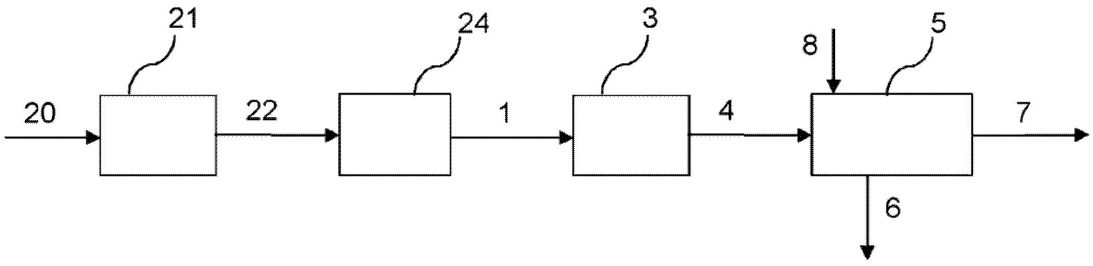
전체 청구항 수 : 총 22 항 심사관 : 이기철

(54) 발명의 명칭 **리그닌 분획물을 형성하는 방법 및 장치, 리그닌 조성물 및 그의 용도**

(57) 요 약

본 발명은 효소 처리, 이온성 액체로의 처리 및 이들의 조합으로부터 선택된 처리 단계에 의해 프로세싱된 조(crude) 리그닌으로부터 리그닌 분획물을 형성하기 위한 방법과 장치에 관한 것이다. 상기 방법은 적어도 하나의 리그닌 유리 단계(3)에서 리그닌 유리에 의해 조 리그닌(1)을 처리하고, 적어도 하나의 분리 단계(5)에서 리그닌 분획물(6)을 분리하는 단계를 포함한다. 추가로, 본 발명은 리그닌 조성물 및 그의 용도에 관한 것이다.

대 표 도



(52) CPC특허분류
B01J 31/0277 (2013.01)
B01J 37/36 (2013.01)
B01J 8/00 (2018.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

효소 처리, 이온성 액체로의 처리 및 이들의 조합으로부터 선택된 처리 단계에 의해 가공함으로써 형성된 조(crude) 리그닌으로부터 리그닌 분획물을 형성하는 방법으로서,

- 리그닌이 수열 처리 또는 묽은 산 가수분해와 증기 폭발을 포함하는 조합을 사용하여 유리되도록, 그리고 리그닌 분획물 및 리그노셀룰로오스 분획물의 2개의 고체 상이 리그닌 유리 단계 중 형성되도록 조 리그닌이 처리되는 것인, 적어도 하나의 리그닌 유리 단계에서 리그닌 유리에 의해 조 리그닌을 처리하는 것으로서, 여기서 증기 폭발이 수열 처리 또는 묽은 산 가수분해 후에 수행되며 증기 폭발이 리그노셀룰로오스 입자의 입자 크기를 감소시키는 것; 및

- 적어도 하나의 고체-고체 분리 단계에서 리그닌 분획물을 분리하는 것

을 포함하는, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 리그닌 유리 동안, 온도는 130° C 내지 400° C인 것인, 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 리그닌 유리 동안 70% 미만의 글루칸이 용해되는 것인, 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 리그닌 유리 동안 60% 미만의 글루칸이 용해되는 것인, 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 리그닌 유리 동안 50% 미만의 글루칸이 용해되는 것인, 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 리그닌 유리 동안 40% 미만의 글루칸이 용해되는 것인, 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 조 리그닌은 상기 리그닌 유리 전에 적어도 하나의 세척 및 분리 단계에서 탈수, 세척, 여과 또는 원심분리에 의해 처리되는 것인, 방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

리그노셀룰로오스 분획물이 적어도 하나의 분리 단계에서 분리되는 것인, 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 분리는 하나 초과의 분리 단계로 수행되는 것인, 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

안정화 화학물질이 상기 분리 단계와 관련하여 상기 처리된 조 리그닌에 첨가되는 것인, 방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 안정화 화학물질은 카르복시메틸 셀룰로오스(CMC) 또는 구아검인, 방법.

청구항 12

제1항에 있어서,

상기 리그노셀룰로오스 분획물의 적어도 일부는 상기 분리 단계로부터 상기 효소 처리 또는 이온성 액체로의 처리로 순환되는 것인, 방법.

청구항 13

효소 처리, 이온성 액체로의 처리 및 이들의 조합으로부터 선택된 처리 단계에 의해 가공함으로써 형성된 조 리그닌으로부터 리그닌 분획물을 형성하기 위한 장치로서,

- 수열 처리 또는 묽은 산 가수분해와 증기 폭발을 포함하는 조합을 사용하는 리그닌 유리에 의해 상기 조 리그닌을 처리하여 리그닌 분획물 및 리그노셀룰로오스 분획물의 2개의 고체 상을 형성하기 위한 적어도 하나의 유리 반응기;

- 적어도 하나의 고체-고체 분리 단계에서 리그닌 분획물을 분리하기 위한 적어도 하나의 분리 디바이스;

- 상기 유리 반응기로 조 리그닌을 공급하기 위한 적어도 하나의 제1 피딩 디바이스; 및

- 처리된 조 리그닌을 상기 유리 반응기로부터 상기 분리 디바이스로 공급하기 위한 적어도 하나의 제2 피딩 디바이스

를 포함하며,

여기서 증기 폭발이 수열 처리 또는 묽은 산 가수분해 후에 수행되며 증기 폭발이 리그노셀룰로오스 입자의 입자 크기를 감소시키는 것인, 장치.

청구항 14

제13항에 있어서,

상기 장치는 상기 리그닌 유리 전에 적어도 하나의 세척 및 분리 단계에서 탈수, 세척, 여과 또는 원심분리에 의해 조 리그닌을 처리하기 위한 적어도 하나의 디바이스를 포함하는, 장치.

청구항 15

제13항 또는 제14항에 있어서,

적어도 하나의 분리 디바이스가 리그노셀룰로오스 분획물을 분리하기 위해 배치되는, 장치.

청구항 16

제13항 또는 제14항에 있어서,

상기 장치는 상기 리그노셀룰로오스 분획물을 상기 분리 디바이스로부터 효소 처리 또는 이온성 액체로의 처리로 순환하는 수단을 포함하는, 장치.

청구항 17

제13항 또는 제14항에 있어서,

상기 장치는 안정화 화학물질을 상기 처리된 조 리그닌에 첨가하기 위한 적어도 하나의 제3 피딩 디바이스를 포함하는, 장치.

청구항 18

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항의 방법에 의해 형성된 리그닌 분획물을 포함하는 리그닌 조성물.

청구항 19

제18항에 있어서,

활성탄소, 탄소섬유, 리그닌 복합재, 결합 물질, 중합체, 수지, 페놀 성분, 분산제, 사료, 식품 또는 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 제품 중의 구성 요소로 사용되는 것인, 리그닌 조성물.

청구항 20

제18항에 있어서,

오일, 탄화수소 조성물 또는 중금속용 흡착제로 사용되는 것인, 리그닌 조성물.

청구항 21

리그노셀룰로오스 조성물로서,

상기 리그노셀룰로오스 조성물은 제1항 내지 제12항 중 어느 한 항의 방법에 의해 형성된 리그노셀룰로오스 분획물을 포함하는 것인, 리그노셀룰로오스 조성물.

청구항 22

제21항에 있어서,

복합재, 목재 복합재, 리그닌-목재 복합재, 목재-플라스틱 복합재, 수지, 목질재, 목질 충전제, 건축재, 빌딩 보드, 글루 보드 또는 다른 목질 보드로 이루어진 군으로부터 선택되는 제품 중의 구성 요소로, 또는 연소 물질로, 또는 미정질 셀룰로오스, 나노결정질 셀룰로오스 또는 나노섬유화 셀룰로오스 생산시 원료로 사용되는 것인, 리그노셀룰로오스 조성물.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 리그닌 분획물을 형성하는 방법 및 장치에 관한 것이다. 추가로, 본 발명은 리그닌 조성물 및 그의 용도에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 바이오매스와 같은 상이한 원료로부터 리그닌을 형성하는 상이한 방법들이 선행기술로부터 공지되어 있다. 가수분해와 같은 많은 바이오-리파이너리 공정은 바이오매스의 가수분해 후에 리그닌 잔여물과 같은 조(crude) 리그닌을 생성한다. 이러한 불수용성 리그닌 잔여물은 보통 상당한 비율의 비-가수분해된 리그노셀룰로오스 입자들을 포함한다.

[0003] 또한, NaOH, 알코올-물 혼합물 또는 유기산과 같은 용해제에 리그닌을 용해시킴으로써 화학적으로 리그닌을 처리하고, 리그닌을, 예를 들면 황산 또는 물에 의해 침전시키는 것이 선행기술로부터 공지되어 있다. 그 이후에, 순 리그닌을 얻을 수 있지만, 이 공지된 공정들은 고가의 작업비용 및 자본금으로 어려움이 있다. 상기 용해제 또는 형성된 염을 제거 및/또는 회수하는 것 또한 추가적인 비용이 든다. 리그닌의 마지막 탈수는 보통 여과에 의해 수행된다. 침전된 리그닌 입자들의 크기는 일반적으로 작은데, 이 때문에 여과 속도와 필터 케이크의 건조 고체 함량에 부정적인 영향을 미친다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본 발명의 목적은 리그닌 분획물을 형성하는 새로운 방법을 개시하는 것이다. 본 발명의 다른 목적은 리그닌을 정제하는 새로운 방법을 개시하는 것이다. 본 발명의 또 다른 목적은 개선된 성질을 갖는 정제된 리그닌 조성물을 생성하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0005] 본 발명에 따른 리그닌 분획물을 형성하기 위한 방법은 제1항에 제시된 것을 특징으로 한다.

[0006] 본 발명에 따른 리그닌 분획물을 형성하기 위한 장치는 제12항에 제시된 것을 특징으로 한다.

[0007] 본 발명에 따른 리그닌 조성물은 제17항에 제시된 것을 특징으로 한다.

[0008] 본 발명에 따른 리그닌 조성물의 용도는 제18항 및 제19항에 제시된 것을 특징으로 한다.

도면의 간단한 설명

[0009] 본 명세서에 첨부되는 도면은 본 발명의 추가 이해를 제공하기 위해 포함되고 본 명세서의 일부를 구성하는 것으로서, 본 발명의 일부 실시형태들을 나타내고 명세서의 기재와 함께 본 발명의 원리를 설명하기 위한 것이다.

도 1은 본 발명의 일 실시형태에 따른 방법의 순서도이다.

도 2는 본 발명의 또 다른 실시형태에 따른 방법의 순서도이다.

도 3a은 유리(liberation) 전 조 리그닌을 나타낸다.

도 3b는 유리 후 조 리그닌을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 본 발명은 조 리그닌(1)으로부터 리그닌 분획물(6)을 형성하는 방법, 바람직하게는, 순 리그닌 분획물을 형성하기 위해 조 리그닌을 정제하는 방법에 관한 것이다. 조 리그닌(1)은 효소 처리, 이온성 액체로의 처리 및 이들의 조합으로부터 선택된 처리 단계(24)에 의해 프로세싱되었다. 상기 방법은 조 리그닌(1)의 리그닌 유리를 위해 적어도 하나의 리그닌 유리 단계(3)에서 리그닌 유리에 의해 조 리그닌(1)을 처리하여 리그닌이 두 개의 고체상인, 리그노셀룰로오스 및 유리 리그닌 입자들을 형성하도록 유리되는 단계, 및 적어도 하나의 분리 단계(5)에서 리그닌 분획물(6)을 분리하는 단계를 포함한다. 바람직한 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 정제된 조 리그닌이다.

[0011] 본 발명의 방법의 일 실시형태는 도 1에 나타나 있다. 본 발명의 방법의 또 다른 실시형태는 도 2에 나타나 있다.

[0012] 본 발명의 장치는 적어도 하나의 유리 단계에서 조 리그닌(1)을 유리하기 위한 적어도 하나의 유리 반응기(3), 적어도 하나의 분리 단계에서 리그닌 분획물(6)을 분리하기 위한 적어도 하나의 분리 디바이스(5), 상기 유리 반응기(3)로 조 리그닌(1)을 공급하기 위한 적어도 하나의 제1 피딩 디바이스, 및 상기 처리된 조 리그닌(4)을 상기 유리 반응기(3)에서 상기 분리 디바이스(5)로 공급하기 위한 적어도 하나의 제2 피딩 디바이스를 포함한다.

[0013] 바람직하게, 조 리그닌(1)은 시작 물질(20)에서부터 형성되었다. 본 맥락에서, 시작 물질(20)은 임의의 목재 또는 식물 기반의 원료를 말한다. 시작 물질은 리그닌, 리그노셀룰로오스, 셀룰로오스, 헤미셀룰로오스, 글루코스, 자일로스, 추출물 및 바이오매스의 다른 내재적인 구조적 요소들 및 효소 또는 화학물질과 같은 외부 성분을 포함할 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 시작 물질은 목질(wood based) 원료, 목재(woody) 바이오매스, 농산 부산물, 찌꺼기(bagasse) 및 옥수수 대(corn stover)와 같은, 리그닌을 포함하는 바이오매스, 목재 식물(perennial), 유관속 식물, 재활용 갈색 보드, 탈잉크 펄프 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0014] 본 맥락에서, 조 리그닌(1)은, 실질적으로 유리 리그닌 없이, 리그닌을 포함하는 임의의 물질 또는 조성물을 말한다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 20중량% 미만의 유리 리그닌을 포함한다. 더 나아가, 조 리그닌은 글루칸 단위를 가지는 리그노셀룰로오스도 포함한다. 글루칸 단위와 같은 리그노셀룰로오스와 리그닌은 서로 불균일 구조로 결합되어 있는데, 이는 일반적으로 리그닌이 상기 물질에서 균등하게 분포되어 있지 않음을 의미한다. 주로, 상기 조 리그닌은 리그닌과 리그노셀룰로오스를 포함하지만, 헤미셀룰로오스도 포함할 수 있다. 상기 조 리그닌은 다른 함량의 리그닌과 글루칸을 포함할 수 있다. 더 나아가, 상기 조 리그닌은, 특히 효소 처리 후에, 효소들을 포함할 수 있다. 일반적으로, 상기 조 리그닌은 물, 포름산, 아세트산 또는 황산과 같은 산, 알코올 또는 다른 액체를 포함하는 현탁액의 형태, 또는 케이크, 덩어리(lump) 등의 형태로 존재한다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 현탁액의 형태로 존재한다. 바람직하게, 상기 조 리그닌은 셀룰리그닌과 같은, 가수분해로부터 유래한 리그닌 잔여물이다.

[0015] 일 실시형태에서, 특히 효소 처리 및/또는 이온성 액체로의 처리 후에, 상기 조 리그닌(1)은 고형 리그노셀룰로오스의 형태로 존재하는 탄수화물을 고 함량(high share)으로 포함한다. 상기 효소 처리 및 이온성 액체로의 처리 후에, 리그닌은 상기 조 리그닌의 리그노셀룰로오스에 강하게 결합한다. 이후 진행 단계는 리그닌을 유리하기 위해 필요하다. 리그닌 입자들의 분리는 본 발명의 수단에 의하여 용이해질 수 있다. 바람직하게, 상기 분리는 고체-고체 분리를 기반으로 한다. 동시에 상기 조 리그닌은 다양한 분야에서 사용하기에 더 적합한 리그닌 물질을 얻기 위해 정제된다. 본 발명에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물은 효소 가수분해, 및/또는 이온성 액체로의 처리와 같은 효소 처리로 다시 순환될 수 있다. 대체 방법은 외부 응용처(external application)에서 회수된 리그노셀룰로오스 분획물을 사용하는 것이다.

[0016] 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 물과 같은 액체로 희석된다. 일 실시형태에서, 유리 단계에서 조 리그닌의 WIS% (비수용성 고형분)은 1% 내지 50%, 또는 20% 내지 40%이다. 일 실시형태에서, 분리 단계에서 조 리그닌의 WIS%는 1% 내지 35%, 10% 내지 30%, 또는 15% 내지 30%이다. 비수용성 고형분, WIS%은 (세척 및 건조된 물질의

중량)/(세척용 습윤 슬러리의 중량)으로 계산될 수 있다. 현탁액의 낮은 점조도는 유리 리그닌 입자들과 리그노셀룰로오스 입자들의 기계적 분리를 돕는다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌의 중량 평균 입자 크기는 1000㎛ 미만이며, 바람직하게는 500㎛ 미만이다.

[0017] 일 실시형태에서, 글루코오스로서 분석된 상기 조 리그닌(1)의 셀룰로오스 함량, 즉, 글루칸 함량은 3 내지 70 중량%, 바람직하게 5 내지 60 중량%, 더욱 바람직하게 10 내지 60 중량%이다.

[0018] 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 입자들은 조 리그닌에서 섬유 스틱의 형태로 존재한다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 입자의 중량 평균 입자 크기는 1000㎛ 미만이며, 일 실시형태에서는 500㎛ 미만, 일 실시형태에서는 300㎛ 미만이다.

[0019] 상기 조 리그닌은 효소 처리 및/또는 이온성 액체로의 처리(24)에 의해 프로세싱된다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 조 리그닌이 출발 물질(20)로부터 형성되는 가수분해(21) 후에 효소 처리 및/또는 이온성 액체로의 처리에 의해 프로세싱된다.

[0020] 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 상기 효소 처리(24)에 의해 프로세싱된다. 일 실시형태에서, 상기 효소 처리는 효소 가수분해이다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 출발 물질로부터 형성되고 효소 가수분해에 의해 프로세싱된다.

[0021] 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌(1)은 리그닌 유리(3) 전에 적어도 하나의 세척 및 분리 단계(2)에서 탈수, 세척, 여과 및/또는 원심분리에 의해 처리된다. 바람직하게, 상기 조 리그닌(1)은 세척되고, 가용성 탄수화물은 리그닌 유리(3) 전에 분리된다. 바람직하게, 가용성 C_6 탄수화물과 같은 가용성 탄수화물(14)는 세척 및 분리 단계(2) 동안 조 리그닌으로부터 분리될 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 장치는 리그닌 유리(3) 전에 적어도 하나의 세척 및 분리 단계(2)에서 탈수, 세척, 여과 및/또는 원심 분리에 의해 조 리그닌(1)을 처리하기 위한 적어도 하나의 장치, 예를 들면, 필터 또는 원심 분리기를 포함한다.

[0022] 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌(1)은 산 존재 하에 유리함으로써 처리된다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌(1)은 산 없이 유리함으로써 처리된다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌(1)은 상기 리그닌 유리 단계(3)에서 열수 처리와 같은 열 처리에 의해 유리된다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 자가가수분해에 의해 유리된다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 묽은 산 가수분해에 의해 유리된다. 일 실시형태에서, 상기 조 리그닌은 두 단계에서 유리된다. 일 실시형태에서, 일 단계는 산 없이 수행되고 다른 일 단계는 산 존재 하에 수행된다. 일 실시형태에서, 유리 반응기(3)는 소화조(digester)이다. 일 실시형태에서, 상기 유리 반응기(3)는 글래스 라이닝된(glass-lined) 소화조, 예를 들면, 배치 글래스 라이닝된 소화조, 또는 표준 연속 소화조이다. 일 실시형태에서, 상기 유리 반응기(3)는 짧은 정체시간을 가지며 반응 단계 이후에 압력의 급격한 경감을 수반하는 연속 파이프 반응기이다. 일 실시형태에서, 상기 유리 반응기(3)는 퍼콜레이션 또는 플로우-스루 반응기이다.

[0023] 일 실시형태에서, 리그닌 유리(3) 동안 온도는 130° C 내지 400° C 이다. 일 실시형태에서, 리그닌 유리(3) 동안 온도는 적어도 170° C 이다. 일 실시형태에서 리그닌 유리(3) 중 온도는 170 내지 240° C 이다. 상기 유리에서, 유리 리그닌은 조 리그닌으로부터 유리되고, 두 개의 고체상인, 리그노셀룰로오스와 유리 리그닌 입자들이 형성된다. 일 실시형태에서, 조 리그닌이 유리에 의해 처리될 때, 리그닌 유리 동안 증기 폭발의 효과가 달성되어 유리 리그닌 입자들을 형성하고 리그노셀룰로오스 입자들의 입자 크기를 줄이는 것을 조력한다. 가장 효과적인 리그닌 유리는 고온에서 짧은 정체시간으로 이루어지는데, 이는 리그닌을 유리시키는 플래시 효과를 생성하는 것이다. 상기 조 리그닌의 특성, 정제된 리그닌과 리그노셀룰로오스 분획물의 목적하는 특성뿐만 아니라 경제적 및 생태계적 가치가 최적 공정 조건을 설정한다.

[0024] 일 실시형태에서, 물은 리그닌 유리(3) 전에 첨가된다. 물의 온도는 약 20° C 내지 100° C일 수 있다.

[0025] 일 실시형태에서, 상기 장치는 조 리그닌(1)의 리그닌 유리를 위한 두 개의 평행하는 유리 반응기(3)를 포함한다. 바람직하게, 상기 평행하는 반응기(3)는 연속적인 프로세싱을 용이하게 한다. 일 실시형태에서, 상기 장치는 조 리그닌(1)의 리그닌 유리를 위한 적어도 두 개의 순차적 유리 반응기(3)를 포함한다.

[0026] 일 실시형태에서, 유리 처리의 강도는 표준 헤미셀룰로오스(C_5)와 셀룰로오스(C_6) 가수분해 사이이고, 리그닌을 유리할 수 있는 가장 낮은 강도이다. 전형적인 pH-조절된 조합 강도(combined severity: CS) 또는 강도 지수(severity index: SI)는 1.5 내지 2.5 사이이다 (t는 시간(분)을 나타내고 T는 섭씨온도를 나타내는 아래 수학식에 의해 정의됨).

[0027] $$\log\ (CS) = log\left[t\exp\left(\frac{T-100}{14.75}\right)\right] - pH$$

[0028] 가장 낮은 강도는 가능한 한 가장 낮은 비율의 셀룰로오스를 용해하기에 유리한데, 이는 효소 과정에서 C_6-탄수화물 수율을 높이기 때문이다. 리그닌의 자연적 반응성의 보존과 유리 처리의 높은 선택성으로 인해 더 깨끗한 당액을 수득할 수 있는 것이 추가적인 이점이다.

[0029] 일 실시형태에서, 70% 미만, 바람직하게 60% 미만, 더 바람직하게 50% 미만, 가장 바람직하게 40% 미만의 글루칸이 리그닌 유리(3) 동안 용해된다.

[0030] 도 3a는 리그닌 유리 전 조 리그닌의 일 실시형태를 나타내고, 도 3b는 리그닌 유리 후 조 리그닌의 일 실시형태를 나타낸다. 도 3b에서 어둡고 둥근 모양은 유리된 리그닌 입자들이고 밝은 색의 물질은 리그노셀룰로오스이다.

[0031] 일 실시형태에서, 리그닌 유리로부터 증해액은 리그닌 유리 동안 또는 후에 제거될 수 있다. 상기 증해액의 가용성 탄수화물은 회수될 수 있다. 다르게는, 상기 증해액은 상기와 같이, 또는 차후 처리를 거친 후에 폐수처리 공장에 공급될 수 있다.

[0032] 일 실시형태에서, 탄산염은 리그닌 유리 전에 첨가된다. 일 실시형태에서, 탄산염은 리그닌 유리 동안 첨가된다. 일 실시형태에서 탄산염은 탄산나트륨, 중탄산나트륨, 이산화탄소, 다른 적합한 탄산염 또는 이들의 유도체 또는 이들의 조합의 형태로 존재한다. 리그닌 입자 크기는 탄산염 추가에 의해 증가될 수 있다. 유리 단계 동안 이산화탄소가 발생할 때, 유연해진 리그닌 입자들은 기공 안에 있는 가스 팽창으로 인해 부풀어 오른다. 그러면, 입자 크기가 증가된 리그닌 입자들은 조 리그닌으로부터 쉽게 분리될 수 있다.

[0033] 일 실시형태에서, 상기 처리된 조 리그닌(4)은 리그닌 유리(3) 후 냉각된다.

[0034] 일 실시형태에서, 상기 처리된 조 리그닌(4)은 리그닌 유리(3) 후 세척된다.

[0035] 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 리그닌 유리 단계(3) 후에 적어도 하나의 분리 단계(5)에서 분리된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 적어도 하나의 분리 단계(5)에서 분리된다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 기계적 분리에 의해 수행된다. 일 실시형태에서, 분리 방법은 원심력, 침강, 정화, 여과, 부유, 스크리닝 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 원심력에 의해 이루어진다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 침강에 의해 이루어진다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 정화에 의해 이루어진다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 여과에 의해 이루어진다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 부유에 의해 이루어진다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 스크리닝에 의해 이루어진다. 일 실시형태에서 각각의 분리 단계는 유사한 방법으로 이루어진다. 다르게는, 각 분리 단계는 다른 방법으로 이루어진다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 처리된 조 리그닌(4)으로부터 분리되어, 잔여 조 리그닌은 리그노셀룰로오스 분획물(7)이 된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 처리된 조 리그닌(4)으로부터 분리되어, 잔여 조 리그닌은 리그닌 분획물(6)이 된다. 바람직하게, 상기 리그닌 분획물(6)은 정제된 리그닌이다.

[0036] 일 실시형태에서, 상기 장치는 처리된 조 리그닌(4)으로부터 리그닌 분획물(6)을 분리하기 위한, 바람직하게는 상기 리그닌 분획물(6)을 정제하기 위한 적어도 하나의 분리 디바이스(5)를 포함한다. 일 실시형태에서, 상기 장치는 적어도 두 개의 분리 디바이스(5)를 포함한다. 일 실시형태에서, 상기 분리 디바이스는 원심력, 침강, 정화, 여과, 부선, 스크리닝 또는 이들의 조합을 기반으로 한다. 상기 분리장치는 반응기, 용기, 탱크, 보울, 사이클론, 필터, 컬럼, 셀, 배수조, 점증제 등과 같은 것일 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물을 분리하기 위한 적어도 하나의 분리 단계는 원심력, 예를 들면, 바스켓형 원심분리기 또는 고체 보울 원심분리기와 같은 디캔터 원심분리기, 또는 부선, 예를 들면, 포말 부선 또는 컬럼 부선에 의해 이루어진다.

[0037] 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)의 분리는 하나 이상의 분리 단계에서 수행된다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 한 단계에서 이루어진다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 하나 초과의 분리 단계에서 이루어진다. 일 실시형태에서, 상기 분리는 세 단계에서 이루어진다. 일 실시형태에서 상기 분리 디바이스(5)는 하나 이상의 분리 단계를 포함한다. 일 실시형태에서, 상기 분리 단계는 하나 이상의 분리 디바이스를 포함한다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 마지막 분리 단계에서 분리된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 두 분리 단계 사이에서 분리된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 첫 분리 단계에서 분리된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 첫 분리 단계에서 분리되고, 이후 분리 단계에서 리그닌 분획물이 정제된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 각각의 분리 단계에서 분리된다. 일 실시형태에서, 상기

리그노셀룰로오스 분획물(7)은 첫 분리 단계에서 분리된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 하나 초과의 분리 단계에서 분리된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 각각의 분리 단계에서 분리된다. 일 실시형태에서, 적어도 하나의 분리된 리그노셀룰로스의 흐름이 분리 중 원하는 단계로 순환된다.

[0038] 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 차(char) 및 당 분해 생성물을 제거하기 위해 스크리닝, 바람직하게는 진동 스크리닝에 의해 더 정제된다.

[0039] 상기 분리는 넓은 온도 범위, 예를 들면 0 내지 100° C의 온도에서 수행될 수 있다. 보통 높은 온도일수록 낮은 점도로 인해 분리가 잘 된다. 일반적으로 가열 또는 냉각을 피하기 위해 자연적에 가까운 공정 온도가 사용된다.

[0040] 일 실시형태에서, 안정화 화학물질(8)은 상기 분리 단계(5)와 관련된 처리된 조 리그닌(4)에 첨가된다. 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질(8)은 상기 분리 단계(5) 전에 처리된 조 리그닌(4)에 첨가된다. 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질(8)은 상기 분리 단계(5) 동안 처리된 조 리그닌(4)에 첨가된다. 일 실시형태에서, 상기 장치는 안정화 화학물질(8)을 처리된 조 리그닌(4)에 첨가하기 위한 적어도 하나의 피딩 디바이스를 포함한다.

[0041] 상기 안정화 화학물질(8)은 적어도 하나의 단계에서 처리된 조 리그닌(4)에 첨가된다. 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질(8) 하나의 단계에서 처리된 조 리그닌(4)에 첨가된다. 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질(8)은 하나 초과의 단계에서 처리된 조 리그닌에 첨가된다. 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질(8)은 각 분리 단계와 관련된 처리된 조 리그닌에 첨가된다. 일 실시형태에서, 안정화 화학물질(8)은 첫 분리 단계 및/또는 적어도 하나의 이후 분리 단계에서 처리된 조 리그닌에 첨가된다. 바람직하게, 화학적 안정화 및 기계적 분리가 이루어진다.

[0042] 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질은 처리된 조 리그닌에 첨가되고, 조 리그닌은, 바람직하게 고전단 혼합에 의해 혼합된다. 상기 고속 전단 혼합은 표면의 화학물질의 흡착을 용이하게 하는 데 도움이 된다. 상기 안정화 화학물질은 주로 리그노셀룰로오스 입자들에 흡착한다.

[0043] 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질(8)은 다당류이거나 개질된 다당류이다. 본 맥락에서, 상기 안정화 화학물질은 보통 친수성 화학물질이다. 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질은 카르복시메틸 셀룰로오스(CMC), 폴리 음이온성 셀룰로오스(PAC), 에틸하이드록시에틸 셀룰로오스 및 메틸셀룰로오스와 같은 다른 셀룰로오스 유도체, 천연(native) 구아검 또는 개질된 구아검과 같은 구아검, 천연 전분, 개질된 전분, 펙틴, 글리코겐, 칼로스, 크리솔아미나린, 천연 헤미셀룰로오스, 개질된 헤미셀룰로오스, 자일란, 만난, 갈락토만난, 갈락토글루코만난(GGM), 아라비녹실란, 글루코루녹실란 및 자일로글루칸, 푸코이단, 덱스트란, 알지네이트, 다른 다당류 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 언급한 안정화 화학물질은 천연형 또는 개질된 형태로 존재한다. 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질은 카르복시메틸 셀룰로오스(CMC)이다. 상기 안정화 화학물질은 천연의 형태이거나 개질된 형태일 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 안정화 화학물질은 구아검이다. 바람직하게, 상기 안정화 화학물질의 기능은 현탁된 리그노셀룰로오스 입자들을 화학반응을 통해 안정하게 유지하는 것이다. 따라서, 처리된 리그노셀룰로오스 입자들은 현탁액에 남는 반면, 유리 리그닌 입자들이 현탁액으로부터 분리된다.

[0044] 일 실시형태에서, 세척수(9), 예를 들어, 온도가 20° C 내지 70° C인 세척수는 상기 리그닌 분획물(6) 세척을 위해, 바람직하게 마지막 분리 단계에서 분리 디바이스(5)에 첨가될 수 있다. 다르게는, 상기 리그닌 분획물(6)은 상기 분리(5) 이후에 세척된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물은 치환 세정에 의해 세척된다. 정제된 리그닌은 탈수가 수행되는 데 있어 부정적인 영향을 미치지 않으면서 세척 단계에서 쉽게 중화될 수 있다. 본 맥락에서, 세척수는 임의의 세척액 또는 세척수를 의미한다. 상기 세척수는 깨끗한 세척수 또는 재활용된 세척수일 수 있다. 세척수는 물리적 및/또는 화학적으로 정화된 원수(raw water)뿐만 아니라 바이오-리파이너리 공정으로부터의 깨끗한 측류(side stream), 예를 들어, 당 증발로부터의 응축액일 수 있다. 상기 분리 과정은, 예를 들면, 이온교환, 증류 또는 역삼투에 의해 얻을 수 있는, 초 청정수가 필요하지는 않는다.

[0045] 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 상기 분리 단계 이후에 현탁액, 고형물, 앙금, 슬러지, 케이크 등의 형태로 존재한다. 상기 리그닌 분획물(6)은 또한 리그닌 입자 외에 다른 성분 또는 작용제를 포함할 수 있다. 바람직하게, 상기 리그닌 분획물은 유리 리그닌을 포함한다. 일 실시형태에서, 리그닌 분획물은 80% 초과의, 바람직하게는 85% 초과, 더욱 바람직하게 90% 초과, 가장 바람직하게 95% 초과의 리그닌과 20% 미만, 바람직하게 15% 미만, 더욱 바람직하게 10% 미만, 가장 바람직하게 5% 미만의 글루칸을 포함한다. 리그닌 함유량은 산-불용

성 리그닌과 산 가용성 리그닌의 조합으로 특정된다.

[0046] 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 분리 후에 이전에 설명된 분리 방법 또는 다른 적합한 방법 중에서 선택된 적어도 하나의 탈수 단계(10)에서 리그닌 분획물을 탈수함으로써 처리된다. 일 실시형태에서, 상기 탈수는 분리 단계에서 수행된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 적어도 하나의 여과 단계에서 탈수에 의해, 예를 들면, 가압 여과기 또한 진공 여과기에 의해 처리된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 적어도 하나의 세정 분리 단계에서 탈수에 의해 처리된다. 일 실시형태에서, 리그닌 분획물은 하이드로사이클론과 같은 원심 세정 및 점증제, 정화, 응집, 부선, 침강 및/또는 스크리닝 등의 침전에 의해 세정 분리 단계에서 처리된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 분획물(6)은 그라인딩에 의해 처리된다.

[0047] 일 실시형태에서, 상기 장치는 상기 리그닌 분획물(6) 여과 및 정제를 위한 적어도 하나의 가압여과기 또는 진공 여과기와 같은 여과 디바이스를 포함한다. 일 실시형태에서, 상기 장치는 상기 리그닌 분획물(6) 탈수를 위한 적어도 하나의 탈수 디바이스를 포함한다.

[0048] 상기 리그닌의 탈수는 본 발명의 수단에 의해 개선될 수 있다. 리그노셀룰로오스 입자들의 제거는 증가된 여과 속도 및/또는 고형물의 높은 함량에 의해 증명되듯이, 리그닌 탈수를 명확히 향상시킨다. 높은 고형물 함량은 리그닌이 다운스트림 응용처에 더 적합하고 건조하는 데 있어 적은 에너지가 필요함을 의미한다.

[0049] 일 실시형태에서, 리그노셀룰로오스 입자들을 포함하는 리그노셀룰로오스 분획물(7)의 적어도 일부는 효소 가수분해 및/또는 이온성 액체로의 처리와 같은 효소 처리로 다시 순환된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)의 적어도 일부는 상기 분리 단계(5)에서 효소 가수분해 및/또는 이온성 액체로의 처리와 같은 효소 처리로 순환된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)의 적어도 일부는 처리 단계(24) 한 단계 전, 바람직하게는 효소 처리 또는 이온성 액체로의 처리 전으로 순환된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 상기 가수분해 과정(21)과 처리 단계(24) 사이의 단계로 순환된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 처리 단계(24) 전에 배치된 재-슬러리 탱크(re-slurry tank)(23)로 순환된다. 다르게는, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)의 적어도 일부는 분리 가수분해 과정으로 순환될 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 장치는 리그노셀룰로오스 분획물(7)의 순환을 위한 순환 수단을 포함한다. 일 실시형태에서, 피딩(feeding) 시스템은 리그노셀룰로오스 분획물(7)을 분리 디바이스(5)로부터 상기 효소 처리, 예를 들면, 효소 가수분해 및/또는 이온성 액체로의 처리로 순환하는 데 사용된다.

[0050] 바람직하게, 효소적 공정의 경우, 목재와 같은 원료는 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)이 효소 가수분해와 같은 효소 처리로 재순환되는 과정에서 더 유용하게 사용될 수 있다.

[0051] 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)이 순환될 때, 효소 처리 또는 이온성 액체와의 처리에서 전환율은 낮아질 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 전환율은 이전 최적 전환율의 적어도 10% 또는 20% 낮아진다. 효소 투입량은 글루칸에서 글루코스로의 원하는 전환율이 효소 처리 동안 달성되도록 선택된다. 낮은 전환율은 효소 투입량을 감소시킨다. 상기 순환된 리그노셀룰로오스 분획물의 특성, 특히 작은 입자 크기, 낮은 헤미셀룰로오스 함유량과 낮은 리그닌 함유량은 잠재적으로 효소 투입량을 더 감소시킨다. 일 실시형태에서, 피드(feed) 점조도는 효소 처리에서 증가될 수 있다. 이는 낮은 전환율이 적용됐을 때 낮았을 당 농도와 높았을 효소 처리 탱크(예를 들면, 효소 가수분해 탱크)의 용적을 보상한다. 높은 피드 점조도는 선처리된 출발 물질 단독의 경우와 비교했을 때, 선처리된 출발 물질과 리그노셀룰로스의 혼합물의 낮은 점도에 의해 촉진된다. 통상적인 공정에서 낮은 전환율은 C_6-당 수율을 동등하게 감소시키지만, 회수된 리그노셀룰로오스 분획물이 효소 가수분해로 순환될 때는 결합된 C_6-당 수율은 일반적으로 보통의 전환율을 갖는 기준(reference) 케이스보다 높다.

[0052] 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 탄수화물 외에도 글루칸과 같은 다른 성분이나 작용물질을 포함할 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 현탁액 형태로 존재한다. 이 현탁액은 물과 같은 액체를 포함한다. 일 실시형태에서, 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 상기 분리 단계(5) 이후 40% 내지 90%, 바람직하게 45% 내지 90%, 더욱 바람직하게 60% 내지 90%의 글루칸을, 10% 내지 60%, 바람직하게 10% 내지 50%, 더욱 바람직하게 10% 내지 40%의 리그닌을 포함한다.

[0053] 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 상기 분리(5) 후에, 예를 들면 여과에 의해 탈수된다.

[0054] 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 상기 분리 단계(5) 이후에 희석된 리그노셀룰로오스 분획물(13)을 형성하기 위해 희석된다. 일 실시형태에서, 리그노셀룰로오스 분획물 중의 액체는 효소 가수분해 전에 선처리된 출발 물질을 희석하는 데에 필요한 담수를 일부 또는 전부 대체한다.

[0055] 본 발명에 따라 리그닌 조성물이 생성될 수 있다. 리그닌 조성물은 본 맥락에서 기술된 방법에 의해 형성된 리그닌 분획물을 포함한다. 상기 리그닌 조성물은 활성탄소, 탄소 섬유, 리그닌 복합재, 결합 물질, 중합체, 수지, 페놀 성분, 분산제, 사료, 식품 또는 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된, 최종 산물과 같은 생성물 제조의 구성 성분으로서 사용될 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 조성물은 오일, 탄화수소 조성물 또는 중금속용 흡착제로 사용된다. 일 실시형태에서, 상기 리그닌 조성물은 에너지 생성에 있어 가연 물질로 사용된다.

[0056] 일 실시형태에서, 리그노셀룰로오스 조성물이 형성될 수 있다. 리그노셀룰로오스 조성물은 본 맥락에서 기술된 방법에 의해 형성된 리그노셀룰로오스 분획물을 포함한다. 리그노셀룰로오스 조성물은 복합재, 목재 복합재, 리그닌-목재 복합재, 플라스틱으로부터 형성된 복합재를 포함하는 목재-플라스틱 복합재, 합성 고분자, 생고분자 또는 이들의, 고무 또는 나무, 수지, 바람직하게는 수지 중의 있는 필러, 목질재, 목질 필러, 건축재, 건축 보드, 글루 보드 및/또는 다른 목질 보드 (예를 들어, 파티클 보드, 배향형 스트랜드 보드, 칩보드, 인트라람(intrallam), 글루람(gluelam), 하드 보드, 골판지, 웨이퍼 보드, 섬유 보드, 플라이우드, 단열재, 포장재, 배리어재(barrier material) 또는 폼(foam)재)와의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 생성물 제조에 구성 요소로서 사용될 수 있다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 조성물은 에너지 생성에 있어 가연 물질로 사용된다. 일 실시형태에서, 상기 리그노셀룰로오스 조성물은 미정질 셀룰로오스, 나노결정질 셀룰로오스 또는 나노섬유화 셀룰로오스 생산시 원료로 사용된다. 높은 결정지수와 작은 입자 크기는 미정질 셀룰로오스 또는 나노결정질 셀룰로오스 생산에 있어 리그노셀룰로오스가 사용될 수 있게 한다.

[0057] 본 발명에서, 상기 리그닌 분획물의 분리는 최적화될 수 있다. 본 발명에 따른 방법은 양질의 리그닌 분획물과 리그닌 조성물을 제공한다. 특히, 리그닌 분획물의 순도가 향상될 수 있다. 리그닌의 순도를 개선하고 리그닌 분획물의 건조 고체 함량을 증가시키면 더 나은 성질의 최종산물이 제공될 수 있다. 더 나아가, 리그노셀룰로오스 분획물이 회수될 수 있다. 본 발명에 따르면, 원료와 효소의 사용은 감소될 수 있다. 본 발명은 효소 가수분해(EH)와 같은 효소 처리에서 당 수율, 당 농도 또는 효소 가수분해 탱크의 크기에 부정적인 영향을 미치지 않으면서 전환율을 낮추는 방법을 제공한다.

[0058] 본 발명에 따르면, 바람직하게 여과능이 향상된다. 더 나아가, 본 발명에 의해, 리그닌 조성물의 발열량(heat value)이 증가되어 건조 없이 발열량이 적어도 50% 향상될 수 있다.

[0059] 본 발명은 정제된 리그닌 베이스 조성물 및 리그노셀룰로오스 베이스 조성물을 만드는 산업적으로 가능하고 단순하며 저렴한 방법을 제공한다. 본 발명에 따른 방법은 생산 공정으로서 인식하기에 쉽고 간편하다. 본 발명에 따른 방법은 다양한 리그닌 및 리그노셀룰로오스 베이스 생성물과 다른 출발 물질로부터 만들어진 최종 산물의 제조에 사용되기에 적합하다. 바람직하게, 조 리그닌은 상기 리그노셀룰로오스 입자들을 분리함으로써 정제된다. 더 나아가, 상기 리그닌 조성물은 에너지 공급원으로 사용될 수 있다.

[0060] **실시예**

[0061] 본 발명은 첨부한 도면을 참조하여 이하 실시예에 따라 더 상세히 설명하기로 한다.

[0062] 실시예 1

[0063] 본 실시예에서 리그닌 분획물(6)은 도 1의 과정에 따라 형성된다.

[0064] 상기 선처리된 출발 물질은 바이오매스와 같은 출발 물질(20)으로부터, 예를 들어, 반가수분해(21)와 같은 방법에 의해 형성된다. 상기 형성된 선처리된 출발 물질(22)은 조 리그닌(1) 형성을 위해 효소 가수분해와 같은 효소 처리, 또는 이온성 액체로의 처리인 처리 단계(24)로 프로세싱된다.

[0065] 상기 조 리그닌(1)은 유리에 의한 조 리그닌 처리를 위해 바람직하게 자가가수분해 또는 묽은 산 가수분해를 기반으로 제1 피딩 디바이스에 의해 유리 반응기(3), 예컨대, 소화조로 공급된다. 물이 상기 유리 반응기(3)에 첨가될 수 있다.

[0066] 상기 처리된 조 리그닌(4)은 리그닌 분획물(6) 분리를 위해 제2 피딩 디바이스에 의해 상기 유리 반응기(3)에서 분리 디바이스(5)로 공급된다. 상기 분리 동안, 안정화 화학물질로서 카르복시메틸 셀룰로오스(8)가 조 리그닌에 첨가될 수 있다. 바람직하게, 상기 분리는 하나 초과의 분리 단계로 수행된다. 리그닌 분획물(6)은 분리 디바이스(5)로부터 회수된다. 또한, 리그노셀룰로오스 분획물(7)이 분리된다. 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 다시 효소 가수분해와 같은 효소 처리 또는 이온성 액체로의 처리로 순환될 수 있다.

[0067] 실시예 2

[0068] 본 실시예에서 리그닌 분획물(6)은 도 2의 과정에 따라 형성된다.

[0069] 상기 선처리된 출발 물질은 바이오매스와 같은 출발 물질(20)으로부터, 예를 들어, 반가수분해(21)와 같은 방법에 의해 형성된다. 상기 형성된 선처리된 출발 물질(22)은 재-슬러리 탱크(23)를 통해 효소 가수분해와 같은 효소 처리, 또는 이온성 액체로의 처리인 처리 단계(24)로 공급된다. 상기 선처리된 출발 물질(22)은 조 리그닌(1) 형성을 위해 상기 처리 단계(24)에서 프로세싱된다.

[0070] 상기 조 리그닌(1)은 가용성 탄수화물(14)이 제거될 수 있는 여과기(2)에서 여과된다. 임의로 조 리그닌은 여과 동안 또는 후에 물로, 바람직하게는 치환 세정을 사용하여 세척될 수 있다. 그 후에, 상기 조 리그닌(1)은 유리에 의한 조 리그닌 처리를 위해 바람직하게 자가가수분해 또는 묽은 산 가수분해를 기반으로 하여 유리 반응기(3)로, 예컨대 소화조로, 제1 피딩 디바이스에 의해 공급될 수 있다. 바람직하게, 상기 장치는 마지막에 증기 폭발 단계를 포함한다. 물은 유리 반응기로 첨가될 수 있다. 용해된 탄수화물(15)을 포함하는 액체상은 유리 동안 또는 후에 분리될 수 있다. 바람직하게, 상기 처리된 조 리그닌(4)은 상기 리그닌 유리 후에 세척된다.

[0071] 상기 처리된 조 리그닌(4)은 리그닌 분획물(6)의 분리를 위해 제2 피딩 디바이스에 의해 유리기(3)로부터 임의의 세척 단계로, 더 나아가 분리 디바이스(5)로 공급된다. 또한, 리그노셀룰로오스 분획물(7)이 분리된다. 분리 동안, 카르복시메틸 셀룰로오스(8)가 조 리그닌에 안정화 화학물질로 첨가될 수 있다. 바람직하게, 상기 분리는 하나 초과의 분리 단계로 수행된다. 세척수(9), 예를 들어 20 내지 60° C인 것은 상기 리그닌 분획물(6) 세척을 위해 바람직하게 마지막 분리 단계에서 상기 분리 디바이스(5)로 첨가될 수 있다. 상기 리그닌 분획물(6)은 추가 리그닌 분획물(6) 처리를 위해 상기 분리 디바이스(5)에서 상기 제2 여과기(10)로, 예를 들면, 가압 여과기에 의해 공급된다. 상기 리그닌 분획물(6)은 최종 리그닌 조성물(11)의 형성을 위해 여과되고 정제될 수 있다.

[0072] 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 효소 가수분해와 같은 효소 처리, 또는 이온성 액체로의 처리로 다시 순환된다. 상기 리그노셀룰로오스 분획물(7)은 희석된 리그노셀룰로오스 분획물(13)의 형성을 위해 희석 단계(12)에서 희석될 수 있다. 상기 희석된 리그노셀룰로오스 분획물(13)은 재-슬러리 탱크(23)로 공급되고 상기 처리 단계(24)로 순환된다.

[0073] 실시예 3

[0074] 본 실시예에서 리그닌과 리그노셀룰로오스 분획물이 형성되었다.

[0075] 선처리된 바이오매스(PTB)는 16% TS (전고형분) 피드를 사용하여 상업적 효소와 함께 효소 가수분해되었다. 효소 투입량은 48시간의 가수분해 후에 글루코스 전환이 80%가 될 수 있도록 선택되었다. 잔여 고형물, 즉, 조 리그닌은 가압여과에 의해 C_6-탄수화물로부터 분리되었다. 조 리그닌은 유리단계에서 묽은 산 처리에 노출되었다.

조 리그닌은 다음과 같은 조건으로 소화조에서 유리되었다: 20.9% TS, 시간 210분, 온도 181° C, 황산 투입량 6kg/t TS PBT. 유리 처리 후, 슬러리는 반응기 안에서 냉각되었다. 냉각 후 슬러리의 pH는 3.0이었다.

[0076] 가압 여과와 치환 세정은 고형물 입자들로부터 수용성 물질을 분리하기 위해 사용되었다. 유리된 리그닌 입자들과 잔여 리그노셀룰로오스 입자들은 4단계에 걸쳐 순차적으로 분리되었다. 첫 번째 단계(조선 단계(rougher stage))는 리그노셀룰로오스 분획물과 반-정제 리그닌 분획물을 제공했다. 다음 단계(세정 단계(cleaner stage))는 리그닌 분획물을 더 정제하기 위해 사용됐다. 표준 절차는 상기 분리 과정에서 리그노셀룰로오스 분획물들을 2-4단계로부터 최적 단계까지 상류로 순환시키기 위한 것이었다. 임의로 리그노셀룰로오스 분획물을 추가 정제하는 하나 또는 여러 단계(청소 단계(scavenger stage))가 있을 수도 있다. 상기 처리된 조 리그닌은 상기 조선 단계를 위한 7% TS 피드를 제공하기 위해 재-슬러리되었다. 10kg/t TS의 CMC가 첨가되었고 온도는 55° C였다. 슬러리는 GEA Westfalia UCD205 디캔터 원심분리기를 통해 2800rpm의 보울 속도를 이용해 23kg/min의 피드 속도로 펌프 되었다. 분리된 리그닌(중(heavy)) 분획물은 추가적으로 재-슬러리되었고, 3kg/t TS의 CMC가 첨가되었다. 형성된 슬러리는 디캔터 원심분리기를 이용해 제1 청소 단계에서 프로세싱되었다. 2개의 뒤이은 청소 단계는 침전을 기반으로 하였다. 1.5 kg/t TS의 CMC가 제2 청소 단계에서 첨가되었고, 제3 청소 단계는 CMC 없이 수행되었다. 두 단계 모두에서 2시간의 침전 후에 언더-플로우가 회수되었다.

[0077] 리그닌과 탄수화물은 TAPPI-방법 T-222와 T-UM 250를 사용하여 분석되었다. 그 결과는 표 1에 나타내었다.

표 1

[0078]

성분	단위	PTB	CL1	CL2	LC/SS1	L/SS4
산-불용성 리그닌	%	30.7	69.8	79.0	38.9	86.8
산 가용성 리그닌	%	2.2	1.9	2.1	3.8	1.0
글루코스	%	57.6	25.8	22.8	53.9	11.7
자일로스	%	9.1	1.2	<0.2	<0.2	<0.2

[0079] CL1 = 소화조 전 조 리그닌

[0080] CL2 = 소화조 이후 조 리그닌

[0081] LC/SS1 = 분리 단계 1 이후 리그노셀룰로오스 분획물

[0082] L/SS4 = 분리 단계 4 이후 리그닌 분획물

[0083] 상기 유리 단계 동안 15%의 글루칸이 가수분해(가용화)되었는데, 이는 85%의 글루칸이 상기 분리단계에서 100% 회수된 후에 효소 가수분해로 사용될 수 있다는 것을 의미한다. 상기 리그닌 분획물 L/SS4는 소화조 이후 조 리그닌(CL2)보다 상당히 더 깨끗하였고, 이는 리그닌의 적어도 일부가 묽은 산 가수분해 동안에 조 리그닌으로부터 유리되었음을 설명한다. 기계적 분리는 소화조 전 조 리그닌을 정제할 수 없다. 더 큰 리그노셀룰로오스 입자들이 표류하면서 무거운 분획물(리그닌 분획물)을 형성하기 때문에, PTB에 존재하는 큰 바이오매스 입자들은 리그닌의 정제가 복잡하다. 이 때문에, 상기 유리 단계 이후 증기 폭발과 같은 열풍(hot blow)는 입자 크기를 감소시키는 실용적인 방법을 제공하는 바람직한 선택지이다. 글루칸이 고도로 가수분해되도록 하는 더욱 극심한 조건은 상기 리그닌 유리와 그에 따르는 분리에 상당히 기여할 것이다.

[0084] 실험실 규모의 효소 가수분해는 총 고형물 기준 87:13 비율의 PTB와 순환된 리그노셀룰로오스 LC/SS1 혼합물에 대해 수행되었다. 기준은 100% PTB 물질을 이용한 유사한 효소 가수분해로 하였다. 그 결과는 표 2에 나타내었다.

표 2

[0085]

	REF A	87:13 A	REF B	87:13 B
TS에 효소 투입량,%	3	3	4	4
전환 24시간 후, %	59	58	64	71
전환 48시간 후, %	68	73	79	78
전환 72시간 후, %	69	72	78	82

[0086] 이 결과는 버진 PTB만큼 재활용된 리그노셀룰로오스(글루칸)가 글루코스로 효율적으로 전환되었다는 것을 나타낸다.

[0087] 실시예 4

[0088] 본 실시예에서는 순환된 리그노셀룰로오스 분획물이 형성된 슬러리의 유동학에 미치는 영향을 설명하였다. 실시예 3에서 분리된 리그노셀룰로오스 분획물은 상기 실험에 사용되었다. 선처리된 바이오매스(PTB 물질)은 16.8%의 TS와 16.5%의 WIS 함유량을 가지는 현탁액을 제공하기 위해 상기 리그노셀룰로오스 물질과 재-슬러리되었다. 상기 PTB와 순환된 리그노셀룰로오스의 비율은 총 고형물을 기준으로 70:30이었다. 현탁액의 점도는 306mPas(Brookfield 50rpm)이었다. 기준으로는, 16.8%의 TS와 16.5의 WIS 함유량을 가지는 현탁액을 제공하기 위해 동일한 PTB가 정수(clean water)와 함께 재-슬러리되었다. 현탁액의 점도는 1876mPas(Brookfield 50rpm)이었다. 이 실시예는 상기 리그노셀룰로오스를 선처리된 바이오매스와 섞으면 예상치 못한 유동학적 성질을 이끌어냄을 설명한다. 이는 주로 양극 입자 크기 분포의 효과뿐만 아니라, 변화된 표면 성질에 의한 것으로 언급하고 있다. 낮은 점도는 높은 함량의 고형물을 사용할 수 있게 한다. 예를 들어, 효소 가수분해의 전환률이 낮은 경우, 이를테면 탄수화물 수율이 낮은 경우, 낮은 당 농도와 증가된 탱크 용적에 대한 보상을 가능하게 한다. 더 높은 고형 함유량에 도달하는 데 있어 별다른 이익이 없을지라도, 낮은 점도는 낮은 강도의 혼합 단계 사용을 용이하게 한다.

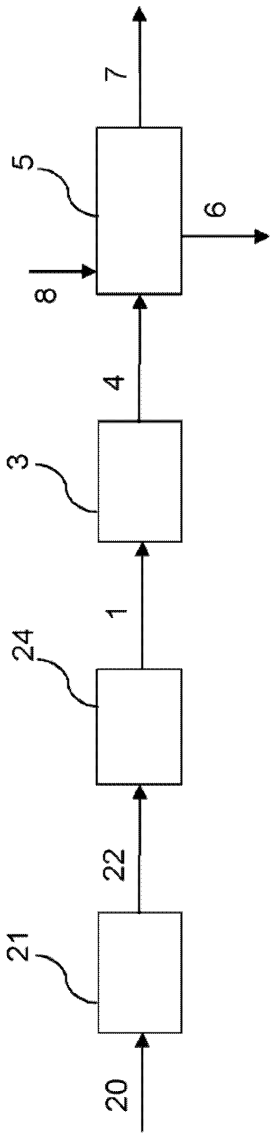
[0089] 본 발명에 따른 방법은 여러 실시형태들에서 가장 상이한 종류의 조 리그닌으로부터 리그닌 분획물과 리그노셀

룰로오스 분획물을 형성하는 데 사용되기에 적합하다.

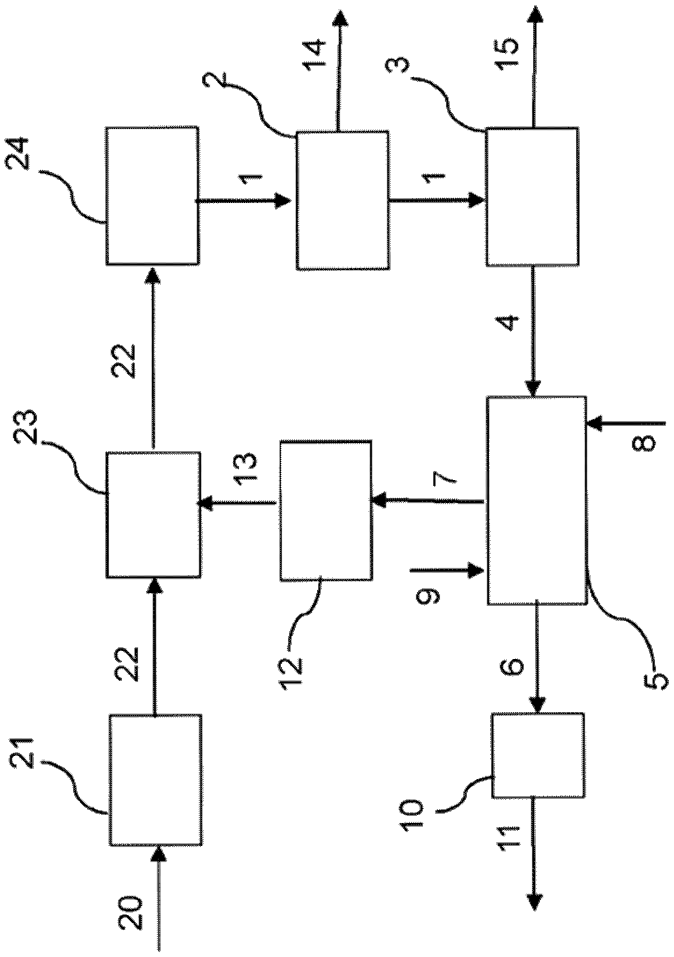
[0090] 본 발명은 상기 언급된 실시예로만 한정되는 것이 아니라, 청구범위에 의해 정의된 발명의 사상의 범위 안에서 다양하게 변형될 수 있다.

도면

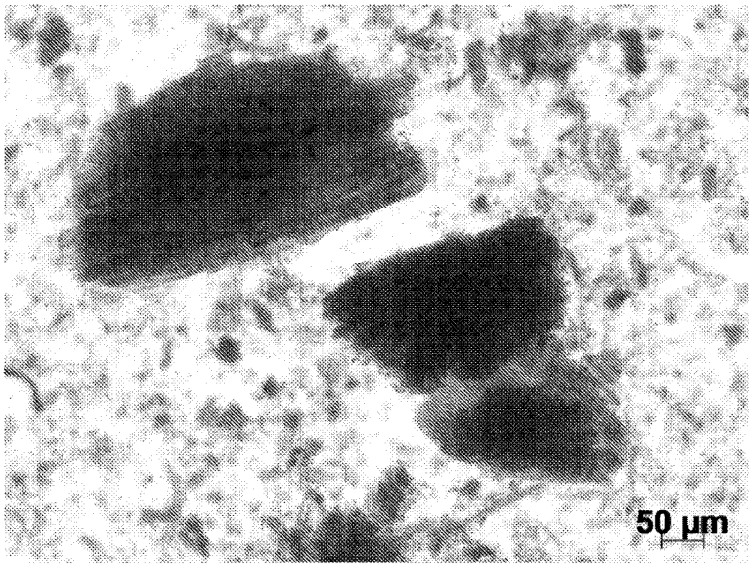
도면1



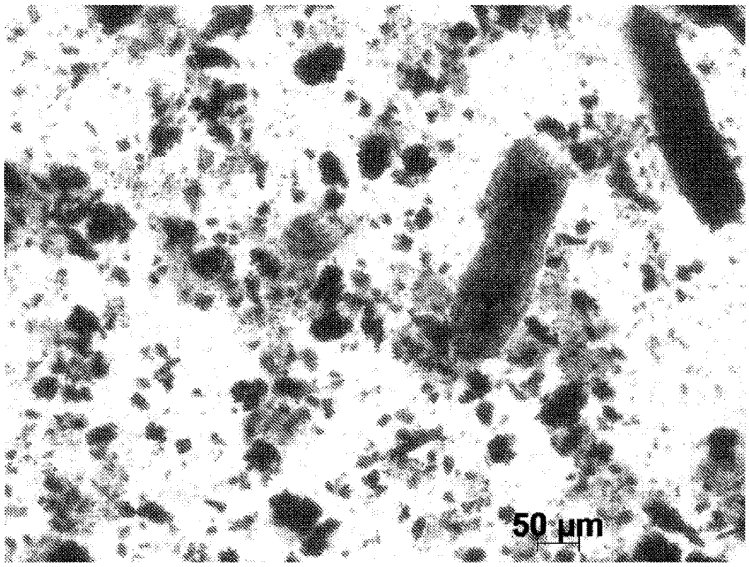
도면2



도면3a



도면3b



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 21

【변경전】

리그노셀룰로오스 조성물로서,

상기 리그닌 조성물은 제1항 내지 제12항 중 어느 한 항의 방법에 의해 형성된 리그노셀룰로오스 분획물을 포함하는 것인, 리그노셀룰로오스 조성물.

【변경후】

리그노셀룰로오스 조성물로서,

상기 리그노셀룰로오스 조성물은 제1항 내지 제12항 중 어느 한 항의 방법에 의해 형성된 리그노셀룰로오스 분획물을 포함하는 것인, 리그노셀룰로오스 조성물.