



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2022 00826

(22) Data de depozit: 21/12/2022

(41) Data publicării cererii:  
28/06/2024 BOPI nr. 6/2024

(71) Solicitant:  
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,  
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,  
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:  
• ION RODICA MARIANA, STR. VOILA  
NR. 3, BL. 59, SC.3, ET.1, AP. 36,  
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;

• ION NELU, STR. VOILA NR. 3, BL. 59,  
SC.3, ET.1, AP.36, SECTOR 4,  
BUCUREȘTI, B, RO;  
• OANCEA FLORIN, STR.PAȘCANI NR.5,  
BL.D7, SC.E, ET.2, AP.45, SECTOR 6,  
BUCUREȘTI, B, RO;  
• IANCU LORENA, BD. ALEXANDRU  
OBREGIA NR.17, BL.M 5, SC.A, ET.6,  
AP.54, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;  
• GRIGORESCU RAMONA MARINA,  
CALEA FERENTARI NR.10, BL. 119A, SC.  
1, ET. 2, AP. 10, SECTOR 5, BUCUREȘTI,  
B, RO

(54) PROCEDEU DE ALBIRE A BIOMASEI LIGNOCELULOZICE  
PRIN TRATARE CU LICHIDE IONICE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de albire a biomasei lignocelulozei pentru utilizare în industria producătoare de hârtie. Procedeu, conform invenției, constă în aceea că în prima etapă pulpa de biomasă lignocelulozică din fibre naturale celulozice sau resturi de materiale celulozice se suspendă într-o soluție apoasă formată din 0,68...1.13% lichid ionic pe bază de săruri de fosfoniu, amoniu, imidazoliu, piperidiniu, 0,68...2,83% surfactant neionic de tip Triton X-100, 2...5,65% apă oxigenată,

precum și apă distilată, pH soluție de 3...6, după care, în a doua etapă, amestecul rezultat prin filtrare se supune unei extracții prin suspendare în soluția apoasă, la temperatura de 60...80°C, pH de 5...6, rezultând celuloză albită cu un grad de albire de 85...95%.

Revendicări: 3  
Figuri: 1



## PROCEDEU DE ALBIRE A BIOMASEI LIGNOCELULOZICE PRIN TRATARE CU LICHIDE IONICE

Invenția se referă la un procedeu de albire a biomasei lignocelulozei obținută din fibre naturale celulozice, cum ar fi cânepă, in, rafie, etc. sau materiale celulozice, cum ar fi paie, stuf etc., prin tratare cu lichide ionice pe bază de săruri de fosfoniu, amoniu, imidazoliu, piperidinium, un surfactant neionic, precum Triton X-100 o cantitate mică de apă oxigenată și apă distilată, pentru utilizarea în industria producătoare de hârtie de calitate ridicată și /sau în industria farmaceutică.

Procedeul conform invenției se realizează prin albire în două etape: în prima etapă, pulpa de biomasă lignocelulozică din fibre naturale celulozice sau materiale celulozice se suspendă într-o soluție de apă distilată și de lichid ionic, surfactant neionic și apă oxigenată, pH-ul soluției fiind de 3-6, iar în a doua etapă, amestecul obținut prin filtrarea din prima etapă se supune unei extracții prin suspendare într-o soluție apoasă, la temperatura 60-80 °C, pH-ul soluției fiind de 5-6.

În prezent au început să fie utilizate diferite biomase lignocelulozice în aplicații variate: energii regenerabilă, producerea de hârtie, biocombustibili, etc. Dintre acestea, se pot aminti: reziduurile agricole (paie, resturi vegetale) sau deșeuri municipale solide. Biomasă lignocelulozică este materia primă pentru industria celulozei și hârtiei, iar această aplicație se concentrează pe separarea ligninei și fracțiunilor celulozice ale biomasei, iar celuloza trebuie să prezinte un grad de alb cât mai ridicat.

În mod uzual, obținerea unei celuloze cu grad de alb ridicat, se realizează prin îndepărtarea ligninei din pulpa de celuloză, utilizând clor sau derivați ai acestuia. Producții de oxidare rezultă, în special compuși aromatici clorurați, printre care se numără și dioxinele, sunt nedorite deoarece manifestă toxicitate pentru om, sunt cancerigeni și toxici pentru mediul înconjurător.

Tehnologiile moderne de albire a pulpei de celuloză din lemn, care de obicei utilizează agenți oxidanți lipsiți de clor ( $H_2O_2$ ,  $O_2$ ,  $O_3$  sau peracizi), nu conduc la un grad ridicat de alb (maximum 65%), fiind necesară o etapă adițională de albire cu dioxid de clor, pentru atingerea unui grad optim de alb.

Necesitatea folosirii altor surse de materii prime, de exemplu: paie, stuf, in, cânepă, resturi vegetale, altele decât cele clasice precum lemnul, pentru obținerea

biomasei lignocelulozice de calitate superioară destinată industriei de hârtie, a atras atenția specialiștilor pentru dezvoltarea de tehnologii moderne de albire a celulozei din pulpa de celuloză provenită din aceste surse de materii prime nedăunătoare mediului înconjurător.

Se cunosc o serie de invenții care prezintă metode de albire, dintre care evidențiem:

Brevetul de invenție **WO2022139651 (A1) Method for bleaching pulp from recycled textile material**, se referă la o metodă de albire a pulpei formate din material textil reciclat care conține celuloză, metoda de albirea cu ajutorul ozonului. Invenția se referă, de asemenea, la un sistem de albire. Metoda prezintă riscul utilizării ozonului, scump și greu de obținut și cu riscuri asupra sănătății umane (sursa wipo.com).

Brevetul de invenție **WO2018/073177A1 Recycling of cellulosic textiles**, se referă la albirea celulozei reciclate ce poate fi folosită în diverse scopuri, iar nevoia de decolorare/albire a materialului textil reciclat poate fi realizată prin două etape: i) albirea materialului cu oxigen în condiții alcaline cu un pH în intervalul 9-13,5; și ii) albirea materialului cu ozon în condiții acide sub pH 6. Metoda prezentată are dezavantajul utilizării oxigenului ce incumbă măsuri de protecție speciale, și a ozonului cu dezavantaje datorate prețului, stocării și a efectelor asupra sănătății umane (sursa wipo.com).

**US Patent No. 3,655,505 Two-stage purification of fibrouscellulose material employing gaseous chlorinedioxide in onestageand a peroxygen compound in theother**, prezintă un proces în două etape pentru albirea pulpei de celuloză nealbite, care cuprinde o primă etapă de albire cu clor gazos, diluat cu un gaz nereactiv la o temperatură cuprinsă între 15 și 100 °C pentru o perioadă de 20 de secunde până la 60 de minute, pulpa fiind apoi spălată cu apă; în a doua etapă se realizează ajustarea conținutului de umiditate al pulpei la 5 la sută și contactarea pulpei cu un compus peroxigen având un conținut peroxigen de la 0,025-1,5 la sută din greutate la o temperatură de până la 100 °C. pentru o perioadă de la 1/2 la 5 ore, urmată de o etapă de albire peroxigenă. Metoda are dezavantajul că prezintă pericol pentru mediu și om (sursa uspto.com).

Brevetul **US Patent No. 4,938,842 High consistency peroxide bleaching**, prezintă o metodă de albire a pulpei de celuloză de consistență ridicată cu hidrogen sau peroxidul de sodiu. Lichidul de albire este amestecat cu pulpa până la o consistență scăzută, și este apoi îngroșare și albire la o temperatură de aproximativ

50 °C timp de câteva ore. Procedeu include etapele de adăugare la o pastă de lemn a unei soluții de înălbire având o cantitate eficientă de agent de albire hidrogen sau peroxid de sodiu și, în greutatea pastei de lemn diluate, 0,5 până la 6% hidroxid de sodiu, 0 până la 5% silicat de sodiu, 0 până la 1%, de preferință 0,02 până la 0,05%, sulfat de magneziu și un agent de chelare într-o cantitate suficientă pentru a sechestra ionii de metale grele în pastă, pentru a produce o consistență a pastei de 1 până la 16% la o temperatură în intervalul lichidului de înălbire punctul de îngheț la 25°C, amestecarea uniformă a lichidului de înălbitor cu pulpa de lemn și îngroșarea imediată a pulpei de lemn diluată la o consistență în intervalul de la 20 la 70% pentru albirea pastei de lemn îngroșate. Pasta de lemn poate fi supusă unui tratament preliminar prin adăugarea unui agent de chelare într-o cantitate suficientă pentru a sechestra metalele grele chelatabile, inclusiv manganul la o consistență a pastei de 1 până la 10% și deshidratarea pastei respective până la o consistență de 20 până la 70% pentru a elimina manganul sechestrat la mai puțin de 10 ppm. (sursa uspto.com).

Brevetul **US5217575 - Process for oxygen bleaching using two vertical reactors**, dezvăluie un proces de albire cu oxigen a celulozei folosind 2 turnuri verticale la presiune superatmosferică 0,5 MPa. Temperatura din fiecare coloană este de la aproximativ 75 °C la aproximativ 105 °C pentru un timp de ședere în coloana de 15 minute până la 45 de minute (sursa uspto.com).

**US Patent Application Publication No. US2008/0087390 Multi-step pulp bleaching**, prezintă o metodă de albire a celulozei formată dintr-o pastă de reciclare care constă într-o etapă de activare, cu peroxid alcalin și o etapă de albire reductivă. Albirea cu peroxid alcalin se poate face în prezența oxigenului ("stadiul EOP") la temperaturi în jur de 77 °C, iar o etapă de albire reductivă cu bisulfid ("stadiul Y") realizabilă la temperaturi similare. Timpul de desfășurare pentru fiecare etapă este de obicei de aproximativ o oră sau mai puțin (sursa uspto.com).

Brevetul **US2009/0242152 Bleaching process of chemical pulp**, dezvăluie un proces de albire în două etape care cuprinde o etapă de albire cu dioxid de clor ("DO"), urmată de o etapă de albire EOP, similară în multe privințe cu cea descrisă în exelul anterior (sursa uspto.com).

**US Patent Application Publication No. US20120067532 - High brightness pulps from lignin rich waste papers**, prezintă un proces de albire ce utilizează hidroxid alcalin în combinație cu oxigen și peroxid de hidrogen într-o etapă inițială de

albire, urmat de tratamentul cu un activator de peroxid, urmat de o etapă finală de albire reductivă (sursa uspto.com).

**U.S. Patent Application Publication No. US 2013/0203699 Method for inhibiting the growth of microbes with a modified cellulose fiber**, prezintă o metodă de albire a pulpei celulozice prin oxidarea pulpei cu un peroxid în condiții acide, și cu un catalizator în timpul procesului de albire (sursa uspto.com).

Lichidele ionice (LI) sunt definite ca săruri organice care sunt lichide la temperatura camerei. La fel ca orice sare, LI sunt alcătuite din specii cationice și anionice separate. Schimbarea structurilor cationilor și anionilor lichidelor ionice oferă posibilitatea de a-și optimiza proprietățile fizico-chimice pentru procese specifice. În general, ele au proprietăți bune, deoarece sunt relativ nevolatile, astfel încât nu regenerează compuși volatili organici atmosferici, reducând astfel riscul pentru sănătate și mediu. Ele prezintă, de asemenea, o bună stabilitate termică și nu se descompun pe gama largă de temperaturi. În general, lichidele ionice se referă la o clasă de materiale incluzând săruri topite care rămân lichide la temperaturi de 100°C sau mai mici. Lichidele ionice au vâscozitate relativ ridicată în comparație cu solvenții convenționali care au fost exploatați pentru a inhiba pătrunderea în straturile istorice. Ca rezultat al speciilor încărcate care cuprind lichidele ionice, acestea pot furniza un mediu extrem de polar. Ele sunt capabile să interacționeze prin legături de hidrogen, dispersive, dipolare și interacțiuni hidrofobe. Ele sunt, de asemenea, miscibile cu apă și solvenți de toxicitate scăzută. Lichidele ionice sunt în general apreciate ca fiind alternative ecologice sau „verzi” la solvenții organici convenționali.

Biomasa lignocelulozică este constituită din macromolecule, precum celuloză: homopolizaharidă fibroasă semicristalină liniară, hemiceluloză heteropolizaharidă amorfă ramificată, și din lignină. Între aceste biomacromolecule există mai multe interacțiuni covalente și non-covalente ce conduc la o structură complexă, complexă și rigidă a lignocelulozei. Lanțurile de celuloză sunt încorporate în miezul biomasei lignocelulozice cu grupuri hidroxil ce favorizează formarea unor legături puternice de hidrogen intra- și intermoleculare. Lignina este caracterizată ca un polimer fenilpropanoid amorf care acționează ca un "lipici" legând hemiceluloza și celuloza prin legături estericeși, respectiv, legături de hidrogen. Aceste interacțiuni moleculare definesc o structură complexă și rigidă care formează un material recalcitrant împotriva hidrolizei și care sunt responsabile de procesele de separare dificile, dure și costisitoare.

În general, procesul de separare a acestor compuși se realizează prin metode termochimice și/sau fizice ca pre-tratament, expunând fracțiunea de carbohidrați pentru a facilita prelucrarea ulterioară. Carbohidrații sunt ulterior hidrolizați în monomeri de zahăr și apoi transformați în bioalcooli etanol, butanol, acizi carboxilici, hidrogen sau metan prin procese de fermentare. Pe de altă parte, lignina extrasă poate fi utilizată ca combustibil pentru încălzire cu valoare mică, liant, dispersant, emulgator și sechestrant. Lignina poate acționa, de asemenea, ca o sursă de molecule de mare valoare, cum ar fi polifenolii biologic activi și taninurile. Metodele convenționale au limitări tehnologice, cum ar fi o selectivitate insuficientă și o degenerare parțială a produselor care compromit eficiența proceselor de separare. Din acest motiv se impun noi căi de îmbunătățire a gradului de alb a lignocelulozei pentru a realiza procese fezabile și durabile. Dezavantajele acestor procedee constau în faptul că este afectată fibra de celuloză, reacția de oxidare a ligninei se realizează în mediu bazic iar oxidarea selectivă a ligninei este foarte greu de controlat. Lichidele ionice (ILs) sunt recunoscute în mai multe aplicații ecologice în reacții și separări datorită proprietăților lor benefice unice, cum ar fi presiunea neglijabilă a vaporilor și stabilitatea termică ridicată. Presiunea foarte scăzută a vaporilor reduce riscul de expunere, ceea ce reprezintă un avantaj clar față de utilizarea solvenților volatili clasici. Lichidele ionice sunt compuși produși exclusiv din ioni cu combinații incomensurabile de anioni și cationi. Ele posedă proprietăți foarte bine reglate, cum ar fi hidrofobitatea, polaritatea și puterea solventului. Datorită puterii de solvent a ILs, utilizarea lor în dezvoltarea de metode alternative pentru extracția și prelucrarea carbohidraților și a altor compuși din biomasa lignocelulozică a fost recent explorată intens. LI care sunt identificate ca fiind capabile să dizolve celuloza constau, în general, din imidazoliu, piridiniu, amoniu, fosfoniu, sau morfoliniu și anioni care pot forma legături puternice de hidrogen cu grupe hidroxil, de exemplu, cloruri, carboxilați: acetat, format, propionat, lactat, fosfați dialchil, dialchil și trialchifosfonați și anioni de aminoacizi. Trebuie remarcat faptul că ILs care conțin anioni pot forma legături puternice de hidrogen ce nu sunt întotdeauna capabili să dizolve celuloza.

Albirea este prelucrarea chimică a celulozei de lemn realizată pentru a-i reduce culoarea închisă. Scopul principal al albirii este de a elimina lignina reziduală din pulpă cât mai selectiv posibil. Noutatea invenției noastre constă în realizarea

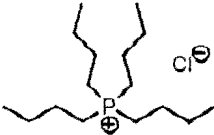
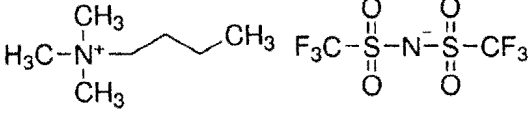
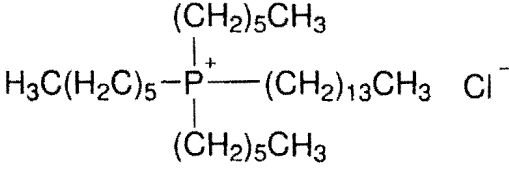
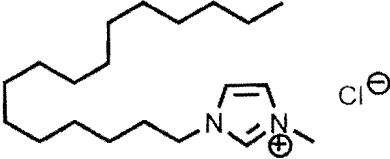
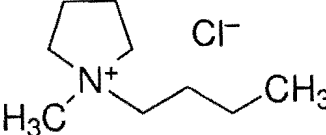
unor amestecuri/soluții constituite din lichide ionice care împreună cu surfactanți precum Triton X-100 și apă oxigenată produc albirea lignocelulozei prin eliminarea ligninei din masa lignocelulozei.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția noastră constă în realizarea unei tehnologii noi, ecologice și eficiente, de albire a biomasei lignocelulozice din fibre natural celulozice sau alte materiale celulozice, destinată obținerii hârtiei de calitate superioară cu grad de alb peste 85%, 90...95 % și caracteristici fizico-mecanice bune, fără a folosi compuși ai clorului.

Soluția problemei tehnice constă în utilizarea de lichide ionice, sub forma unei soluții constituite din: lichid ionic, selectat dintre lichidele ionice din tabelul 1, surfactant neionic, apă oxigenată, apă distilată înlăturând astfel dezavantajele menționate anterior.

Procedeele de albire a biomasei lignocelulozice din fibre naturale, cum ar fi cânepă, in, rafie etc. sau din materiale celulozice, cum ar fi paie, stuf etc., prin utilizarea de lichide ionice, este caracterizat prin aceea că albirea se realizează în două etape: în prima etapă, biomasa lignocelulozică măcinată și uscată, într-o cantitate procentuală masică de 90 – 96 %, se suspendă într-o soluție constituită din: Soluția A și Soluția B. Soluția A și Soluția B se amestecă ușor până ce se realizează omogenitatea suspensiei; soluția A este constituită din lichid ionic selectat, în cantitate procentuală masică 0,68 – 1,13 %, surfactant neionic în cantitate procentuală masică 0,68 – 2,83% și apă oxigenată în cantitate procentuală masică 2 – 5,65%, procente masice raportate la suma componentelor, iar soluția B este constituită din apă distilată într-o cantitate procentuală masică ce variază între 70%...130% raportat la cantitatea de lignoceluloză, pH-ul soluției fiind de 3-6, la temperatura camerei de 20...23 °C; aceste componente se amestecă ușor cu o paleta din material inert, de exemplu material plastic, lemn sau sticlă, până se obține un lichid vâscos care se menține în suspensie timp de 24 h, după care suspensia se filtrează rezultând o masa de fibre. În a doua etapă, amestecul obținut din prima etapă se supune unei extracții prin suspendare într-o soluție apoasă, la temperatura de 60-80 °C, pH-ul soluției fiind de 5-6, timp de 1...1,5 h rezultând celuloza albită. Menționăm faptul că procesul de albire se poate finaliza după prima etapă, dar pentru creșterea gradului de albire se trece la etapa a doua.

Tabelul 1 Lichide ionice utilizate în invenție

Tetrabutylphosphoniumchloride LI1	
Butyltrimethylammonium bis(trifluoromethylsulphonyl)imide LI2	
Trihexyltetradecylphosphoniumchloride LI3	
1-hexadecyl-3-methylimidazolium chloride LI4	
1-butyl-1-methylpiperidinium chloride LI5	

Avantajele invenției constau în faptul că:

- nu se utilizează agenți pe bază de clor
- procedeul este ușor de realizat, simplu, economic
- consum mic de energie
- nu este necesară o etapă adițională de albire
- materialele utilizate sunt prietenoase mediului și factorului uman
- gradul de albire este de peste 85%, de până la 95...99%
- lichidele ionice sunt în general apreciate ca fiind alternative ecologice sau „verzi” la solventii organici convenționali.
- lichidele ionice elimină lignina reziduală din pulpă cât mai selectiv
- lichidele ionice sunt recunoscute pentru a facilita mai multe aplicații ecologice în reacții și separări datorită proprietăților lor benefice unice, cum ar fi presiunea neglijabilă a vaporilor și stabilitatea termică ridicată.
- presiunea lor foarte scăzută a vaporilor reduce riscul de expunere, ceea ce reprezintă un avantaj clar față de utilizarea solventilor volatili clasici



- lichidele ionice sunt compuși produși exclusiv din ioni cu combinații incomensurabile de anioni și cationi.
- lichidele ionice au proprietăți foarte bine reglate, cum ar fi hidrofobitatea, polaritatea și puterea solventului.

În continuare, prezintăm exemple de realizarea a invenției.

**Exemplul 1.** În prima etapă, într-un vas de sticlă se realizează o suspensie apoasă de 100 ml ce conține 1 g lichid ionic LI1, 3g apă oxigenată, 1 g surfactant neionic Triton X-100, la un pH de 3-6, la temperatura camerei de 20...23 °C, se amestecă ușor pentru omogenizarea suspensiei după care se introduc 140 g de biomasa lignocelulozică, care în prealabil a fost măcinată și uscată, și se menține în suspensie timp de 24 h, după care suspensia se filtrează rezultând o masă de fibre. Filtratul se poate păstra în vase acoperite în vederea folosirii acestuia ulterioră.

În etapa a doua, într-un vas de capacitatea de 2 l se introduce 0,8...1,5 l soluție apoasă și filtratul rezultat, se introduce vasul în baia de apă cu termostat reglat la o temperatură de 60-80°C și se menține timp de 1h, după care amestecul obținut se filtrează, se spală cu apă rece la un pH de 5 ...6 obținându-se celuloza albită care se usucă în aer.

**Exemplul 2** se lucrează identic ca în exemplul 1 realizandu-se o suspensie apoasă de 110 ml ce conține 1,2 g lichid ionic LI2 , 4 g, apă oxigenată, 2g surfactant neionic Triton X-100, cu un pH de 3-6, la temperatura camerei de 20...23 °C, după care se introduc 145 g biomasa lignocelulozică.

**Exemplul 3** se lucrează ca în exemplul 1 realizandu-se o suspensie apoasă de 150 ml ce conține 1,4 g lichid ionic LI3 , 6 g apă oxigenată, 2g surfactant neionic Triton X-100, la un pH de 3-6, la temperatura camerei de 20...23 °C, după care se introduc 150g biomasa lignocelulozică.

**Exemplul 4** se lucrează ca în exemplul 1 realizandu-se o suspensie apoasă de 150 ml ce conține 1,5 g lichid ionic LI4, 8 g apă oxigenată, 3g surfactant neionic Triton X-100, la un pH de 3-6, la temperatura camerei de 20...23 °C, după care se introduc 150g biomasa lignocelulozică.

**Exemplul 5** În prima etapă, într-un vas se realizează o suspensie apoasă de 200 ml ce conține- 2,0 g lichid ionic LI5 , 10 g apă oxigenată, 5 g surfactant neionic Triton X-100, la un pH de 3-6, la temperatura camerei de 20...23 °C, după care se introduc 160 g biomasa lignocelulozică, care în prealabil a fost măcinată și uscată, și se

menține în suspensie timp de 24 h, după care suspensia se filtrează rezultând o masă de fibre. Filtratul se poate păstra în vase acoperite în vederea folosirii acestuia ulterioară. În etapa a doua, într-un vas de capacitatea de 2 l se introduce 0,8...1,5 l soluție apoasă și filtratul rezultat, se pune vasul în baia de apă cu termostat reglat la o temperatură de 60-80°C și se menține timp de 1h după care amestecul obținut se filtrează, se spală cu apă rece la un pH de 5 ...6 obținându-se celuloza albită care se usucă în aer.

Determinarea caracteristicilor fizico - chimice importante.

Pentru evaluarea eficacității acestor lichide ionice asupra gradului de luminozitate și albire al biomasei lignocelulozice, se folosește sistemul ce măsoară diferența de culoare CIELAB, dintre probele înainte și după tratarea cu lichide ionice, se ține cont de următorii parametri:

- diferența de culoare se măsoară ca  $\Delta E^*$ , ce se calculează după formula:

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$$

$\Delta L^*$ - diferența de luminozitate ( $L^* = 0$  (negru) până la 100 (alb));

-  $\Delta a^*$  - diferența roșu/verde ( $a^*$  - coordonata roșu/verde, cu +  $a^*$  indicând roșu și -  $a^*$  indicând verde);

-  $\Delta b^*$  - diferența galben/albastru ( $b^*$  - coordonata galben/albastru, cu +  $b^*$  indicând galben și -  $b^*$  indicând albastru).

Gradul de culoare variază conform figurii 1.

Cunoscând faptul că la criteriile colorimetrice este important ca  $\Delta E^*$  să fie mai mic sau egal cu 5, iar  $\Delta b^*$  sa fie mai mic decât 3 (pentru cele mai bune caracteristici optice) și în intervalul 3-8 pentru caracteristici medii, în cazurile studiate de noi în realizarea invenției, cele mai bune caracteristici sunt înregistrate pentru LI 4 și LI 5, dar gradul de alb este optim pentru toate lichidele ionice ( $\Delta b^*$  între 1,3 și 4,5), față de proba brută care are 8,28.

Celuloza albită cu grad mare de albire poate fi folosită și în industria farmaceutică pentru realizarea unor creme sau suplimente alimentare pentru detoxificarea organismului.

## PROCEDEU DE ALBIRE A BIOMASEI LIGNOCELULOZICE PRIN TRATARE CU LICHIDE IONICE

### Revendicari

1. Procedeu de albire a biomasei lignocelulozice din fibre naturale, cum ar fi cânepă, in, rafie etc. sau din materiale celulozice, cum ar fi paie, stuf etc., prin utilizarea de lichide ionice **caracterizat prin aceea că** albirea se realizează în două etape: în prima etapă, biomasa lignocelulozică măcinată și uscată, în cantitate procentuală masică de 90 – 96 %, se suspendă într-o soluție constituită din: 0,68 – 1,13 %, lichid ionic, 0,68 – 2,83 % surfactant neionic și 2 – 5,65 % apă oxigenată procente masice raportate la suma componentelor, apă distilată într-o cantitate care variază între 70%...130% din cantitatea de lignoceluloză, pH-ul soluției fiind de 3-6, la temperatura camerei de 20...23 °C, se amestecă ușor cu o paleta din material inert, până se obține un lichid vâscos care se menține în suspensie timp de 24 h, după care suspensia se filtrează rezultând o masă de fibre, în a doua etapă, amestecul rezultat din prima etapă se supune unei extracții prin suspendare într-o soluție apoasă, la temperatura de 60-80 °C, pH-ul soluției fiind de 5-6, timp de 1...1,5 h rezultând celuloza albită.
2. Soluție apoasă pentru utilizare în procedeul de albire a biomasei de lignoceluloză din fibre naturale, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** este constituită din: 0,68 – 1,13 % lichid ionic, 0,68 – 2,83 % surfactant neionic și 2 – 5,65 % apă oxigenată procente masice raportate la cantitatea de biomasă și suma componentelor.
3. Soluție apoasă pentru utilizare în procedeul de albire a lignocelulozei din fibre naturale, conform revendicării 2, **caracterizată prin aceea că** lichidul ionic poate fi selectat dintre LI1-Tetrabutylphosphoniumchloride; LI2 Butyltrimethylammonium bis (trifluoromethylsulphonyl)imide; LI3 Trihexyltetradecylphosphoniumchloride; LI4 1-hexadecyl-3-methylimidazolium chloride; sau LI5 1-butyl-1-methylpiperidinium chloride.



Figura 1 Parametrii colorimetrici ai biomasei lignocelulozice brute și tratate cu lichide ionice