

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 924 876**

51 Int. Cl.:

C08H 7/00 (2011.01)

C08H 8/00 (2010.01)

C08L 97/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.12.2012 PCT/FI2012/051210**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.06.2013 WO13083876**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.12.2012 E 12813388 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.06.2022 EP 2788404**

54 Título: **Método para preparar un componente de lignina, componente de lignina y su uso y producto**

30 Prioridad:

09.12.2011 FI 20116253

25.06.2012 FI 20125703

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

11.10.2022

73 Titular/es:

UPM-KYMMENE CORPORATION (100.0%)

Alvar Aallon katu 1

00100 Helsinki, FI

72 Inventor/es:

MIETTINEN, MAUNO

74 Agente/Representante:

BERTRÁN VALLS, Silvia

ES 2 924 876 T3

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

Método para preparar un componente de lignina, componente de lignina y su uso y producto

5 Campo

La presente divulgación se refiere a un método para fabricar un componente de lignina. Además, la divulgación se refiere a un componente de lignina y a un uso del componente de lignina, así como a un producto.

10 Antecedentes

A partir de la publicación WO 2006/031175 se conoce un método para la separación de lignina a partir de licor negro.

Además, a partir de los documentos EP 0364632, US 2004/0244925 y WO 2009028969 se conocen diferentes métodos para tratar materiales basados en lignina mediante un tratamiento con ácido, y a partir del documento WO 2008017145 se conoce un método para tratar material basado en lignina mediante un tratamiento hidrotérmico.

Objetivo de la invención

20 El objetivo de la invención es divulgar un nuevo método para fabricar un componente de lignina. Otro objetivo de la invención es producir un componente de lignina con propiedades mejoradas y un producto que comprenda el componente de lignina.

Sumario de la invención

25 La presente invención proporciona un método para preparar un componente de lignina a partir de un material de lignina, tal como se define por las reivindicaciones adjuntas.

Breve descripción de las figuras

30 Las figuras adjuntas, que se incluyen para proporcionar una comprensión adicional de la divulgación y constituyen una parte de esta memoria descriptiva, ilustran algunas realizaciones de la divulgación y, junto con la descripción, ayudan a explicar los principios de la divulgación. En las figuras:

35 la figura 1 es una ilustración de diagrama de flujo de un método según una realización de la presente divulgación,

la figura 2 es una ilustración de diagrama de flujo de un método según otra realización de la presente divulgación,

40 la figura 3 es una ilustración de diagrama de flujo de un método según otra realización de la presente divulgación,

la figura 4 es una ilustración de diagrama de flujo de un método según otra realización de la presente divulgación,

las figuras 5a y 5d muestran estructuras de lignina en tortas de componentes de lignina comparativos,

45 las figuras 5b y 5c muestran estructuras de lignina en tortas de componentes de lignina según la presente divulgación,

la figura 6 es una ilustración de diagrama de flujo de un método según una realización de la presente divulgación,

50 la figura 7 es una ilustración de diagrama de flujo de un método según otra realización de la presente divulgación,

la figura 8 muestra una imagen de SEM de estructura de lignina en torta de un componente de lignina según la presente divulgación,

55 la figura 9 muestra una ilustración de diagrama de flujo de un método según una realización de la presente divulgación,

la figura 10 muestra una ilustración de diagrama de flujo de un método según otra realización de la presente divulgación, y

60 la figura 11 muestra un dispositivo según una realización de la presente divulgación.

Descripción detallada

La presente invención proporciona un método para preparar un componente de lignina a partir de un material de lignina, tal como se define por las reivindicaciones adjuntas.

65 De manera más general, la presente divulgación proporciona un método de preparación de un componente de lignina

a partir de material de lignina mediante un tratamiento con ácido, comprendiendo el método: formar un componente de lignina de material de lignina tratando el material de lignina en al menos una etapa de tratamiento con ácido; y optimizar las condiciones de procedimiento por medio de una combinación de parámetros de procedimiento que comprenden tiempo de retención, temperatura y nivel de pH en la etapa de tratamiento con ácido de modo que el tiempo de retención es de más de 6 horas durante al menos una etapa de tratamiento con ácido.

En la figura 1 se muestra una realización del método de la presente divulgación. En la figura 2 se muestra otra realización del método de la presente divulgación. En la figura 3 se muestra otra realización del método de la presente divulgación. En la figura 4 se muestra otra realización del método de la presente divulgación. Además, en las figuras 5a - 5d se muestran estructuras de lignina en tortas de componentes de lignina.

En el método de la presente divulgación se prepara un componente de lignina a partir de un material (1) de lignina mediante un tratamiento con ácido suave. Según la divulgación, se forma un componente (3) de lignina a partir de material de lignina de modo que el material (1) de lignina se trata en al menos una etapa (2a, 2b) de tratamiento con ácido y la al menos una etapa de tratamiento con ácido se optimiza por medio de una combinación de parámetros de procedimiento que comprenden tiempo de retención, por ejemplo tiempo de retención prolongado, temperatura, por ejemplo alta temperatura, y nivel de pH, por ejemplo suficientemente bajo, con el fin de reducir la ceniza y/o hidratos de carbono en el componente de lignina, y preferiblemente con el fin de retirar una sustancia no deseada a partir del componente de lignina y purificar el componente de lignina.

La divulgación se basa especialmente en mejorar las propiedades del componente de lignina. Cuando el material de lignina se trata con ácido en una o más etapas de tratamiento con ácido optimizando el tiempo de retención, temperatura y nivel de pH, entonces pueden mejorarse las propiedades, tales como pureza, contenido en sólidos secos, capacidad de filtración, cantidades de hidratos de carbono y ceniza, del componente de lignina. Además, puede reducirse el olor en el componente de lignina. Entonces se proporciona un componente de lignina que es adecuado para su uso en aplicaciones típicas y especiales.

En este contexto, un material de lignina se refiere a cualquier material o composición que contiene lignina. El material de lignina puede contener uno o más componentes de material. En una realización, pueden añadirse aditivos adecuados y deseados en el material de lignina para formar un componente de lignina deseado.

En una realización, el material de lignina incluye material que se selecciona de un grupo que consiste en lignina a partir de procedimiento de producción de pasta alcalina, lignina de tipo kraft, lignina a partir de procedimiento de sosa, lignina procedente de un procedimiento en el que se separa lignina a partir de la materia prima mediante una disolución que incluye productos químicos adecuados y sus combinaciones.

En una realización, el material de lignina incluye lignina obtenida por precipitación ultrarrápida. En una realización, la lignina obtenida por precipitación ultrarrápida se obtiene tras precipitación con CO₂. Preferiblemente, la lignina obtenida por precipitación ultrarrápida se forma tal como se divulga en la solicitud de patente PCT/FI2011/050896.

En una realización, la lignina se precipita a partir del licor negro mediante un procedimiento continuo con CO₂ a una sobrepresión de 3 - 8 bar. En una realización, la lignina se separa mediante un método de separación de lignina de precipitación ultrarrápida, tal como se divulga en la solicitud de patente PCT/FI2011/050896. En una realización de la presente divulgación, la lignina es lignina obtenida por precipitación ultrarrápida. El término "lignina obtenida por precipitación ultrarrápida" debe entenderse en esta memoria descriptiva como lignina que se ha precipitado a partir de licor negro en un procedimiento continuo reduciendo el pH de un flujo de licor negro, bajo la influencia de una sobrepresión de 200 - 1000 kPa, hasta el nivel de precipitación de lignina usando un agente de acidificación basado en dióxido de carbono, preferiblemente dióxido de carbono, y liberando de manera repentina la presión para precipitar lignina. El tiempo de residencia en el método anterior es de menos de 300 s. Las partículas de lignina obtenida por precipitación ultrarrápida, que tienen un diámetro de partícula de menos de 2 µm, forman aglomerados, que pueden separarse a partir de licor negro usando, por ejemplo, filtración. La lignina obtenida por precipitación ultrarrápida puede purificarse y/o activarse si se necesita para el procesamiento adicional. La lignina obtenida por precipitación ultrarrápida tiene muchas ventajas, por ejemplo actividad, capacidad de dispersión, solubilidad, capacidad de drenaje y capacidad de conservación. En una realización de la presente divulgación, el componente de lignina es una lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida. Preferiblemente, la lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida no se drena. Por tanto la lignina tiene una actividad superior y la lignina puede volver a disolverse. La lignina sólo necesita una etapa de redispersión muy sencilla cuando se añade, por ejemplo, en una mezcla adhesiva. Además, el control de la cantidad de agua en la composición basada en lignina es más fácil cuando la redispersión es más fácil. Además, la lignina es más fácil de manipular en el procedimiento porque la lignina no está en forma de polvo. Preferiblemente, la lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida tiene un contenido en materia seca del 50 - 80%.

En una realización, el material de lignina se somete a tratamiento químico y/o mecánico antes de la al menos una etapa de tratamiento con ácido de la presente divulgación. En una realización, el material de lignina se precipita antes de la al menos una etapa de tratamiento con ácido. En una realización, el material de lignina vuelve a suspenderse antes del al menos un tratamiento con ácido.

En este contexto, un componente de lignina significa producto formado a partir de material de lignina en una o más etapas. El término “componente de lignina” ya se usa después de la primera etapa de tratamiento.

5 En este contexto, un hidrato de carbono se refiere a cualquier hidrato de carbono, especialmente hemicelulosa.

En una realización, la al menos una etapa de tratamiento con ácido es lavado (2a) con ácido. En el lavado con ácido puede reducirse una cantidad de ceniza en el componente de lignina. Además, en el lavado con ácido puede potenciarse la capacidad de filtración del componente de lignina. Además, en el lavado con ácido puede mejorarse el contenido en sólidos secos del componente de lignina. Un contenido en sólidos secos mejorado de la torta de filtro conduce a un consumo de energía menor en el secado y a un consumo menor de agua en el lavado para alcanzar la misma pureza. Además, la secadora puede ser más pequeña, lo cual conduce a ahorros de inversión. Los ahorros en el consumo de agua son importantes, dado que es probable que el agua de lavado deba hacerse circular de vuelta a la planta de evaporación. Además, se necesita un determinado contenido en sólidos secos para mantener la capacidad de procesamiento de tortas de lignina. Para aplicaciones que no requieren ningún secado, por ejemplo combustión, el bajo contenido de agua en la torta de filtro supone un beneficio.

En una realización, la al menos una etapa de tratamiento con ácido es hidrólisis (2b) ácida. En la hidrólisis ácida puede reducirse la cantidad de hidratos de carbono en el componente de lignina. Además, en la hidrólisis ácida todavía puede reducirse la cantidad de ceniza en el componente de lignina. Es importante que la lignina se ablande antes o durante la hidrólisis ácida; entonces pueden retirarse hidratos de carbono a partir del componente de lignina y puede purificarse el componente de lignina. El ablandamiento se realiza preferiblemente de manera lenta a una temperatura correcta para evitar la condensación de lignina y formación de residuo carbonoso. El ablandamiento puede llevarse a cabo a un amplio intervalo de pH.

En una realización, se trata el material (1) de lignina en dos etapas de tratamiento con ácido en las que la primera etapa es lavado (2a) con ácido y la segunda etapa es hidrólisis (2b) ácida. La primera etapa puede ser un lavado con ácido típico. Preferiblemente, la segunda etapa es una etapa de purificación.

En este contexto, el lavado con ácido se refiere a cualquier método de lavado con ácido. En una realización, el lavado con ácido se realiza con H_2SO_4 , otro ácido u otro producto químico de acidificación adecuado. La optimización de la divulgación afecta de manera positiva al consumo de H_2SO_4 u otro ácido u otro producto químico de acidificación.

En este contexto, la hidrólisis ácida se refiere a cualquier método de hidrólisis ácida. En una realización, la hidrólisis ácida se realiza por medio de H_2SO_4 u otro producto químico de acidificación adecuado, normalmente en presencia de agua.

En una realización, el material de lignina se trata en la al menos una etapa de tratamiento con ácido con H_2SO_4 .

En una realización, el método comprende dos etapas de método de tratamiento con ácido. En una realización, la primera etapa es una retirada de ceniza y la segunda etapa es una retirada de hidratos de carbono. En una realización, la primera etapa es un aumento del contenido en sólidos secos en el componente de lignina y la segunda etapa es una retirada de hidratos de carbono a partir del componente de lignina. En una realización, la primera etapa comprende una retirada de ceniza y un aumento del contenido en sólidos secos en el componente de lignina, y la segunda etapa es una retirada de hidratos de carbono a partir del componente de lignina.

En una realización, el método comprende una etapa de tratamiento previo antes de la al menos una etapa de tratamiento con ácido. En una realización, el material de lignina vuelve a suspenderse en la etapa de tratamiento previo. En una realización preferida, la etapa de tratamiento previo es una etapa de ablandamiento de lignina en la que se ablanda la lignina y se modifica la estructura de la lignina. Un ácido es capaz de hidrolizar hidratos de carbono en lignina después de la etapa de ablandamiento.

Preferiblemente, en cada etapa de tratamiento con ácido de la divulgación se selecciona una combinación adecuada de temperatura, tiempo de retención y nivel de pH. La combinación seleccionada varía basándose en lavado con ácido o hidrólisis ácida. Las condiciones de procedimiento se seleccionan de tal manera que la lignina no alterna en carbono o residuo carbonoso durante el tratamiento con ácido.

Preferiblemente, se usa un tiempo de retención prolongado en el tratamiento con ácido según la divulgación. En una realización, el tiempo de retención es de más de 1 hora. En una realización, el tiempo de retención es de más de 4 horas, preferiblemente más de 6 horas, y más preferiblemente más de 8 horas. En una realización, el tiempo de retención es de más de 16 horas.

En este contexto, tiempo de retención significa el tiempo de la etapa de tratamiento. El tiempo de retención no incluye un tiempo de filtración.

En una realización, la temperatura es de más de 60°C durante la etapa de tratamiento. En una realización, la

temperatura es de más de 70°C, preferiblemente más de 72°C, más preferiblemente más de 73°C y lo más preferiblemente más de 75°C.

5 En una realización preferida, el nivel de pH es lo suficientemente bajo durante la etapa de tratamiento. En una realización, el nivel de pH es de menos de 3,5, preferiblemente entre 2 - 3. En una realización, el nivel de pH es de menos de 2,0, preferiblemente entre 0,5 - 1,5. En una realización, puede usarse un nivel de pH que es de entre 2 - 4.

10 En una realización, el nivel de pH es de entre 0,5 - 4,0, preferiblemente 0,8 - 1,5, la temperatura es de entre 80 - 130°C, preferiblemente 80 - 105°C, y el tiempo de retención es de entre 2 - 60 horas, preferiblemente 6 - 30 horas, en la al menos una etapa de tratamiento con ácido, por ejemplo en la etapa de hidrólisis ácida. La temperatura está por debajo del punto de transición vítrea de la lignina.

15 En una realización, el pH es de entre 2,5 - 3,5, la temperatura es de entre 65 - 80°C, preferiblemente entre 70 - 80°C y más preferiblemente de aproximadamente 70°C, y el tiempo de retención es de más de 1 hora en la etapa de lavado con ácido. Aumentando la temperatura y/o el tiempo de retención y/o reduciendo el nivel de pH puede mejorarse el contenido en sólidos secos y la capacidad de filtración.

20 En una realización, el material de lignina se trata en la al menos una etapa de tratamiento con ácido y la al menos una etapa de tratamiento con ácido se optimiza por medio de parámetros de procedimiento seleccionados de tiempo de retención, temperatura, nivel de pH, mezclado, oxidación y sus combinaciones. En una realización, la combinación de parámetros de procedimiento seleccionados se optimiza en la al menos una etapa de tratamiento con ácido. En una realización, la combinación de parámetros de procedimiento seleccionados se optimiza en cada etapa de tratamiento con ácido.

25 En una realización, la etapa de tratamiento con ácido se ajusta por medio de parámetros de procedimiento con el fin de aumentar fragmentos de lignina de bajo peso molecular. Si se aplican condiciones de reacción duras, por ejemplo temperatura de más de 70°C, tiempo de retención de más de 8 horas y nivel de pH de entre 1 - 1,5, en la hidrólisis ácida, entonces puede obtenerse lignina de bajo peso molecular con un rendimiento mejorado.

30 En una realización, cuando el tratamiento previo se realiza antes que el tratamiento con ácido entonces en el tratamiento previo el tiempo de retención es de menos de 2 horas, la temperatura es de entre 55 - 70°C y el pH es de entre 9 - 10,5. En una realización, cuando el tratamiento previo se realiza antes que el tratamiento con ácido entonces en el tratamiento previo el tiempo de retención es de menos de 2 horas, la temperatura es de entre 55 - 75°C y el pH es de entre 9 - 10, y en el tratamiento con ácido el tiempo de retención es de más de 8 horas, la temperatura es de entre 70 - 80°C y el pH es de menos de 3,5. En una realización alternativa, cuando el tratamiento previo se realiza antes que el tratamiento con ácido entonces en el tratamiento previo el tiempo de retención es de más de 8 horas, la temperatura es de entre 60 - 75°C y el pH es de entre 9 - 10, y en el tratamiento con ácido el tiempo de retención es de menos de 2 horas, la temperatura es de entre 65 - 80°C y el pH es de menos de 3,5.

40 Es importante para la divulgación que se use un tiempo de retención prolongado al menos en una etapa. Alternativamente, el tiempo de retención prolongado puede usarse en más de una etapa. El tiempo de retención prolongado puede usarse en la etapa de tratamiento con ácido, por ejemplo en el lavado con ácido y/o en la hidrólisis ácida, y/o en la etapa de tratamiento previo.

45 En una realización, el componente (3) de lignina formado se filtra en la etapa (4a, 4b) de filtración después al menos de la última etapa (2a, 2b) de tratamiento con ácido. En una realización, el componente de lignina formado se filtra después de cada de la al menos una etapa de tratamiento con ácido.

50 En este contexto, la filtración se refiere a cualquier método de filtración que puede usarse en la filtración de la lignina. Preferiblemente, en la filtración el componente de lignina se lava con agua y se prensa y opcionalmente se seca al aire. La filtración puede realizarse mediante cualquier dispositivo de filtración adecuado. En una realización, el componente de lignina formado se filtra mediante filtración a presión o filtración a vacío. En una realización, la presión es de entre 10 - 20 bar, preferiblemente 13 - 17 bar y más preferiblemente de aproximadamente 15 bar en la filtración a presión.

55 Preferiblemente, una capacidad de filtración mejorada, especialmente mejor tasa de filtración, lograda por medio de la optimización, conduce a un menor requisito de presión en la filtración y a un tiempo de filtración más corto. Entonces pueden usarse filtros más económicos, por ejemplo basándose en el tamaño y tipo de dispositivo.

60 En una realización, el nivel de pH se ajusta justo antes de la filtración, especialmente si se usa un tiempo de retención más corto en la etapa de tratamiento con ácido.

En una realización, la temperatura es de más de 50°C y el pH es de entre 2 y 4 durante la filtración.

65 En una realización, el material de lignina se trata en la al menos una etapa de tratamiento con ácido de tal manera que el contenido en sólidos secos del componente de lignina puede aumentarse en más del 5%, preferiblemente del

5 - 15%, más preferiblemente de aproximadamente el 10 - 15%, en comparación con un componente de lignina convencional formado mediante un método de lavado con ácido conocido. En una realización, el contenido en sólidos secos del componente de lignina es de más del 60%, preferiblemente más del 70%, más preferiblemente entre el 70 - 90% y lo más preferiblemente entre el 70 - 80%.

5 En una realización, el material de lignina se trata en la al menos una etapa de tratamiento con ácido de tal manera que el contenido en hidratos de carbono del componente de lignina es de menos del 1,0%, preferiblemente menos del 0,5%, más preferiblemente menos del 0,2% y lo más preferiblemente menos del 0,1%.

10 En una realización, el material de lignina se trata en la al menos una etapa de tratamiento con ácido de tal manera que el contenido en ceniza del componente de lignina es de menos del 1,0%, preferiblemente menos del 0,5%, más preferiblemente menos del 0,2% y lo más preferiblemente menos del 0,1%.

15 En una realización, la proporción de lignina disuelta durante la al menos una etapa de tratamiento con ácido se ajusta por medio de parámetros de procedimiento seleccionados de tiempo de retención, temperatura, nivel de pH, eficiencia de mezclado, tipo de mezcladora, oxidación y sus combinaciones. Entonces, puede obtenerse un componente de lignina de bajo peso molecular. En una realización, la proporción de lignina disuelta se ajusta durante la etapa de hidrólisis ácida.

20 En una realización, la oxidación adicional se realiza después de la filtración en la que se oxida adicionalmente un filtrado ácido.

25 En una realización, el componente de lignina se oxida adicionalmente durante la etapa de tratamiento con ácido, por ejemplo en la etapa de hidrólisis ácida. La oxidación adicional puede realizarse por medio de aire, oxígeno, otro agente oxidante o sus combinaciones con el fin de estabilizar la estructura del componente de lignina, para aumentar la pureza de lignina y eliminar el olor.

30 El componente (3) de lignina que puede obtenerse mediante el método de la presente divulgación puede usarse como componente en la fabricación de un producto final seleccionado de carbono activado, fibra de carbono, material compuesto de lignina, por ejemplo material compuesto de lignina-plástico o material compuesto de lignina-fibra, material aglutinante, componente fenólico, agente de dispersión y sus combinaciones.

35 El producto final o producto comprende el componente de lignina de la presente divulgación. Preferiblemente, se necesita componente de lignina puro según la presente divulgación en la fabricación del carbono activado y las fibras de carbono.

40 El método según la presente divulgación proporciona el componente de lignina con buena calidad. Cuando se mejora la pureza y se aumenta el contenido en sólidos secos del componente de lignina, entonces pueden proporcionarse mejores propiedades del componente de lignina y el producto final.

45 La presente divulgación proporciona una manera industrialmente aplicable, sencilla y asequible de preparar el componente de lignina a partir del material de lignina. El método según la presente divulgación es fácil y sencillo de realizar como procedimiento de producción. El método según la presente divulgación es adecuado para su uso en la fabricación de los diferentes componentes de lignina a partir de diferentes materiales de lignina.

La divulgación se describe en más detalle mediante los siguientes ejemplos 1 - 6 con referencia a las figuras adjuntas 1 - 4 y 5a-d. Los ejemplos que no se encuentran dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas se describen con propósitos de referencia.

50 Ejemplo 1

En este ejemplo y en la figura 1, se forma un componente (3) de lignina mediante un tratamiento con ácido.

55 Se trata un material (1) de lignina de partida, que es lignina obtenida por precipitación ultrarrápida, mediante dos etapas (2a, 2b) de tratamiento con ácido. La primera etapa (2a) es una etapa de lavado con ácido y la segunda etapa (2b) es una etapa de hidrólisis ácida. Las condiciones de procedimiento son las siguientes en la primera etapa: temperatura de aproximadamente 70°C, tiempo de retención de más de 1 hora y nivel de pH de aproximadamente 3. El lavado con ácido se realiza con H₂SO₄. Las condiciones de procedimiento son las siguientes en la segunda etapa: temperatura de más de 70°C, tiempo de retención de más de 8 horas y nivel de pH de entre 1 - 1,5. El tratamiento con ácido en la hidrólisis se realiza con H₂SO₄.

Se filtra el componente (3) de lignina después de cada etapa (2a, 2b) de tratamiento con ácido mediante filtración (4a, 4b) a presión. La temperatura es de más de 50°C y el pH es de aproximadamente 2 a 4 durante la filtración.

65 El componente de lignina puede oxidarse adicionalmente durante la etapa de tratamiento con ácido.

En estas pruebas se descubrió que puede producirse el componente de lignina con excelentes propiedades. El componente de lignina formado tiene bajos contenidos en ceniza e hidratos de carbono. Se descubrió que el contenido en ceniza puede reducirse durante la primera etapa. Además, el contenido en ceniza todavía puede reducirse durante la segunda etapa. Se descubrió que el contenido en hidratos de carbono puede reducirse principalmente durante la segunda etapa pero una parte de hidratos de carbono puede reducirse durante la primera etapa. Por medio de alta temperatura, tiempo de retención prolongado y pH bajo, se ablanda la lignina. Después de ablandarse, el ácido es capaz de hidrolizar hidratos de carbono y oxidar una parte accesible de lignina para dar compuestos solubles. Los hidratos de carbono pueden retirarse durante el tratamiento con ácido.

Además, se descubrió que puede aumentarse el contenido en sólidos secos de la torta de componente de lignina final y puede potenciarse la capacidad de filtración ya en la primera etapa. El contenido en sólidos secos del componente de lignina puede aumentarse en más del 5% en comparación con un componente de lignina convencional. El componente de lignina tiene un contenido en ceniza de menos del 0,1% y un contenido en hidratos de carbono de menos del 0,2%. Además, al menos parte del sulfuro inorgánico se eliminó en la etapa de hidrólisis ácida. Además, por medio de hidrólisis ácida puede aumentarse la temperatura de transición vítrea de lignina y/o la temperatura de descomposición de lignina.

Además, se descubre que la estructura de lignina en la torta del componente de lignina estaba en forma de grandes partículas individuales. Esto explica la buena capacidad de filtración y el alto contenido en sólidos secos.

Además, en estas pruebas se descubrió que los buenos resultados de optimización especiales se lograron mediante un procedimiento en dos etapas.

Ejemplo 2

En este ejemplo y en la figura 2, se forma un componente (3) de lignina mediante un tratamiento con ácido.

Se trata un material (1) de lignina de partida mediante una etapa de tratamiento con ácido que es una etapa (2a) de lavado con ácido. Las condiciones del procedimiento son las siguientes: la temperatura es de aproximadamente 70°C, el tiempo de retención es de más de 1 hora y el nivel de pH es de aproximadamente 3. El lavado con ácido se realiza con H₂SO₄.

Se filtra el componente (3) de lignina después del lavado con ácido mediante filtración (4a) a presión. La temperatura es de más de 50°C y el pH es de aproximadamente 2 a 4 durante la filtración.

En estas pruebas se descubrió que el componente de lignina formado tiene un bajo contenido en ceniza pero el contenido en hidratos de carbono no se redujo, tal como en el ejemplo 1. Se descubrió que el contenido en ceniza puede reducirse durante el lavado con ácido.

Ejemplo 3

En este ejemplo y en la figura 3, se forma un componente (3) de lignina mediante un tratamiento con ácido.

Se trata un material (1) de lignina de partida mediante una etapa de tratamiento con ácido que es una hidrólisis (2b) ácida. Las condiciones del procedimiento son las siguientes: temperatura de más de 70°C, tiempo de retención de más de 8 horas y nivel de pH de entre 1 - 1,5.

Se filtra el componente (3) de lignina después de la hidrólisis ácida mediante filtración (4b) a presión. La temperatura es de más de 50°C durante la filtración.

En estas pruebas se descubrió que puede producirse el componente de lignina con buenas propiedades. El componente de lignina formado tiene bajos contenidos en ceniza e hidratos de carbono. Se descubrió que el contenido en ceniza y el contenido en hidratos de carbono pueden reducirse durante la hidrólisis ácida.

Ejemplo 4

En este ejemplo y en la figura 4, se forma un componente (3) de lignina mediante un tratamiento con ácido.

Se trata un material (1) de lignina de partida en primer lugar en una etapa (5) de tratamiento previo en la que se realiza una etapa de nueva suspensión, y en segundo lugar en una etapa (2a) de lavado con ácido con el fin de producir un componente de lignina. Después del lavado con ácido se filtra (4a) el componente de lignina.

En las pruebas 1 - 4 el tratamiento previo se lleva a cabo de modo que se usan un tiempo de retención corto y un pH alto. Después, en el lavado con ácido se usan un tiempo de retención prolongado y un pH bajo.

En las pruebas 5 y 6 el tratamiento previo se lleva a cabo de modo que se usan un tiempo de retención prolongado y

un pH alto. En el lavado con ácido se usan un tiempo de retención más corto y un pH bajo, de aproximadamente 2,5. Se descubrió que durante el tratamiento previo de las pruebas 5 y 6 se produce el ablandamiento y el crecimiento de partículas de la lignina gracias al tiempo de retención prolongado. Por tanto, un tiempo de retención más corto es suficiente en el lavado con ácido.

5

En la tabla 1 se describen las condiciones de procedimiento.

Tabla 1

Prueba	T5, °C	t5, h	T2a, °C	t2a, h	Tfilt, °C	pH durante la retención prolongada	Materia seca de torta promedio, %
1	60	1	60	10	60	2,5	46,6
2	65	1	77	13	69	2,5	77,4
3	65	1	74	13	73	2,5	70,1
4	65	1	78	13	81	2,5	74,5
5	73	17	80	1	80	9,5	72,7
6	65	13	73	1	75	9,5	63,6

10

en la que T5 es la temperatura del tratamiento previo

t5 es el tiempo de retención del tratamiento previo

15

T2a es la temperatura del lavado con ácido

t2a es el tiempo de retención del lavado con ácido

20

Tfilt es la temperatura de la filtración

En estas pruebas se descubrió que puede producirse el componente de lignina con buena materia seca de torta. En las pruebas 1 - 4 se descubrió que la materia seca de torta puede aumentarse cuando la temperatura del lavado con ácido es de más de 70°C, el tiempo de retención del lavado con ácido es prolongado y el pH es bajo, de aproximadamente 2,5.

25

Además, en las pruebas 5 - 6 se descubrió que la materia seca de torta puede aumentarse cuando la temperatura del tratamiento previo era de más de 70°C y el tiempo de retención del tratamiento previo era prolongado.

30

Se descubrió que es importante para la divulgación que se usen un tiempo de retención prolongado y una temperatura de más de 70°C en al menos una etapa de tratamiento con ácido.

35

Se han mostrado dos componentes de lignina de la presente divulgación en las figuras 5b (prueba 2) y 5c (prueba 5) (imágenes de SEM). A modo de comparación, las figuras 5a (prueba 1) y 5d (prueba 6) (imágenes de SEM) muestran estructuras de componentes de lignina comparativas. Las mejoras en la capacidad de filtración y la materia seca de torta entre la prueba 1 y la prueba 6 se deben principalmente a una aglomeración potenciada. La mejora en la materia seca de torta entre la prueba 6 y las pruebas 2 - 5 se debe al ablandamiento de lignina y a la restructuración para dar partículas individuales más grandes.

40

Ejemplo 5

En este ejemplo y en la figura 2, se forma un componente (3) de lignina mediante un tratamiento con ácido.

45

Vuelve a suspenderse un material (1) de lignina de partida y después se trata la lignina en una etapa de tratamiento con ácido (2a) con el fin de producir un componente de lignina. Después del tratamiento con ácido se filtra (4a) el componente de lignina.

El plazo entre la nueva suspensión y el tratamiento con ácido es de aproximadamente 1 hora y la temperatura es de aproximadamente 60 - 65°C.

50

En la tabla 2 se describen las condiciones de procedimiento del tratamiento con ácido. En las pruebas 3 - 4 el tratamiento con ácido se lleva a cabo de modo que se usen un tiempo de retención prolongado y un pH bajo. Las pruebas 1 y 2 son pruebas comparativas. En la prueba 1 se usan una baja temperatura y un corto tiempo de retención. En la prueba 2 se usan una baja temperatura y un tiempo de retención prolongado.

55

Tabla 2

Prueba	T2a, °C	t2a, h	Tfilt, °C	pH	Materia seca de torta promedio, %
1	60	1	60	2,5	41,5
2	60	10	60	2,5	47,5
3	77	13	69	2,5	75,8
4	74	13	73	2,5	71,5

en la que T2a es la temperatura del tratamiento con ácido

t2a es el tiempo de retención del tratamiento con ácido

5

Tfilt es la temperatura de la filtración

En estas pruebas se descubrió que puede producirse el componente de lignina con buena materia seca de torta. En las pruebas 1 - 4 se descubrió que la materia seca de torta puede aumentarse cuando la temperatura del tratamiento con ácido es de más de 70°C, el tiempo de retención del tratamiento con ácido es prolongado y el pH es bajo, de aproximadamente 2,5.

10

Ejemplo 6

En este ejemplo y en la figura 1, se forma un componente (3) de lignina mediante tratamiento con ácido en dos etapas.

Vuelve a suspenderse un material (1) de lignina de partida y después se trata la lignina en un tratamiento (2a, 2b) con ácido en dos etapas con el fin de producir un componente de lignina. La primera etapa de tratamiento con ácido en este ejemplo es la prueba 5 en la tabla 1. La primera etapa es un lavado con ácido y la segunda etapa es una hidrólisis ácida. Después de cada etapa de tratamiento con ácido se filtra (4a, 4b) el componente de lignina.

20

Volvió a suspenderse la torta de lignina a partir de la etapa de lavado con ácido durante 1 hora a 60 - 70°C. Se ajustó el pH de la suspensión de lignina justo antes de la etapa de hidrólisis ácida.

En la tabla 3 se describen las condiciones de procedimiento de la hidrólisis ácida.

25

Tabla 3

Prueba	T2b, °C	t2b, h	pH	700°C ceniza de lignina, % en seco	Hidratos de carbono, % en seco	Mw, g/mol	Ácido usado, kg/t de lignina
1	120	1	3,6	0,01	0,37	5190	0
2	80	1	2,0	0,06	0,60	4180	13
3	95	1	1,5	0,06	0,42	4290	25
4	95	4	1,5	0,09	0,19	4570	
5	105	16	1,5	0,05	<0,02	5620	
6	80	4	1,0	0,13	0,25	4340	150
7	80	17	1,0	0,09	0,09	4600	
8	80	2	0,5	0,05	0,29	4880	540

en la que T2b es la temperatura de la hidrólisis ácida

30

t2b es el tiempo de retención de la hidrólisis ácida

Tfilt es la temperatura de la filtración

35

La prueba 9 con T2b de 140°C, t2b de 1 hora y pH de 3,5 dio como resultado la formación de residuo carbonoso, que se adhirió a las paredes del reactor.

En estas pruebas de los ejemplos 1 - 6 se descubrió que puede producirse el componente de lignina con buen contenido en ceniza y contenido en hidratos de carbono. El material de lignina de partida para las pruebas de hidrólisis, por tanto para la prueba 5 en la tabla 1, tenía un contenido en hidratos de carbono del 0,73%. En las pruebas se descubrió que el contenido en ceniza y en hidratos de carbono puede reducirse cuando la temperatura de la hidrólisis ácida es alta, de más de 75°C, el tiempo de retención de la hidrólisis ácida es prolongado y el pH es bajo. El tiempo de retención prolongado en la etapa de lavado con ácido acorta el tiempo necesario en la etapa de hidrólisis ácida. El peso molecular de la lignina después de la hidrólisis ácida revela que no se encontró una extensa condensación. El consumo de ácido sulfúrico aumenta rápidamente cuando el pH es de menos de 1.

40

45

En la figura 6 se muestra una realización del método de la presente divulgación. En la figura 7 se muestra otra realización del método de la presente divulgación. En la figura 8 se muestra una estructura de un componente de lignina.

50

La divulgación se refiere a la optimización del tratamiento con ácido en un procedimiento de separación de lignina. En el método de la presente divulgación, se forma un componente de lignina a partir de un material de lignina mediante un tratamiento con ácido, comprendiendo el método: formar un componente (3) de lignina de material (1) de lignina tratando el material de lignina en una etapa (2) de tratamiento con ácido por medio de una composición ácida; y optimizar las condiciones de procedimiento en la etapa (2) de tratamiento con ácido de modo que se usan una alta temperatura de más de 70°C, un tiempo de retención prolongado, tal como tiempo de retardo, de más de 6 horas y un nivel de pH de entre 4,5 – 7, durante el tratamiento con ácido con el fin de retirar una sustancia no deseada a partir del componente de lignina y purificar el componente de lignina y reducir el consumo de ácido en el tratamiento con ácido de lignina.

En una realización preferida el material (1) de lignina se trata mediante un lavado (2) con ácido para formar un componente (3) de lignina. El material (1) de lignina se trata en una etapa (2) de lavado con ácido. Se usan un tiempo de retención prolongado de más de 6 horas, una alta temperatura de más de 70°C y un nivel de pH de entre 4,5 y 7 en el lavado con ácido.

La divulgación se basa especialmente en mejorar las propiedades del componente de lignina. Cuando el material de lignina se trata con ácido optimizando las condiciones de procedimiento y los parámetros, por ejemplo el tiempo de retención y la temperatura, entonces puede usarse un nivel de pH superior, por ejemplo de 4,5 - 7 en vez de aproximadamente 2,5, y entonces las propiedades, tales como pureza, contenido en sólidos secos y capacidad de filtración del componente de lignina, son buenas. Además, puede reducirse el consumo de ácido, tal como ácido virgen. Preferiblemente, la desestabilización de lignina se produce antes de la filtración gracias a la alta temperatura y al tiempo de retención prolongado en el tratamiento con ácido. Además, puede reducirse el olor en el componente de lignina. Entonces se proporciona un componente de lignina que es adecuado para su uso en aplicaciones típicas y especiales.

En este contexto, un material de lignina se refiere a cualquier material o composición que contiene lignina. El material de lignina puede contener uno o más componentes de material. En una realización, pueden añadirse aditivos adecuados y deseados en el material de lignina para formar un componente de lignina deseado.

En una realización, el material de lignina incluye material que se selecciona de un grupo que consiste en lignina a partir de procedimiento de producción de pasta alcalina, lignina de tipo kraft, lignina a partir de procedimiento de sosa, lignina procedente de un procedimiento en el que se separa lignina a partir de la materia prima mediante una disolución que incluye productos químicos adecuados y sus combinaciones.

En una realización, el material de lignina incluye lignina obtenida por precipitación ultrarrápida. En una realización, la lignina obtenida por precipitación ultrarrápida se obtiene tras precipitación con CO₂. Preferiblemente, la lignina obtenida por precipitación ultrarrápida se forma tal como se divulga en la solicitud de patente PCT/FI2011/050896.

En una realización, la lignina se precipita a partir del licor negro mediante un procedimiento continuo con CO₂ a una sobrepresión de 6 - 10 bar. En una realización, la lignina se separa mediante un método de separación de lignina de precipitación ultrarrápida, tal como se divulga en la solicitud de patente PCT/FI2011/050896. En una realización de la presente divulgación, la lignina es lignina obtenida por precipitación ultrarrápida. El término "lignina obtenida por precipitación ultrarrápida" debe entenderse en esta memoria descriptiva como lignina que se ha precipitado a partir de licor negro en un procedimiento continuo reduciendo el pH de un flujo de licor negro, bajo la influencia de una sobrepresión de 200 - 1000 kPa, hasta el nivel de precipitación de lignina usando un agente de acidificación basado en dióxido de carbono, preferiblemente dióxido de carbono, y liberando de manera repentina la presión para precipitar lignina. El tiempo de residencia en el método anterior es de menos de 300 s. Las partículas de lignina obtenida por precipitación ultrarrápida, que tienen un diámetro de partícula de menos de 2 µm, forman aglomerados, que pueden separarse a partir de licor negro usando, por ejemplo, filtración. La lignina obtenida por precipitación ultrarrápida puede purificarse y/o activarse si se necesita para el procesamiento adicional. La lignina obtenida por precipitación ultrarrápida tiene muchas ventajas, por ejemplo actividad, capacidad de dispersión, solubilidad, capacidad de drenaje y capacidad de conservación. En una realización de la presente divulgación, el componente de lignina es una lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida. Preferiblemente, la lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida no se drena. Por tanto la lignina tiene una actividad superior y la lignina puede volver a disolverse. La lignina sólo necesita una etapa de redispersión muy sencilla cuando se añade, por ejemplo, en una mezcla adhesiva. Además, el control de la cantidad de agua en la composición basada en lignina es más fácil cuando la redispersión es más fácil. Además, la lignina es más fácil de manipular en el procedimiento porque la lignina no está en forma de polvo. Preferiblemente, la lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida tiene un contenido en materia seca del 50 - 80%.

En una realización, el material de lignina se somete a tratamiento químico y/o mecánico antes de la etapa de tratamiento con ácido de la presente divulgación. En una realización, el material de lignina se precipita antes de la etapa de tratamiento con ácido. En una realización, el material de lignina vuelve a suspenderse antes del tratamiento con ácido.

En este contexto, un componente de lignina significa producto formado a partir de material de lignina en una o más

etapas. El término “componente de lignina” ya se usa después de la primera etapa de tratamiento.

En este contexto, el lavado con ácido se refiere a cualquier método de lavado con ácido. En una realización, el lavado con ácido se realiza con una composición ácida que contiene ácido sulfúrico (H₂SO₄), otro ácido u otro producto químico de acidificación adecuado o su combinación. La optimización del procedimiento afecta de manera positiva al consumo de H₂SO₄ u otro ácido u otro producto químico de acidificación.

En una realización, la composición ácida contiene ácido sulfúrico, que puede ser ácido virgen o ácido reciclado. Sin ninguna mejora de procedimiento según la divulgación, el consumo de ácido sulfúrico es bastante alto. El ácido sulfúrico es económico, pero se necesita una alta cantidad de hidróxido de sodio para cumplir el equilibrio de Na/S de la fábrica de pasta. Además, todo el azufre adicional añadido al procedimiento debe eliminarse de la caldera de recuperación, lo que significa un coste adicional.

En una realización preferida, la composición ácida contiene otro ácido u otra sal que contiene producto químico de acidificación. La sal puede seleccionarse del grupo de sal de K, Na, Mg, Al, Ca u otra sal adecuada. En una realización, la composición ácida contiene compuesto de sulfato con sal. En una realización, la composición ácida contiene sesquisulfato de sodio. El sesquisulfato de sodio (SSS) es una fracción de residuos de una planta de dióxido de cloro en la fábrica de pasta. En una realización, se usa ácido residual como otro ácido u otro producto químico de acidificación.

Preferiblemente, la composición ácida contiene ácido sulfúrico y otro ácido u otro producto químico de acidificación con sal. En una realización, la composición ácida contiene ácido sulfúrico y sesquisulfato de sodio. En una realización, la composición ácida contiene ácido sulfúrico a aproximadamente el 10 - 90% en peso, en una realización al 60 - 70% en peso, y sesquisulfato de sodio a aproximadamente el 10 - 90% en peso, en una realización al 30 - 40% en peso. El pH alto ahorra ácido u otra sal que contiene producto químico de acidificación, lo cual es bueno para la fábrica de pasta y aporta menos sal al procedimiento, y entonces se necesita menos agua para el lavado.

Preferiblemente, en la etapa de tratamiento con ácido de la divulgación se selecciona una combinación adecuada de temperatura, tiempo de retención y nivel de pH. La combinación seleccionada varía basándose en el método de lavado con ácido, material de lignina, composición ácida y producto deseado.

Preferiblemente, se usa un tiempo de retención prolongado en el tratamiento con ácido según la divulgación. En una realización, el tiempo de retención es de más de 6 horas, preferiblemente más de 10 horas y más preferiblemente entre 10 y 20 horas.

En este contexto, el tiempo de retención significa el tiempo de la etapa de tratamiento. El tiempo de retención no incluye un tiempo de filtración.

En una realización, la temperatura es de más de 80°C durante la etapa de tratamiento con ácido, preferiblemente más de 85°C y más preferiblemente entre 80 - 90°C.

En una realización preferida, el nivel de pH es suficientemente alto durante la etapa de tratamiento con ácido. En una realización, el nivel de pH es de más de 4,5, preferiblemente más de 5. En una realización, el nivel de pH es de menos de 7, preferiblemente menos de 6. En una realización preferida, puede usarse un nivel de pH que es de entre 5 y 6. Cuando se usa un pH alto según la divulgación, entonces conduce a lignina no corrosiva como producto. Entonces puede usarse acero inoxidable, en vez de acero a prueba de ácido más caro, en los dispositivos del procedimiento.

En una realización, el nivel de pH es de entre aproximadamente 4,5 - 7, preferiblemente de aproximadamente 5 - 6, la temperatura es de entre 70 - 100°C, preferiblemente 80 - 90°C, y el tiempo de retención es de más de 1 hora, preferiblemente 6 - 30 horas y más preferiblemente entre 10 y 20 horas, en la etapa de tratamiento con ácido.

Aumentando la temperatura y/o el tiempo de retención y/o el nivel de pH, pueden mejorarse el contenido en sólidos secos y la capacidad de filtración. Un contenido en sólidos secos mejorado de la torta de filtro conduce a un consumo de energía menor en el secado y a un consumo menor de agua en el lavado para alcanzar la misma pureza. Además, la secadora puede ser más pequeña, lo cual conduce a ahorros de inversión. Los ahorros en el consumo de agua son importantes, dado que es probable que el agua de lavado deba hacerse circular de vuelta a la planta de evaporación. Además, se necesita un determinado contenido en sólidos secos para mantener la capacidad de procesamiento de tortas de lignina. Para aplicaciones que no requieren ningún secado, por ejemplo combustión, el bajo contenido de agua en la torta de filtro supone un beneficio.

En la presente divulgación se ha observado que el uso de una alta temperatura y un tiempo de retardo prolongado en combinación con un pH alto, por ejemplo de 5 - 7, y el uso de sesquisulfato de sodio, puede reducir el consumo de ácido incluso en aproximadamente el 65%, lo que significa un consumo de ácido de aproximadamente 70 kg/t de lignina. En el procedimiento de la divulgación, un lavado de torta normal con agua después del tratamiento con ácido es suficiente para aumentar o mantener el pH de la lignina final hasta entre 5 y 7,5, preferiblemente 6 - 7. Entonces la lignina no es corrosiva. La producción de lignina neutra es una necesidad para la mayoría de las aplicaciones. Si la

lignina tiene un pH de 2,5, entonces se necesita una etapa de procedimiento adicional para neutralizar la lignina.

5 El método de la divulgación puede usarse en relación con cualquier procedimiento de tratamiento con ácido que contiene una o más etapas de tratamiento con ácido. En una realización, el procedimiento de tratamiento con ácido comprende una etapa de hidrólisis ácida antes o después de la etapa de lavado con ácido.

El método de la divulgación puede usarse en relación con el procedimiento de tratamiento con ácido descrito en la solicitud de patente FI20116253.

10 En una realización, el método de la presente divulgación comprende una etapa (5) de tratamiento previo antes de la etapa (2) de tratamiento con ácido. En una realización, el material de lignina vuelve a suspenderse en la etapa de tratamiento previo. En una realización preferida, la etapa de tratamiento previo es una etapa de ablandamiento de lignina en la que se ablanda la lignina y se modifica la estructura de la lignina.

15 En una realización, cuando el tratamiento (5) previo se realiza antes que el tratamiento con ácido, entonces en el tratamiento previo el tiempo de retención es de menos de 2 horas, la temperatura es de entre 55 - 70°C y el pH es de entre 9 y 10,5.

20 Es importante para la divulgación que se use un tiempo de retención prolongado en el tratamiento con ácido. Alternativamente, también puede usarse un tiempo de retención prolongado en otra etapa tal como en la etapa de tratamiento previo. Puede usarse un tiempo de retención prolongado en el lavado con ácido y/o en la etapa de tratamiento previo.

25 En una realización, el componente (3) de lignina formado se filtra en la etapa (4) de filtración después de la etapa (2) de tratamiento con ácido.

30 En este contexto, la filtración se refiere a cualquier método de filtración que puede usarse en la filtración de la lignina. Preferiblemente, en la filtración el componente de lignina se lava con agua y se prensa y opcionalmente se seca al aire. La filtración puede realizarse mediante cualquier dispositivo de filtración adecuado. En una realización, el componente de lignina formado se filtra mediante filtración a presión o filtración a vacío. En una realización, la presión es de entre 10 - 20 bar, preferiblemente 13 - 17 bar y más preferiblemente de aproximadamente 15 bar en la filtración a presión.

35 Preferiblemente, una capacidad de filtración mejorada, especialmente mejor tasa de filtración, lograda por medio de la divulgación conduce a un menor requisito de presión en la filtración y a un tiempo de filtración más corto. Entonces pueden usarse filtros más económicos, por ejemplo basándose en el tamaño y tipo de dispositivo.

40 En una realización, la temperatura es de más de 50°C y el pH es de entre 5 y 7 durante la filtración. En una realización, el nivel de pH vuelve a ajustarse justo antes de la filtración.

45 En una realización, el procedimiento comprende al menos dos etapas de filtración. En una realización, hay una etapa de filtración después de cada etapa de tratamiento con ácido. En una realización, está la primera etapa de filtración antes del lavado con ácido de la divulgación y la segunda etapa de filtración después del lavado con ácido de la divulgación. En la primera etapa de filtración el material de lignina o componente de lignina lavado se filtra a un pH de aproximadamente 10 y entonces puede ahorrarse ácido sulfúrico en el lavado con ácido.

50 En una realización, la oxidación adicional se realiza después de la filtración en la que se oxida adicionalmente un filtrado ácido. En una realización, el componente de lignina se oxida adicionalmente durante la etapa de tratamiento con ácido. La oxidación adicional puede realizarse por medio de aire, oxígeno, otro agente oxidante o sus combinaciones con el fin de estabilizar la estructura del componente de lignina, aumentar la pureza de lignina y eliminar olor.

55 El componente (3) de lignina que puede obtenerse mediante el método de la presente divulgación puede usarse como componente en la fabricación de un producto final seleccionado de carbono activado, fibra de carbono, material compuesto de lignina, por ejemplo material compuesto de lignina-plástico o material compuesto de lignina-fibra, material aglutinante, componente fenólico, agente de dispersión y sus combinaciones.

60 El producto final o producto comprende el componente de lignina de la presente divulgación. Preferiblemente, se necesita componente de lignina puro según la presente divulgación en la fabricación del carbono activado y las fibras de carbono.

65 El método según la presente divulgación proporciona el componente de lignina con buena calidad. Cuando se mejora la pureza y se aumenta el contenido en sólidos secos del componente de lignina entonces pueden proporcionarse mejores propiedades del producto de lignina y el producto final.

La presente divulgación proporciona una manera industrialmente aplicable, sencilla y asequible de preparar el

componente de lignina a partir del material de lignina. El método según la presente divulgación es fácil y sencillo de realizar como procedimiento de producción. El método según la presente divulgación es adecuado para su uso en la fabricación de los diferentes componentes de lignina a partir de diferentes materiales de lignina.

5 Además, la divulgación se describe en más detalle mediante los siguientes ejemplos 7 - 8 con referencia a las figuras adjuntas 6 - 8. Los ejemplos que no se encuentran dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas se describen con propósitos de referencia.

10 Ejemplo 7

En este ejemplo y en la figura 6, se forma un componente (3) de lignina mediante un tratamiento con ácido a escala de laboratorio.

15 Volvió a suspenderse un material (1) de lignina de partida, que era lignina obtenida por precipitación ultrarrápida, y se trató mediante una etapa (2) de lavado con ácido. Las condiciones de procedimiento fueron las siguientes en la etapa de lavado con ácido: temperatura de aproximadamente 87°C, tiempo de retención de aproximadamente 12 horas y nivel de pH de aproximadamente 5,6. El lavado con ácido se realizó con una composición ácida que contenía H₂SO₄ y sesquisulfato de sodio (SSS) de modo que la mezcla de H₂SO₄:SSS era de 1:6. El SSS era líquido al 20%.

20 Se filtró el componente (3) de lignina después de la etapa (2) de lavado con ácido mediante filtración (4) a presión. La temperatura era de aproximadamente 82°C y el pH era de 6,5 - 7 durante la filtración. La tasa de filtración era de aproximadamente 207 kg/m³/h. El contenido en sólidos secos de la torta de filtro era de aproximadamente el 78%.

25 En estas pruebas se descubrió que puede producirse el componente de lignina con buenas propiedades. Se descubrió que el contenido en sólidos secos de la torta de componente de lignina final y la capacidad de filtración y el tiempo de tasa de filtración necesarios estaban en un buen nivel. Además, puede ahorrarse ácido sulfúrico por medio de la divulgación.

30 Además, se descubrió que la estructura de lignina en la torta del componente de lignina estaba en forma de grandes partículas individuales. Esto explica la buena capacidad de filtración y el alto contenido en sólidos secos.

Ejemplo 8

35 En este ejemplo, se forma un componente (3) de lignina mediante un lavado con ácido según la figura 6 a escala piloto.

40 Se suspendió un material (1) de lignina de partida, que era lignina obtenida por precipitación ultrarrápida, y se trató en una etapa (2) de lavado con ácido mediante una composición ácida con el fin de producir un componente de lignina. El lavado con ácido se realizó con una composición ácida que contenía H₂SO₄ y sesquisulfato de sodio (SSS) de modo que mezcla de H₂SO₄:SSS era de 1:6.

Se filtró el componente (3) de lignina después de la etapa (2) de lavado con ácido mediante filtración (4) a presión. La temperatura era de aproximadamente 82°C y el pH era de 6,5 - 7 durante la filtración.

45 En la tabla 4 se describen las condiciones de procedimiento.

Tabla 4

Prueba	T1, °C	t1, h	pH durante el lavado con ácido	pH durante la filtración
1	86	15	10	5,3
2	87	12	5,5	5,7
3	81	15	5,6	5,9
4	82	14	5,6	5,8
5	83	13	5,4	5,7
6	83	15	5,3	5,6

50 en la que T1 es la temperatura del lavado con ácido

t1 es el tiempo de retención del lavado con ácido

55 En la tabla 5 se describen los resultados del procedimiento.

Tabla 5

Prueba	Materia seca de filtrado, %	Tasa de filtración, kg de DS/m ² h	Agua de lavado, m ³ /t de lignina	Ceniza de lignina (700°C), %	Sólidos secos de torta de lignina, %
1	12	31	3,9	2,9	51,9
2	22	310	1,1	6,2	78,0
3	16	407	2,8	3,8	65,9
4	16	400	3,2	2,9	63,2
5	14	239	4,0	1,7	68,4
6	15	307	3,4	3,0	62,1

en la que DS es sólidos secos

La tasa de filtración se define durante la alimentación.

5

En las pruebas se descubrió sorprendentemente que la capacidad de filtración del componente de lignina era buena aunque se tratara el componente de lignina en un alto nivel de pH en el lavado con ácido. En las pruebas se descubrió que para permitir una tasa de filtración práctica, la suspensión del material (1) de lignina debe permanecer a pH 5 - 6 durante un tiempo suficientemente prolongado, de más de 6 horas, y a una temperatura suficientemente alta, de más de 70°C, en el lavado con ácido. Además, se descubrió que puede producirse el componente de lignina con buena calidad y sólidos secos de torta. Además, se descubrió que una alta concentración de sodio en el lavado con ácido mejora generalmente la filtración, pero habitualmente aumenta el contenido en ceniza final en el componente de lignina. Sin embargo, el contenido en ceniza estaba a un nivel adecuado.

10

Además, se descubrió que la estructura de lignina en la torta del componente de lignina estaba en forma de grandes partículas individuales. En la figura 8 se muestra un componente de lignina de la prueba 2, imagen de SEM.

15

A partir de todas las pruebas de los ejemplos 7 - 8 se descubrió que es importante para la divulgación que se usen un tiempo de retención prolongado y una alta temperatura junto con un alto nivel de pH en la etapa de lavado con ácido. Además, era importante que al menos parte de ácido sulfúrico se sustituyera por otro ácido u otro producto químico de acidificación con sal. El consumo de ácido sulfúrico puede reducirse debido al alto nivel de pH y la sustitución de ácido sulfúrico.

20

En la figura 9 se muestra una realización del método de la presente divulgación. En la figura 10 se muestra otra realización del método de la presente divulgación. En la figura 11 se muestra una realización del dispositivo de la presente divulgación.

25

En el método de la presente divulgación, se prepara un componente de lignina a partir de material (1) de lignina mediante un tratamiento con ácido. Según la divulgación, se forma un componente (3) de lignina de material (1) de lignina tratando el material de lignina por medio de una composición ácida en al menos una etapa (2) de tratamiento con ácido; y se lava el componente de lignina y se neutraliza (6) mediante un tampón de pH durante una filtración (4) después del tratamiento con ácido, y el pH en el tampón de pH es de entre 4 - 10.

30

En este contexto, material de lignina se refiere a cualquier material o composición que contiene lignina. El material de lignina puede contener uno o más componentes de material. En una realización, pueden añadirse aditivos adecuados y deseados en el material de lignina para formar un componente de lignina deseado.

35

En una realización, el material de lignina incluye material que se selecciona de un grupo que consiste en lignina a partir de procedimiento de producción de pasta alcalina, lignina de tipo kraft, lignina a partir de procedimiento de sosa, lignina procedente de un procedimiento en el que se separa lignina a partir de la materia prima mediante una disolución que incluye productos químicos adecuados y sus combinaciones.

40

En una realización, el material de lignina incluye lignina obtenida por precipitación ultrarrápida. En una realización, la lignina obtenida por precipitación ultrarrápida se obtiene tras precipitación con CO₂. Preferiblemente, la lignina obtenida por precipitación ultrarrápida se forma tal como se divulga en la solicitud de patente PCT/FI2011/050896.

45

En una realización, la lignina se precipita a partir del licor negro mediante un procedimiento continuo con CO₂ a una sobrepresión de 6 - 10 bar. En una realización, la lignina se separa mediante un método de separación de lignina de precipitación ultrarrápida, tal como se divulga en la solicitud de patente PCT/FI2011/050896. En una realización de la presente divulgación, la lignina es lignina obtenida por precipitación ultrarrápida. El término "lignina obtenida por precipitación ultrarrápida" debe entenderse en esta memoria descriptiva como lignina que se ha precipitado a partir de licor negro en un procedimiento continuo reduciendo el pH de un flujo de licor negro, bajo la influencia de una sobrepresión de 200 - 1000 kPa, hasta el nivel de precipitación de lignina usando un agente de acidificación basado en dióxido de carbono, preferiblemente dióxido de carbono, y liberando de manera repentina la presión para precipitar lignina. El tiempo de residencia en el método anterior es de menos de 300 s. Las partículas de lignina obtenida por precipitación ultrarrápida, que tienen un diámetro de partícula de menos de 2 µm, forman aglomerados, que pueden separarse a partir de licor negro usando, por ejemplo, filtración. La lignina obtenida por precipitación ultrarrápida puede purificarse y/o activarse si se necesita para el procesamiento adicional. La lignina obtenida por precipitación

50

55

- 5 ultrarrápida tiene muchas ventajas, por ejemplo actividad, capacidad de dispersión, solubilidad, capacidad de drenaje y capacidad de conservación. En una realización de la presente divulgación, el componente de lignina es una lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida. Preferiblemente, la lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida no se drena. Por tanto la lignina tiene una actividad superior y la lignina puede volver a disolverse. La lignina sólo necesita una etapa de redispersión muy sencilla cuando se añade, por ejemplo, en una mezcla adhesiva. Además, el control de la cantidad de agua en la composición basada en lignina es más fácil cuando la redispersión es más fácil. Además, la lignina es más fácil de manipular en el procedimiento porque la lignina no está en forma de polvo. Preferiblemente, la lignina de tipo kraft obtenida por precipitación ultrarrápida tiene un contenido en materia seca del 50 - 80%.
- 10 En una realización, el material de lignina se somete a tratamiento químico y/o mecánico antes de la al menos una etapa de tratamiento con ácido de la presente divulgación. En una realización, el material de lignina se precipita antes de la al menos una etapa de tratamiento con ácido. En una realización, el material de lignina vuelve a suspenderse antes del al menos un tratamiento con ácido.
- 15 En este contexto, un componente de lignina significa producto formado a partir de material de lignina en una o más etapas. El término "componente de lignina" ya se usa después de la primera etapa de tratamiento.
- 20 En una realización, la al menos una etapa (2) de tratamiento con ácido se selecciona de un grupo que consiste en lavado con ácido, hidrólisis ácida y sus combinaciones. El tratamiento (2) con ácido se lleva a cabo en una etapa o alternativamente en más de una etapa. En una realización, la al menos una etapa (2) de tratamiento con ácido es lavado con ácido. En una realización, la al menos una etapa (2) de tratamiento con ácido es hidrólisis ácida. En una realización, el material (1) de lignina se trata en dos etapas de tratamiento (2) con ácido en el que una de las etapas es lavado con ácido y una de las etapas es hidrólisis ácida.
- 25 En este contexto, el lavado con ácido se refiere a cualquier método de lavado con ácido. En una realización, el lavado con ácido se realiza con una composición ácida que contiene ácido sulfúrico (H_2SO_4), otro ácido u otro producto químico de acidificación adecuado o su combinación. La optimización del procedimiento afecta de manera positiva al consumo de H_2SO_4 u otro ácido u otro producto químico de acidificación.
- 30 En este contexto, la hidrólisis ácida se refiere a cualquier método de hidrólisis ácida. En una realización, la hidrólisis ácida se realiza por medio de H_2SO_4 u otro producto químico de acidificación adecuado, normalmente en presencia de agua.
- 35 En una realización, la composición ácida incluye H_2SO_4 que puede ser ácido virgen o ácido reciclado. En una realización, la composición ácida incluye producto químico de acidificación.
- 40 Preferiblemente, en la etapa de tratamiento con ácido de la divulgación se selecciona una combinación adecuada de temperatura, tiempo de retención y nivel de pH. La combinación seleccionada varía basándose en el método de lavado con ácido o hidrólisis, material de lignina, composición ácida y producto deseado.
- 45 Puede usarse cualquier procedimiento de tratamiento con ácido en relación con la presente divulgación, por ejemplo puede usarse un procedimiento de tratamiento con ácido tal como se divulga en la solicitud de patente FI20116253 o FI20125703 u otro método de tratamiento con ácido adecuado.
- 50 En una realización, se prepara un componente de lignina a partir de material (1) de lignina mediante un tratamiento con ácido suave de modo que el material (1) de lignina se trata en al menos una etapa (2) de tratamiento con ácido y la al menos una etapa de tratamiento con ácido se optimiza por medio de una combinación de parámetros de procedimiento que comprenden tiempo de retención, por ejemplo tiempo de retención prolongado, temperatura, por ejemplo alta temperatura, y nivel de pH, por ejemplo suficientemente bajo, con el fin de reducir la ceniza y/o hidratos de carbono en el componente de lignina, y preferiblemente con el fin de retirar una sustancia no deseada a partir del componente de lignina y purificar el componente de lignina. En una realización, el componente de lignina se forma tal como se divulga en la solicitud de patente FI 20116253.
- 55 En una realización, el método que comprende: optimizar las condiciones de procedimiento en la etapa de tratamiento con ácido de modo que se usan una alta temperatura, un tiempo de retención prolongado y un nivel de pH bajo durante el tratamiento con ácido.
- 60 Preferiblemente, se usa un tiempo de retención prolongado en la etapa de tratamiento con ácido, en al menos una etapa de tratamiento con ácido. En este contexto, el tiempo de retención significa el tiempo de la etapa de tratamiento con ácido. El tiempo de retención no incluye un tiempo de filtración.
- 65 En una realización, se usa un tiempo de retención que es de más de 6 horas durante el tratamiento con ácido. Preferiblemente, se prepara un componente de lignina a partir de material de lignina mediante un tratamiento con ácido, comprendiendo el método: formar un componente de lignina de material de lignina tratando el material de lignina en al menos una etapa de tratamiento con ácido; y optimizar las condiciones de procedimiento por medio de una

combinación de parámetros de procedimiento que comprenden tiempo de retención, temperatura y nivel de pH en la etapa de tratamiento con ácido de modo que el tiempo de retención es de más de 6 horas durante al menos una etapa de tratamiento con ácido.

5 En una realización, se usa un tiempo de retención que es de más de 8 horas durante el tratamiento con ácido. En una realización, se usa un tiempo de retención que es de más de 10 horas durante el tratamiento con ácido. En una realización, se usa un tiempo de retención que es de más de 16 horas durante el tratamiento con ácido.

10 En una realización, se usa una temperatura que es de más de 70°C durante el tratamiento con ácido. En una realización, la temperatura es de más de 72°C, más preferiblemente más de 73°C y lo más preferiblemente más de 75°C.

15 En una realización, se usa un nivel de pH que es de entre 0,5 - 4 durante el tratamiento con ácido. En una realización preferida, el nivel de pH es lo suficientemente bajo durante la etapa de tratamiento. En una realización, el nivel de pH es de menos de 3,5, preferiblemente entre 2 - 3. En una realización, el nivel de pH es de menos de 2,0, preferiblemente entre 0,5 - 1,5. En una realización, puede usarse un nivel de pH que es de entre 2 - 4.

20 En una realización, el método comprende una etapa de tratamiento previo antes de la al menos una etapa de tratamiento con ácido. En una realización, el material de lignina vuelve a suspenderse en la etapa de tratamiento previo. En una realización preferida, la etapa de tratamiento previo es una etapa de ablandamiento de lignina en la que se ablanda la lignina y se modifica la estructura de la lignina.

25 Es importante para la divulgación que se use un tiempo de retención prolongado al menos en una etapa de tratamiento con ácido. Alternativamente, puede usarse un tiempo de retención prolongado en más de una etapa. El tiempo de retención prolongado puede usarse en la etapa de tratamiento con ácido, por ejemplo en el lavado con ácido y/o en la hidrólisis ácida, y/o en la etapa de tratamiento previo.

30 Aumentando el tiempo de retención y/o la temperatura, pueden mejorarse el contenido en sólidos secos y la capacidad de filtración. Un contenido en sólidos secos mejorado de la torta de filtro conduce a un consumo de energía menor en el secado y a un consumo menor de líquido de lavado en el lavado para obtener una buena pureza.

35 En una realización, el pH en el tampón de pH es de entre 5 - 9. En una realización, el pH en el tampón de pH es de entre 6 - 8. En una realización, el pH en el tampón de pH es de más de 4, preferiblemente más de 5 y más preferiblemente más de 6. En una realización, el pH en el tampón de pH es de menos de 10, preferiblemente menos de 9 y más preferiblemente menos de 8. Un líquido de lavado altamente alcalino, en el que el pH es superior a 10, aumenta rápidamente la disolución de lignina.

En una realización, el tampón de pH está en forma de disolución.

40 El tampón de pH puede incluir uno o más de un componente. Preferiblemente, el tampón de pH contiene al menos un agente de tamponamiento. En una realización, el tampón de pH incluye un agente de tamponamiento seleccionado de un grupo que consiste en citrato, acetato, carbonato y sus combinaciones. En una realización, el tampón de pH incluye compuesto basado en compuesto alcalino, por ejemplo NaOH. En una realización, el compuesto basado en compuesto alcalino se usa para ajustar el nivel de pH en el tampón de pH. En una realización, el tampón de pH incluye citrato como agente de tamponamiento. En una realización, el tampón de pH incluye citrato y compuestos basados en compuesto alcalino y agua, y el pH del tampón de pH es de entre 5 - 7. Alternativamente, el tampón de pH puede incluir cualquier agente de tamponamiento adecuado. En una realización, el tampón de pH incluye agua. La composición del tampón de pH puede optimizarse teniendo en cuenta los requisitos de los procedimientos y productos finales.

50 Preferiblemente, el método de la divulgación comprende el filtrado (4) del componente de lignina después del tratamiento con ácido. En una realización, el componente (3) de lignina formado se filtra en la etapa (4) de filtración después al menos de la última etapa (2) de tratamiento con ácido.

55 En este contexto, la filtración se refiere a cualquier método de filtración que puede usarse en la filtración de la lignina. Preferiblemente, en la filtración el componente de lignina se filtra, se lava y se prensa y opcionalmente se seca al aire. La filtración puede realizarse mediante cualquier dispositivo de filtración adecuado. En una realización, el componente de lignina formado se filtra mediante filtración a presión o filtración a vacío. En una realización, la presión es de entre 10 - 20 bar, preferiblemente 13 - 17 bar y más preferiblemente de aproximadamente 15 bar en la filtración a presión.

60 La filtración comprende una etapa de filtración, que contiene la alimentación del componente de lignina, para formar una torta de filtro y una etapa de lavado, tal como una etapa de lavado de torta, para lavar la torta de filtro con el fin de reducir el contenido en ceniza en el producto de lignina. Además, la filtración puede comprender una etapa de prensado previo antes de la etapa de lavado y una etapa de prensado final después de la etapa de lavado.

65 Preferiblemente, el componente de lignina se neutraliza durante la filtración, preferiblemente en relación con la etapa

de lavado, tal como etapa de lavado de torta. Preferiblemente, el lavado del componente de lignina se realiza por medio del tampón de pH. Simultáneamente, se neutraliza el componente de lignina. Se usa el tampón de pH en vez de agua limpia cuando se lava la torta de filtro.

5 En la presente divulgación, el dispositivo (10) de filtración comprende un equipo de alimentación de lignina para alimentar el componente (7) de lignina a partir de una etapa de tratamiento con ácido al dispositivo de filtración, y una etapa de filtración para formar una torta del componente de lignina y una etapa de lavado para lavar la torta, y un equipo (9) de alimentación de tampón de pH para alimentar el tampón (8) de pH a la etapa de lavado. En la etapa de lavado se lava el componente de lignina y se neutraliza mediante el tampón de pH. Alternativamente, el dispositivo de filtración puede comprender una etapa de prensado previo entre la etapa de filtración y la etapa de lavado y/o una etapa de prensado final después de la etapa de lavado. El equipo (9) de alimentación de tampón de pH puede contener uno o más de un dispositivo seleccionado del grupo que consiste en un depósito, conducto, tubería, tubo, bomba y su combinación o similares para alimentar el tampón de pH a la etapa de lavado.

10
15 En una realización, el dispositivo (10) de filtración comprende al menos un depósito de alimentación a partir del cual se alimenta tampón de pH o componente del tampón de pH a la etapa de lavado, al equipo de alimentación de tampón de pH o a un dispositivo de mezclado. En una realización, el tampón de pH se alimenta desde el depósito de alimentación a la etapa de lavado por medio del equipo de alimentación de tampón de pH. En una realización, el equipo de alimentación de tampón de pH contiene al menos un depósito de alimentación. En una realización, el tampón de pH se alimenta desde el depósito de alimentación a la etapa de lavado.

20
25 En una realización, el dispositivo (10) de filtración comprende un dispositivo (11) de mezclado. En una realización, el dispositivo de mezclado contiene al menos un depósito de mezclado o al menos una mezcladora, por ejemplo mezcladora estática, en un recipiente o una tubería con el fin de formar el tampón de pH. El tampón de pH puede formarse en el dispositivo de mezclado, por ejemplo en el depósito de mezclado, combinando componentes del tampón de pH entre sí y/o mezclando. El tampón de pH se alimenta desde el dispositivo de mezclado a la etapa de lavado por medio del equipo de alimentación de tampón de pH o a través del equipo de alimentación de tampón de pH. Alternativamente, la formación o el mezclado del tampón de pH puede realizarse en el equipo de alimentación de tampón de pH, tal como en la tubería. En una realización los componentes del tampón de pH se alimentan desde los depósitos al equipo de alimentación para combinar los componentes en el equipo de alimentación. En una realización, el equipo de alimentación de tampón de pH comprende el dispositivo de mezclado, por ejemplo mezcladora estática en la tubería.

30
35 En una realización, el dispositivo (10) de filtración comprende un dispositivo de ajuste para ajustar el pH del tampón de pH entre 4 y 10, preferiblemente antes de la etapa de lavado. En una realización, el pH del tampón de pH se analiza mediante un dispositivo de análisis. En una realización, el dispositivo (10) de filtración comprende unos medios de control para determinar el pH del tampón de pH y/o ajustar el pH del tampón de pH entre 4 y 10, preferiblemente antes de la etapa de lavado. En una realización, los medios de control comprenden al menos un dispositivo de análisis. En una realización, los medios de control comprenden al menos un dispositivo de ajuste. En una realización, los medios de control comprenden al menos un dispositivo de análisis y al menos un dispositivo de ajuste. Los medios de control, el dispositivo de ajuste o el dispositivo de análisis pueden estar dispuestos en conexión con el equipo de alimentación de tampón de pH o el dispositivo de mezclado. Alternativamente, los medios de control, el dispositivo de ajuste o el dispositivo de análisis pueden estar dispuestos antes del equipo de alimentación de tampón de pH. En una realización, el dispositivo de ajuste contiene medios para añadir tampón de pH a la etapa de lavado y/o medios para añadir agente de tamponamiento al tampón de pH. En una realización, el dispositivo de ajuste contiene al menos una válvula ajustable para ajustar la alimentación del tampón de pH a la etapa de lavado. En una realización, el equipo de alimentación de tampón de pH contiene al menos una válvula ajustable para ajustar la alimentación del tampón de pH a la etapa de lavado en el que la válvula ajustable puede ajustarse, por ejemplo, por medio de los medios de control o de manera manual.

40
45
50 En una realización, la formación del tampón de pH se realiza como un procedimiento discontinuo. En una realización, la formación del tampón de pH se realiza como un procedimiento continuo.

55 En una realización, el dispositivo de filtración comprende depósitos de alimentación, un dispositivo de mezclado que contiene un depósito de mezclado y una mezcladora estática, y un equipo de alimentación de tampón de pH que contiene una tubería y una bomba, y se alimentan componentes del tampón de pH a partir de los depósitos de alimentación y agua al depósito de mezclado en el que se forma el lote del tampón de pH mediante mezclado con la mezcladora estática, y se alimenta el tampón de pH desde el dispositivo de mezclado a la etapa de lavado por medio del equipo de alimentación de tampón de pH.

60
65 En una realización, el dispositivo de filtración comprende depósitos de alimentación, un equipo de alimentación de tampón de pH que contiene una tubería y una bomba, y un dispositivo de mezclado que contiene una mezcladora estática en conexión con el equipo de alimentación de tampón de pH, y se alimentan componentes del tampón de pH a partir de los depósitos de alimentación y agua a la tubería del equipo de alimentación de tampón de pH en el que se forma el tampón de pH mediante mezclado con la mezcladora estática, y se suministra el tampón de pH a la etapa de lavado mediante la bomba. Alternativamente, no se mezclan componentes del tampón de pH y agua en la tubería

cuando se forma el tampón de pH.

En una realización, el tampón de pH se alimenta directamente, por ejemplo en un depósito de alimentación, a la etapa de lavado por medio del equipo de alimentación de tampón de pH que contiene la tubería y la bomba.

5

En una realización, la temperatura es de más de 50°C durante la filtración (4).

Preferiblemente, una capacidad de filtración mejorada, especialmente mejor tasa de filtración, lograda por medio de la optimización, conduce a un menor requisito de presión en la filtración y a un tiempo de filtración más corto. Entonces pueden usarse filtros más económicos, por ejemplo basándose en el tamaño y tipo de dispositivo.

10

Preferiblemente, el pH del componente de lignina es de entre 4 - 8 después de la filtración (4), en una realización entre 5 - 7. En una realización, el pH del componente de lignina es de más de 5, en una realización más de 6. En una realización, el pH del componente de lignina es de menos de 8, en una realización menos de 7. En una realización preferida, el pH del componente de lignina es de aproximadamente 7.

15

En una realización, el componente de lignina se seca después de la filtración.

Además, la divulgación se refiere al componente de lignina que tiene propiedades específicas, tales como alto tamaño de partícula. Preferiblemente, el componente de lignina tiene un área de superficie específica de entre 0,1 - 1,0 m²/g, preferiblemente entre 0,2 - 0,7 m²/g y más preferiblemente entre 0,3 - 0,6 m²/g. En las pruebas se descubre que el tamaño de partícula se correlaciona con el área de superficie específica. Preferiblemente, el componente de lignina tiene un tamaño de partícula que es mayor que en productos de lignina típicos.

20

En una realización, el componente de lignina se seca y/o se tritura después de la filtración. En una realización, el componente de lignina que se seca y se tritura para dar partículas finas tiene una densidad aparente de entre 200 - 800 g/cm³, preferiblemente entre 300 - 700 g/cm³, más preferiblemente entre 400 - 600 g/cm³ y en una realización aproximadamente 500 g/cm³. En una realización, la densidad aparente se determina de modo que el componente de lignina se seca y se tritura para dar partículas finas y, después de eso, el componente de lignina triturado se pone en un recipiente a granel intermedio flexible, a partir del cual se toma una muestra, y se mide la densidad aparente del componente de lignina a partir de la muestra. Preferiblemente, la densidad aparente del componente de lignina de la presente divulgación es mayor que en productos de lignina típicos conocidos en la técnica.

25

30

Además, la divulgación se refiere al componente de lignina que se forma a partir de material de lignina mediante un tratamiento con ácido, en el que se forma un componente de lignina de material de lignina de modo que el material de lignina se trata por medio de una composición ácida en al menos una etapa de tratamiento con ácido; y el componente de lignina se lava y se neutraliza mediante un tampón de pH durante una filtración después del tratamiento con ácido, y el pH en el tampón de pH es de entre 4 - 10.

35

Preferiblemente, el contenido en ceniza del componente de lignina es bajo.

40

Además, la divulgación se refiere a un uso del componente de lignina que puede obtenerse mediante el método de la divulgación, en el que el componente de lignina se usa como componente en la fabricación de un producto final seleccionado de un grupo que consiste en carbono activado, fibra de carbono, material compuesto de lignina, material aglutinante, componente fenólico, agente de dispersión y sus combinaciones.

45

Además, la divulgación se refiere a un producto que incluye el componente de lignina que puede obtenerse mediante el método de la divulgación. En una realización, el producto se selecciona de un grupo que consiste en carbono activado, fibra de carbono, material compuesto de lignina, por ejemplo material compuesto de lignina-plástico o material compuesto de lignina-fibra, material aglutinante, componente fenólico, agente de dispersión y sus combinaciones.

50

La divulgación se basa especialmente en mejorar las propiedades del componente de lignina. Cuando el material de lignina se trata con ácido en una o más etapas de tratamiento con ácido optimizando el tiempo de retención, la temperatura y el nivel de pH, entonces pueden mejorarse las propiedades, por ejemplo pureza, contenido en sólidos secos, capacidad de filtración, cantidades de hidratos de carbono y ceniza, del componente de lignina. Además, puede reducirse el olor en el componente de lignina. Además, cuando se neutraliza el componente de lignina entonces puede obtenerse el componente de lignina neutra. Entonces se proporciona un componente de lignina que es adecuado para su uso en aplicaciones típicas y especiales.

55

60

El método según la presente divulgación proporciona el componente de lignina neutra con buena calidad, tal como pureza y contenido en sólidos secos. Cuando se mejora la pureza y se aumenta el contenido en sólidos secos del componente de lignina, entonces pueden proporcionarse mejores propiedades del producto de lignina y el producto final. Se mejoran la capacidad de filtración del componente de lignina y los costes de funcionamiento en las etapas de procedimiento posteriores, por ejemplo en el secado.

65

Es importante que se obtenga el componente de lignina neutra con propiedades de pureza. El componente de lignina neutra no es corrosivo. Entonces, no se necesitan etapas de procedimiento adicionales para neutralizar lignina, cuando se sustituye agua limpia por tampón de pH durante el lavado. La neutralización del producto de lignina en una etapa de procedimiento adicional es extremadamente difícil dado que, después de la etapa de neutralización independiente, es difícil realizar una etapa de eliminación de agua del producto de lignina. La producción de lignina neutra es necesaria para la mayoría de las aplicaciones. Además, incluso la combustión del componente de lignina se beneficia de la naturaleza no corrosiva de este biocombustible. Puede alimentarse componente de lignina no corrosivo en un procedimiento de aplicación sin necesidad de usar acero inoxidable/a prueba de ácido como material en sistemas de alimentación. Además, puede usarse material convencional en silos de almacenamiento. Además, la lignina neutra es menos perjudicial para la salud.

La presente divulgación proporciona una manera industrialmente aplicable, sencilla y asequible de preparar el componente de lignina a partir del material de lignina. El método según la presente divulgación es fácil y sencillo de realizar como procedimiento de producción. El método según la presente divulgación es adecuado para su uso en la fabricación de los diferentes componentes de lignina a partir de diferentes materiales de lignina.

Además, la divulgación se describe en más detalle mediante los siguientes ejemplos 9 - 12 con referencia a las figuras adjuntas 9 - 11. Los ejemplos que no se encuentran dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas se describen con propósitos de referencia.

Ejemplo 9

En este ejemplo y en la figura 9, se forma un componente (3) de lignina mediante un tratamiento con ácido.

Se trata un material (1) de lignina de partida, que es lignina obtenida por precipitación ultrarrápida, mediante una etapa (2) de tratamiento con ácido que es una etapa de lavado con ácido. Las condiciones del procedimiento son las siguientes: la temperatura es de aproximadamente 70°C, el tiempo de retención es de más de 6 horas y el nivel de pH es de aproximadamente 3. El lavado con ácido se realiza con H₂SO₄.

Se filtra el componente (3) de lignina después del lavado (2) con ácido mediante filtración (4) a presión. La temperatura es de más de 50°C durante la filtración. Durante la filtración (4), el lavado y la neutralización (6) del componente de lignina se realizan mediante disolución (8) de tampón de pH que contiene citrato, acetato y/o carbonato como agente de tamponamiento. El pH de la disolución de tampón de pH es de aproximadamente 5 - 7.

Se obtiene el componente de lignina neutra. El componente de lignina tiene un área de superficie específica de entre 0,1 - 1,0 m²/g.

Ejemplo 10

En este ejemplo y en la figura 10, se forma un componente (3) de lignina mediante un tratamiento con ácido.

Se trata un material (1) de lignina de partida, que es lignina obtenida por precipitación ultrarrápida, en primer lugar en una etapa 5 de tratamiento previo en la que se realizan una etapa de nueva suspensión y una filtración, y después en una etapa (2) de tratamiento con ácido que es una etapa de lavado con ácido. Las condiciones del procedimiento son las siguientes: la temperatura es de aproximadamente 70°C, el tiempo de retención es de más de 6 horas y el nivel de pH es de aproximadamente 3. El lavado con ácido se realiza con H₂SO₄.

Se filtra el componente (3) de lignina después del lavado (2) con ácido mediante filtración (4) a presión. La temperatura es de más de 50°C durante la filtración. Durante la filtración (4), se realizan el lavado y la neutralización (6) del componente de lignina mediante una disolución (8) de tampón de pH que contiene citrato, acetato y/o carbonato como agente de tamponamiento. El pH de la disolución de tampón de pH es de aproximadamente 6 - 7.

Se obtiene el componente de lignina neutra. El componente de lignina tiene un área de superficie específica de entre 0,2 - 0,7 m²/g.

Ejemplo 11

En este ejemplo y en la figura 11, un componente (7) de lignina formado mediante un tratamiento con ácido se filtra mediante filtración (4) a presión. La temperatura es de más de 50°C durante la filtración. Durante la filtración (4), el lavado y la neutralización (6) del componente de lignina se realizan mediante una disolución de tampón de pH que contiene citrato como agente de tamponamiento. El pH de la disolución de tampón de pH es de aproximadamente 6 - 7.

La filtración, el lavado y la neutralización se llevan a cabo en un dispositivo (10) de filtración. El dispositivo (10) de filtración comprende un equipo de alimentación de lignina para alimentar el componente de lignina al dispositivo, una etapa de filtrado para formar una torta del componente de lignina, una etapa de lavado para lavar la torta y una etapa

de prensado final para prensar. Alternativamente, el dispositivo de filtración puede comprender una etapa de prensado previo entre la etapa de filtración y la etapa de lavado. Se forma un componente (3) de producto de lignina durante la filtración.

5 La disolución de tampón de pH se forma a partir de agente (12a) de tamponamiento que contiene agente de citrato, NaOH (12b) y agua (13) mezclando en un dispositivo (11) de mezclado que comprende un depósito de mezclado o una mezcladora en un recipiente o una tubería. La disolución (8) de tampón de pH se alimenta mediante un equipo (9) de alimentación de tampón de pH que contiene una tubería de alimentación y una bomba a una etapa de lavado del dispositivo (10) de filtración para lavar y neutralizar una torta del componente (7) de lignina. Alternativamente, el
10 mezclado de la disolución de tampón de pH puede realizarse en el equipo de alimentación, tal como en la tubería.

El componente (3) de lignina puede secarse y triturarse.

15 Ejemplo 12

En este ejemplo, el pH del componente de producto de lignina se determina después de la filtración. El pH se mide a partir de los componentes de lignina de la presente divulgación y muestras de referencia.

20 Los componentes de lignina de la presente divulgación se han formado por medio de los ejemplos 9 y 11. Durante la filtración, los productos de lignina se lavaron mediante el tampón de pH en el que el pH era de 6. El tampón de pH contenía agente de citrato (ácido cítrico a 2,1 g/l), NaOH (pH 6) y agua.

25 Las muestras de referencia se han formado mediante medios similares a los puntos del ensayo. Durante la filtración, los productos de lignina se lavaron mediante agua limpia.

30 En la filtración, los tiempos de alimentación, compresión y lavado de torta fueron similares al comparar agua y el tampón de pH en el lavado de torta. El pH de la alimentación basada en lignina era de aproximadamente 2,5 antes de la filtración. Finalmente, una torta de filtro formada en la filtración se suspendió en agua (ds del 25%), se mezcló durante 1 h a 60°C, se enfrió hasta 25°C y se midió el pH.

En la tabla 6 se describen los resultados.

Tabla 6

Muestra de lignina	torta húmeda, kg	materia seca, %	agua/tampón	agua/tampón, m ³ /t de lignina usados	pH del producto de lignina
A	3,5	69,9	agua	1,7	3,36
A	3,2	71,5	agua	2,7	3,36
A	3,4	71,7	buffer	2,5	3,73
B	2,7	79,7	agua	2,3	3,51
B	2,6	75,5	buffer	2,6	4,16

35 Se descubre que el pH del componente de lignina puede aumentarse por medio del método según la presente divulgación en comparación con muestras de referencia.

40 Incluso cuando el pH del tampón de pH era de tan sólo 6, por tanto inferior al pH de agua limpia, el pH en el componente de lignina final era superior cuando se usó el tampón de pH. Esto muestra funcionalidad de la divulgación. El contenido en ceniza y sólidos secos de la torta de filtro, el tiempo necesario para el lavado de torta y el tiempo necesario para el prensado final fueron similares al lavado con agua limpia.

45 En estas pruebas de los ejemplos 9 - 12 se descubrió que puede producirse el componente de lignina neutra con buenas propiedades, tales como pureza. Se descubrió que el contenido en sólidos secos de la torta de componente de lignina final y la capacidad de filtración y el tiempo de tasa de filtración necesarios estaban a un buen nivel.

50 Además, se descubrió que la estructura de lignina en la torta del componente de lignina estaba en forma de grandes partículas individuales. Esto explica la buena capacidad de filtración y el alto contenido en sólidos secos.

55 Además, la divulgación se refiere al componente de lignina que tiene propiedades específicas, tales como alto tamaño de partícula. Preferiblemente, el componente de lignina tiene un área de superficie específica de entre 0,1 - 1,0 m²/g, preferiblemente entre 0,2 - 0,7 m²/g y más preferiblemente entre 0,3 - 0,6 m²/g. En las pruebas se descubre que el tamaño de partícula se correlaciona con el área de superficie específica. Preferiblemente, el componente de lignina tiene un tamaño de partícula que es mayor que en productos de lignina típicos.

En una realización, el componente de lignina se seca.

5 En una realización, el componente de lignina se seca y/o se tritura después de la filtración. En una realización, el componente de lignina que se seca y se tritura para dar partículas finas tiene una densidad aparente de entre 200 - 800 g/cm³, preferiblemente entre 300 - 700 g/cm³, más preferiblemente entre 400 - 600 g/cm³ y en una realización aproximadamente 500 g/cm³. En una realización, la densidad aparente se determina de modo que el componente de lignina se seca y se tritura para dar partículas finas y, después de eso, el componente de lignina triturado se pone en un recipiente a granel intermedio flexible, a partir del cual se toma una muestra, y se mide la densidad aparente del componente de lignina a partir de la muestra. Preferiblemente, la densidad aparente del componente de lignina de la presente divulgación es mayor que en productos de lignina típicos conocidos en la técnica.

10 Ejemplo 13

En este ejemplo, se determinan las áreas de superficie específicas de componentes de lignina a partir del componente de lignina de la presente divulgación y muestras de referencia.

15 Los componentes de lignina de la presente divulgación se han formado por medio de un tratamiento con ácido según la presente divulgación en el que se usa un tiempo de retención prolongado, de más de 6 h, y una temperatura de más de 70°C.

20 Las muestras de referencia han formado por medio de un procedimiento de tratamiento con ácido típico en el que se usa una baja temperatura y un tiempo de retención corto.

En la tabla 7 se describen los resultados.

25 Tabla 7

Muestra	Área de superficie específica BET, m ² /g
Referencia 1	2,00
Referencia 2	3,35
Componente de lignina de la presente divulgación	0,54
Componente de lignina de la presente divulgación	0,37

El componente de lignina de la presente divulgación tiene un tamaño de partícula que es mayor que en productos de lignina típicos.

30 Se descubrió que el tamaño de partícula se correlaciona con el área de superficie específica.

35 En la presente divulgación se descubre que el contenido en ceniza y el contenido en hidratos de carbono pueden reducirse durante la hidrólisis ácida sin influencia principal sobre la estructura de lignina. A partir de la técnica anterior se conoce bien que los hidratos de carbono pueden retirarse a partir de lignina usando hidrólisis ácida fuerte, pero esto dará como resultado la formación de residuo carbonoso de la lignina. Gracias a la divulgación, los hidratos de carbono pueden retirarse a partir de lignina usando condiciones leves en la hidrólisis ácida.

40 Si el producto de lignina tiene un pH de 2,5, entonces puede necesitarse una etapa de procedimiento adicional para neutralizar producto de lignina cuando se requiere una lignina casi neutra en algunas aplicaciones o procesamiento aguas abajo. Una etapa de neutralización independiente provocará un coste adicional significativo al procedimiento, dado que el filtrado de suspensión de lignina casi neutra es extremadamente lento usando métodos convencionales. Evidentemente, un contenido en sólidos secos inferior de la torta de filtro obtenida tras una etapa de neutralización convencional tiene el mayor efecto sobre los costes de funcionamiento aumentados. Gracias a las realizaciones de la divulgación, el producto de lignina neutra puede formarse sin etapas de neutralización independientes.

45 El método según la presente divulgación es adecuado en diferentes realizaciones que van a usarse para preparar las clases más diversas de componentes de lignina a partir de diferentes materiales de lignina. El componente de lignina según la presente divulgación es adecuado en diferentes realizaciones que van a usarse en diferentes productos finales.

50

REIVINDICACIONES

1. Método para preparar un componente de lignina a partir de un material de lignina mediante un tratamiento con ácido, comprendiendo el método:
 - 5 - tratar previamente el material de lignina volviendo a suspender el material de lignina,
 - formar el componente de lignina del material de lignina tratando el material de lignina en una etapa de tratamiento con ácido por medio de una composición ácida, y
 - 10 - optimizar las condiciones de procedimiento en la etapa de tratamiento con ácido de modo que se usan alta temperatura de más de 70°C, tiempo de retención prolongado de más de 6 horas y pH de entre 4,5-7 durante el tratamiento con ácido.
- 15 2. Método según la reivindicación 1, en el que la etapa de tratamiento con ácido es lavado con ácido.
3. Método según la reivindicación 1 ó 2, en el que la composición ácida incluye H₂SO₄ y/o sal que contiene producto químico de acidificación.
- 20 4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la composición ácida incluye sesquisulfato de sodio.
5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el nivel de pH es de entre 5 y 6.
- 25 6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el tiempo de retención es de más de 10 horas.
7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la temperatura es de más de 80°C.
- 30 8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el método comprende: filtrar el componente de lignina después de la etapa de tratamiento con ácido.
9. Método según la reivindicación 8, en el que el componente de lignina se filtra mediante filtración a presión o filtración a vacío.
- 35 10. Método según la reivindicación 8 o la reivindicación 9, en el que el nivel de pH vuelve a ajustarse justo antes de la filtración.
- 40 11. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el método comprende: precipitar el material de lignina antes de la etapa de tratamiento previo.
12. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el material de lignina incluye lignina obtenida por precipitación ultrarrápida.
- 45 13. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que en la etapa de tratamiento previo el tiempo de retención es de menos de 2 horas, la temperatura es de entre 55-70°C y el pH es de entre 9 y 10,5.
14. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el método comprende además formar un producto que incluye el componente de lignina.
- 50 15. Método según la reivindicación 14, en el que el producto se selecciona de un grupo que consiste en carbono activado, fibras de carbono, materiales compuestos de lignina, materiales aglutinantes, componentes fenólicos, agentes de dispersión y sus combinaciones.

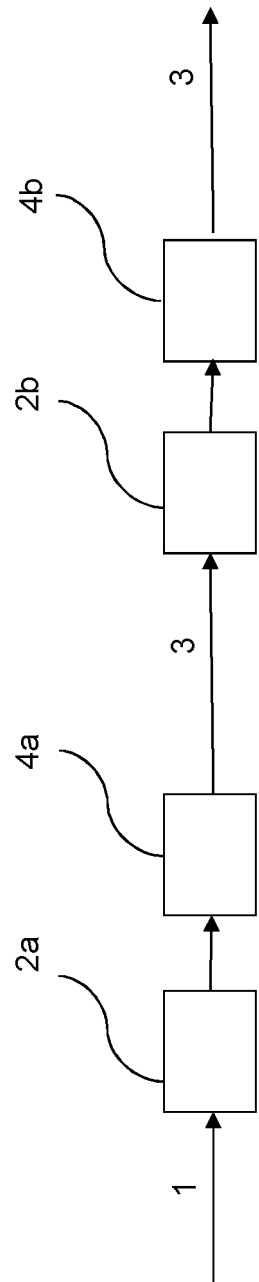


Fig. 1

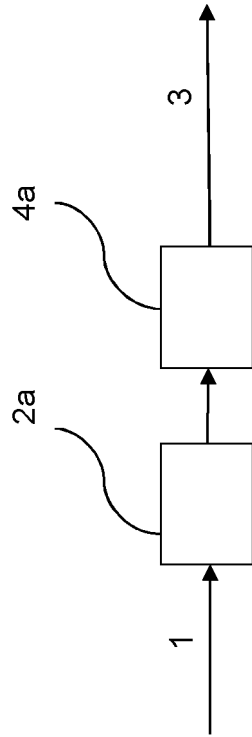


Fig. 2

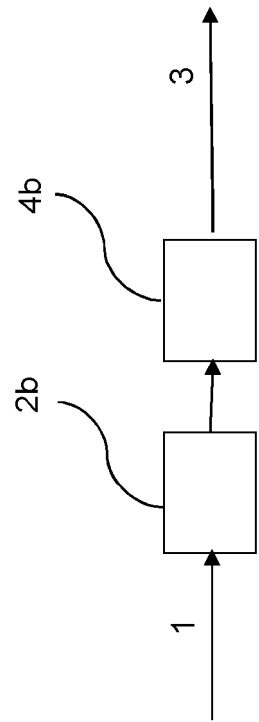


Fig. 3

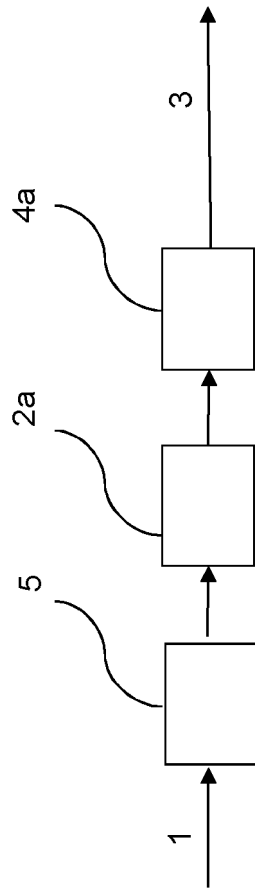


Fig. 4

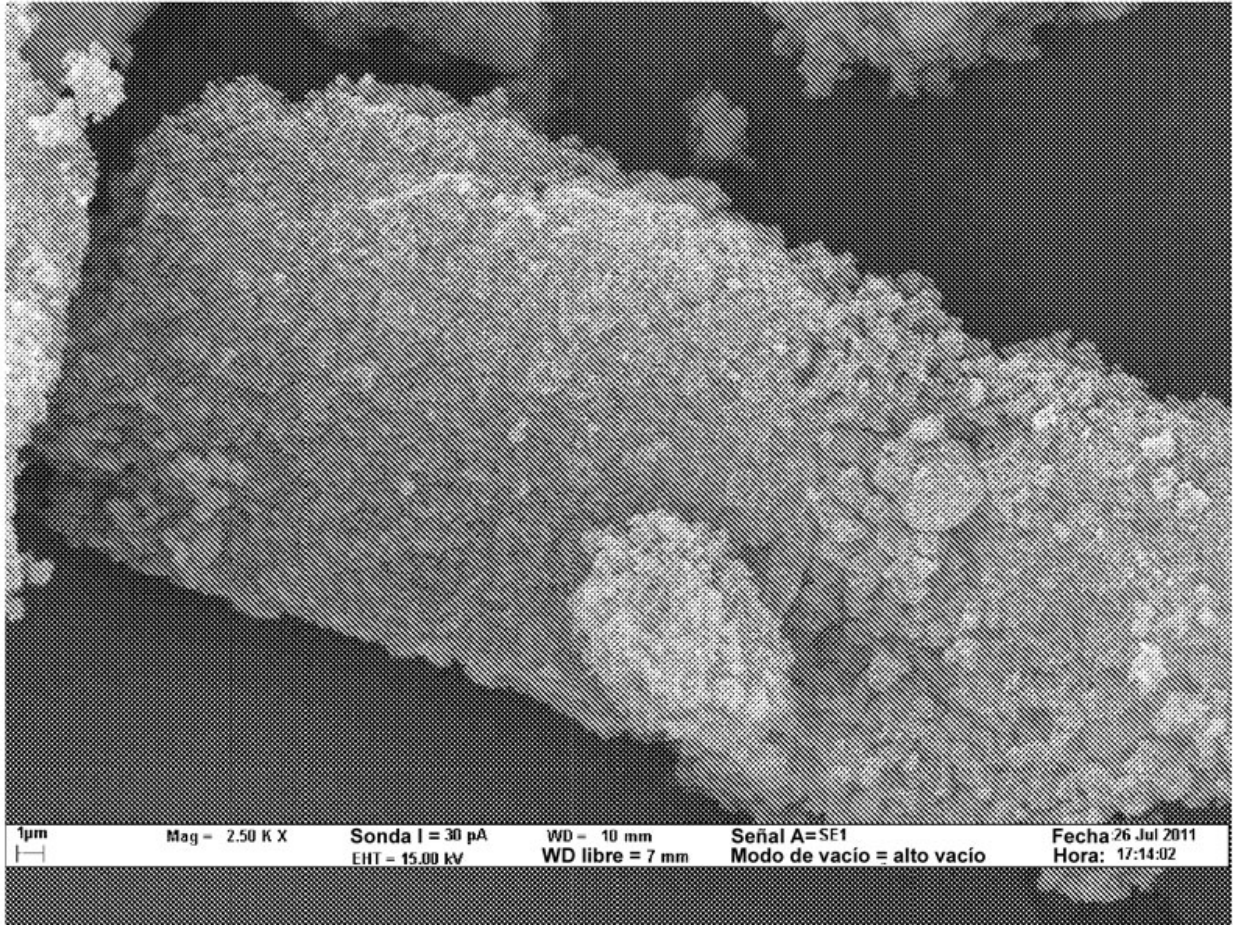


Fig. 5a

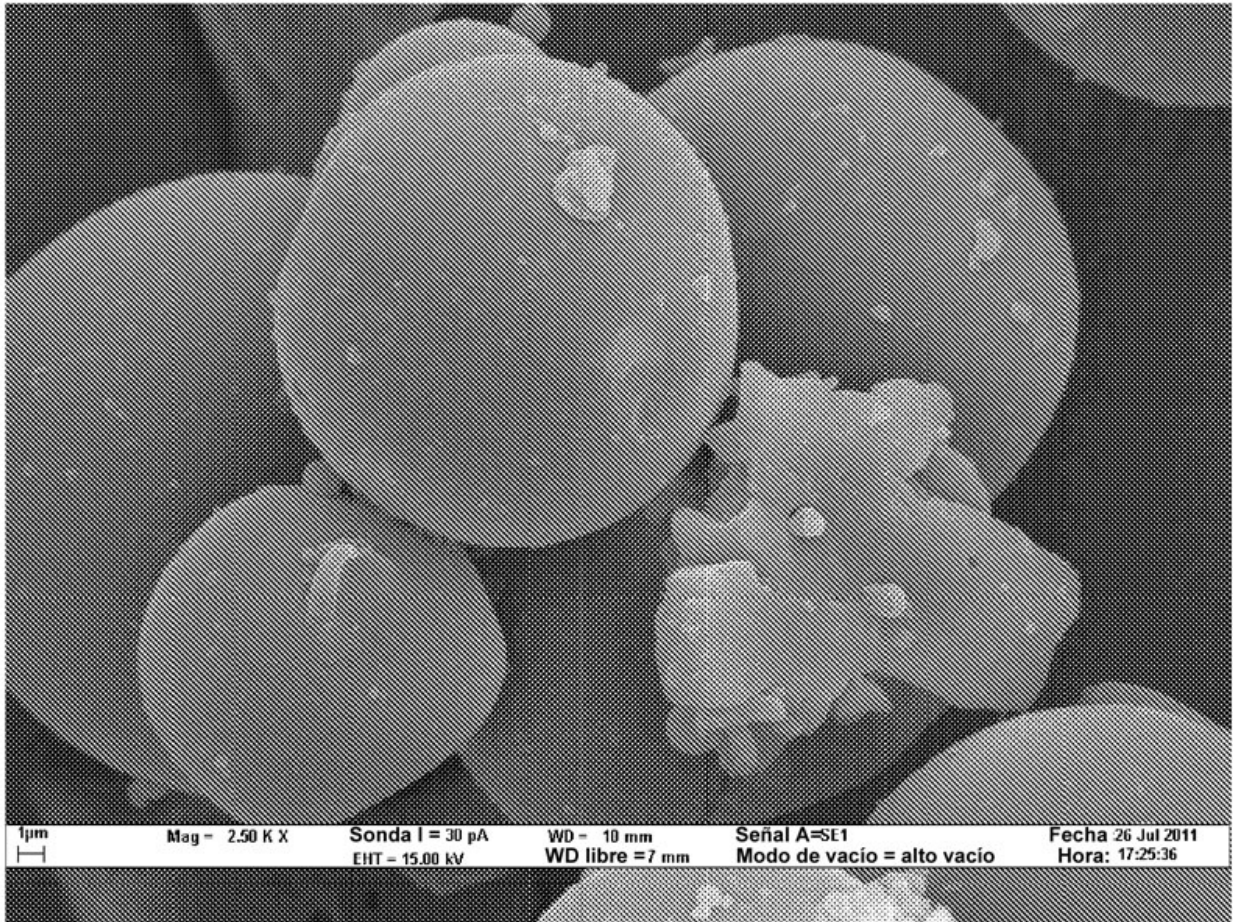


Fig. 5b

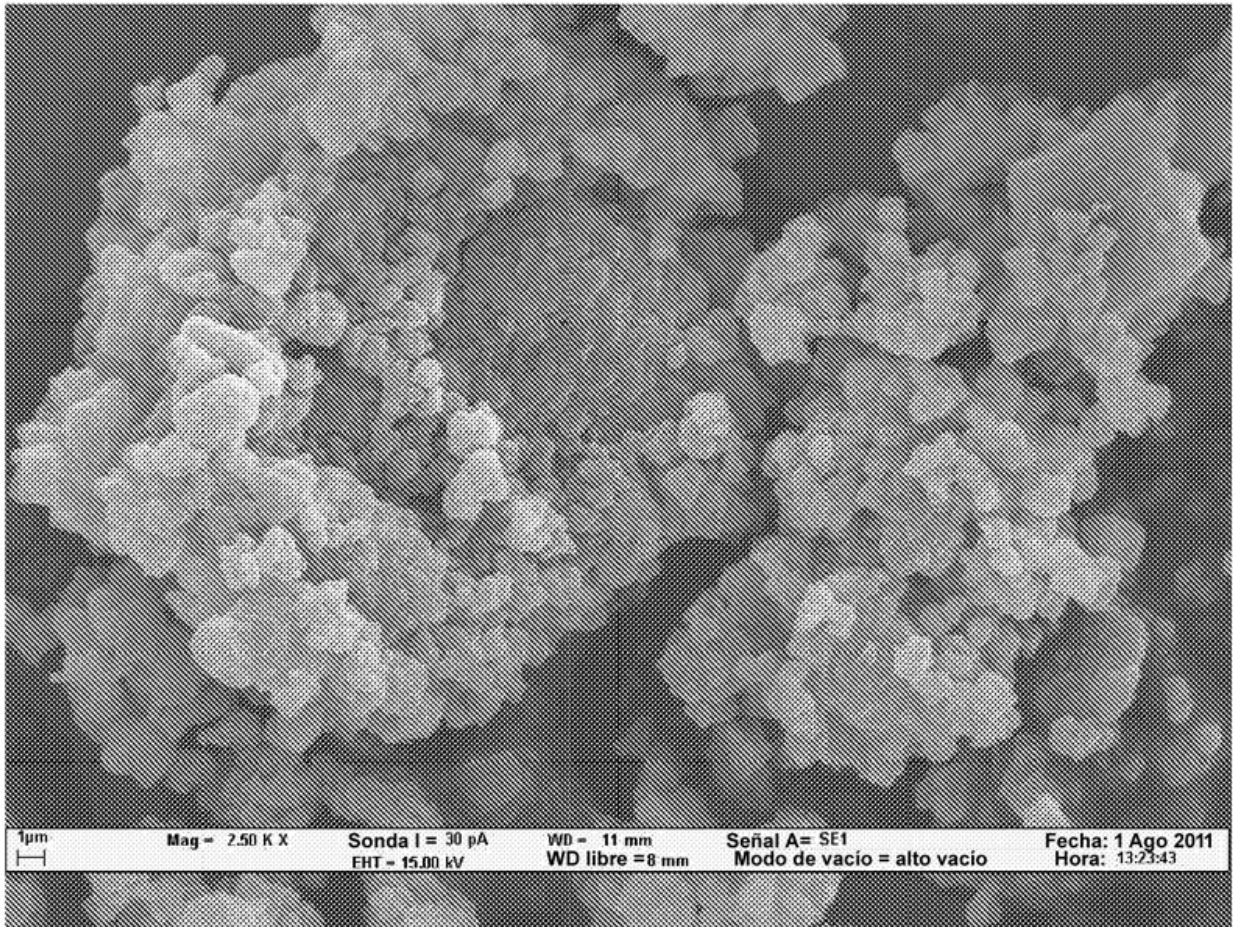


Fig. 5d

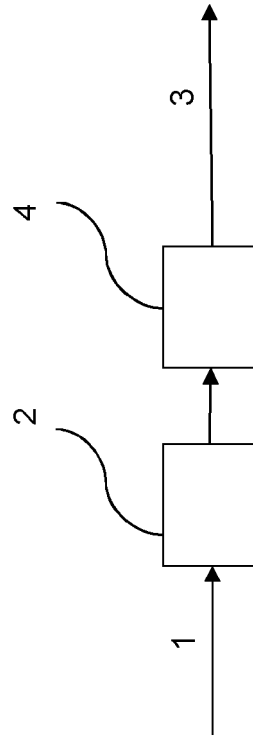


Fig. 6

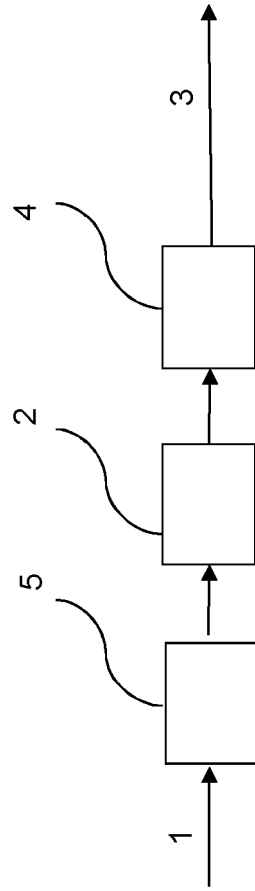


Fig. 7

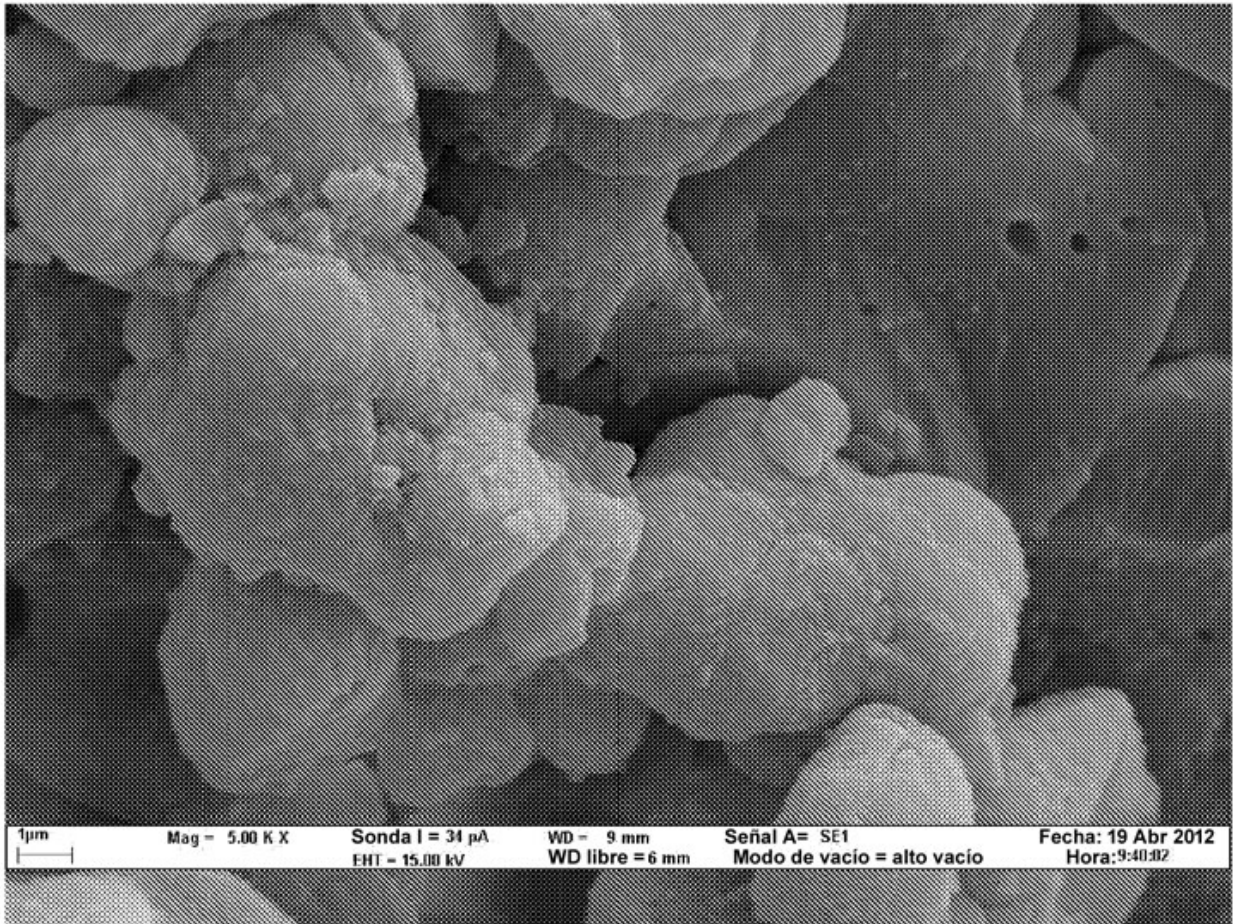


Fig. 8

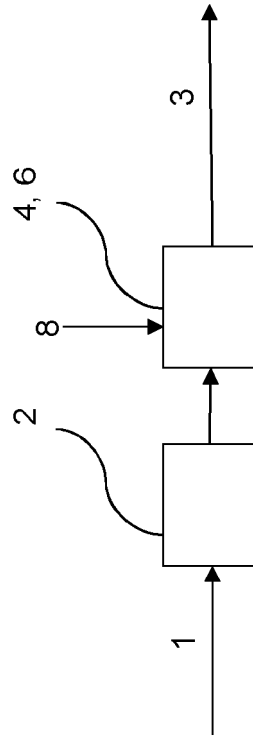


Fig. 9

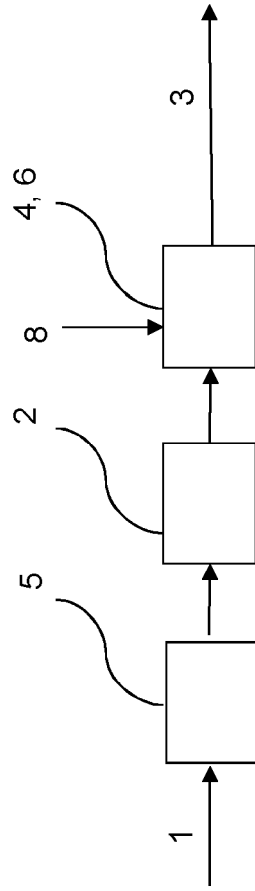


Fig. 10

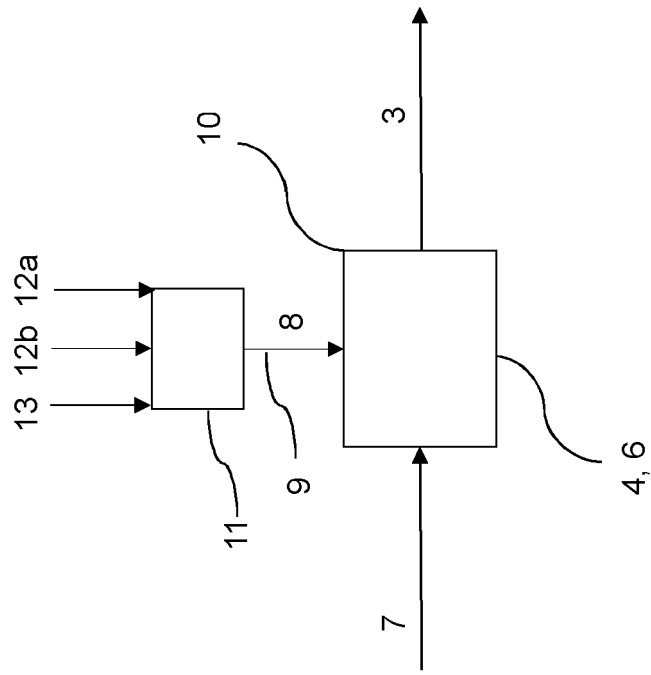


Fig. 11