DEVELOPMENT OF ACOUSTIC MATERIALS AND VALUE-ADDED CHEMICALS FROM WASTE BIOMASS

ASHUTOSH NEGI

SCHOOL OF INTERDISCIPLINARY RESEARCH

INDIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY DELHI

JULY 2025

Development of Acoustic Materials and Value-added Chemicals from Waste Biomass

by

Ashutosh Negi
School of Interdisciplinary Research

Submitted in fulfillment of requirements of degree of

Doctor of Philosophy

to the

INDIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY DELHI

JULY 2025

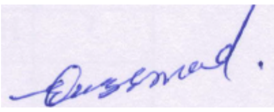
CERTIFICATE

This is to certify that the thesis entitled **"Development of Acoustic Materials and Value-added Chemicals from Waste Biomass"** being submitted by Mr. Ashutosh Negi in the fulfillment of the requirements for the award of the degree of **Doctor of Philosophy** to the Indian Institute of Technology Delhi (India) is an authentic record of work carried out by him. Mr. Ashutosh Negi has worked under my guidance and supervision and has fulfilled the requirements for the submission of this thesis, which, to my knowledge, has reached the requisite standard.

The results contained in the thesis are original and have not been submitted in part or full to any other university or institute for the award of any other degree or diploma.

Dr. M. Ali Haider
Professor
Department of Chemical Engineering
Indian Institute of Technology Delhi

Dr. Shahab Fatima
Associate Professor
Centre for Automotive Research and Tribology
Indian Institute of Technology Delhi



Dr. Ejaz Ahmad
Assistant Professor
Department of Chemical Engineering
Indian Institute of Technology ISM Dhanbad

Acknowledgment

First and foremost, I would like to acknowledge my supervisors, Prof. M. Ali Haider, Prof. Shahab Fatima, and Prof. Ejaz Ahmed for their support and encouragement during the entire dissertation period. Further, I am very much thankful to my SRC members, Prof. Anushree Malik, Prof. Kamal Kishor Pant, and Prof. S. Wazed Ali, for their thoughtful questions and suggestions during the progress presentations. The questions and suggestions have certainly improved the quality of work. I am also grateful to Prof. Jason Hallett for supporting me and providing an opportunity to conduct research work at Imperial College London. Finally, I would like to convey warm regards to my family, friends, and lab members who have made this Ph.D. journey a memorable experience for me.

Ashutosh Negi

Abstract

Among the bio-based resources, agricultural residues are abundantly available across the globe, generally treated as waste. The transformation of agricultural residues to value-added products, thus provides an opportunity to develop novel processes for sustainability. Herein, a comprehensive waste biomass processing approach is presented to convert agricultural residues into acoustic materials and value-added chemicals. Towards this, the first part of the dissertation explores the sustainable utilization of rice straw for developing sound absorbing and insulating materials. A pretreatment was first applied to separate out the cellulosic component of the waste biomass. Cellulosic pulp obtained from rice straw was employed as a feedstock to fabricate sound absorbing materials. Impedance tube measurements were performed to test acoustic properties of the fabricated material by filling it in a 3-D printed polylactic acid cavity. The pretreated pulp consists of a porous structure, which provides opportunities for dissipation of sound energy within the material. The pretreatment has shown significant enhancement (25.45%) in noise reduction coefficient to 0.55 compared to 0.41 measured for the material fabricated from raw rice straw. In parallel, sound insulating biocomposites were developed by mixing rice straw with bio-based binders such as lignin and guar gum. The developed biocomposites were tested for sound transmission loss (STL) in an impedance tube setup. It measured an average STL in the range of 28-30 dB, which is significant for noise control applications. A techno-economic analysis (TEA) of the fabrication process was performed. Economic indicators such as net present value (NPV), internal rate of return (IRR), and payback period (PB) were estimated. Economic analysis results suggested the importance of keeping raw feedstock cost within permissible limits to ensure economically viable commercial-scale noise-control material production.

In the second part of the dissertation work, chemical processing routes were explored to valorize the leftover cellulosic biomass into value-added chemicals. Towards this, the chemical transformation of 2,5-dimethylbenzoic acid was explored experimentally. The results indicated that the acidic ionic liquids enhance the yield of 2,5-dimethylbenzoic acid due to the higher availability of HSO^-_4 ions in the reactant. Moreover, trimellitic acid (TMLA) production TEA from biorenewable substrates was explored theoretically using ASPEN Plus. The TEA of the TMLA production suggested the importance of managing raw material cost and solvent recycling to achieve the desired economics for TMLA production.

सारांश

जैव-आधारित संसाधनों में, कृषि अवशेष पूरी दुनिया में प्रचुर मात्रा में उपलब्ध हैं, जिन्हें आमतौर पर अपशिष्ट माना जाता है। कृषि अवशेषों को मूल्य वर्धित उत्पादों में परिवर्तित करना सतत विकास के लिए नए तरीकों को विकसित करने का एक अवसर प्रदान करता है। इस शोध में, कृषि अवशेषों को ध्वनि नियंत्रण सामग्रियों और मूल्य वर्धित रसायनों में बदलने के लिए एक समग्र अपशिष्ट बायोमास प्रसंस्करण दृष्टिकोण प्रस्तुत किया गया है। इस दिशा में, शोध प्रबंध के पहले भाग में ध्वनि-अवशोषक और ध्वनि-अवरोधक सामग्रियों के निर्माण के लिए धान की पुराली (राइस स्ट्रॉ) के सतत उपयोग की खोज की गई है। सबसे पहले, अपशिष्ट बायोमास के सेलुलोसिक घटक को अलग करने के लिए एक पूर्व-उपचार (प्रिट्रीटमेंट) किया गया। धान की पुराली से प्राप्त सेलुलोसिक पल्प को ध्वनि-अवशोषित सामग्री बनाने के लिए कच्चे माल के रूप में उपयोग किया गया। निर्मित सामग्री की ध्वनिक विशेषताओं का परीक्षण करने के लिए इसे 3D-मुद्रित पॉली लैक्टिक एसिड (PLA) गुहा में भरकर प्रतिबाधा ट्यूब (इंपीडेंस ट्यूब) में माप किए गए। पूर्व-उपचारित पल्प में एक छिद्रपूर्ण संरचना होती है, जो सामग्री के भीतर ध्वनि ऊर्जा के अपव्यय की संभावना प्रदान करती है। इस पूर्व-उपचार से ध्वनि न्यूनीकरण गुणांक में 25.45% की महत्वपूर्ण वृद्धि हुई, जिससे यह 0.55 हो गया, जबकि कच्चे धान के पुराली से बनी सामग्री के लिए यह मान 0.41 था। साथ ही, ध्वनि-अवरोधक बायोकॉम्पोजिट, धान की पुराली को लिग्निन और ग्वार गम जैसे जैव-आधारित बाइंडर्स के साथ मिलाकर विकसित किया गया। विकसित बायोकॉम्पोजिट को प्रतिबाधा ट्यूब सेटअप में ध्वनि संचरण हानि (Sound Transmission Loss - STL) के लिए परीक्षण किया गया, जहां इसका औसत STL 28-30 dB के दायरे में मापा गया,, जो शोर नियंत्रण अनुप्रयोगों के लिए महत्वपूर्ण है। इसके निर्माण प्रक्रिया का एक तकनीकी-आर्थिक विश्लेषण (Techno-Economic Analysis - TEA) किया गया। आर्थिक संकेतक जैसे शुद्ध वर्तमान मूल्य (Net Present Value - NPV), आंतरिक प्रतिफल दर (Internal Rate of Return - IRR), और अदायगी अवधि (Payback Period - PB) का अनुमान लगाया

गया। आर्थिक विश्लेषण के परिणामों ने यह सुझाव दिया कि वाणिज्यिक स्तर पर आर्थिक रूप से व्यवहार्य शोर-नियंत्रण सामग्री के उत्पादन को सुनिश्चित करने के लिए कच्चे माल की लागत को अनुमेय सीमाओं के भीतर रखना आवश्यक है।

शोधकार्य के द्वितीय भाग में, अवशिष्ट सेलुलोसिक बायोमास को मूल्यवर्धित रासायनिक उत्पादों में रूपांतरित करने हेतु संभावित रासायनिक प्रसंस्करण मार्गों का अन्वेषण किया गया। इस दिशा में, 2,5-डाईमिथाइल बेंजोइक एसिड के रासायनिक रूपांतरण को प्रयोगात्मक रूप से से अध्ययन किया गया। परिणामों से संकेत मिला कि अम्लीय आयनिक तरल पदार्थ (Ionic Liquids) 2,5-डाईमिथाइल बेंजोइक एसिड की प्राप्ति को बढ़ाते हैं, क्योंकि इसमें HSO_4^- आयनों की अधिक उपलब्धता होती है। वहीं, जैव-नवीकरणीय अवशेषों से ट्राइमेलिटिक एसिड (TMLA) के उत्पादन का तकनीकी-आर्थिक विश्लेषण (TEA) सैद्धांतिक रूप से ASPEN Plus का उपयोग करके किया गया। TMLA उत्पादन के तकनीकी-आर्थिक विश्लेषण (TEA) ने यह सुझाव दिया कि वांछित आर्थिक लाभ प्राप्त करने के लिए कच्चे माल की लागत प्रबंधन और विलायक पुनर्चक्रण (Solvent Recycling) का महत्वपूर्ण योगदान है।

Table of Contents

List of Figures

List of Tables

List of Abbreviations

AA	Acrylic Acid
Aq	Aqueous
ASPEN	Advanced System For Process Engineering
ASTM	American Society For Testing and Materials
ATR	Attenuated Total Reflection
BET	Brunauer-Emmett-Teller
CEPCI	Chemical Engineering Plant Cost Index
CrI	Crystallinity Index
DA	Diels-Alder
dB	Decibel
DES	Deep Eutectic Solvents
DMF	2,5-Dimethylfuran
EDX	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy
FESEM	Field Emission Scanning Electron Microscopy
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
GC-MS	Gas Chromatography-Mass Spectrometry
GSM	Grams Per Square Metre
HBA	Hydrogen Bond Acceptor
HBD	Hydrogen Bond Donor
HMF	5-Hydroxymethyl Furfural
HSQC	Heteronuclear Single Quantum Coherence
IL	Insertion Loss
IRR	Internal Rate of Return

ISO	International Organization For Standardization
kWh	Kilowatt Hours
mM	Milimoles
Mt	Million Tons
NADES	Natural Deep Eutectic Solvents
NPV	Net Present Value
NR	Noise Reduction
NRC	Noise Reduction Coefficient
PB	Payback Period
PLA	Polylactic Acid
PP	Polypropylene
PU	Polyurethane
PVA	Polyvinyl Acetate
RPM	Rotation Per Minute
SAA	Sound Absorption Average
SAC	Sound Absorption Coefficient
SDG	Sustainable Development Goals
STC	Sound Transmission Class
STL	Sound Transmission Loss
TDEC	Total Delivered Equipment Cost
TEA	Techno-Economic Analysis
TGA	Thermogravimetric Analysis
TMLA	Trimellitic Acid
TPA	Terephthalic Acid
UF	Urea Formaldehyde

UTM	Universal Testing Machine
WHO	World Health Organization
XRD	X-Ray Diffraction

List of Symbols

ρ	Density
θ	Diffraction Angle
ϕ	Porosity
α	Sound Absorption Coefficient
τ	Sound Transmission Coefficient
k	Thermal Conductivity
a_∞	Tortuosity
ψ	Transfer Function Phase
η	Viscosity
λ	Wavelength