(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 940 120**

(51) Int. CI.:

C01B 32/30 (2007.01)
C08K 3/04 (2014.01)
C09C 1/48 (2008.01)
C08H 7/00 (2008.01)
C01B 32/05 (2007.01)
C08H 8/00 (2010.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.12.2015 PCT/IB2015/059531**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **16.06.2016 WO16092511**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.12.2015 E 15868340 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.02.2023 EP 3230204**

(54) Título: **Un nuevo método para carbonizar material lignocelulósico en forma de polvo**

(30) Prioridad:

11.12.2014 US 201462090538 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.05.2023

(73) Titular/es:

STORA ENSO OYJ (100.0%)
P.O. Box 309
00101 Helsinki, FI

(72) Inventor/es:

WALTER, STEPHAN y
GAROFF, NIKLAS

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Un nuevo método para carbonizar material lignocelulósico en forma de polvo

Campo de la invención

La presente invención proporciona un nuevo método rentable para carbonizar material lignocelulósico hasta polvo de carbono. Se ha descubierto que, sorprendentemente, la eficiencia de la carbonización mejoró cuando la carbonización se llevó a cabo sobre sustratos en polvo de tal manera que los sustratos mantuvieron su estado en polvo durante el proceso. La divulgación describe los materiales y el método de fabricación de los polvos de carbono. Las áreas de aplicación de los polvos de carbono carbonizado incluyen carbones activados, por ejemplo, tratamiento de agua, recuperación de solventes en estado gaseoso para la purificación del aire o como sustituto del negro de humo para refuerzo de caucho, como pigmento o como sustituto del negro de humo conductor para hacer que los polímeros sean eléctricamente disipadores/conductores.

Antecedentes

Las dos mayores áreas de aplicación de los polvos de carbono son el refuerzo de caucho con negros de humo y la filtración con carbono activado. Los negros de humo especializados se utilizan como pigmentos o aditivos para hacer que los polímeros sean eléctricamente disipadores/conductores.

Las materias primas para estos polvos de carbono son ricas en carbono y principalmente de origen fósil. Los negros de humo se producen íntegramente a partir de fracciones pesadas de petróleo fósil. El método de producción más común es el llamado proceso de negro de horno en el que el aceite se dispersa en finas gotas y se rocía en un horno donde se piroliza a temperaturas de aproximadamente 1000 °C. Los carbones activados se producen principalmente a partir de materias primas fósiles sólidas no pulverulentas, tales como el lignito o la hulla. También se utilizan en cierta medida materias primas lignocelulósicas tales como turba, madera y cáscaras de coco. La producción de carbono activado consta de dos etapas: carbonización a temperaturas de hasta 1000 °C para la eliminación de elementos que no son de carbono y una segunda etapa de activación para generar un área de superficie alta.

Anualmente se producen unas 105 gigatoneladas de biomasa lignocelulósica correspondientes a unas 42 gigatoneladas de carbono. La biomasa lignocelulósica podría convertirse en una materia prima abundante para productos de polvo de carbono. La carbonización de sustratos es más eficiente si el sustrato está presente como partículas finas con una gran área superficial en la atmósfera caliente. El negro de humo se produce por pirólisis de finas gotas de aceite de origen fósil. La principal desventaja de las técnicas actuales, que se aborda en esta invención, es que actualmente no existe ningún método para la carbonización eficaz de la materia prima lignocelulósica en forma de polvo.

En el artículo "A Study on Synthesis and Characterization of Biobased Carbon Nanoparticles from Lignin", Prasad Gonugunta et al, World Journal of Nano Science and Engineering, 2012, 2, 148-153, se divulga un método para producir nanopartículas de carbono a partir de lignina. También en el documento US20120269715 se divulga un método para fabricar partículas de carbono a partir de lignina.

El documento WO 2011/013161 describe un método de descomposición térmica para producir negro de humo de biomasa a partir de una biomasa, en el que la materia prima cae libremente desde un alimentador a través de una parte de descarga de polvo y se dispersa en nitrógeno en una cámara de dispersión para que no se agregue o aglomere. La cámara de dispersión se encuentra en la parte superior de una torre de descomposición térmica. El polvo se dispersa en la cámara de dispersión para caer libremente en la torre de descomposición térmica.

El documento CN102502625 describe un método para producir carbono activado en un modo de una sola etapa utilizando un horno de activación rotatorio.

El documento WO2015/109206 describe sistemas de biorrefinación para coproducir carbono activado junto con productos primarios. Una planta huésped convierte una materia prima que comprende biomasa en productos primarios y coproductos que contienen carbono. Un sistema de reactor modular piroliza y activa los coproductos para generar carbono activado y gas residual de pirólisis, generando dióxido de carbono, agua y energía.

Sin embargo, no existe ningún proceso disponible para fabricar partículas o aglomerados carbonizados mediante el uso de un material lignocelulósico en forma de polvo mediante el cual esto se puede realizar a un ritmo rápido.

Por lo tanto, existe la necesidad de un método para fabricar material lignocelulósico carbonizado como partículas o aglomerados que sea eficiente.

Resumen de la invención

La presente invención resuelve uno o más de los problemas anteriores al proporcionar de conformidad con un primer aspecto un método para fabricar partículas o aglomerados carbonizados, en el que dicho método es continuo o semicontinuo, y en el que dichas partículas o aglomerados carbonizados están preferiblemente en la forma de un polvo de carbono, más preferiblemente también eléctricamente conductor, que comprende las siguientes etapas:

a) proporcionar una materia prima seca en forma de polvo que emana de un material lignocelulósico, preferiblemente lignina, y suspender y/o diluir dicha materia prima en un medio fluido, en el que el medio fluido es un gas inerte o una mezcla de gases inertes, y
b) carbonización de la materia prima en dicho medio fluido, en el que la carbonización comprende transportar la materia prima en el medio fluido hacia y a través de una cámara caliente, preferiblemente un sistema de horno, y tratar térmicamente de forma continua la materia prima en el medio fluido, a un intervalo de temperatura de 900 a 1800 °C, más preferiblemente de 1000 a 1400 °C, durante un período de tiempo de un milisegundo hasta un cuarto de hora proporcionando así una o más partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente en forma de polvo de carbono, opcionalmente también implicando
c) un post-tratamiento.

La presente divulgación también describe partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente polvo de carbono carbonizado, obtenible mediante el método de conformidad con el primer aspecto.

La presente divulgación también describe el uso de dicho producto, es decir, partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente polvo de carbono carbonizado, como material de liberación controlada, en material antidesgaste, como carbono activado, en tratamiento de agua, en recuperación de solventes, en estados gaseosos, en la purificación del aire, como refuerzo, tal como refuerzo en caucho para uso en neumáticos, como tóner, como potenciador de reología, como pigmento, tal como en una composición de inyección de tinta, como filtro de color, como estabilizador UV, como material conductor, como material de electrodo para baterías, como aditivo en composiciones poliméricas eléctricamente conductoras para su uso en aplicaciones tales como carcasas para ordenadores y teléfonos móviles, aparatos electromotrices, alambres, cables, tuberías y aparatos aeronáuticos, como agente de prevención electrostática, como relleno en composiciones poliméricas (que pueden comprender poliolefinas), en supercondensadores, en sensores, en tintas conductoras y como fluido viscoso. Dichas partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente polvo de carbono carbonizado, pueden servir como sustituto del negro de humo cuando dicho negro de humo es una elección normal. Por lo tanto, puede servir como un sustituto del negro de humo que luego, por ejemplo, puede estar en el refuerzo de caucho (tal como en los neumáticos). También puede servir como un sustituto del negro de humo conductor para hacer que los polímeros y las composiciones de polímeros sean eléctricamente disipadores/conductores.

Por lo tanto, en un aspecto, la presente invención proporciona un proceso continuo o semicontinuo (cuasi continuo) que permite que tenga lugar una carbonización esencialmente completa de biomasa en partículas suspendidas en gas en un lapso de tiempo dramáticamente reducido que cualquier otra técnica anterior describe. Con proceso continuo se pretende significar un proceso ininterrumpido en el tiempo, es decir, progresa sin cesar. El proceso semicontinuo puede interrumpirse, por ejemplo, recolección del producto como se establece a continuación.

En otro aspecto más, la presente invención proporciona un método para la carbonización de biomasas en polvo en un flujo continuo.

En otro aspecto, la presente invención proporciona un producto resultante que surge de la aplicación del presente método de conformidad con el primer aspecto en una lignina kraft de madera blanda. El producto resultante del método proporcionado de conformidad con el primer aspecto de la invención consta de 80 % en peso o más de carbono elemental en una geometría de partículas.

Descripción detallada de la invención

A lo largo de la presente descripción se pretende que la expresión "lignina" abarque cualquier lignina que pueda usarse para fabricar partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente polvo de carbono carbonizado. Ejemplos de dicha lignina son, pero no se limitan a, lignina de madera blanda, lignina de madera dura, lignina de plantas anuales o ligninas obtenidas a través de diferentes métodos de formación de pasta tales como formación de pasta con disolventes orgánicos o formación de pasta kraft. La lignina puede, por ejemplo, aislarse utilizando el proceso divulgado en el documento EP 1794363. El término "lignina" también abarca lignina nativa en biomasa y derivados de lignina.

Los ejemplos de materias primas incluyen, pero no se limitan a, fibras de madera, fibras de pasta, desechos de fibra de procesos de formación de pasta, aserrín, residuos lignocelulósicos de cultivos agrícolas (tales como bagazo, remolacha azucarera, rastrojos de maíz), plantas anuales y por supuesto la lignina como tal.

La materia prima, es decir, forraje seco, es un material lignocelulósico seco en estado pulverulento preferiblemente con tamaños de partícula que oscilan por debajo de 1 mm, preferiblemente por debajo de 0.1 mm, más preferiblemente por debajo de 10 µm. La distribución de tamaños puede depender del tipo de materia prima y del pretratamiento.

El horno puede estar dispuesto de tal manera que permita que la materia prima en el medio fluido se mueva verticalmente (tanto hacia arriba como hacia abajo) u horizontalmente (de derecha a izquierda o al revés). Durante el tratamiento térmico puede haber una o más etapas de temperatura y, por lo tanto, varias zonas.

De acuerdo con otra realización preferida del primer aspecto de la invención, la mezcla de gas inerte consta de nitrógeno y dióxido de carbono. La relación puede ser 50/50. También se pueden usar en este contexto otros gases inertes que no reaccionan a temperaturas por debajo de 100 °C. También puede haber un tercer gas para transportar la mezcla de gas diluido en fase sólida a la cámara de procesamiento. Este puede ser cualquier gas como se indicó anteriormente u otro gas que sea inerte o que participe en la reacción. La alimentación de la mezcla de gas y fase sólida a la cámara de procesamiento puede ser en una corriente laminar o una corriente turbulenta. La carga de partículas de gas puede variar. La mezcla de las partículas con el gas puede realizarse inicialmente en estado frío por debajo de 200 °C (preferiblemente por debajo de 100 °C). La recolección de producto en la corriente de gas caliente puede requerir enfriamiento. Por lo tanto, en relación con la recolección (la separación) del producto después del tratamiento térmico en la etapa b), se puede usar gas refrigerante o una mezcla de gases.

De acuerdo con otra realización preferida del primer aspecto de la invención, la materia prima de la etapa a) tiene más del 90 % de sólidos secos.

De acuerdo con otra realización preferida del primer aspecto de la invención, la materia prima en la etapa a) ha sido pretratada, tal como homogeneizada, molida, triturada y/o impregnada con un medio fluido.

De acuerdo con otra realización preferida del primer aspecto de la invención, la materia prima de la etapa a) se ha molido hasta un tamaño de partícula definido, lo que implica opcionalmente también el tratamiento con agentes coadyuvantes, tales como la impregnación con un líquido, tal como un disolvente, sal, agua o una mezcla de los mismos. El pretratamiento de la materia prima, es decir, el forraje seco, puede implicar, como se ha dicho: trituración, molienda, mezcla y/u homogeneización, y además también puede implicar la adición de agua, ácido, agente cáustico, líquidos iónicos y/o sales.

De acuerdo con una realización preferida adicional del primer aspecto de la invención, las partículas o aglomerados carbonizados resultantes de la etapa b) se separan, en la que dicha separación puede implicar la extracción y/o recolección, del medio fluido antes del tratamiento posterior opcional.

De acuerdo con otra realización preferida del primer aspecto de la invención, el tratamiento posterior de la etapa c) incluye la molienda, la impregnación y/o el recubrimiento de dichas partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente en forma de polvo de carbono, para definir tamaño de partícula, propiedades superficiales, polarización superficial y/o afinidad por ciertas sustancias.

De acuerdo con otra realización preferida del primer aspecto de la invención, las partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente polvo de carbono carbonizado, tienen un área superficial BET de más de 100 m^2/g, preferiblemente de 130 a 1000 m^2/g.

De acuerdo con otra realización preferida del primer aspecto de la invención, las partículas carbonizadas o los aglomerados carbonizados en dicho polvo de carbono carbonizado exhiben dimensiones de 1 nm a 1 mm, preferiblemente de 10 nm a 500 µm, lo más preferido de 10 nm a 250 µm. Dichas partículas carbonizadas o aglomerados carbonizados en dicho polvo de carbono carbonizado también pueden presentar dimensiones con un tamaño promedio de partícula que oscila entre 0.01 µm a 1 mm, tal como entre 0.01 µm a 100 µm.

El producto obtenido, es decir, el polvo carbonizado, puede tener un contenido de carbono de al menos el 85 %.

El producto obtenido, es decir, el polvo carbonizado, puede tener también un contenido de carbono de al menos el 85 % y un tamaño promedio de partícula que oscila entre 0.01 µm a 1 mm, preferiblemente entre 0.01 µm a 100 µm.

Las partículas o aglomerados carbonizados pueden, como se mencionó, consistir en partículas primarias que están preferiblemente aglomeradas y forman un polvo

El proceso de carbonización de conformidad con el primer aspecto también se puede describir como sigue y puede comprender las siguientes etapas:

- Etapa 1 (opcional): Secado de materia prima a > 90% de sólidos secos
- Etapa 2 (opcional): Molienda de la materia prima hasta obtener un polvo de tamaño de partícula definido; tratamiento con agentes coadyuvantes tales como impregnación con un disolvente, agua u otro fluido

o Etapa 3: Carbonización en polvo en atmósfera inerte a 900-1800 °C, tal como a 700-1500 °C (como se describe en detalle)
o Etapa 4 (opcional): Tratamiento posterior, tal como molienda, impregnación, recubrimiento de polvo de carbono crudo para definir tamaño de partícula, propiedades superficiales, polarización superficial, afinidad por ciertas sustancias.

Descripción de la etapa 3 (etapa de carbonización):
El método descrito para carbonizar térmicamente una materia prima en polvo consta de tres etapas secundarias de proceso. La primera etapa secundaria 3.1 es alimentar la materia prima en polvo, en el que el polvo se alimenta al sistema del horno y se suspende en un medio fluido, preferiblemente un gas inerte. Puede emplearse cualquier técnica de alimentación convencional conocida en la tecnología de rociado térmico, es decir, dispositivos basados en la gravedad, dispositivos de rueda giratoria o sistemas de lecho fluidizado (Handbook of Thermal Spray Technologies, ed. Joseph R. Davis, 2004, ASM International, pp. 137-141). Durante esta etapa se controla el rendimiento de volumen o masa. La segunda etapa secundaria 3.2 es la carbonización térmica real, en la que la mezcla de polvo/gas se transporta a una cámara caliente. El proceso se desarrolla preferiblemente de forma continua o semicontinua, de modo que la corriente de entrada se alimenta de forma continua o semicontinua a la cámara en la entrada y, posteriormente, después de la carbonización, sale por el otro extremo. El material se carboniza cuando, en forma de polvo, se expone a temperaturas entre 900 °C y 1800 °C o entre 1000 °C y 1400 °C, por un tiempo que va desde un milisegundo hasta varios minutos. Un aspecto técnico crítico es el control de la suspensión de partículas durante el transporte a través de la cámara. En un modo preferido, las partículas tienen poco o ningún tiempo de contacto con las paredes exteriores de la cámara, de manera que no se acumula ningún tipo de residuo carbonizado dentro de la cámara. Esta suspensión se puede lograr a través de un diseño de flujo de partículas de gas adecuado, por ejemplo, un flujo de vórtice controlado.

La tercera etapa es la separación, que puede implicar la extracción y recolección, de la materia carbonizada así como de los gases de escape y otros residuos de la cámara. La etapa de separación puede ser por lotes, tal como cuando se vacía un filtro que ha recogido el polvo carbonizado. Después de pasar por el tratamiento térmico, el material así tratado se transporta continuamente a una tubería adecuada donde se produce un enfriamiento a temperaturas más bajas. En un aspecto, este enfriamiento se puede realizar mediante la inyección de corrientes de gas más frías, que dependiendo de los niveles de temperatura prevalecientes posiblemente necesiten ser de naturaleza inerte. Estos niveles de temperatura más bajos dependen de las medidas de enfriamiento empleadas. La mezcla en fase gaseosa sólida con las partículas carbonizadas suspendidas normalmente necesita ser separada. Esta separación permitirá una recolección del producto sólido en forma de partículas de la fase gaseosa. La separación se puede lograr de varias formas conocidas en la técnica anterior, de las cuales la filtración es una opción obvia. Alternativamente, se pueden utilizar otras medidas de separación conocidas en el estado de la técnica para la clasificación de partículas o polvo. En otra forma sugerida, el enfriamiento podría lograrse utilizando agua de enfriamiento rápido. Este método es bien conocido en la técnica anterior para la fabricación de negro de humo. Los métodos empleados son también un concepto obviamente posible.

El método de conformidad con el primer aspecto de la invención se puede realizar de varias formas. La cámara de proceso o la cámara del horno se puede realizar en varias formas diferentes. En general, esta cámara debe tener una entrada y una salida. Puede realizarse como un tubo circular. La sección transversal de este tubo puede ser de forma circular o no circular tal como elíptica o rectangular o multigonal (tal como hexagonal) o una mezcla de estas formas de sección transversal. En general, la sección transversal del tubo puede ser constante en toda su longitud. Pero también puede ser posible tener una sección transversal cambiante, ya sea en forma o en dimensiones o en ambas.

La configuración de esta cámara de horno se representa en la Figura 2, Figura 3 y en la Figura 4, respectivamente y, obviamente, esto puede variar dependiendo de las necesidades de la instalación, los requisitos del proceso o el comportamiento del proceso del forraje seco o la mezcla de forraje seco-gas. La principal diferencia entre las tres configuraciones presentadas es la orientación del tubo del horno o la cámara del horno y su orientación relativa entre la entrada y la salida. En la Figura 2, la entrada y la salida están diseñadas para estar en un nivel de altura similar, lo que resulta esencialmente en una zona caliente de procesamiento horizontal en el medio. Esta configuración se puede variar a las posiciones extremas en la Figura 3 o en la Figura 4. En la Figura 3, la entrada está situada en el extremo superior de la cámara del horno o del tubo del horno y la salida en el extremo inferior. Por lo tanto, el proceso tiene una configuración vertical y el flujo del producto es de arriba hacia abajo. En otra configuración, la entrada se coloca en la parte inferior y la mezcla de gas-forraje seco se transporta hacia arriba a través de la cámara y sale por el extremo superior, lo que básicamente también da como resultado un proceso vertical, como se muestra en la Figura 4. Dependiendo de las necesidades del proceso y del producto, la configuración podría variar en cualquier posición entre las ilustradas en las Figuras 2, 3 y 4, respectivamente.

Dependiendo de las necesidades del proceso, la cámara del horno o el tubo del horno pueden constar de múltiples zonas de temperatura controladas de forma independiente. En las configuraciones mencionadas anteriormente, pueden ser imaginables tres zonas, pero más o menos también son técnicamente posibles. Los niveles de temperatura de estas zonas se pueden elegir entre, por ejemplo, 600 °C y 2500 °C. También son posibles temperaturas más bajas, pero no se espera una carbonización. También los niveles de temperatura más altos son técnicamente factibles, pero

son cada vez más difíciles de alcanzar, mantener y también pueden tener un efecto negativo en los aspectos de eficiencia.

El método de conformidad con el primer aspecto de la presente invención, como se ha dicho, se puede usar para tratar diferentes materiales de forraje seco como se enumeraron anteriormente, y luego el proceso se puede variar dependiendo de estas elecciones de materia prima, por ejemplo, con gases de proceso y enfriamiento seleccionados. En el presente documento se puede considerar la reactividad en los diversos niveles de temperatura. En la técnica presentada, el nitrógeno como gas inerte es una opción obvia cuando se enfría.

Dependiendo del forraje seco y las propiedades del producto objetivo, también se puede contemplar la elección del dióxido de carbono en la mezcla parcial de los componentes del gas. En el método de conformidad con el primer aspecto, el dióxido de carbono está presente en la reacción de carbonización en la cámara del horno caliente. También pueden ser posibles otros gases inertes para la utilización como gas de proceso, gas de dilución o como gas de refrigeración. Sin embargo, se prefiere el uso de nitrógeno.
Las características preferidas de cada aspecto de la invención son las mismas que para cada uno de los otros aspectos cambiando lo que haya que cambiar. La invención se describe adicionalmente en las figuras adjuntas, que no limitan el alcance de la invención de ninguna manera. Las realizaciones de la presente invención de las figuras adjuntas se describen con más detalle utilizando las figuras adjuntas, cuyo único propósito es ilustrar la invención y de ninguna manera pretende limitar su alcance.

Breve descripción de las figuras.

La Fig. 1 representa el flujo del proceso de la presente invención
La Fig. 2 ilustra una descripción general esquemática del presente método en una primera realización
La Fig. 3 ilustra una descripción general esquemática del presente método en una segunda realización
La Fig. 4 ilustra una descripción general esquemática del presente método en una tercera realización
La Fig. 5a muestra un escaneo de SEM del producto obtenido
La Fig. 5b muestra un escaneo de SEM del producto obtenido
La Fig. 6a muestra un escaneo de SEM del producto obtenido
La Fig. 6b muestra un escaneo de SEM del producto obtenido
La Fig. 7a muestra un análisis TEM del producto obtenido
La Fig. 7b muestra un análisis TEM del producto obtenido
La Fig. 8 muestra un análisis TEM del producto obtenido
La Fig. 9 ilustra una vista general esquemática del método presentado en el que también el producto del mismo se utiliza además en piezas de plástico.

Ejemplo

La presente invención de conformidad con el primer aspecto se realizó en una forma como se muestra en la Figura 4. La dirección del proceso en este caso fue de abajo hacia arriba. La biomasa utilizada como forraje seco sólido fue una lignina kraft de madera blanda. El contenido seco de lignina de aproximadamente el 95 % en peso se mezcló en un estado de fase diluida con nitrógeno y se alimentó continuamente mediante la inyección de un segundo gas en la corriente y directamente hacia la cámara de tratamiento térmico, en este caso un tubo de forma circular. El gas de inyección empleado fue dióxido de carbono. Por lo tanto, una mezcla gaseosa de 50 % en volumen de nitrógeno y 50 % en volumen de dióxido de carbono se mezcló continuamente con la lignina. Esta mezcla se transportó al tubo del horno caliente y los productos sólidos y gaseosos resultantes salieron del tubo por el extremo superior.

La temperatura del proceso se ajustó a 1400 °C en el nivel medio del tubo. La alimentación del sólido se dosificó en etapas de 5 g/min a 15 g/min. El lapso de tiempo en la zona caliente fue un promedio estimado de un máximo de 3 segundos.

La corriente de material saliente que constaba de una mezcla de gas y sólido se enfrió mediante un flujo de gas inerte inyectado que estaba a temperatura ambiente (aprox. 20 °C). La mezcla gas-sólido enfriada se bombeó a través de una tela filtrante de cerámica, sobre cuya superficie se recogió el producto sólido en forma de partículas.

Las Figuras 5a a la Figura 8 muestran el análisis de SEM y TEM de los resultados. Es claramente visible que los productos, que emanaron de la lignina kraft de madera blanda tratada con el método de carbonización presentado, son principalmente partículas de carbono esféricas. Los materiales que producen son esferas de carbono en el intervalo de unos pocos nm de diámetro hasta aproximadamente 100 µm. También es evidente el estado aglomerado de partículas diminutas.

La Figura 5b muestra ejemplos de las partículas esféricas resultantes en una forma de estructura colapsada así como abierta. Claramente visible es, pues, la naturaleza hueca de estas esferas más grandes.

La Figura 7a y la Figura 7b muestran un análisis de microscopía electrónica de transmisión de barrido de la fracción de menor diámetro del producto. En el presente documento son claramente visibles las dimensiones en el intervalo de

diámetro inferior de varios nm a decenas de nm. También es evidente la tendencia de las esferas o partículas individuales a formar aglomerados.

La Figura 8 muestra un análisis de microscopía electrónica de transmisión de alta resolución de una partícula más pequeña de este tipo. Es claramente visible que hay algún espaciado regular entre las estructuras moleculares que tienen poca o ninguna orientación preferida evidente. El análisis del producto producido también sugiere que existen dominios con apilamiento aromático dentro de la estructura cristalina. El espaciamiento de estas estructuras cristalinas está en el intervalo del llamado apilamiento o estratificación grafítico.

El área superficial BET para el producto que se puede obtener a partir del método de conformidad con el primer aspecto fue de 138.18 m^2/g.

REIVINDICACIONES

1. Un método para fabricar partículas o aglomerados carbonizados, en el que dicho método es continuo o semicontinuo, y en el que dichas partículas o aglomerados carbonizados están preferiblemente en forma de polvo de carbono, lo más preferiblemente también eléctricamente conductoras, que comprende las siguientes etapas:

a) proporcionar una materia prima seca en forma de polvo que emana de un material lignocelulósico, preferiblemente lignina, y suspender y/o diluir dicha materia prima en un medio fluido, en el que el medio fluido es un gas inerte o una mezcla de gases inertes, y
b) carbonización de la materia prima en dicho medio fluido, en el que la carbonización comprende transportar la materia prima en el medio fluido hacia y a través de una cámara caliente, preferiblemente un sistema de horno, y tratar térmicamente de manera continua dicha materia prima en el medio fluido, en un intervalo de temperatura de 900 a 1800 °C, durante un período de tiempo de un milisegundo hasta un cuarto de hora proporcionando así una o más partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente en forma de polvo de carbono.

2. El método de conformidad con la reivindicación 1, en el que la mezcla de gas inerte consiste en nitrógeno y dióxido de carbono.

3. El método de conformidad con la reivindicación 1 en el que la materia prima de la etapa a) tiene más del 90% de sólidos secos.

4. Un método de conformidad con la reivindicación 1 en el que la materia prima en la etapa a) ha sido pretratada, tal como homogeneizada, molida, triturada y/o impregnada con un medio fluido.

5. El método de conformidad con la reivindicación 1, en el que la materia prima de la etapa a) ha sido molida a un tamaño de partícula definido, involucrando opcionalmente también el tratamiento con agentes coadyuvantes, tal como impregnación con un líquido, tal como un disolvente, sal, agua o una mezcla de los mismos.

6. Un método de conformidad con la reivindicación 1, en el que las partículas o aglomerados carbonizados resultantes de la etapa b) se separan, en el que dicha separación puede implicar extracción y/o recolección del medio fluido.

7. El método de conformidad con la reivindicación 1, en el que el método comprende además: c) un tratamiento posterior, en el que el tratamiento posterior de la etapa c) incluye la molienda, impregnación y/o recubrimiento de dichas partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente en forma de un polvo de carbono, con tamaño de partícula definido, propiedades superficiales, polarización superficial y/o afinidad por ciertas sustancias.

8. Un método de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 que produce partículas o aglomerados carbonizados, preferiblemente polvo de carbono carbonizado, que tienen un área superficial BET superior a 100 m^2/g, preferiblemente de 130 a 1000 m^2/g .

9. Un método de conformidad con la reivindicación 8, en el que las partículas carbonizadas o los aglomerados carbonizados allí exhiben dimensiones de 1 nm a 1 mm, preferiblemente de 10 nm a 500 µm, lo más preferido de 10 nm a 250 pm.

10. El método de conformidad con la reivindicación 1, en el que el gas inerte es nitrógeno.

11. El método de conformidad con la reivindicación 1 en el que el intervalo de temperatura de la carbonización de la etapa b) es de 1000 a 1400 °C.

Fig. 1

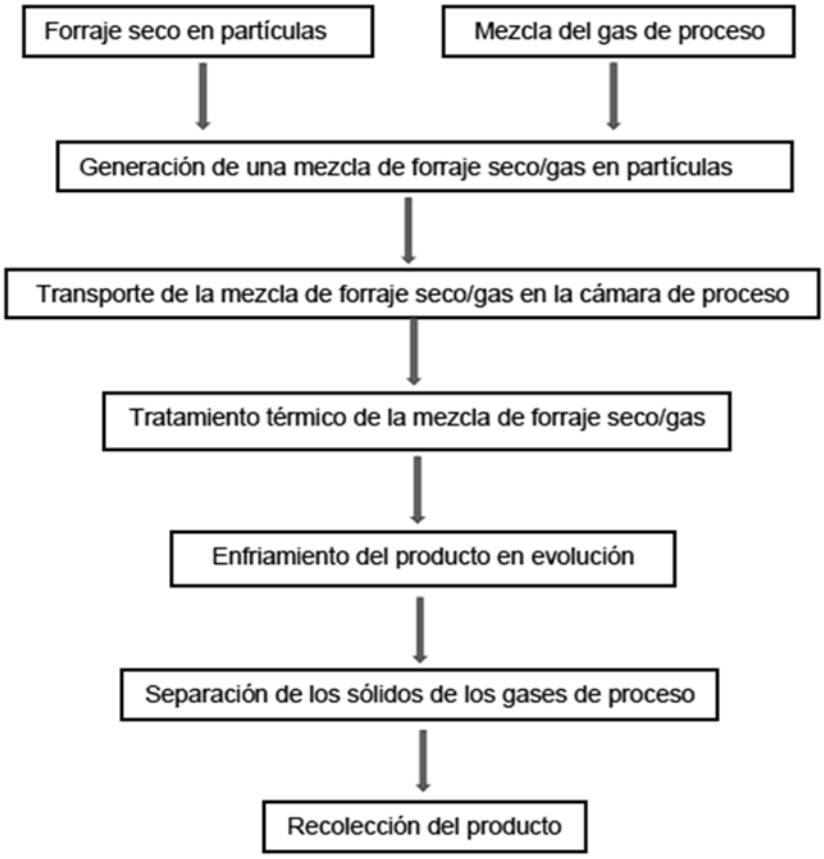

Forraje seco en partículas
Mezcla del gas de proceso
Generación de una mezcla de forraje seco/gas en partículas
Transporte de la mezcla de forraje seco/gas en la cámara de proceso
Tratamiento térmico de la mezcla de forraje seco/gas
Enfriamiento del producto en evolución
Separación de los sólidos de los gases de proceso
Recolección del producto

Fig 2.

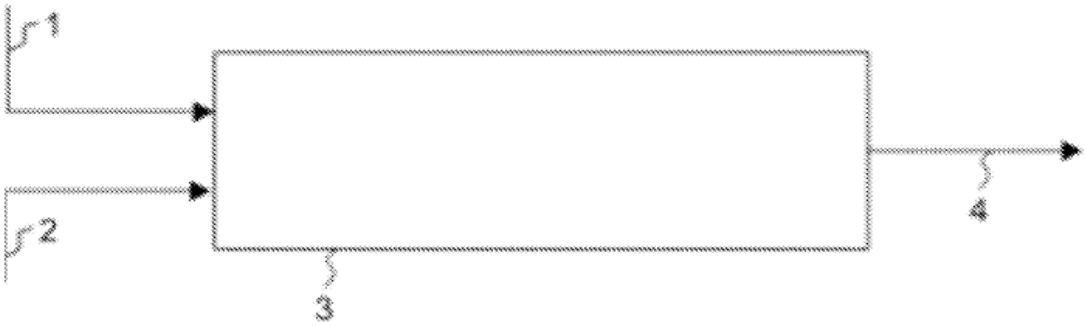


Fig. 3

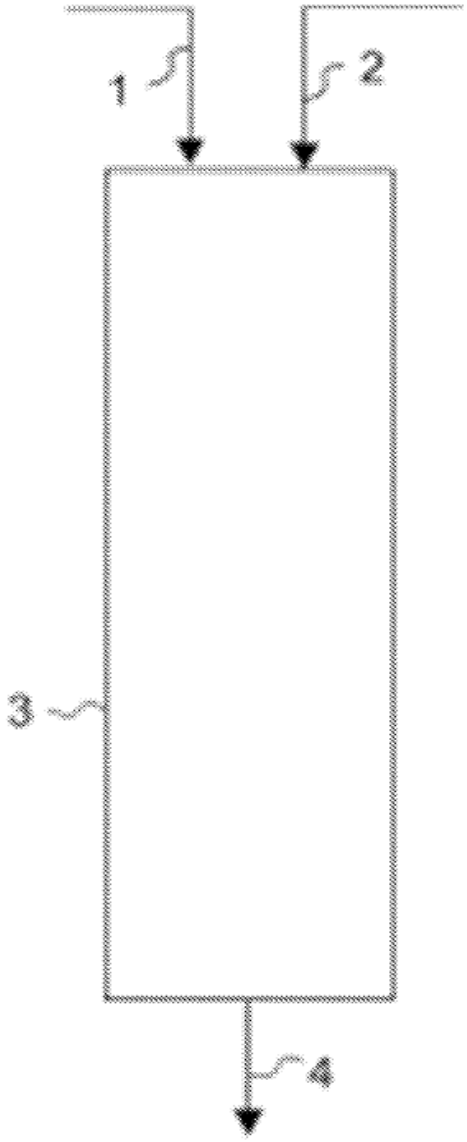


Fig. 4

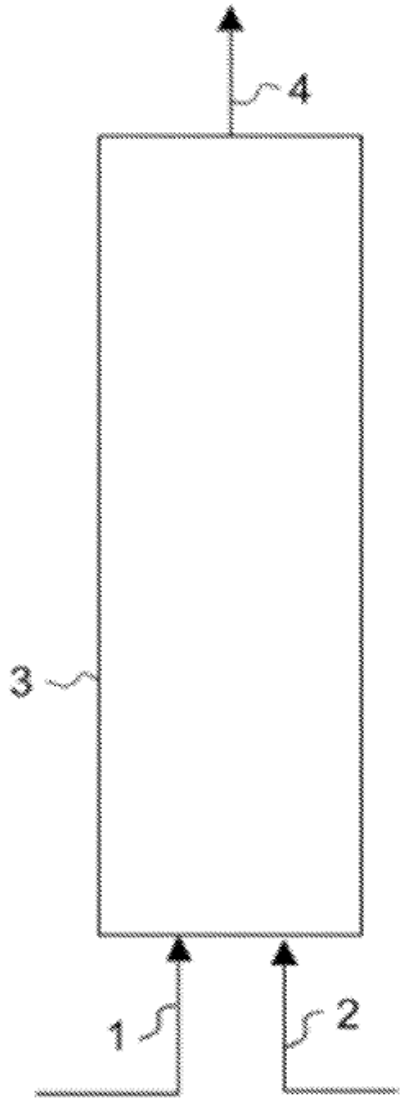


Fig. 5a

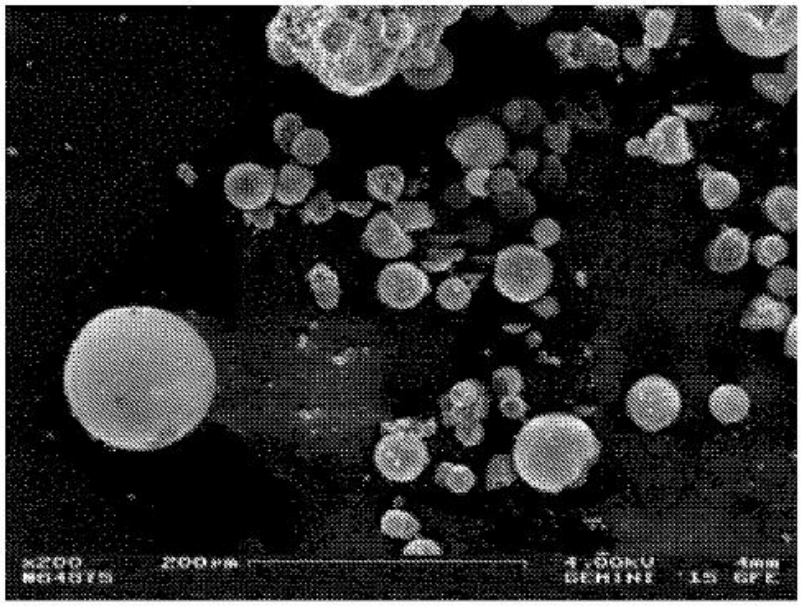


Fig. 5b

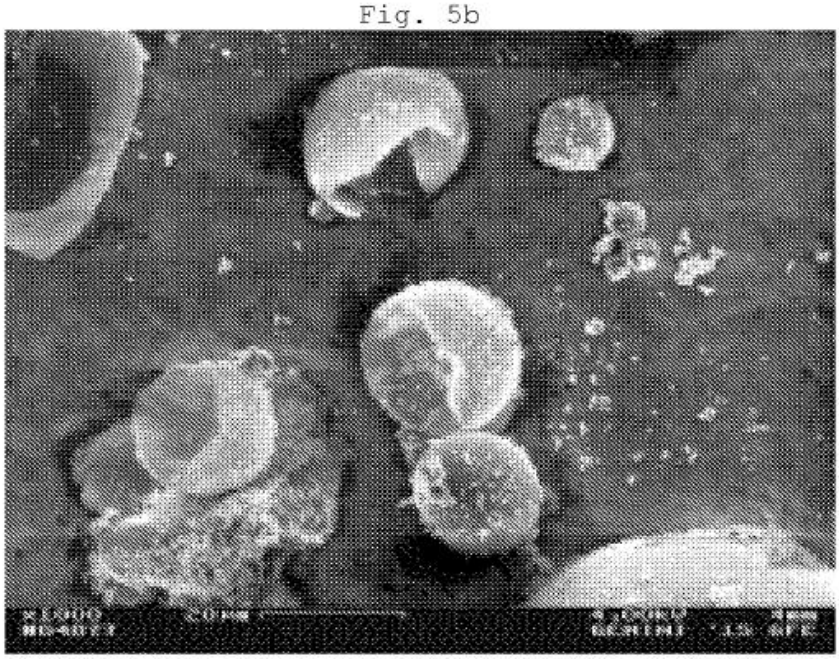


Fig. 6a

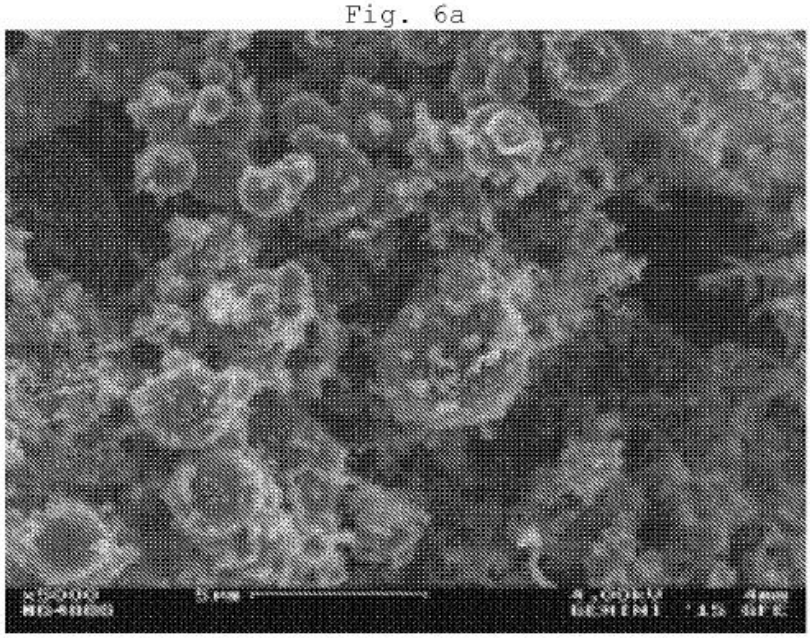


Fig. 6b

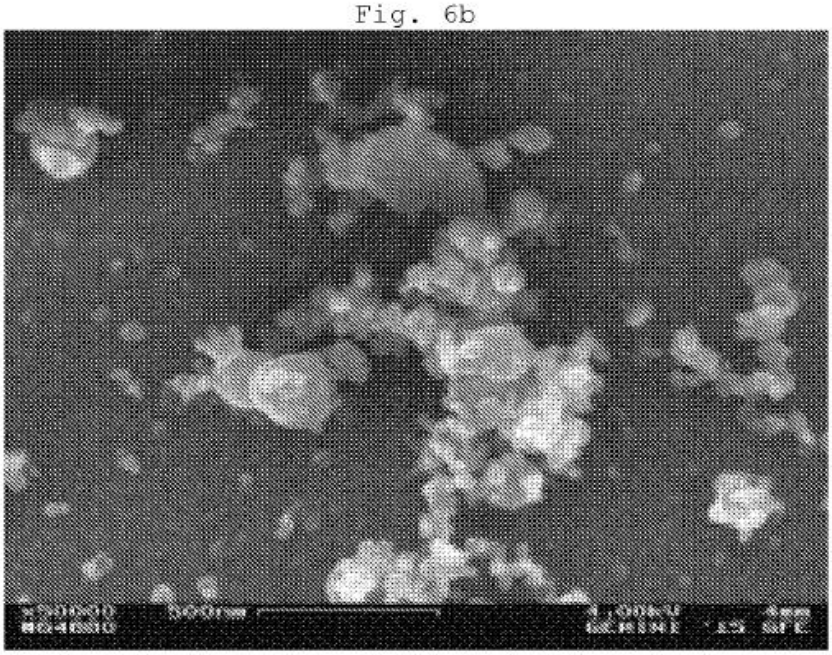


Fig. 7a

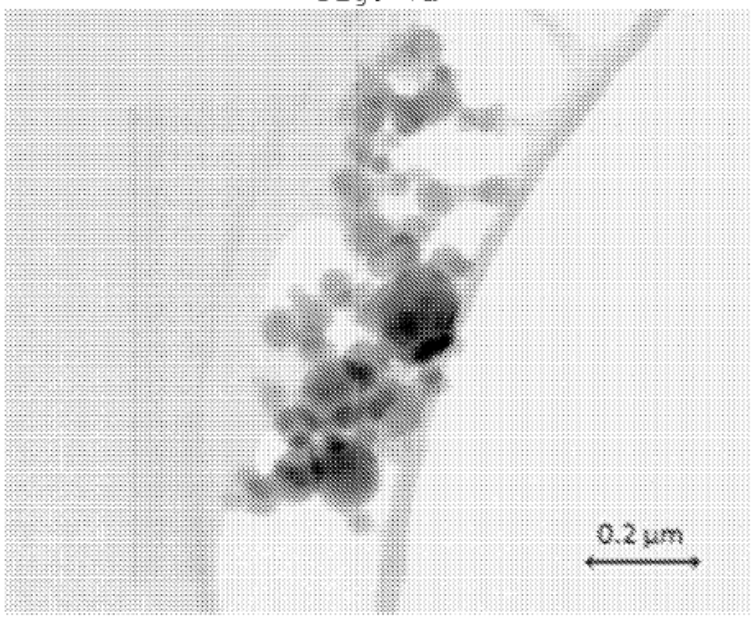


Fig. 7b

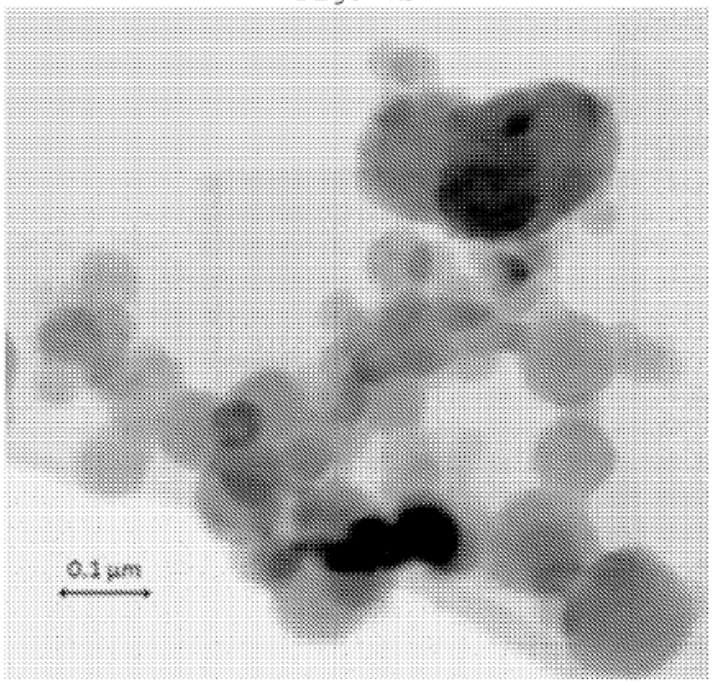


Fig. 8

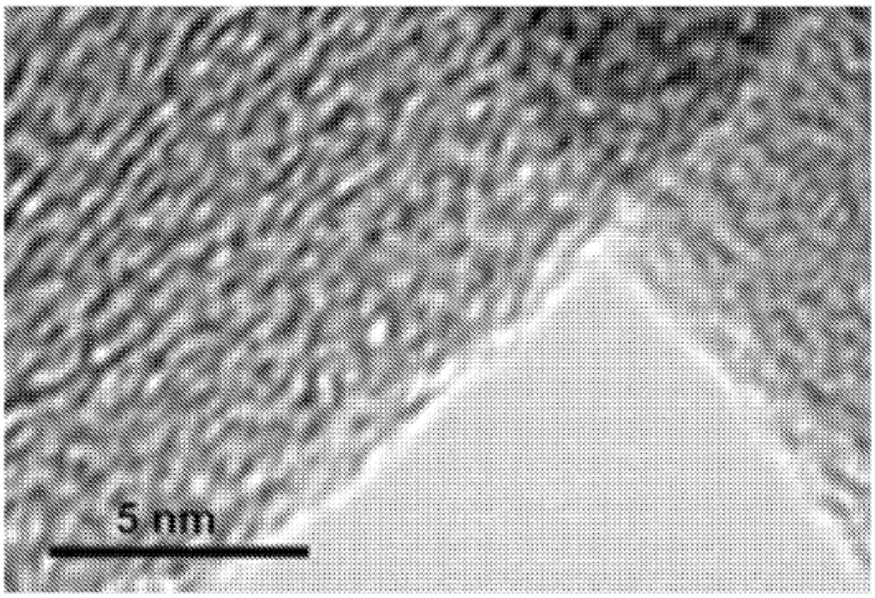
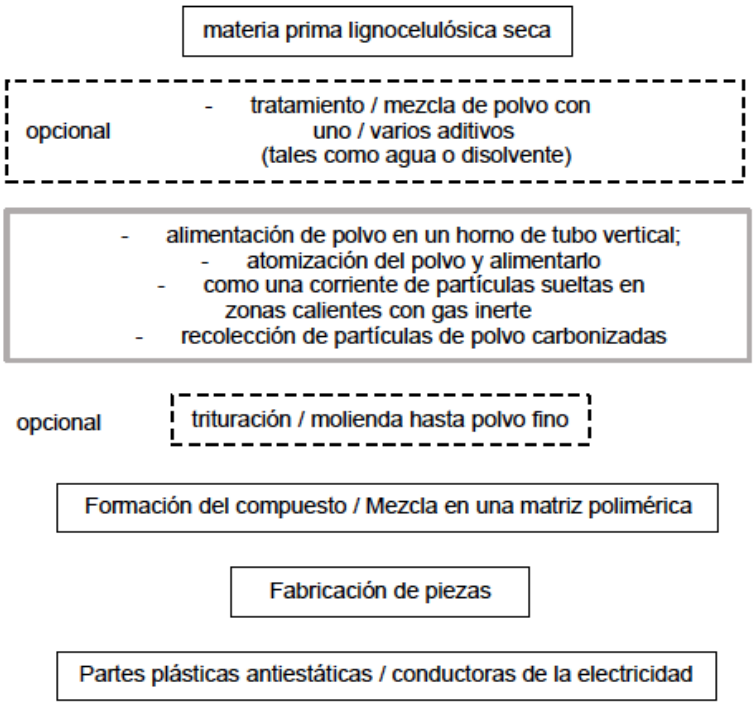


Fig. 9


materia prima lignocelulósica seca
opcional
- tratamiento / mezcla de polvo con uno / varios aditivos (tales como agua o disolvente)
- alimentación de polvo en un horno de tubo vertical;
- atomización del polvo y alimentarlo
- como una corriente de partículas sueltas en zonas calientes con gas inerte
- recolección de partículas de polvo carbonizadas
opcional
trituración / molienda hasta polvo fino
Formación del compuesto / Mezcla en una matriz polimérica
Fabricación de piezas
Partes plásticas antiestáticas / conductoras de la electricidad