



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112014016461-4 B1



(22) Data do Depósito: 21/12/2013

(45) Data de Concessão: 02/03/2021

(54) Título: MÉTODOS PARA PRODUÇÃO DE UMA FIBRA DE LIGNINA ESTABILIZADA, E PARA PRODUÇÃO DE FIBRA DE CARBONO ESTRUTURAL

(51) Int.Cl.: D01D 10/02; C08H 7/00; D01F 9/17.

(30) Prioridade Unionista: 23/01/2012 SE 1250041-9; 23/01/2012 US 61/589,645.

(73) Titular(es): INNVENTIA AB.

(72) Inventor(es): ELISABETH SJÖHOLM; GÖRAN GELLERSTEDT; RICKARD DROUGGE; IDA NORBERG.

(86) Pedido PCT: PCT SE2013050039 de 21/12/2013

(87) Publicação PCT: WO 2013/112100 de 01/08/2013

(85) Data do Início da Fase Nacional: 02/07/2014

(57) Resumo: MÉTODO PARA A ESTABILIZAÇÃO DE FIBRA DE LIGNINA PARA A POSTERIOR CONVERSÃO EM FIBRA DE CARBONO. A presente invenção refere-se a um método para a produção de uma fibra de lignina estabilizada a partir da lignina alcalina de madeira macia mediante o tratamento térmico na ausência de oxidante. A fibra de lignina estabilizada pode ser ainda tratada para se obter fibras de carbono.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**MÉTODOS PARA PRODUÇÃO DE UMA FIBRA DE LIGNINA ESTABILIZADA, E PARA PRODUÇÃO DE FIBRA DE CARBONO ESTRUTURAL**".

Campo da Invenção

[001] A presente invenção se refere à fabricação de uma fibra de lignina extrusada estabilizada contendo lignina alcalina de madeira macia.

Antecedentes

[002] As fibras de carbono são materiais leves de grande resistência comumente produzidos através do tratamento térmico e pirólise de poliacrilonitrila (PAN), um material sintético produzido a partir da matéria-prima de petróleo, mas outros precursores também são utilizados em menor extensão tais como piche com base em petróleo ou carvão e fibras de raiom. Existem certas desvantagens nos precursores atuais tais como o alto preço da poliacrilonitrila e sua carbonização lenta e a qualidade desigual do piche. Além disso, os dois principais precursores comerciais utilizados são de fontes não renováveis.

[003] A fibra de carbono estrutural é aqui definida como uma fibra de carbono sólida e homogênea utilizada como, por exemplo, elementos de reforço que fornece resistência nos materiais de construção (ver Carbon Fiber Application, in the 3rd ed. of the book Carbon Fiber, Eds. Donnet, Wang, Rebouillat and Peng, Marcel Dekker 1998, p. 463).

[004] A lignina está presente em todos os vegetais vasculares tornando-se a segunda em celulose com abundância entre os polímeros na natureza. Na indústria de polpa e papel, grandes quantidades de lignina são produzidas como um subproduto com uso principal como a fonte de energia internamente gerada nas fábricas de produção de polpa. O processo kraft é predominante no mundo para a liberação de fibras celulósicas de madeira para promover o processamento de

produtos de papel, papelão e tecido. No processo, a lignina torna-se dissolvida na substância líquida alcalina de polpação, substância líquida negra designada, de onde se pode ainda ser processada para a produção de energia por combustão da substância líquida negra parcialmente evaporada ou, alternativamente, isolada na forma sólida mediante a adição de ácido.

[005] As ligninas alcalinas são obtidas a partir de substâncias líquidas negras obtidas a partir da polpação kraft ou de soda cáustica. Comercialmente, esses processos de polpação são aplicados em madeiras macias, madeiras rijas, assim como sobre a biomassa anual do vegetal. Na polpação, alguns dos polímeros de madeira, notavelmente lignina e hemiceluloses, estão em grande parte quimicamente modificados e solubilizados na substância líquida negra. Entre as espécies de madeira utilizadas nos processos de polpação alcalina, as principais espécies de gimnospermas (madeira macia) incluem abeto, pinho, lariço, cicuta e abeto de Douglas. As principais espécies de angiospermas (madeira rija) incluem bétula, álamo, choupo, espécies de eucalipto, acácia e bordo.

[006] Na literatura publicada, foi sugerido que a lignina pode ser um precursor alternativo da fibra de carbono devido à sua grande disponibilidade potencial, o seu custo esperado mais baixo, e o seu elevado teor de carbono (> 60%). Além disso, a lignina é um material renovável. Dois tipos de fibras de carbono foram percebidos; fibras de carbono sólidas e homogêneas para propósitos de construção (aqui referida como fibras de carbono estruturais) e fibras de carbono porosas ativadas com grande estrutura de poros interna para adsorção de gases e líquidos.

[007] Em uma tentativa antecipada de carbonizar as fibras de lignina utilizando lignina proveniente de material lenhoso, vários tipos de fibras de carbono ativadas adequadas para produtos adsorventes fo-

ram produzidos como descrito na Patente U.S. Nº 3.461.082. Tiolignina (lignina kraft), lignina alcalina (da polpação de soda cáustica) ou lignossulfonato de cálcio da madeira rija e madeira macia foram utilizados e nos exemplos, as fibras produzidas utilizando fiação úmida, fiação a seco e fiação por fusão, são descritas. Embora a fiação a seco pareça ser o modo preferido de produção de fibras, no Exemplo 5 nesse particular, uma mistura de tiolignina de madeira macia e madeira rija (1:1 em peso) foi utilizada em atmosfera de argônio a 170°C para produzir fibras de lignina através da fiação por fusão. Após o pré-tratamento com ar a 150°C durante 10 horas, as fibras foram aquecidas para 900°C e ativadas nessa temperatura durante uma hora mediante a introdução de ar. Em outros exemplos, outros agentes de ativação tais como o cloreto de zinco, hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio foram testados.

[008] As fibras de lignina kraft de madeira rija extensivamente purificada, por outro lado, têm sido produzidas por extrusão da lignina após a mistura com agentes amaciantes tais como polietilenotereftalato (PET) ou polióxido de etileno (PEO) ou como tal. A fibra de lignina resultante foi ainda convertida em fibra de carbono através da estabilização com ar utilizando taxas de aquecimento de 0,01 a 2°C/min e carbonização.

[009] Em todos os processos até esta data para a produção de fibra de carbono, a fibra precursora quer sendo baseada em PAN, piche, raíom, lignina quer outra fonte carbonífera, necessita de uma etapa de estabilização capaz de modificar a fibra original para evitar a fusão e reter a forma de fibra durante a etapa de carbonização. A etapa de estabilização foi mostrada de requerer agentes empregadores de condições oxidativas tais como oxigênio (ar), ozônio, óxido de nitrogênio ou enxofre, em temperaturas ao redor de 200 a 300°C em combinação com longos tempos de reação.

[0010] A estabilização parcial em atmosfera inerte no início ou no final do processo foi descrito de ser eficaz para aumentar a produção de acrílico, isto é, fibras de PAN (Patente U.S. Nº 6.103.211). Os grupos de oxigênio de PAN ajudam na fusão da cadeia principal durante a carbonização e ajudam a eliminar a água durante a aromatização (Bortner, PhD thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, 2003). Assim, a atmosfera oxidativa não pode ser completamente omitida. As fibras acrílicas consistem de pelo menos 85% de monômeros de acrilonitrila com uma massa molecular comumente mais elevada do que 100.000. Em contraste ao polímero PAN não cíclico, o principal constituinte da macromolécula de lignina é aromático e, além disso, a composição do grupo funcional difere entre as duas moléculas. Consequentemente, suas reações e reatividade durante a estabilização diferem.

[0011] Visto que a espécie reativa é gasosa e a fibra é sólida, o efeito de estabilização depende da difusão. A consequência é uma reação heterogênea através da fibra, onde a superfície externa é mais facilmente oxidada em comparação com a interna da fibra. A estrutura do núcleo da camada externa que é formada durante a oxidação ainda diminui a velocidade da difusão e desse modo aumenta o tempo requerido para alcançar a estabilização da fibra.

[0012] Consequentemente, existe uma necessidade de uma etapa de estabilização mais rápida após a fabricação das fibras de lignina para a posterior conversão em fibras de carbono.

Descrição da Invenção

[0013] De acordo com um primeiro aspecto da invenção, é fornecido um método de produção de uma fibra de lignina estabilizada que compreende as seguintes etapas:

[0014] Fornecer uma lignina alcalina de madeira macia fracionada e/ou não fracionada;

- [0015] A purificação opcional da lignina alcalina de madeira macia;
- [0016] A adição opcional de lignina alcalina de madeira rija fracionada e/ou não fracionada à lignina alcalina de madeira macia;
- [0017] A fiação do material pelo qual uma fibra lignina é obtida;
- [0018] A estabilização da fibra de lignina sob condições inertes.
- [0019] Em uma forma de modalidade, a fibra de lignina estabilizada sofre carbonização, pela qual uma fibra de carbono estrutural (homogênea) é obtida. Esta carbonização pode ser realizada sob condições inertes.
- [0020] Existem diferenças estruturais entre as ligninas de madeira macia e madeira rija. As ligninas alcalinas de madeira macia são muito mais reativas em comparação com as ligninas alcalinas de madeira rija quando expostas a um tratamento térmico. Esta diferença está de acordo com a invenção utilizada para a estabilização de fibras de lignina alcalina, pelo menos parcialmente preparadas de lignina alcalina de madeira macia na ausência de condições oxidantes, pelas quais os tempos de reação curtos podem ser empregados; a ausência de condições oxidantes não pode ser usada para a obtenção de uma estabilização semelhante de fibras à base de madeira rija pura.
- [0021] Consequentemente, o material a ser fiado consiste, pelo menos em parte, de lignina alcalina de madeira macia fracionada e/ou lignina alcalina de madeira macia não fracionada. Esta parte pode atingir a 10 a 100% em peso do material, por exemplo, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100% em peso, ou qualquer intervalo entre estes. Em uma forma de modalidade, a lignina alcalina de madeira macia não fracionada não constitui por si mesma, mais do que 98,5% em peso do material. O equilíbrio é constituído pela lignina alcalina de madeira rija não fracionada, lignina alcalina de madeira rija fracionada, ou uma mistura destas.
- [0022] A lignina alcalina pode ser fracionada a partir da substância

líquida negra por meio de precipitação e que envolve as seguintes etapas; adição de ácido à substância líquida negra até que a precipitação de lignina ocorra, filtração e redispersão do bolo de lignina em ácido mineral aquoso, filtração, lavagem com água e secagem. Em um modo preferido de isolamento de lignina, o procedimento descrito na EP 1794363 é aplicado.

[0023] Vantajosamente, o fracionamento pode ser feito de acordo com o princípio de ultrafiltração como descrito abaixo. O fracionamento, que inclui a purificação, é preferivelmente realizado por meio de filtração da substância líquida negra, inerte nas presentes condições, isto é, alta alcalinidade em altas temperaturas, com um filtro que permite um permeado rico em lignina enquanto que a lignina de massa molecular elevada, carboidratos de massa molecular elevada e complexos de lignina-carboidrato, resíduos de não lignina e partículas sólidas, são deixados no produto retido. A ultrafiltração pode ser realizada utilizando uma membrana com um valor de corte no intervalo de 1 a 50 kDa. A ultrafiltração, por exemplo, foi realizada utilizando uma membrana cerâmica com um valor de corte de 15 kDa de acordo com o fabricante (Orelis, France). O tratamento de permeado ainda pode envolver a adição de ácido, filtração da lignina alcalina precipitada, redispersão da lignina em solução aquosa acídica, lavagem com água, e secagem (um modo preferido é descrito na EP 1.794.363). Deste modo, a lignina alcalina de madeira macia fracionada e/ou a lignina alcalina de madeira rija fracionada é obtida.

[0024] O fracionamento em uma forma de modalidade foi executado através da ultrafiltração da substância líquida negra a 120°C utilizando uma membrana cerâmica com um valor de corte de 15 kDa (ver acima). Uma temperatura mais baixa pode ser utilizada, mas aumentará a viscosidade da substância líquida negra, aumentando assim a resistência de filtragem. Quanto mais elevado o valor de corte, tanto

mais baixa a resistência de filtração. Consequentemente, os valores de corte mais elevados podem aumentar a capacidade de produção. Uma fração mais homogênea no que diz respeito ao tamanho dos fragmentos de lignina pode ser obtida utilizando os valores de corte mais baixos do que 15 kDa, mas isto irá resultar em uma maior resistência de filtração.

[0025] Quando a lignina alcalina de madeira macia ou madeira rija for fracionada, a lignina de massa molecular elevada, polissacarídeos e outras impurezas tais como as partículas sólidas são removidas, por meio do qual a lignina resultante possui uma pureza elevada (por exemplo, 0,1% de carboidratos e 0,4% de cinzas) e pode assim ser usada sem outros aditivos para posterior processamento em fibras de carbono.

[0026] As ligninas alcalinas em uma forma de modalidade foram precipitadas mediante a acidificação da substância líquida negra fracionada ou da substância líquida negra não fracionada utilizando o dióxido de carbono gasoso em um pH de ~9. Alternativamente, a acidificação pode ser realizada utilizando qualquer outro ácido em valores de pH mais baixos a fim de aumentar o rendimento.

[0027] A purificação opcional da lignina alcalina fracionada pode ser executada através da lavagem, troca iônica de redução de cinzas ou extração da remoção de fração. A lavagem pode incluir a lignina alcalina precipitada em suspensão com água, seguida pela acidificação, por exemplo, para o pH 2 com, por exemplo, ácido sulfúrico. Alternativamente, a lavagem pode ser realizada em um pH mais baixo ou mais elevado, no entanto, abaixo do pH de precipitação, através da suspensão do precipitado, lignina alcalina em água acidificada, e/ou em outro ácido tal como ácido clorídrico, ácido fórmico, ácido nítrico, ácido acético.

[0028] A fiação do material pode ser a fiação a seco, fiação úmida,

eletro-fiação e extrusão, tal como a extrusão por fusão.

[0029] A fiação para obter uma fibra de lignina pode ser realizada utilizando lignina de madeira macia alcalina fracionada pura ou uma mistura de lignina alcalina de madeira macia não fracionada e/ou lignina alcalina de madeira rija não fracionada e lignina alcalina fracionada. A mistura pode consistir de 1,5, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100% de lignina alcalina fracionada, em peso, ou qualquer intervalo criado a partir destes, com o equilíbrio constituindo de lignina alcalina de madeira macia e madeira rija não fracionada. As condições preferidas para a extrusão dependem da composição do material de lignina e assim as suas propriedades térmicas. A fiação pode ser a extrusão por fusão.

[0030] A extrusão por fusão de lignina alcalina fracionada pura ou, alternativamente, de uma mistura de ligninas alcalinas fracionadas e não fracionadas, é executada em uma temperatura que excede a temperatura de transição vítrea do material de lignina obtido em 20 a 75°C. Como uma alternativa, a extrusão por fusão pode ser executada em uma faixa de temperatura de 110 a 250°C. Dita extrusão por fusão pode produzir uma fibra de lignina contínua.

[0031] Em uma forma de modalidade com baixa adição de lignina alcalina de madeira rija fracionada (1,5% em peso) em relação à lignina alcalina de madeira macia não fracionada, a fiação foi realizada em 175 a 215°C.

[0032] Em outras formas de modalidade as misturas de lignina alcalina de madeira macia não fracionada e lignina alcalina de madeira rija fracionada foram utilizadas com uma temperatura de fiação na faixa de 155 a 220°C para formar uma fibra de lignina.

[0033] Em uma forma de modalidade, a lignina alcalina de madeira macia fracionada é fiada em uma temperatura no intervalo de 155 a 220°C. Em outra forma de modalidade, a fiação é efetuada em uma

temperatura de 200°C.

[0034] A estabilização da fibra de lignina obtida é efetuada em atmosfera inerte tal como nitrogênio, hélio, néon, argônio, criptônio e/ou xenônio. A estabilização visa induzir as propriedades de termocura na lignina, impedindo assim a fusão de feixes de fibras de lignina extrusadas e permitindo-lhes reter a sua forma de fibra.

[0035] As condições de estabilização aplicadas como o aumento da temperatura, a temperatura final e o tempo de retenção isotérmico dependem da composição do material de lignina da fibra.

[0036] A estabilização pode ser executada momentaneamente em uma temperatura no intervalo de 170 a 300°C. Alternativamente, uma temperatura no intervalo de 200 a 280°C, por exemplo, de 200 a 250°C, pode ser utilizada. Em uma forma de modalidade da invenção, a estabilização das fibras de lignina alcalina de madeira macia fracionadas foi realizada mediante o aquecimento da fibra de lignina em atmosfera inerte (por exemplo, nitrogênio) a 250°C durante 30 min. Em outra forma de modalidade, a estabilização das fibras de lignina alcalina de madeira macia fracionada foi realizada momentaneamente em nitrogênio, em uma temperatura na faixa de 200 a 250°C e com um tempo de tratamento de 5 a 60 min. Em outras formas de modalidade da invenção, as misturas de fibras de lignina alcalina de madeira macia não fracionada e fibras de lignina alcalina de madeira rija fracionada foram estabilizadas em nitrogênio, em temperaturas e tempos de tratamento como acima.

[0037] A estabilização pode ser executada em uma taxa de aquecimento de 1 a 200°C por minuto a partir, por exemplo, da temperatura ambiente até 250°C. Em uma forma de modalidade a taxa de aquecimento é de 1 a 70°C por minuto, a partir da temperatura ambiente até 220°C. Em outra forma de modalidade a taxa de aquecimento é de 4 a 70°C por minuto, a partir da temperatura ambiente até

220°C. Em mais outra forma de modalidade a taxa de aquecimento é de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100°C por minuto, ou qualquer intervalo entre estas, até uma temperatura de 220°C ou 250°C. O ponto de partida para a estabilização do aquecimento pode ser a temperatura ambiente, ou a temperatura de extrusão ou qualquer temperatura entre estas.

[0038] A fibra de lignina pode ser isotermicamente tratada na temperatura máxima de 1 a 60 minutos. Alternativamente, o tempo de tratamento na temperatura final pode ser de 10 a 30 minutos.

[0039] As fibras de lignina formadas foram observadas de serem sólidas e homogêneas sem fissuras e poros, como revelado pela análise com microscopia eletrônica (EM). Os diâmetros das fibras estavam na faixa de 20 a 115 µm.

[0040] Em uma forma de modalidade, a fibra de lignina é estabilizada e carbonizada em uma operação de uma só etapa. Portanto, a subsequente carbonização também pode prosseguir em atmosfera inerte, por exemplo, na presença de nitrogênio. A carbonização pode ser obtida através do aumento da temperatura para se obter um teor final de carbono de > 90%. A fibra de carbono produzida foi mostrada pela análise de microscopia eletrônica (ME) de ser sólida e homogênea, isto é, estrutural por definição.

[0041] A invenção será agora ainda descrita com referência aos Exemplos anexos. A pessoa versada na técnica percebe que várias alterações das formas de modalidade e exemplos podem ser feitas, sem se afastarem do espírito e escopo da invenção.

Exemplos

[0042] No que segue, a preparação das ligninas alcalinas utilizadas é descrita nos Exemplos de 1 a 3. As condições de extrusão por fusão para a obtenção de uma fibra de lignina contínua são descritas nos Exemplos de 4 a 6. As condições de estabilização para as fibras

de lignina são descritas nos Exemplos de 7 a 16. Os dois últimos exemplos descrevem condições de carbonização aplicáveis para se obter uma fibra de carbono estrutural.

Preparação da lignina Kraft de madeira macia fracionada e purificada

[0043] A substância líquida negra, obtida da polpação kraft de uma mistura de madeira de pinho e abeto, foi submetida à ultrafiltração utilizando a membrana de cerâmica (15 kDa) em uma temperatura de 120°C. O permeado coletado foi acidificado por dióxido de carbono gasoso a 70°C para o pH ~9. Após a filtração, o bolo de lignina foi colocado em suspensão em água e acidificado para o pH ~2 com ácido sulfúrico. A filtração da lignina seguida pela lavagem com água e secagem proporcionou a lignina Kraft de madeira macia purificada com as seguintes características: cinza 0,9%, carboidratos 0,4%, temperatura de transição vítrea (Tg) 140°C, temperatura de decomposição (Td) 280°C.

2. Preparação da lignina kraft de madeira macia

[0044] A lignina kraft de madeira macia foi isolada da substância líquida negra obtida através da polpação de uma mistura de madeira de pinho e abeto com substância líquida de polpação kraft. O procedimento de isolamento da lignina foi realizado seguindo as etapas descritas na EP 1794363. As seguintes características foram obtidas: cinza 0,9%, carboidratos 2%, temperatura de transição vítrea (Tg) 140°C, temperatura de decomposição (Td) 273°C.

3. Preparação de lignina Kraft de madeira rija fracionada e purificada

[0045] A substância líquida negra, obtida da polpação kraft de uma mistura de madeira de bétula e álamo, foi submetida à ultrafiltração utilizando a membrana de cerâmica (15 kDa) em uma temperatura de 120°C. O permeado coletado foi acidificado por dióxido de car-

bono gasoso a 60°C para o pH ~9. Após a filtração, o bolo de lignina foi colocado em suspensão em água e acidificado para o pH ~2 com ácido sulfúrico. A filtração da lignina seguida pela lavagem com água e secagem proporcionou a lignina kraft de madeira rija purificada com as seguintes características: cinza 0,9%, carboidratos 0,4%, temperatura de transição vítrea (Tg) 114°C, temperatura de decomposição (Td) 274°C.

4. Preparação da fibra de lignina a partir da lignina de madeira macia purificada a 200°C

[0046] A lignina kraft de madeira macia purificada a seco (7 gramas) foi preparada como descrito no Exemplo 1 e introduzida em uma extrusora de laboratório mantida a 200°C. A lignina foi homogeneizada nessa temperatura na extrusora mediante a rotação das duas hélices em uma velocidade de ~25 rpm durante pelo menos 10 minutos antes da extrusão da fibra de lignina através de uma matriz de 0,5 mm de diâmetro. A fibra de lignina contínua resultante foi coletada em uma bobina usando uma velocidade de enrolamento de 30 m/min.

5. Preparação da fibra de lignina de madeira macia contendo 5% de lignina de madeira rija purificada a 200°C

[0047] Um total de 7 gramas de lignina kraft seca do Exemplo 2 e Exemplo 3 foram misturados nas proporções de 95:5 (em peso) e introduzidos em uma extrusora de laboratório mantida a 200°C. As fibras de lignina foram produzidas como descrito no Exemplo 4.

6. Preparação da fibra de lignina de madeira macia contendo 10% de lignina de madeira rija purificada a 200°C

[0048] Um total de 7 gramas de lignina kraft seca do Exemplo 2 e Exemplo 3 foram misturados nas proporções de 9:1 (em peso) e introduzidos em uma extrusora de laboratório mantida a 200°C. As fibras de lignina foram produzidas como descrito no Exemplo 4.

7. Estabilização das fibras de lignina kraft de madeira macia purificada utilizando 4°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, isotermicamente tratadas durante 30 minutos.

[0049] As fibras de lignina kraft de madeira macia do Exemplo 4 foram colocadas em um tubo de vidro lacrado suprido com nitrogênio (> 99,999%) e termicamente estabilizadas em um forno de temperatura controlada que utiliza uma taxa de aquecimento de 4°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 30 minutos.

8. Estabilização da fibra de lignina kraft de madeira macia purificada única utilizando 10°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, isotermicamente tratada durante 60 minutos.

[0050] As fibras de lignina kraft de madeira macia do Exemplo 4 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de 10°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 30 minutos.

9. Estabilização da fibra de lignina kraft de madeira macia purificada única utilizando 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, isotermicamente tratada durante 10 minutos.

[0051] As fibras de lignina kraft de madeira macia do Exemplo 4 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 10 minutos.

10. Estabilização da fibra de lignina kraft de madeira macia purificada única utilizando 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 200°C, isotermicamente tratada durante 30 minutos.

[0052] As fibras de lignina kraft de madeira macia do Exemplo 4 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 200°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 30 minutos.

11. Estabilização da fibra de lignina kraft de madeira macia purificada única utilizando 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 200°C, isotermicamente tratada durante 20 minutos.

[0053] As fibras de lignina kraft de madeira macia do Exemplo 4 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 200°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 20 minutos.

12. Estabilização da fibra de lignina de madeira macia única contendo 5% de lignina de madeira rija purificada utilizando 10°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, onde foi isotermicamente tratada durante 60 minutos.

[0054] As fibras de lignina kraft do Exemplo 5 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de 10°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 60 minutos.

13. Estabilização da fibra de lignina de madeira macia única contendo 10% de lignina de madeira rija purificada utilizando 1°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, isotermicamente tratada durante 30 minutos.

[0055] As fibras de lignina kraft do Exemplo 6 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de 1°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 30 minutos.

14. Estabilização da fibra de lignina de madeira macia única contendo 10% de lignina de madeira rija purificada utilizando 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, onde isotermicamente tratada durante 10 minutos.

[0056] As fibras de lignina kraft do Exemplo 6 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de

70°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 10 minutos.

15. Estabilização da fibra de lignina de madeira macia única contendo 10% de lignina de madeira rija purificada utilizando 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 200°C, onde foi isotermicamente tratada durante 30 minutos.

[0057] As fibras de lignina kraft do Exemplo 6 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 200°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 30 minutos.

16. Estabilização da fibra de lignina de madeira macia única contendo 10% de lignina de madeira rija purificada utilizando 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 220°C, onde foi isotermicamente tratada durante 20 minutos.

[0058] As fibras de lignina kraft do Exemplo 6 foram estabilizadas de acordo com o Exemplo 7 utilizando uma taxa de aquecimento de 70°C/min a partir da temperatura ambiente até 220°C, onde foram isotermicamente tratadas durante 20 minutos.

17. Preparação de fibras de carbono através da carbonização subsequente à etapa de estabilização.

[0059] As fibras de lignina estabilizadas do Exemplo 7 a 16 foram carbonizadas na atmosfera de nitrogênio utilizando uma fornalha tubular com uma taxa de aquecimento de 20°C/min a partir da temperatura ambiente até 250°C seguido por uma taxa de aquecimento de 1°C/min até 600°C e subsequentemente 3°C/min até 1000°C. As fibras de carbono sólidas e homogêneas foram obtidas como revelado pela análise de EM. Além disso, as fibras não se fundem e mantiveram a sua forma.

18. Preparação de fibras de carbono quando a estabilização e a carbonização das fibras de lignina prosseguem como uma opera-

ção de uma só etapa.

[0060] As fibras de lignina kraft de madeira macia do Exemplo 4 foram colocadas em um suporte de amostras de cerâmica e colocadas em uma fornalha de tubo suprida com nitrogênio (> 99,999%). As fibras de lignina foram termicamente estabilizadas e carbonizadas em uma operação de uma única etapa, utilizando uma taxa de aquecimento de 10°C/min até 250°C e isotérmico durante 10 minutos seguido por uma taxa de aquecimento de 3°C/min até 1000°C. As fibras de carbono sólidas e homogêneas foram obtidas como revelado pela análise de EM. Além disso, as fibras não se fundem e mantiveram a sua forma.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para produção de uma fibra de lignina estabilizada, caracterizado pelo fato de que compreende as seguintes etapas:

(a) Fornecimento de lignina alcalina de madeira macia fracionada e/ou não fracionada;

(b) Purificação opcional da lignina alcalina de madeira macia;

(c) Adição opcional de lignina alcalina de madeira rija fracionada e/ou não fracionada à lignina alcalina de madeira macia;

(d) Fiação do material pelo qual uma fibra lignina é obtida;

(e) Estabilização da fibra de lignina sob condições inertes.

2. Método para produção de fibra de carbono estrutural, caracterizado pelo fato de que a fibra de lignina estabilizada, como definida na reivindicação 1, sofre carbonização.

3. Método, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a carbonização prossegue sob condições inertes.

4. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que em (a) o fracionamento é executado por ultrafiltração.

5. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a fiação em (d) é a extrusão por fusão, e é executada em uma faixa de temperatura de 110 a 250°C.

6. Método, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que as condições inertes são fornecidas pelo uso de qualquer um de nitrogênio, hélio, néon, argônio, criptônio, xenônio.

7. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que em (e) a estabilização é executada momentaneamente em uma temperatura no intervalo de 170 a 300°C.

8. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que em (e) a estabilização é executada em uma taxa de aquecimento de 1 a 200°C por minuto a partir da temperatura ambien-

te até 250°C.

9. Método, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que a estabilização é executada em uma taxa de aquecimento de 4 a 70°C por minuto a partir da temperatura ambiente até 220°C.

10. Método, de acordo com a reivindicação 8 ou 9, caracterizado pelo fato de que a fibra de lignina é isotermicamente tratada na temperatura máxima durante 1 a 60 minutos.

11. Método, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a estabilização da fibra de lignina sob condições inertes e a carbonização prosseguem como uma operação de uma única etapa.