



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

(21) PI 0822336-0 A2



(22) Data do Depósito: 21/02/2008

(43) Data da Publicação Nacional: 27/08/2009

(54) **Título:** MÉTODO PARA A SEPARAÇÃO D LIGNINA DE LICOR NEGRO, PRODUTO DE LIGNINA, E USO DE UM PRODUTO DE LIGNINA PARA A PRODUÇÃO DE COMBUSTÍVEIS OU MATERIAIS

(51) **Int. Cl.:** D21C 11/00; C08H 5/02; D21C 11/04.

(71) **Depositante(es):** LIGNOBOOST AB.

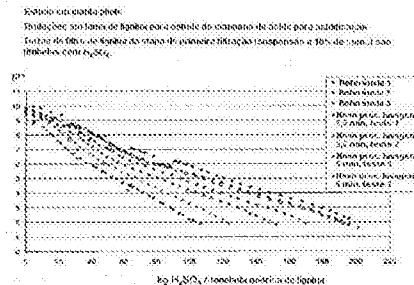
(72) **Inventor(es):** ÖHMAN, FREDRIK; THELIANDER, HANS; TOMANI, PER; AXEGARD, PETER.

(86) **Pedido PCT:** PCT SE2008000142 de 21/02/2008

(87) **Publicação PCT:** WO 2009/104995 de 27/08/2009

(85) **Data da Fase Nacional:** 23/08/2010

(57) **Resumo:** MÉTODO PARA SEPARAÇÃO DE LIGNINA DE LICOR NEGRO, PRODUTO DE LIGNINA, E USO DE UM PRODUTO DE LIGNINA PARA A PRODUÇÃO DE COMBUSTÍVEIS OU MATERIAIS A invenção refere-se a um método para controlar o equilíbrio de sódio e enxofre de uma planta de pasta de celulose, enquanto que separando lignina do licor negro, e também um produto de lignina ou um produto intermediário de lignina obtível pelo dito método. A invenção provê também o uso de um produto de lignina ou de um produto intermediário de lignina para a produção de combustível (sólido, gasoso ou líquido) ou materiais. O método envolve as etapas: (1) precipitação de lignina utilizando-se um ácido seguida de filtração, (2) re-suspensão da torta de filtro, (3) filtração formando uma segunda torta, e (4) retorno do filtrado para lavagem e suspensão nas etapas anteriores. Em uma realização preferida, é utilizado pó ESP (precipitador eletrostático) rico em sulfato de sódio produzido na caldeira de recuperação na lavagem da lignina precipitada.



MÉTODO PARA SEPARAÇÃO DE LIGNINA DE LICOR NEGRO, PRODUTO DE LIGNINA, E USO DE UM PRODUTO DE LIGNINA PARA A PRODUÇÃO DE COMBUSTÍVEIS OU MATERIAIS

5 A presente invenção refere-se a um método para controlar o equilíbrio de sódio e enxofre de uma planta de pasta de celulose, enquanto que separando lignina do licor negro, e também a um produto de lignina ou um produto intermediário de lignina obtível pelo dito método. A
10 presente invenção provê também o uso de um produto de lignina ou de um produto intermediário de lignina para a produção de combustível (sólido, gasoso ou líquido) ou materiais.

15 **Antecedentes da invenção.**

O documento WO2006/031175 descreve um método para a separação de lignina de licor negro compreendendo as seguintes etapas: a) precipitação de lignina por acidificação do licor negro e então retirada de água, b)
20 suspensão da torta de filtro de lignina obtida na etapa (a) pelo que uma segunda suspensão de lignina é obtida e ajuste do nível de pH para aproximadamente o nível de pH da água de lavagem da etapa (d) abaixo, c) retirada de água da segunda suspensão de lignina, d) adição de água de lavagem
25 e realização de uma lavagem de deslocamento em condições mais ou menos constantes sem quaisquer gradientes de pH dramáticos, e e) retirada de água da torta de lignina produzida na etapa (d) com alta desidratação e deslocamento do líquido de lavagem na dita torta de filtro, pelo que é
30 obtido um produto de lignina que apresenta uma desidratação mais alta após a lavagem de deslocamento da etapa (e).

O documento WO2006/038863 descreve um método para a precipitação (separação) de lignina, utilizando-se pequenas quantidades de agentes de acidificação, pelo que é obtido

um produto de lignina ou um produto intermediário de lignina o qual pode ser utilizado como combustível ou como matéria prima química (ou como um produto químico ou um material bruto para refino posterior), a partir de um líquido/lama contendo lignina, tal como licor negro. A presente invenção provê também um método para a separação de lignina de um líquido/lama contendo lignina, tal como licor negro, pelo que é obtida uma lignina mais. O dito documento descreve também um produto de lignina ou um produto intermediário de lignina obtível pelos métodos acima. O dito documento também descreve o uso, preferivelmente, para a produção de calor ou para uso como produto químico, do dito produto de lignina ou produto intermediário de lignina.

Quando da separação da lignina do licor negro, o que pode ser realizado por uma precipitação em um processo, a lama de lignina resultante pode ser filtrada, por exemplo, em um filtro prensa. O filtrado remanescente na torta de filtro pode provocar um aumento do consumo de ácido nas etapas processuais subseqüentes. Se for adicionada uma grande quantidade de ácido sulfúrico no processo, isto pode levar a problemas com o equilíbrio Na/S na planta de pasta de celulose, bem como em um aumento nos custos em produto químico. Por esta razão, seria interessante se lavar a torta de filtro e deslocar o filtrado com uma outra solução. A solubilidade da lignina depende da temperatura, força iônica e pH na solução (Magnus Norgren, "On the Physical Chemistry of Kraft Lignin, Fundamentals and Applications" , Tese de Doutorado, Physical Chemistry 1, Lund University, 2001). Não é possível se lavar com sucesso lignina pela aplicação direta de um licor ácido de lavagem, tendo em vista problemas com entupimento da torta de filtro e altas perdas de rendimento (Fredrik Ohman "Precipitation and separation of lignin from kraft black

liquor", Forest Products and Chemical Engineering, Department of Chemical and Biological Engineering, Chalmers University of Technology, Goteborg, Suécia, 2006 e Ohman, F. & Theliander, H., "Washing lignin precipitated from kraft black liquor", Paperi Ja Puu, vol. 88, n° 5, 287-292 (2006) e Ohman, F., Wallmo, H. & Theliander, H., "A Novel method for washing lignin precipitated from kraft black liquor - Laboratory trails", Nordic Pulp and Paper Research J., 22(2007): 1, 9-16.

10 A mistura de licor ácido de lavagem e filtrado alcalino também conduz a uma liberação não controlada de sulfeto de hidrogênio, o que pode aumentar os custos do processo.

Da mesma forma seria desejável se ser capaz de prover um método para o controle do equilíbrio Na/S em uma planta de pasta de celulose, ao mesmo tempo em que a lignina é separada do licor negro.

Sumário da invenção

20 A presente invenção provê uma solução para o controle do equilíbrio Na/S em uma planta de pasta de celulose ao mesmo tempo em que lignina é separada do licor negro, o que é uma necessidade como dito acima, e a dita invenção provê, de acordo com um primeiro aspecto, um método para separação de lignina de licor negro compreendendo as seguintes etapas:

a) precipitação da lignina pela acidificação do licor negro, preferivelmente pela utilização de CO₂, resultando em uma suspensão de lignina e, se necessário, seguida da maturação da suspensão de lignina e então separação, formando assim uma torta de material sólido, e assim uma torta de filtro de lignina, e opcionalmente lavagem da torta de filtro de lignina com um filtrado, como definido na etapa (d), e, quando necessário, aumento da desidratação

torta de filtro de lignina, o que opcionalmente envolve o direcionamento do filtrado de volta para uma planta de pasta de celulose,

5 b) suspensão da torta de filtro de lignina obtida na etapa (a) e durante a operação de suspensão, ajuste do nível de pH para aproximadamente o nível de pH da água de lavagem da etapa (d) abaixo, preferivelmente pelo menos um pH abaixo de 8, pelo que é obtida uma segunda suspensão de lignina e deixando-se a dita suspensão maturar
10 (envelhecer), onde é adicionado também opcionalmente líquido ácido,

c) separação da segunda suspensão de lignina formando, desta forma, uma segunda torta de material sólido, ou seja, uma segunda torta de filtro, e, quando
15 necessário, aumento da desidratação da torta de lignina, e posteriormente adicionando-se água acidificada de lavagem e/ou ácido virgem para lavagem de deslocamento e líquido de lavagem virgem, tal como água limpa, também para a dita lavagem de deslocamento seguida de aumento da desidratação
20 da torta de filtro de lignina para o nível especificado para o uso diferenciado da lignina, e

d) direcionamento do filtrado da etapa (c) ou parte(s) selecionada(s) do filtrado proveniente de (c) para uso na suspensão da torta de filtro de lignina da etapa (b)
25 e/ou para diluição antes da separação na etapa (a) e/ou adição de água de lavagem à torta de filtro produzida na etapa (a), onde, se necessário, a força iônica e o pH são ajustados antes da adição, preferivelmente pela adição de pó ESP (pó de precipitador eletrostático), tal como pó precipitado de caldeira de recuperação de planta de pasta
30 de celulose, de maneira a controlar o equilíbrio Na/S em uma planta de pasta de celulose.

A presente invenção provê também, de acordo com um segundo aspecto, um produto de lignina ou um produto

intermediário de lignina obtenível pelo dito método. A presente invenção provê também, de acordo com um terceiro aspecto, o uso de um produto de lignina ou um produto intermediário de lignina, de acordo com o segundo aspecto para a produção de combustível (sólido, gasoso ou líquido) ou materiais.

Descrição detalhada da invenção

Por todo o presente relatório pretende-se que a expressão "acidificação" englobe qualquer meio para acidificar o licor negro. Preferivelmente, a acidificação é realizada pela adição de SO_2 (g), ácidos orgânicos, HCl , HNO_3 , dióxido de carbono ou ácido sulfúrico (na forma de ácido sulfúrico fresco ou um assim chamado "ácido gasto", por exemplo, de um gerador de dióxido de cloro) ou misturas destes ao dito licor negro, mais preferivelmente pela adição de dióxido de carbono ou ácido sulfúrico.

Por todo o presente relatório pretende-se que a expressão "separação" englobe qualquer meio de separação. Preferivelmente, a separação é realizada pela utilização de retirada de água. A retirada de água pode ser realizada pela utilização de um método mecânico, tal como pela utilização de centrifugação, um aparelho de filtro prensa, um filtro de banda, um filtro rotativo, tal como um filtro de tambor, ou um tanque de sedimentação, equipamento similar, ou pela utilização de evaporação. Mais preferivelmente é utilizado um aparelho de filtro prensa.

Por todo o presente relatório pretende-se que a expressão "filtrado" englobe qualquer líquido obtido por qualquer um dos métodos de separação conforme mencionados acima.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, a etapa (d) envolve também o direcionamento do filtrado de volta para uma planta de

pasta de celulose, opcionalmente envolvendo também o fato deste filtrado ser transportado para o licor negro antes da precipitação da etapa (a).

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, a etapa (d) envolve também o direcionamento do filtrado proveniente da etapa (c) ou para uso em uma lavagem de deslocamento na etapa (a) durante a separação, tal como filtração, de acordo com (a) ou para diluição da suspensão antes da separação, tal como filtração, e opcionalmente lavagem de deslocamento da torta de lignina, da suspensão de lignina em (a), onde opcionalmente o filtrado da etapa (c) é ajustado no que diz respeito à força iônica e ao pH, preferivelmente para manter o pH igual ou abaixo do pH para o qual a precipitação na etapa (a) foi ajustada por CO_2 , de maneira a se evitar a dissolução da lignina. A força iônica é opcionalmente ajustada preferivelmente para manter a força iônica igual ou acima da força iônica na lama de lignina que é filtrada em (a). Entretanto, um pH mais baixo do filtrado de (c) a ser utilizado como água de lavagem e/ou líquido de diluição em (a) resulta em uma menor demanda de ajustes da força iônica.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, o líquido ácido fresco adicionado na etapa (b) é ácido sulfúrico e/ou ácido residual da fabricação de dióxido de cloro, isto é, sesquisulfato, e/ou líquido de lavagem ácido, preferivelmente ácido sulfúrico e sesquisulfato.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, o líquido ácido fresco adicionado na etapa (b) é ácido sulfúrico virgem e/ou ácido sulfúrico e/ou ácido sulfuroso, ambos obtidos a partir de SO_2 gasoso por sua vez obtido a partir de gases ricos e/ou pela coleta de H_2S gasoso reciclado da etapa (b) de suspensão e

conversão deste no dito SO_2 , ou ácido sulfúrico obtido pela eletrólise de sulfato de sódio. O dito sulfato de sódio é preferivelmente proveniente de pó ESP (pó de precipitação eletrostática) (também conhecida como captura ESP ou cinza 5 ESP). A caldeira de recuperação em uma planta de pasta de celulose produz quantidades significativas de pó ESP que contém principalmente sulfato de sódio. Este pó ESP pode em grande extensão ser reciclado para a caldeira de recuperação. Alguns quantidades pode adicionalmente ser 10 removida para ajustar os equilíbrios em S ou Na no ciclo de recuperação. O dito sulfato de sódio pode, como dito acima, ser convertido em hidróxido de sódio e ácido sulfúrico por eletrólise (ver, por exemplo, o documento US 4561945). O hidróxido de sódio pode ainda ser utilizado em 15 diferentes posições na planta de pasta de celulose, tal como a planta de branqueamento ou na área de recuperação. Esta abordagem elimina a necessidade de se adquirir ácido sulfúrico, a necessidade em se purgar o excesso de S purgando-se o pó ESP e, desta forma, o consumo de sódio 20 pode ser eliminado.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção o ácido sulfúrico virgem e/ou ácido sulfúrico e/ou ácido sulfuroso obtido a partir de SO_2 é adicionado ao filtrado levado para a etapa (d).

25 De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, a etapa (b) e/ou (c) envolvem a adição de líquido ácido e/ou ácido virgem e/ou CO_2 , onde a adição de líquido ácido e/ou ácido e/ou CO_2 é aumentada se necessário e na etapa (d) filtrado é direcionado para a 30 realização de uma acidulação de sabão, provendo, desta forma, óleo de sebo. De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, a etapa (d) envolve também o direcionamento do filtrado ou partes específicas do filtrado para uma etapa de tratamento

externo tal como tipos diferentes de tratamentos de efluentes.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, um sal é adicionado antes da separação
5 (preferivelmente filtração) da etapa (c) e/ou durante a suspensão na etapa (b) evitando-se desta forma um baixo nível de pH, preferivelmente o dito sal é pó ESP, tal como cinzas da caldeira de recuperação ou pó de caldeira.

De acordo com uma realização preferida do primeiro
10 aspecto da invenção, o filtrado da etapa (c) é ajustado, antes da separação, preferivelmente por filtração, na etapa (a) ou como água de lavagem na separação da etapa (a), no que diz respeito à iônica e ao pH, preferivelmente para
15 manter o pH igual ou abaixo do pH para o qual a precipitação na etapa (a) foi ajustada por CO_2 , de maneira a se evitar a dissolução da lignina envolvendo a adição de um sal, preferivelmente o dito sal é pó ESP, tal como cinzas de caldeira de recuperação ou pó de caldeira, ou sulfato de sódio.

De acordo com uma realização preferida do primeiro
20 aspecto da invenção, a etapa (b) envolve o ajuste do nível de pH para aproximadamente o nível de pH da água de lavagem da etapa (c) abaixo, preferivelmente um pH abaixo de 8.

De acordo com uma realização preferida do primeiro
25 aspecto da invenção, a separação da etapa (a) e/ou etapa (c) é realizada utilizando-se retirada de água em um aparelho de filtro prensa por onde a torta de filtro é passada por uma mistura de gás ou uma mistura de gases,
preferivelmente gases de combustão, ar ou vapor, mais
30 preferivelmente ar ou vapor superaquecido, de maneira a se descartar o líquido remanescente.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, o nível de pH é ajustado para abaixo de aproximadamente pH 6 na etapa (b), preferivelmente

abaixo de aproximadamente pH 4, mais preferivelmente o nível de pH é de 1 a 3,5.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, a água de lavagem utilizada na etapa 5 (c) apresenta um nível de pH abaixo de aproximadamente pH 6, preferivelmente abaixo de aproximadamente pH 4, mais preferivelmente o nível de pH é de 1 a 3,5.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, a desidratação da torta de filtro de 10 lignina da torta de filtro obtida na etapa (a) e/ou (c) é aumentada pelo deslocamento do líquido remanescente com gás ou uma mistura de gases, preferivelmente gases de combustão, ar, vapor ou vapor superaquecido, mais preferivelmente ar ou vapor superaquecido.

De acordo com uma realização preferida do primeiro 15 aspecto da invenção, o filtrado do estágio de primeira separação (preferivelmente envolvendo filtração) da etapa (a) é re-circulado diretamente para o sistema de recuperação da planta de pasta de celulose, se necessário, 20 após re-alcalinização.

De acordo com uma realização preferida do primeiro aspecto da invenção, o licor de lavagem remanescente na torta de filtro na etapa (c) é removido tanto quanto possível com ar ou gases de combustão, preferivelmente 25 gases de combustão de uma caldeira de recuperação, de um forno de cal ou de uma caldeira de biomassa, ou de vapor ou vapor superaquecido.

Os problemas mencionados acima podem ser, da mesma forma, solucionados por lavagem da torta de filtro de 30 lignina com uma solução com força iônica suficiente para manter a lignina em forma sólida. As soluções devem ser preferivelmente preparadas utilizando-se substâncias que não provocarão problemas no ciclo de recuperação da planta de pasta de celulose ou outras partes da planta de pasta de

celulose, e mais preferivelmente substâncias que já existem na planta de pasta de celulose de maneira a se evitar rupturas dos equilíbrios químicos (exemplo: cinza de caldeira de recuperação). Se os filtrados do processo descrito acima não forem reciclados de volta para a planta de pasta de celulose, outras substâncias podem ser utilizadas. O pH da solução de lavagem deve ser preferivelmente igual, ou menor, que o pH de precipitação, mas preferivelmente não baixo o suficiente para causar uma liberação substancial descontrolada de sulfeto de hidrogênio quando misturada com o filtrado alcalino. A temperatura da solução deve ser preferivelmente a mesma que a da separação, preferivelmente filtração, de maneira a se evitar consumo excessivo de energia para aquecimento e resfriamento.

As características preferidas de cada aspecto da invenção são para cada um dos outros aspectos *mutatis mutandis*. Os documentos do estado da técnica mencionados aqui são incorporados em sua totalidade dentro do permitido por lei. A invenção é adicionalmente descrita no exemplo a seguir em conjunto com as figuras anexas, que não limitam o escopo da invenção seja de que forma for. As realizações da presente invenção são descritas em mais detalhes com o auxílio de um exemplo das realizações, o único propósito do qual é o de ilustrar a invenção e de forma alguma destinarse a limitar sua extensão.

Breve descrição dos desenhos

A Fig. 1 mostra os resultados obtidos em um estudo em planta piloto, onde a adição de ácido em (b) é reduzida de acordo com o novo método descrito acima.

A Fig. 2 mostra uma realização preferida da invenção; diluição antes da filtração na etapa 1.

A Fig. 3 mostra uma realização preferida da invenção; lavagem na filtração da etapa 1.

A Fig. 4 mostra uma realização preferida da invenção; uso de um fluxo de filtrado rico em ácido proveniente de
5 (c) para o processo de separação de sabão na planta de pasta de celulose (acidulação de sabão).

A Fig. 5 mostra uma realização preferida da invenção; descarga de um filtrado rico em ácido proveniente da etapa
(c) para tratamento externo.

10 A Fig. 6 mostra uma realização preferida da invenção; uso de uma fonte externa para acidificação, tal como o ácido remanescente da produção de ClO_2 na planta de pasta de celulose.

A Fig. 7 mostra uma realização preferida da invenção;
15 uso de H_2S a SO_2 ou ácido sulfúrico produzido a partir de gases fortes na planta de pasta de celulose.

Exemplos

20 **Lavagem de lignina no primeiro estágio de filtração do processo de acordo com o primeiro aspecto da invenção**

Dois exemplos são fornecidos abaixo onde o método do primeiro aspecto da invenção tal como definido acima é aplicado com sucesso de maneira a reduzir o consumo de
25 ácido sulfúrico nas etapas subsequentes da lavagem de lignina, o que então possibilita o controle do equilíbrio Na/S em uma planta de pasta de celulose.

Exemplo 1.

30 Lignina foi precipitada de acordo com o método do primeiro aspecto da invenção (ver em particular a Figura 3 anexa). Uma torta de filtro de lignina foi formada em um filtro prensa. A torta de filtro foi lavada com sucesso pela aplicação neste exemplo específico de uma solução 7,5%

em peso de sulfato de sódio em água. O sulfato de sódio foi escolhido uma vez que pode ser retornado de volta para o sistema de recuperação sem problemas, é utilizado em muitas plantas de pasta kraft como um produto químico de partida, e é freqüentemente também produzido internamente na planta em muitos casos na forma de sesquisulfato de sódio para a produção de dióxido de cloro no branqueamento de pasta. O consumo de ácido sulfúrico no estágio subsequente de nova formação de lama pode ser reduzido em relação ao caso de referência (uma torta de filtro prensada e secada com ar para aproximadamente 65% DS) em 50%.

Exemplo 2.

Lignina foi precipitada de acordo com o método do primeiro aspecto da invenção (ver em particular a Figura 3 anexa). Uma torta de filtro de lignina foi formada em um filtro prensa. A torta de filtro foi lavada com sucesso pela aplicação neste exemplo específico de uma solução 10% em peso de pó precipitado de caldeira de recuperação (que é um pó ESP) em água. O pó de caldeira de recuperação consiste principalmente em sulfato de sódio, e é normalmente misturado com licor negro forte antes da queima na caldeira de recuperação. O consumo de ácido sulfúrico no estágio subsequente de nova formação de lama pode ser reduzido da mesma forma que no Exemplo 1.

O consumo de ácido sulfúrico foi reduzido de 170-180 kg/ton de lignina para 90-105 kg/ton de lignina. Os experimentos com a metade da quantidade de água de lavagem produziram também resultados lógicos entre a torta de filtro bem lavada e a torta de filtro não lavada.

No estudo em planta piloto apontado acima as titulações foram realizadas em lama de lignina de maneira a se estudar o consumo de ácido para a acidificação. Tortas de filtro de lignina provenientes da etapa de primeira

filtração (suspensão a 10% de concentração) foram tituladas com H_2SO_4 . Os parâmetros abaixo foram utilizados no estudo em planta piloto:

5 Procedimento de lavagem de acordo com o método do primeiro aspecto da invenção durante 2,5 minutos; teste 1

Procedimento de lavagem de acordo com o método do primeiro aspecto da invenção durante 2,5 minutos; teste 2

Procedimento de lavagem de acordo com o método do primeiro aspecto da invenção durante 5 minutos; teste 1

10 Procedimento de lavagem de acordo com o método do primeiro aspecto da invenção durante 5 minutos; teste 2

As referências 1, 2 e 3 foram sem lavagem.

Conforme pode ser observado na Figura 1 o procedimento de lavagem de acordo com o primeiro aspecto da
15 invenção durante 5 minutos (teste 2) produziu os melhores resultados. Ali a lavagem foi realizada tanto quanto possível.

Exemplo 3.

20 Em um caso com uma planta de pasta de celulose produzindo 350.000 toneladas de pasta com produção de 50.000 toneladas/ano de lignina com o processo conforme definido acima de acordo com o primeiro aspecto, são necessários 160 kg de H_2SO_4 por tonelada de lignina, a
25 necessidade de hidróxido de sódio externo para a purgação de pó ESP é de 92 kg por tonelada de lignina. Por tonelada de pasta isto corresponde a 30 kg de H_2SO_4 e 17 kg de NaOH. Pela utilização de eletrólise de pó ESP a entrada de H_2SO_4 e, desta forma, a necessidade de purgação de pó ESP é
30 reduzida.

Várias realizações da presente invenção foram descritas acima, no entanto um especialista no assunto pode realizar pequenas alterações, as quais recaem no escopo da presente invenção. A extensão e escopo da presente

invenção não estão limitados por qualquer uma das realizações exemplares descritas acima, mas devem ser definidos apenas de acordo com as reivindicações a seguir e seus equivalentes. Por exemplo, quaisquer dos métodos 5 apontados acima podem ser combinados com ou tros métodos conhecidos. Outros aspectos, vantagens e modificações dentro do escopo da invenção serão óbvios ao especialista no assunto ao qual a invenção pertence.

Documentos citados:

WO2006/031175

WO2006/038863

- 5 Magnus Norgren, "On the Physical Chemistry of Kraft Lignin, Fundamentals and Applications", Tese de Doutorado, Physical Chemistry 1, Lund University, 2001.

Fredrik Ohman "Precipitation and separation of lignin from kraft black liquor", Forest Products and Chemical
10 Engineering, Department of Chemical e Biological Engineering, Chalmers University of Technology, Gotteborg, Suécia, 2006.

Ohman, F. & Theliander, H., "Washing lignin precipitated from kraft black liquor", Paperi Ja Puu, vol.
15 88, n° 5, 287-292 (2006)

Ohman, F., Wallmo, H. & Theliander, H., "A Novel method for washing lignin precipitated from kraft black liquor - Laboratory trails", Nordic Pulp and Paper Research J., 22(2007): 1, 9-16 .

20 US 4561945.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para separação de lignina de licor negro compreendendo as seguintes etapas:

5 a) precipitação de lignina pela acidificação do licor negro, preferivelmente utilizando-se CO_2 , resultando em uma suspensão de lignina e se necessário seguindo-se a maturação da suspensão de lignina e então separação, formando assim uma torta de material sólido, isto é, uma
10 torta de filtro de lignina, e lavagem da torta de filtro de lignina com um filtrado conforme definido na etapa (d), e quando necessário, aumento da desidratação da torta de filtro de lignina,

b) suspensão da torta de filtro de lignina obtida na
15 etapa (a) e durante a operação de suspensão ajuste do nível de pH para aproximadamente o nível de pH da água de lavagem da etapa (d) abaixo, pelo que é obtida uma segunda suspensão de lignina e deixando-se a suspensão maturar, onde opcionalmente também é adicionado líquido ácido,

20 c) separação da segunda suspensão de lignina, formando assim uma segunda torta de material sólido, isto é, uma segunda torta de filtro, e quando necessário aumento da desidratação da torta de lignina, e posteriormente adição de água de lavagem acidificada e/ou ácido virgem
25 para lavagem de deslocamento e líquido de lavagem virgem, tal como água limpa, também para a dita lavagem de deslocamento seguida de aumento da desidratação de torta de filtro de lignina para o nível especificado para diferentes usos da lignina, e

30 d) direcionamento do filtrado proveniente da etapa (c) ou parte(s) selecionada(s) do filtrado proveniente da etapa (c) para uso na suspensão da torta de filtro de lignina da etapa (b) e adição como água de lavagem à the torta de filtro produzida na etapa (a) onde a força iônica

e o pH do filtrado são ajustados antes da adição, preferivelmente pela adição de pó ESP, tal como pó precipitado da caldeira de recuperação da planta de pasta de celulose, de maneira a controlar o equilíbrio Na/S em
5 uma planta de pasta de celulose.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da etapa (d) envolver também o direcionamento do filtrado proveniente da etapa (c) ou para uso em uma lavagem de deslocamento na etapa (a) durante a
10 separação, tal como filtração, de acordo com (a) ou para diluição da suspensão antes da separação, tal como filtração, e opcionalmente lavagem de deslocamento da torta de lignina, da suspensão de lignina em (a), onde opcionalmente o filtrado proveniente da etapa (c) é
15 ajustado no que diz respeito à força iônica e ao pH, preferivelmente para manter o pH igual ou abaixo do pH para o qual a precipitação em (a) foi ajustado por CO_2 , de maneira a se evitar a dissolução da lignina.

3. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do líquido ácido fresco adicionado na etapa (b) ser ácido sulfúrico e/ou ácido residual da
20 fabricação de dióxido de cloro, isto é, sesquisulfato, e/ou líquido de lavagem ácido, preferivelmente ácido sulfúrico e sesquisulfato.

4. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do líquido ácido fresco adicionado na etapa (b) ser ácido sulfúrico virgem e/ou ácido sulfúrico e/ou ácido sulfuroso ambos obtidos a partir de
25 SO_2 gasosos por sua vez obtido a partir de gases ricos e/ou pela coleta de gás H_2S reciclado da etapa de suspensão (b) e seu direcionamento para o dito SO_2 , ou ácido sulfúrico obtido pela eletrólise de sulfato de sódio.
30

5. Método de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado** pelo fato do ácido sulfúrico virgem e/ou

ácido sulfúrico e/ou ácido sulfuroso obtido a partir de SO_2 serem adicionados ao filtrado proveniente da etapa (d).

5 6. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da etapa (b) e/ou (c) envolverem a adição de líquido ácido e/ou ácido virgem e/ou CO_2 , pelo que a adição de líquido ácido e/ou ácido e/ou CO_2 é aumentada se necessário, e na etapa (d) direcionamento de partes específicas do filtrado não utilizado para a separação de lignina para a realização de uma acidulação de sabão, desta forma provendo óleo de sebo.

7. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da etapa (d) envolver também o direcionamento de partes específicas do filtrado não utilizado para a separação de lignina para uma etapa de tratamento externo tal como diferentes tipos de tratamentos de efluente.

8. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de ser adicionado um sal antes da separação, preferivelmente filtração, da etapa (c) e/ou durante a suspensão na etapa (b), evitando-se desta forma um nível de pH baixo, preferivelmente o dito sal é pó de ESP, tal como cinzas de caldeira de recuperação ou pó de caldeira.

9. Método de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado** pelo fato do filtrado proveniente da etapa (c) ser ajustado, quando for para ser adicionado antes da separação, a dita separação preferivelmente por filtração, na etapa (a) ou adicionado como água de lavagem na etapa (a), pela adição de um sal, preferivelmente o dito sal é pó ESP tal como cinzas de caldeira de recuperação ou pó de caldeira ou sulfato de sódio, de maneira a manter o pH igual ou abaixo do pH para o qual a precipitação em (a) foi ajustado por CO_2 , de maneira a se evitar a dissolução de lignina.

10. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da etapa (b) envolver o ajuste do nível de pH para aproximadamente o nível de pH da água de lavagem da etapa (c) abaixo, preferivelmente um pH abaixo
5 de 8.

11. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da separação da etapa (a) e/ou etapa (c) ser realizada utilizando-se retirada de água em um aparelho de filtro prensa onde a torta de filtro é
10 inserida por gás ou uma mistura de gases, preferivelmente gases de combustão, ar ou vapor, mais preferivelmente ar ou vapor superaquecido, de maneira a se descartar o líquido remanescente.

12. Método de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado** pelo fato do nível de pH ser ajustado para
15 aproximadamente abaixo de pH 6 na etapa (b), preferivelmente aproximadamente abaixo de pH 4, mais preferivelmente o nível de pH é de 1 a 3,5.

13. Método de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado** pelo fato da água de lavagem utilizada na
20 etapa (c) apresentar um nível de pH aproximadamente abaixo de pH 6, preferivelmente aproximadamente abaixo de pH 4, mais preferivelmente o nível de pH é de 1 a 3,5.

14. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da desidratação da torta de filtro
25 de lignina da torta de filtro obtida na etapa (a) e/ou (c) ser aumentada por deslocamento do líquido remanescente com gás ou uma mistura de gases, preferivelmente gases de combustão, ar, vapor ou vapor superaquecido, mais
30 preferivelmente ar ou vapor superaquecido.

15. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do filtrado proveniente do primeiro estágio de separação da etapa (a), preferivelmente filtração, ser re-circulado diretamente para o sistema de

recuperação da planta de pasta de celulose, se necessário após re-alkalinização.

16. Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do licor de lavagem remanescente na
5 torta de filtro na etapa (c) ser removido tanto quanto possível com ar ou gases de combustão, preferivelmente gases de combustão provenientes de uma caldeira de recuperação, um forno de cal ou uma caldeira de biomassa, ou vapor ou vapor superaquecido.

10 17. Produto de lignina ou produto intermediário de lignina **caracterizado** pelo fato de ser obtível por um método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 16.

15 18. Uso de um produto de lignina ou de um produto intermediário de lignina conforme definido na reivindicação 17, **caracterizado** pelo fato de ser para a produção de combustível ou materiais.

DESENHOS

Figura 1

Estudo em planta piloto

Titulações em lama de lignina para estudo do consumo de ácido para acidificação

Tortas de filtro de lignina da etapa de primeira filtração (suspensão a 10% de conc.) são tituladas com H_2SO_4 .

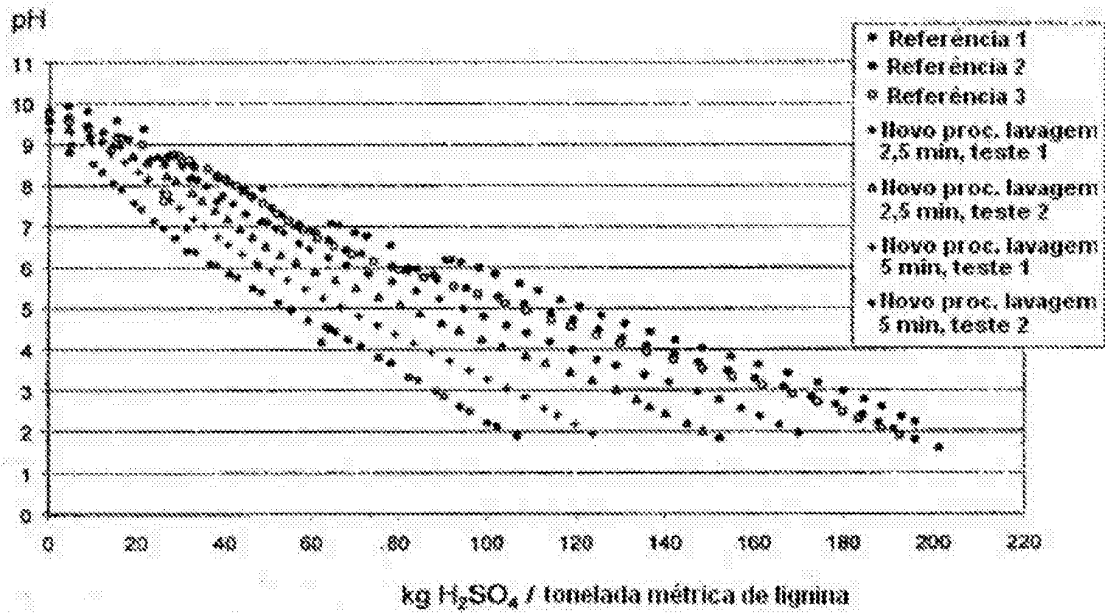


Figura 2

Diluição antes da etapa 1 de filtração

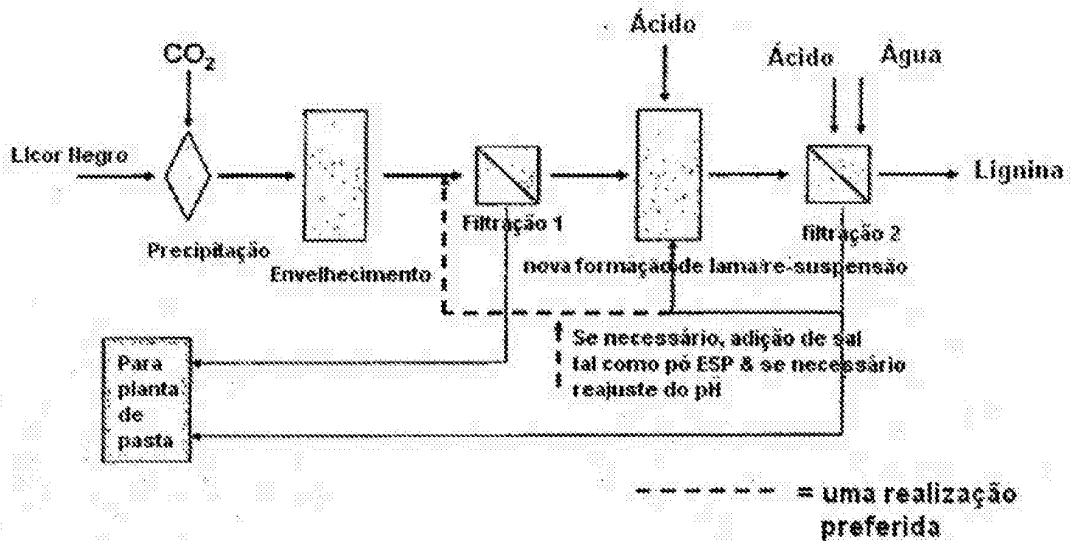


Figura 3

Lavagem na etapa 1 de filtração

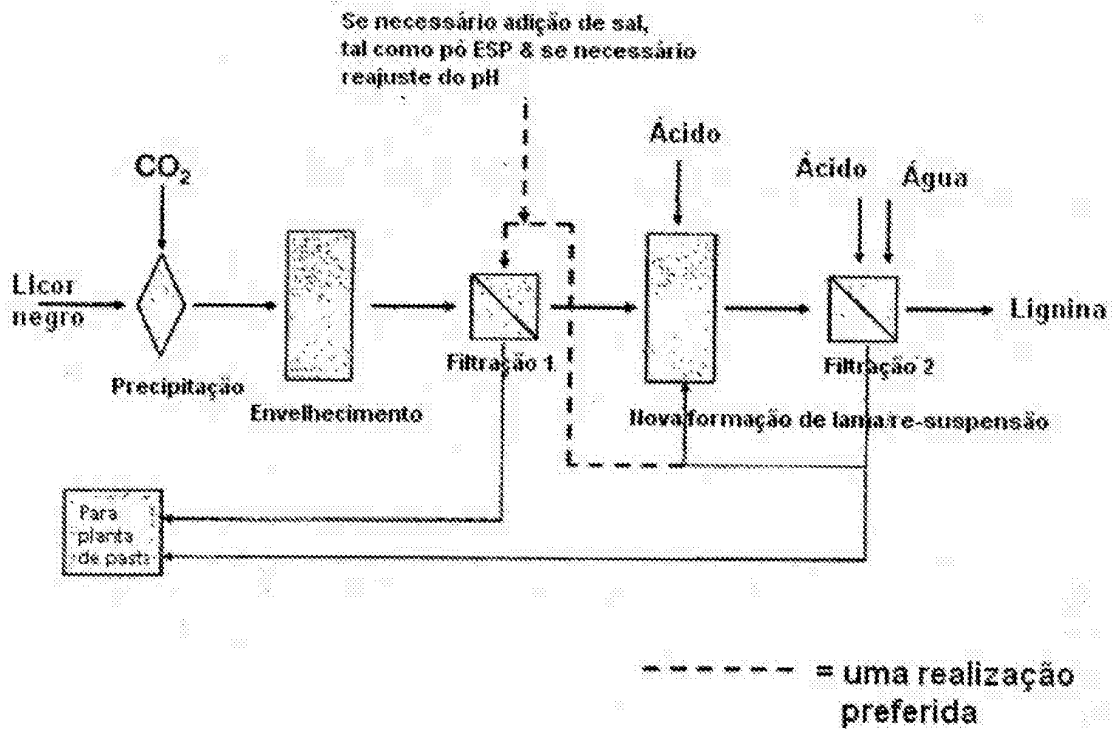


Figura 4

Separação de sabão

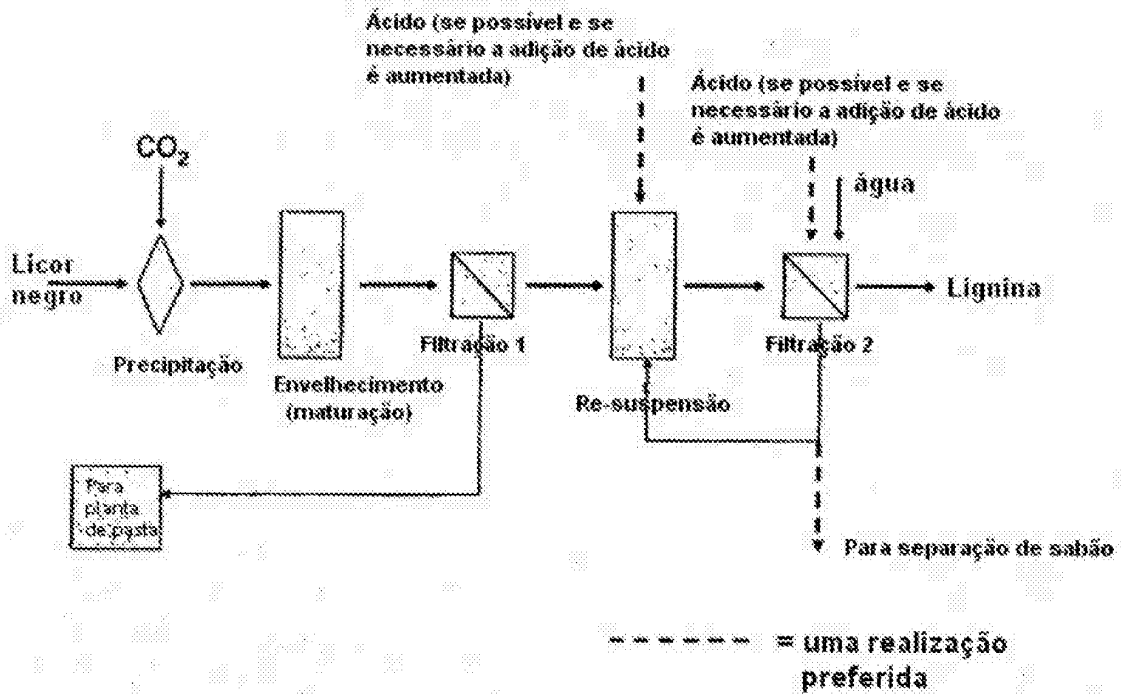


Figura 5

Purificação externa

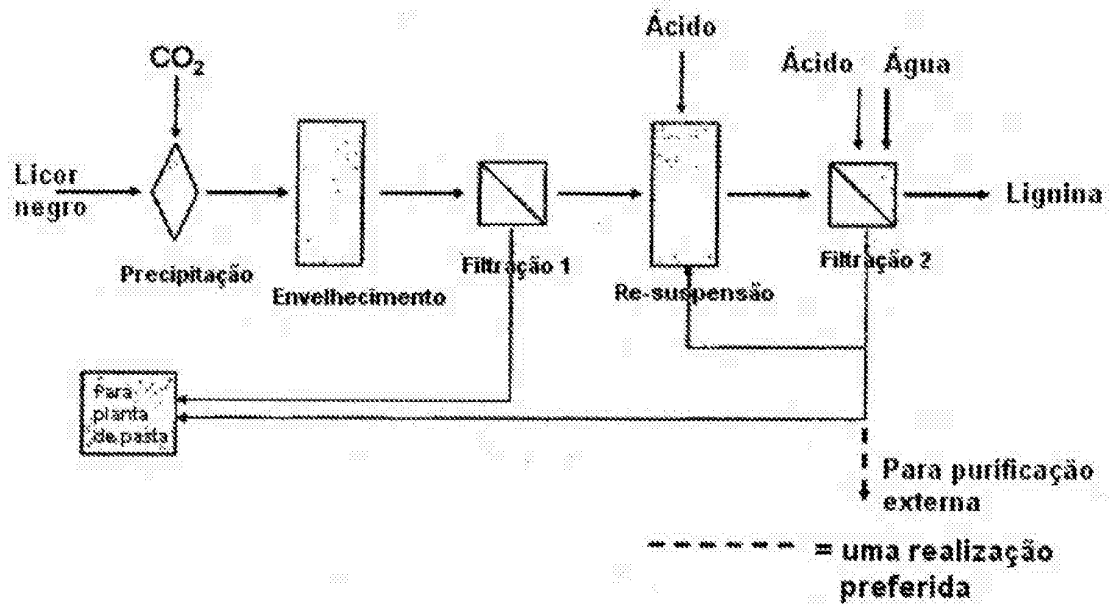
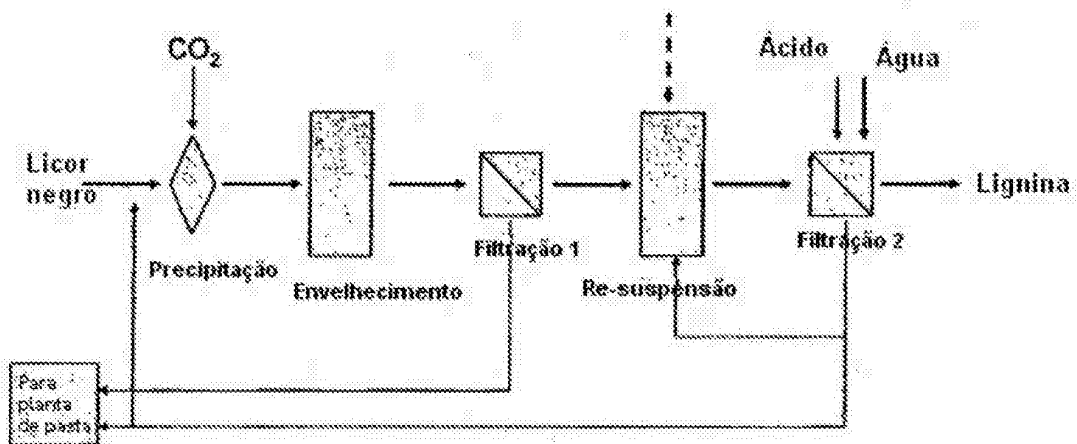


Figura 6

Fonte interna

Uso de uma corrente ácida proveniente da planta que é incluída no equilíbrio Na/S da planta, por exemplo sesquisulfato da fabricação de ClO_2 , de maneira a se minimizar novo consumo de H_2SO_4 fresco

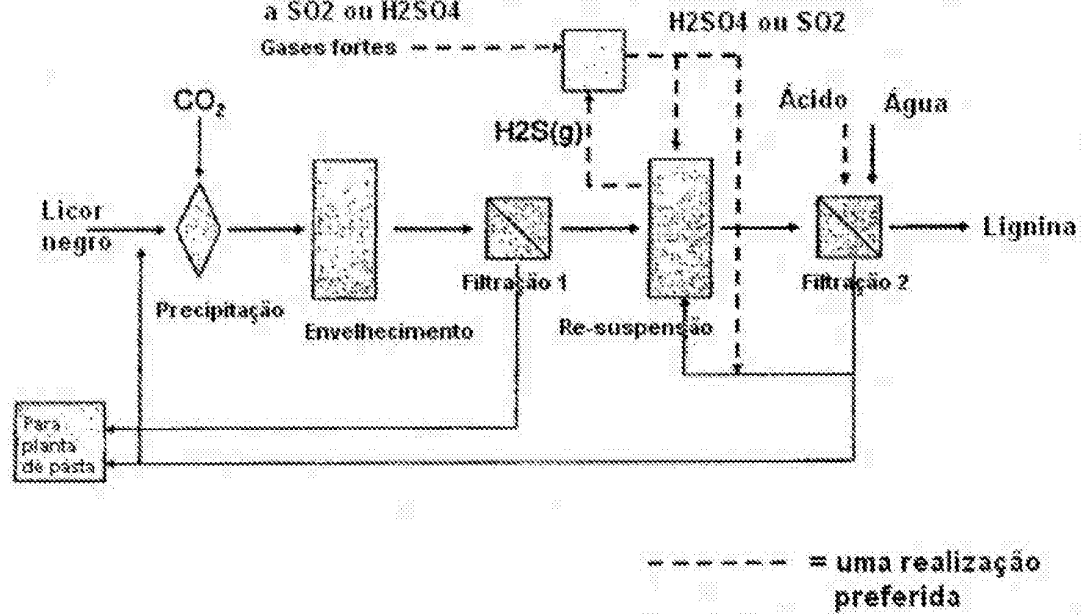


----- = uma realização preferida

Figura 7

H₂S a SO₂ ou ácido sulfúrico

2 pontos alternativos para adição de SO₂ ou H₂SO₄ a partir de H₂S recuperado e alternativamente também gases fortes, no entanto o último será também convertido a SO₂ ou H₂SO₄



RESUMO

MÉTODO PARA SEPARAÇÃO DE LIGNINA DE LICOR NEGRO, PRODUTO DE LIGNINA, E USO DE UM PRODUTO DE LIGNINA PARA A PRODUÇÃO DE COMBUSTÍVEIS OU MATERIAIS

5

A invenção refere-se a um método para controlar o equilíbrio de sódio e enxofre de uma planta de pasta de celulose, enquanto que separando lignina do licor negro, e também um produto de lignina ou um produto intermediário de lignina obtível pelo dito método. A invenção provê também o uso de um produto de lignina ou de um produto intermediário de lignina para a produção de combustível (sólido, gasoso ou líquido) ou materiais. O método envolve as etapas: (1) precipitação de lignina utilizando-se um ácido seguida de filtração, (2) re-suspensão da torta de filtro, (3) filtração formando uma segunda torta, e (4) retorno do filtrado para lavagem e suspensão nas etapas anteriores. Em uma realização preferida, é utilizado pó ESP (precipitador eletrostático) rico em sulfato de sódio produzido na caldeira de recuperação na lavagem da lignina precipitada.

20