



(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **176251**

(13) B

(51) Int Cl⁵ D 21 C 11/00, C 07 G 1/00

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	864399	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	04.11.86	(85) Videreføringsdag	
(24) Løpedag	04.11.86	(30) Prioritet	05.11.85, US, 795069
(41) Alm. tilgj.	06.05.87		
(44) Utlegningsdato	21.11.94		

(71) Patentsøker Alcell Technologies Inc,
1250 René-Levesque Boulevard West, Montreal, QC H3B 4W8, CA

(72) Oppfinner Jairo H. Lora, Norristown, PA, US
Raphael Katzen, Cincinnati, OH, US
Malcolm Cronlund, Chester Springs, PA, US
Chih Fae Wu, King of Prussia, PA, US

(74) Fullmektig Oslo Patentkontor AS, Oslo

(54) Benevnelse **Ligninprodukt, samt fremgangsmåte ved fremstilling derav og apparat derfor**

(56) Anførte publikasjoner FI 24032

(57) Sammendrag Lignin utfelles raskt og med høye utbytter fra en sortlut erholdt ved massefremstilling av ved ved høye temperaturer og trykk under anvendelse av et oppløsningsmiddel bestående av vandig lavere alifatisk alkohol. Ligninet utfelles ved å fortynne sortluten med vann og en syre til å gi en oppløsning med pH mindre enn 3, et alkoholinnehold mindre enn 30 volum% og en temperatur på mindre enn 70°C. Det utfelte lignin har etter en fortutgående tørking pulverform som krever liten eller ingen knusning for omdannelse av dette til et fint jevnt pulver uten en vesentlig ytterligere behandling.

Foreliggende oppfinnelse vedrører et ligninprodukt og en fremgangsmåte for fremstilling derav, som angitt i krav 2's ingress, samt et apparat for utførelse av fremgangsmåten, 5 som angitt i kravene 7-10.

Fremgangsmåte for behandling av tre med organiske oppløsningsmidler, så som alkoholer for å separere vedens lignin, hemicellulose, sukker og cellulosefraksjoner er velkjente. 10 Se eksempelvis U.S. patentene nr. 1.856.567 og 3.585.104. Slike oppløsningsmidlers massefremstillingsmetoder synes å være attraktive og alternative til de konvensjonelle kjemiske utløsningsprosesser, så som sulfat- og sulfittprosessen som er belemret med relativt høye utstyrsomkostninger og 15 forurensningsproblemer.

En oppløsningsmiddeloppslutningsprosess, vist i U.S. patent nr. 4.100.016 synes å være spesielt attraktiv ved at den tilveiebringer en høy effektiv gjenvinning av alkohol- 20 oppløsningsmidler, separasjon av cellulose og ligninfraksjoner i ved, samt gjenvinning av cellulosemassen uten noen betydelig luft eller vannforurensning eller faste avfallsprodukter. Den patenterte fremgangsmåte har tilveiebrakt løvtremasser med utbytter, styrkeegenskaper, Kappatall, 25 viskositeter, fiberstyrke og blekbarhetegenskaper som er like eller bedre enn sulfat- og sulfittløvtremasser.

Imidlertid er gjenvinning av lignin fra alkohol/vannekstraktet eller svartlut erholdt som bi-produkt ved oppløsningsmiddelutløsningsfremgangsmåten ifølge U.S. patent 30 nr. 4.100.016 relativt ineffektiv og vanskelig å kontrollere. I henhold til patentet har ligninet blitt gjenvunnet fra svartluten ved først å strippe (fortrinnsvis vakuumpstriping) alkoholen fra svartluten og deretter separere ligninet 35 som feller ut fra de strippede sluttfraksjoner (fortrinnsvis ved fortykning og deretter sentrifugering av utfelte faststoffer fra bunnfraksjonene). Imidlertid har en del av ligninet en tendens til å felle ut som en tykk tjære eller

gummi på den indre overflate av strippeanordningen og derved forurensning denne og nedsette dens effektivitet med hensyn til gjenvinning av alkohol fra svartlut. Lignin har også en tendens til å falle ut fra strippede bunnfraksjoner som en
5 klebelig amorf masse som er vanskelig å håndtere og som har krevet en vesentlig grad av knusing for å omdanne ligninmassen til pulver.

Som et resultat er mere effektive måter å fjerne ligninet
10 fra svartluten erholdt ved utløsningsprosessen beskrevet i US-patent nr. 4.100.016. En slik fremgangsmåte har innbefattet utfelling av lignin fra alkohol/vann-svartluten ved fortynning med vann. Se Rydholm, "Pulping Processes", side 672-673, Interscience Publishers, New York (1971). Imidlertid har denne fremgangsmåte resultert i meget langsomme utfellingshastigheter for ligninet og i visse tilfeller dannes en meget stabil kolloidial suspensjon av ligninet som har vært vanskelig å filtrere eller sentrifugere. Det er derfor et behov for en relativt enkel måte for å gjenvinne
15 lignin fra en alkohol/vann-svartlut i høye utbytter og hastigheter og i en lett håndterbar og nyttig form.
20

En hensikt med oppfinnelsen er derfor å tilfredstille det ovenfor nevnte behov, og dette oppnås i henhold til oppfinnelsen ved en fremgangsmåte som er særpreget ved det som er
25 angitt i krav 2's karakteriserende del, nemlig å fortynne den lignininnholdende oppløsning eller svartlut med vann og en syre til å gi en fortynnet vandig oppløsning med pH mindre enn 3, et innhold av organisk oppløsningsmiddel mindre enn 30 volum%, ved en temperatur under 75°C for å
30 utfelle lignin i det vesentlige fritt for tjærelignende ligninutfellinger, eller ved en temperatur på 75°C eller mer, for å utfelle mindre rent lignin. Ytterligere trekk fremgår av kravene 3-6.

35

I henhold til oppfinnelsen er det også tilveiebragt et ligninprodukt som er særpreget ved det som er angitt i krav 1's karakteriserende del.

I henhold til et ytterligere trekk ved oppfinnelsen er det tilveiebragt et apparat for utførelse av fremgangsmåten for utfelling av lignin fra en svartlut. Apparatet er særpreget ved det som er angitt i krav 7's karakteriserende del,

5 nemlig

- a) en fortynningsbeholder (20) hvori svartlut fortynnes med en vandig syre for å utfelle lignin fra den resulterende fortynnede svartlut i en etterfølgende felletank (12), til å
- 10 gi en ligninutarmet overflytende væske,
- b) en separator (13) som separerer det utfelte lignin fra den ligninutarmede overflytende væske,
- c) et gjenvinningstårn (14) som fjerner oppløsningsmid-
- 15 let fra den ligninutarmede overflytende væske til å gi en oppløsningsmiddel- og ligninutarmet overflytende væske, og
- d) en resirkuleringsanordning (27) som resirkulerer en del av den oppløsningsmiddel- og ligninutarmede væske til fortynningsbeholderen (20) for anvendelse som den vandige syre.

20

Ytterligere trekk fremgår av kravene 8-10.

Fig. 1 viser et flyteskjema for fremgangsmåten for fremstilling av cellulosemasse fra ved med behandling med et

25 vandig alkoholholdig oppløsningsmiddel og for gjenvinning av lignin fra alkohol/vann-svartluten som er et bi-produkt erholdt ved fremgangsmåten.

Fig. 2 viser et skjematisk snitt av et eksempel på et apparat for utfelling av lignin fra alkohol/vann-svartluten erholdt ved fremgangsmåten vist i fig. 1.

30

Fremgangsmåten vist i fig. 1 innbefatter først utløsning av en sats treflis som innføres fra en matetrakt 1 inni en ekstraktor 2. Ekstraktoren 2 drives i henhold til det nevnte US-patent nr. 4.100.016 ved en forhøyet temperatur (f.eks. 180-210°C) og forhøyet trykk (f.eks. 20-35 atm.) og med et oppløsningsmiddel bestående av 40-80 volum% en med vann

35

blandbar lavere alifatisk alkohol med 1-4 karbonatomer (f.eks. metanol, etanol, isopropanol eller tert-butanol), og 20-60 volum% vann og om nødvendig en liten mengde sterk vannoppløselig syre, så som en mineralsyre (f.eks. salt-
5 syre, svovelsyre, fosforsyre eller salpetersyre) eller en organisk syre så som oksalsyre.

Fortrinnsvis forvarmes treflisen i ekstraktoren 2 med lavtrykkdamp, og deretter bringes treflisen i ekstraktoren 2
10 i kontakt med to-ganger brukt 60% etanol/40% vannblanding som er primæroppløsningsmiddelet fra primæroppløsningsmiddel-akkumulatoren 3. Det primære oppløsningsmiddel resirkuleres raskt gjennom ekstraktoren 2 og gjennom en toppbelastnings- (f.eks. damp-oppvarmet) varmeveksler 4 for å heve
15 treflisens temperatur til 190-200°C i løp av noen få minutter, fortrinnsvis ikke mer enn 5 min. Etter at dette første utløpningstrinn er fullstendig blir det resulterende ekstrakt eller svartlut i ekstraktoren 2 fortrent inn i en gjenvinningsinnmatningsakkumulator 5 med en-gang brukt 60%
20 etanol/40% vannblanding som er et sekundært oppløsningsmiddel (fortrinnsvis oppvarmet til 190-200°C) fra en sekundær oppløsningsmiddelakkumulator 6. Ved slutten av denne fortrenning blir det sekundære middel i ekstraktoren 2 fortrent inn i den primære oppløsningsmiddelakkumulator 3
25 med fersk 60% etanol/40% vannblanding, hvilket oppløsningsmiddel fortrinnsvis er forvarmet til 190-200°C og tilføres fra en fersk oppløsningsmiddelakkumulator 7. Det ferske oppløsningsmiddel i ekstraktoren 2 ble deretter avtrukket ned i den sekundære oppløsningsmiddelakkumulatoren 6.
30 Straks ekstraktoren 2 er tømt blir den luftet og de alkoholrike damper fra ekstraktoren kondenseres i en vann-kjølt ("C.W.") kondensator 8, og den resulterende etanol/vannblanding fra kondensatoren 8 resirkuleres til akkumulatoren 7 for ferskt oppløsningsmiddel. Etter lufting av ekstraktoren 2 blir gjenværende alkohol i massen i ekstraktoren
35 deretter strippet med lavtrykkdamp og de resulterende alkohol/vandamper kondenseres og gjenvinnes som ovenfor angitt. Etter dampstripping blir massen i ekstraktoren 2

vasket med vann og overført gjennom en rørledning til lager-
tanken 9 og pumpet gjennom en massesikt 10. Massen kan
deretter passende underkastes konvensjonell massebehand-
ling, bleking- og papir-fremstillingsprosedyrer. Ekstrak-
toren 2 kan fylles med en annen sats med treflis fra trak-
ten 1, og treflisen kan deretter bringes i kontakt med de
5 primære, sekundære og ferske oppløsningsmidler fra akkumu-
latorene 3, 6 og 7, som ovenfor beskrevet.

10 Ligninet, hemicellulose, andre sakkarider og ekstraktiv-
stoffer (f.eks. harpikser, organiske syrer, fenoler og tan-
niner) fra veden og etanolen, som alle er tilstede i svart-
luten ved en temperatur på 180-210°C under et trykk på 20-35
atm. i gjenvinningstilførselsakkumulatoren 5 ble deretter
15 gjenvunnet ved først å blåse svartluten til blåsetanken 11
for gjenvinning av endel av etanolen. Blåsetanken 11 kan
være ved atmosfæretrykk for å lette driften eller ved
reduisert trykk for ytterligere å avkjøle svartluten og
fremme alkoholgjenvinningen. Denne reduksjonen i trykk i
20 blåsetanken 11 forårsaker en partiell fordampning av etanol
og etterlater en rest svartlut i blåsetanken med et etanol-
innhold på 30-45%, fortrinnsvis 35-40%. Restsvartluten av-
kjøles under dette trinn ved en temperatur på mindre enn
95°C, fortrinnsvis ned til 80-92°C men ikke under 70°C for å
25 unngå for tidlig utfelling av lignin i blåsetanken 11.
Etanol/vanndampen beholdt kondenseres og resirkuleres sammen
med eventuell oppfriskningsetanol, vann og/eller syre til
akkumulatoren 7 for ferskt oppløsningsmiddel for anvendel-
sesbehandling av de etterfølgende satser av treflis.

30

Ligninet separeres fra restsvartluten utført fra blåsetank-
en 11, ved hjelp av foreliggende oppfinnelse. Dette trinn
utføres ved å fortynne og fortrinnsvis avkjøle rest-
svartluten, når den forlater blåsetanken 11, med vann og
35 syre til å gi en fortynnet rest svartlut, med: a) et
alkoholinnhold mindre enn 30 volum%, fortrinnsvis 10-25
volum%, og særlig 12-21 volum%, mens et alkoholinnhold på 8
volum% er en praktisk minimumsverdi for den etterfølgende

økonomisk alkoholgjenvinning, b) en temperatur på under 75°C, fortrinnsvis mindre enn 60°C og særlig 35 til 55°C, og c) en pH under 3, fortrinnsvis under 2,5 og spesielt 1,5 - 2,5. Under dette trinn er særlig temperaturene ikke kritiske, selv om høyere temperaturer i den fortynnede svartlut generelt vil føre til økte utfellingshastigheter for lignin og vil gi et lignin med mørkere farge, samt kan nedsette utbyttene. 75°C er en maksimal temperatur for å unngå dannelse av tjærelignende ligninutfellinger og omgivelses-temperatur (f.eks. 20°C) er en praktisk minimumtemperatur selv om lavere temperaturer (f.eks. ned til 0°C) kan anvendes hvis lave setninghastigheter kan tolereres. Temperaturer under 65°C, særlig under 60°C tilveiebringer en betydelig mere lysfarget ligninutfelling. Heller ikke er pH verdien for den fortynnede svartlut særlig kritisk i dette trinn, men lavere pH øker utbytte av utfelt lignin fra den fortynnede rest svartlut og tillater anvendelse av høyere temperaturer i den fortynnede restsvartlut. Imidlertid vil en senking av pH under 1 gi liten eller ingen ytterligere forbedrelse i utbytte og av denne grunn er en pH på 1 den praktiske nedre grense, selv om lavere pH-verdier kan anvendes. Ved en pH på under 3 vil ligninet utfelle fra den fortynnede svartlut og gi høyt utbytte og med høy hastighet i form av fint faststoff. Disse lignin faststoffer kan separeres fra den gjenværende overflytende del av gjenværende svartlut på konvensjonell måte. Fortrinnsvis får ligninfaststoffene separere ved å la faststoffene felle ut som en pasta med 6-12 vekt% faststoffer i en konvensjonell klargjører eller felletank 12, og deretter konsentrere denne pasta av ligninfaststoffer i en konvensjonell sentrifugalseparator 13 til å gi en våt kake med 30-40% faststoffer, og deretter tørke den fuktige kake til å gi et jevnt fint, fritt flytende pulver.

35 Ved fortynning av restsvartluten fra blåsetanken 11 med vann og syre for å utfelle ligninet kan en hvilken som helst konvensjonell vannopløselig syre anvendes, hvis den kan gi den fortynnede rest svartlut en pH på mindre enn 3,0,

fortrinnsvis mindre enn 2,5. For eksempel kan det anvendes en sterk mineralsyre, så som saltsyre, salpetersyre, svovelsyre eller fosforsyre, eller en sterk organisk syre så som oksansyre. Fortrinnsvis blir vannet og syren blandet sammen før de anvendes for å fortynne restsvartluten. I så henseende er en spesielt foretrukket blanding av syre og vann den overflytende del av restsvartluten som ble beholdt fra en tidligere sats treflis og som er resirkulert og anvendt for å fortynne restsvartluten fra blåsetanken 11, etter: a) den overflytende del er separert fra ligninfaststoffet fra den foregående sats av treflis i fellingstanken 12 og sentrifugalseparatoren 13, og b) alkoholinnholdet av den overflytende del er fjernet i et konvensjonelt oppløsningsmiddelgjenvinningstårn 14 forsynt med en konvensjonell oppløsningsmiddelkondensator 15 som ovenfor beskrevet. Denne resirkulerte overflytende del av restsvartluten eller strippede bunnfraksjoner vil, når de anvendes for fortynning av restsvartluten fra blåsetanken 11, tilveiebringe høyere utbytte og raskere utfelling av ligninfaststoffet i felletanken 12 og sentrifugalseparatoren 13.

Ved utfelling av lignin fra restsvartluten fra blåsetanken 11 er fortynningsmetoden for restsvartluten med vann og syre heller ikke kritisk så lenge det skjer en rask og intim blanding av restsvartluten med syre og vann. Eksempelvis kan restsvartluten passende fortynnes ved å tilsette den til syre og vann i en konvensjonell statisk dispersjonsblander. Restsvartluten kan også fortynnes ved å tilsette den som en finfordelt strøm til en strøm omfattende en oppløsning av vann og syre, eksempelvis ved hjelp av en venturi-type anordning, generelt 20, slik som vist skjematisk i fig. 2. Restsvartluten fra blåsetanken 11 i fig. 1 kan pumpes gjennom et lite munnstykke 21 plassert ca. sentralt i røret 22 i venturi-typeanordningen 20 i fig. 2, og syre- og vannopløsningen kan strømme i rørledningen 22 mot felletanken 12 i fig. 1. Når den gjenværende svartlut injeseres gjennom munnstykket 21 i syre/vannopløsningen i rør

22 vil restsvartluten raskt fortynnes og avkjøles av syre/
vannblandinger i røret 22. Ligninet vil raskt utfelles som
fint faststoff fra den fortynnede restsvartluten i røret 22,
og faststoffene kan lett oppsamles og konsentreres i felle-
5 tanken 22 og sentrifugalseparatoren 13.

Ved utfelling av lignin i henhold til den ovenfor beskrevne
utførelsesform av foreliggende fremgangsmåte vil utbytte og
fellingshastighetene for lignin generelt være en funksjon
10 av: a) treslag, b) prosessbetingelsene anvendt i ekstrak-
toren 2, c) temperaturen, pH og faststoffinnholdet av (i)
den gjenværende svartlut av blåsetanken 11 og (ii) syre/-
vannblandingen anvendt for å fortynne restsvartluten, og
d) forholdet mellom restsvartlut og syre/vannblandinger an-
15 vendt for fortynning av denne. Eksempelvis blir lignin fra
nåletre, så som gran, fortrinnsvis utfelt ved en temperatur
etter fortynning på 40-60°C under anvendelse av en syre/-
vannoppløsning med pH på 1,5 - 2,5 i et forhold mellom rest-
svartlut til syre/vannoppløsning på 0,5 - 1 for løvtre, så
20 som asp, er det foretrukket å anvende en syre/vannoppløs-
ning med en pH på 1,2 - 2,2 og en temperatur etter fortyn-
ning på mindre enn 50°C. I så henseende er det foretrukket å
anvende et forhold mellom restsvartlut til syre/vannoppløs-
ning på:

25 a) 0,2 til 0,8 hvis temperaturen etter fortynning er over
40°C, og b) 0,6 - 1 hvis temperaturen etter fortynning er
mindre enn 40°C (f.eks. ned til omgivelsestemperaturen).
For løvtrær så som "sweetgum", lønn og eik er det foretruk-
30 ket å anvende en temperatur etter fortynning på 40-60°C og
med en syre/vannoppløsning med en pH på mer enn 1,5-2,5 og
et forhold mellom restsvartlut og syre/vannoppløsningen på
0,35 til 0,7.

35 Som vist i fig. 1 gjenvinnes fortrinnsvis etanolinnholdet
av den klarede overflytende del av restsvartluten fra
felletanken 12 og sentrifugalseparatoren 13, fortrinnsvis i
oppløsningsmiddelgjenvinningstårnet 14 og oppløsningmiddel

kondensatoren 15. Etanolinnholdet av den overflytende del kan strippest (f.eks. ned til 200 ppm) på konvensjonell måte i oppløsningsmiddelgjenvinningstårnet 14 via atmosfæretrykk. Fortrinnsvis oppvarmes tårnet 14 ved oppvarming og resirkulering av en del av bunnfraksjonstrømmen fra tårnet 14 til en varmeveksler 24 under anvendelse av lavtrykksdampen som ble anvendt for å strippe gjenværende etanol fra massen i ekstraktoren 2. Etanol/vanndampene fra tårnet 14 kondenseres på konvensjonell måte i en vannkjølt kondensator 15 (eller ved varmeveksling med strippeinnmatning) og resirkuleres deretter til akkumulatoren 7 for ferskt oppløsningsmiddel sammen med etanol/vannblandingen som kondenseres fra lavtrykksdampen i varmeveksleren 24. Etanolinnholdet av den overflytende del fra felletanken 12 og sentrifugalseparatoren 13 kan passende gjenvinnes med høyt utbytte på enkel måte, uten ligninutfelling i oppløsningsmiddelgjenvinningstårnet 14 slik at det ikke danner seg tjæreaktigel eller gummiaktigel avsetninger på den indre overflate av tårnet.

En del av bunnfraksjonene fjernet fra oppløsningsmiddelgjenvinningstårnet 14 konsentreres fortrinnsvis på en konvensjonell måte, eksempelvis i en flertrinnsinndamper 26. I dette trinn er avsetninger eller tilsmussing av inndampningsutstyret ikke noe vesentlig problem fordi det ikke finnes noen vesentlige mengder høymolekulært lignin i bunnfraksjonene fra oppløsningsmiddelgjenvinningstårnet 14. Den resulterende sirup inneholdende hemicelluloser sammen med små mengder av andre sakkarider, ekstraksjonsstoffer og lignin med meget lav molekylvekt (f.eks. lignin med molekylvekt på mindre enn 400 g/mol) kan brennes for å gjenvinnes brennverdi, anvendes som dyrefor eller omdannes til andre kjemiske produkter.

En andre del av bunnfraksjonen som fjernes fra tårnet 14 anvendes fortrinnsvis som syre/vannopløsning for fortykning av restsvartluten fra blåsetanken 11 for å utfelle lignin derfra. I så henseende blir den andre del av bunn-

fraksjonen fra tårnet 14 fortrinnsvis avkjølt til en temperatur på under 50°C, fortrinnsvis til 25-40°C (ca. 0°C er en praktisk nedre temperatur) og oppløsningens pH justeres, om nødvendig, til 1,0 - 3,0 ved tilsetning av en sterk vannoppløselig syre. Deretter blir den avkjølte og surgjorte andre del av bunnfraksjonen (tidligere kalt "resirkulert restsvartlut-supernatant") intimt og raskt blandet (f.eks. i en anordning av venturi-type 20 ifølge fig. 2) med restsvartlut for å fortynne og avkjøle denne og utfelle ligninet.

Det meget rene lignin, som utfelles som fin-faststoff fra den fortynnede svartlut i felletanken 12, kan deretter fjernes fra sentrifugalseparatoren 13, vann-vaskes og tørkes på konvensjonell måte (f.eks. ved spin flash tørking) til å gi et fint (f.eks. -0,3 mm maskeåpning) jevnt frittstrømmende vannuoppløselig pulver. Dette lignin kan karakteriseres ved at det har: en relativt lav tallmidlere molekylvekt på 800 - 1500 g/mol, fortrinnsvis 900 - 1300 g/mol, en snever molekylvektsfordeling, dvs. en polydispersitet på mindre enn 4, fortrinnsvis ikke mer enn 3, særlig bare 1,5 til 2,7 og et metoksylinnhold tilnærmet likt metoksylinnholdet for naturlig lignin (dvs. 20% for løvved og 14% for nåletre). Dette lignin har også en glassovergangstemperatur som fortrinnsvis er 100-170°C, særlig 130-150°C. Disse karakteristika viser blandt annet renheten og en lav grad av kjemisk modifikasjon av ligninet erholdt i henhold til oppfinnelsen. Dette lignin kan eksempelvis anvendes som et fordrøyningsmiddel i fenolformaldehydharpikser ved fremstilling av sponplater og finere. Ligninet kan også anvendes ved fremstilling av støpeblandinger, uretan- og epoksyharpikser, antioksydanter, middel for kontrollert frigjøring samt strømningskontrollerende midler.

Fremgangsmåte-, produkt- og apparattrekkene ved foreliggende oppfinnelse og mange av de tilhørende fordeler vil forstås fra den foregående beskrivelse.

Eksempelvis kan foreliggende fremgangsmåte alternativt utføres ved separat å tilsette en syre og vann til en oppløsning av lignin oppløst i et med vann blandbart organisk oppløsningsmiddel til å gi en fortynnet oppløsning med pH
5 under 3,0, et innhold av organisk oppløsningsmiddel på under 30 volum% og en temperatur på under 75°C, fra hvilken fortynnete oppløsning ligninet vil utføres i form av et finfordelt faststoff. I så henseende kan syren tilsettes separat til restsvartluten fra blåsetanken 11 i fig. 1 ved
10 å tilsette syren til det primære oppløsningsmiddel fra akkumulatoren 3 for primært oppløsningsmiddel før dette anvendes i ekstraktoren 2 for å oppslutte treflisen for å gi svartluten (som etter fjerning av etanol i blåsetanken 11 blir restsvartluten). Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen
15 kan utføres med et med vann blandbart organisk oppløsningsmiddel annet enn en lavere alifatisk alkohol (fortrinnsvis etanol), også som aceton, glykol eller glycerol, eller med blandinger av slike oppløsningsmidler. Ytterligere kan foreliggende fremgangsmåte utføres med et lignin ekstrahert
20 fra andre fiberholdige plantematerialer, så som bambus, bagasse og halm og ikke bare ved.

P a t e n t k r a v

1. Ligninprodukt, k a r a k t e r i s e r t v e d
5 at det har en tallmidlere molekylvekt i området 800-1500
g/mol, fortrinnsvis 900-1300 g/mol og en polydispersitet
mindre enn 4, fortrinnsvis ikke overstigende 3, og mer
foretrukket i området 1,5-2,7 og med et metoksyinnhold
tilnærmet likt det for naturlig lignin, og med en glass-
10 overgangstemperatur i området 100-170°C, fortrinnsvis i
området 130-150°C, og at det er fremstilt ved å fortynne en
lignininneholdende oppløsning eller svartlut med vann og en
syre til å gi en fortynnet vandig oppløsning med pH mindre enn
3, og et innhold av organisk oppløsningsmiddel mindre enn
15 30 volum%, ved en temperatur under 75°C for å utfelle lignin
i det vesentlige fritt for tjærelignende ligninutfellinger,
eller ved en temperatur på 75°C eller mer for å utfelle
mindre rent lignin.
- 20 2. Fremgangsmåte ved fremstilling av ligninproduktet
ifølge krav 1, fra en oppløsning av lignin i et med vann
blandbart organisk oppløsningsmiddel, spesielt en svartlut,
erholdt ved oppslutning av ved eller annet fiberholdig
plantemateriale med et organisk oppløsningsmiddel ved en
25 forhøyet temperatur og forhøyet trykk, ved fremstilling av
cellulosemasse,
k a r a k t e r i s e r t v e d å fortynne den lignin-
inneholdende oppløsning eller svartlut med vann og en syre
til å gi en fortynnet vandig oppløsning med pH mindre enn 3, og
30 et innhold av organisk oppløsningsmiddel mindre enn 30
volum-%, ved en temperatur under 75°C for å utfelle lignin i
det vesentlige fritt for tjærelignende ligninutfellinger,
eller ved en temperatur på 75°C eller mer, for å utfelle
mindre rent lignin.
- 35 3. Fremgangsmåte ifølge krav 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at svartluten som inne-
holder en lavere alifatisk alkohol med 1-4 karbonatomer for-

tynnes og surgjøres til en pH under 2,5 ved en temperatur under 60°C, fortrinnsvis ved 35-55°C.

4. Fremgangsmåte ifølge krav 3,
5 k a r a k t e r i s e r t v e d at svartluten fortynnes til en alkoholkonsentrasjon på 10-25 volum-%, fortrinnsvis 12-21 volum-%, ved en temperatur under 65°C, fortrinnsvis under 60°C og til en pH i området 1,5-2,5.
- 10 5. Fremgangsmåte ifølge hvilket som helst av de foregående krav 2-4, k a r a k t e r i s e r t v e d . at en del av den fortynnede og surgjorte svartlut, etter utfelling av lignin, resirkuleres og delvis anvendes for fortynning og surgjøring av fersk lut.
- 15 6. Fremgangsmåte ifølge hvilket som helst av kravene 2-5, k a r a k t e r i s e r t v e d at fortynningen utføres ved omhyggelig og rask blanding av vann og syre med den lignininneholdende oppløsning, idet vannet utgjør et
20 tillegg til det vann som er tilstede i den lignininneholdende oppløsning før fortynningen.
7. Apparat for utførelse av fremgangsmåten ifølge kravene 2-6, k a r a k t e r i s e r t v e d
- 25 a) en fortynningsbeholder (20) hvori svartlut fortynnes med en vandig syre for å utfelle lignin fra den resulterende fortynnede svartlut i en etterfølgende felletank (12), til å gi en ligninutarmet overflytende væske,
- 30 b) en separator (13) som separerer det utfelte lignin fra den ligninutarmede overflytende væske,
- c) et gjenvinningstårn (14) som fjerner oppløsningsmidlet fra den ligninutarmede overflytende væske til å gi en oppløsningsmiddel- og ligninutarmet overflytende væske, og
- 35 d) en resirkuleringsanordning (27) som resirkulerer en del

av den oppløsningsmiddel- og ligninutarmede væske til fortynningsbeholderen (20) for anvendelse som den vandige syre.

8. Apparat ifølge krav 7,

5 k a r a k t e r i s e r t v e d at fortynningsbeholderen (20) er forbundet med en ekstraksjonsanordning (11) som fjerner en del av oppløsningsmidlet fra svartlutet før denne fortynnes.

10 9. Apparat ifølge krav 7 eller 8,

k a r a k t e r i s e r t v e d at resirkuleringsanordningen (27) er forbundet med et innløp (22) som muliggjør at en sterk, vannoppløselig syre kan tilsettes til den oppløsningsmiddel- og ligninutarmede væske før resirkulering til
15 fortynningsbeholderen.

10. Apparat ifølge hvilket som helst av kravene 7-9,

k a r a k t e r i s e r t v e d at fortynningsbeholderen (20) innbefatter en blandeanordning (21, 22) for intim og
20 rask blanding av svartlut med den vandige syre.

TREFLIS

1/1

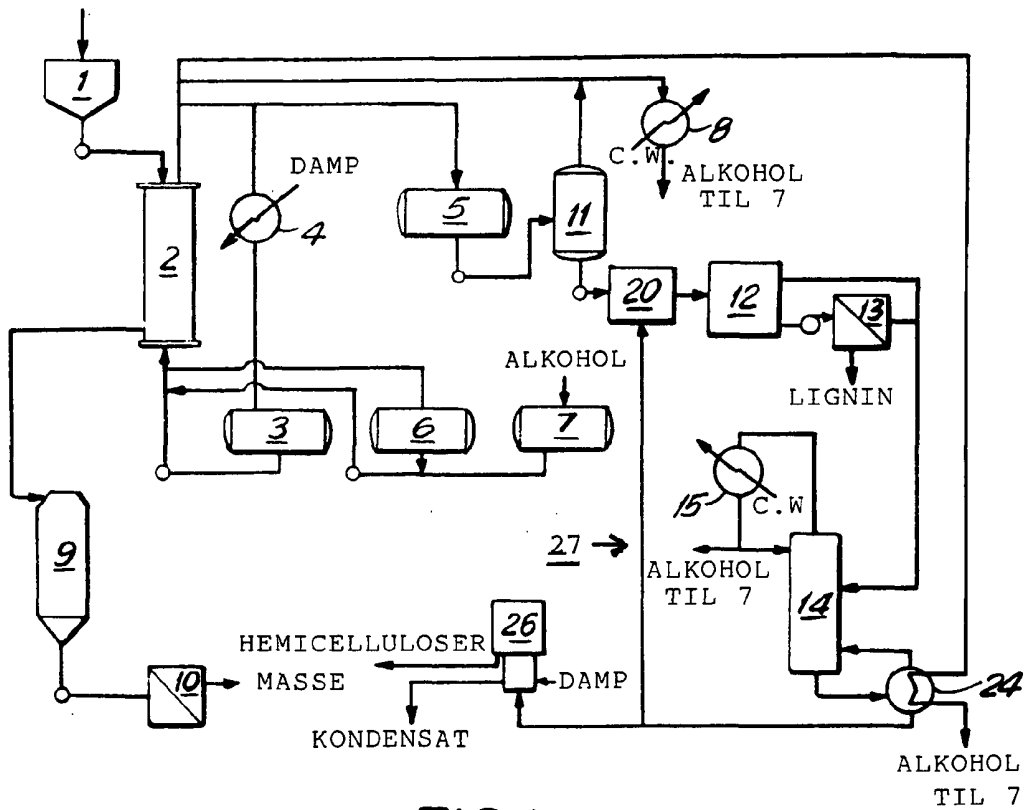
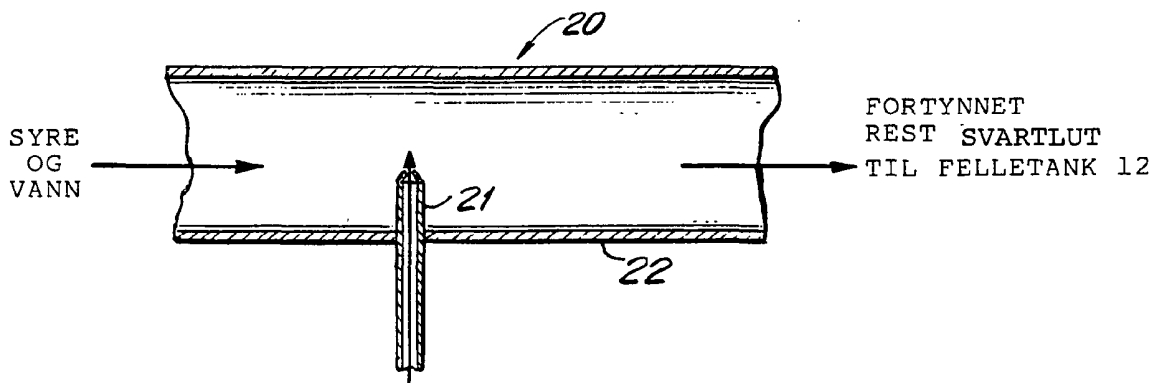


FIG. 1



REST SVARTLUT
FRA BLÅSETANK 11

FIG. 2