



(10) **DE 20 2016 008 890 U1** 2020.09.17

(12)

Gebrauchsmusterschrift

(21) Aktenzeichen: **20 2016 008 890.5**
(22) Anmeldetag: **26.05.2016**
(67) aus Patentanmeldung: **EP 16 72 8999.0**
(47) Eintragungstag: **11.08.2020**
(45) Bekanntmachungstag im Patentblatt: **17.09.2020**

(51) Int Cl.: **C08H 7/00 (2011.01)**
C08H 8/00 (2010.01)
C07G 1/00 (2011.01)
C12P 7/22 (2006.01)
B01J 8/00 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
20155411 **29.05.2015** **FI**

(73) Name und Wohnsitz des Inhabers:
UPM-Kymmene Corporation, Helsinki, FI

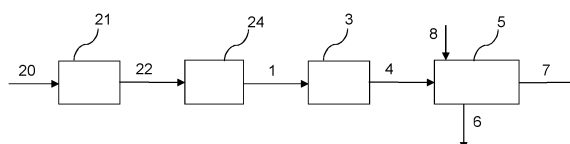
(74) Name und Wohnsitz des Vertreters:
HOFFMANN - EITLE Patent- und Rechtsanwälte
PartmbB, 81925 München, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Ligninzusammensetzung**

(57) Hauptanspruch: Ligninfraktion, erhältlich durch ein Verfahren, das die folgenden Schritte enthält:

- Bilden der Ligninfraktion aus rohem Lignin, das mithilfe eines Behandlungsschrittes verarbeitet wurde, ausgewählt aus enzymatischer Behandlung, Behandlung mit ionischer Flüssigkeit und deren Kombinationen, und Behandlung des rohen Lignins durch eine Ligninfreisetzung in zumindest einem Ligninfreisetzungsschritt und
- Trennen der Ligninfraktion in zumindest einem Trennschritt.



Beschreibung**GEBIET DER ERFINDUNG**

[0001] Diese Erfindung betrifft eine Ligninzusammensetzung.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0002] Im Stand der Technik sind unterschiedliche Verfahren zur Bildung von Lignin aus unterschiedlichen Ausgangsmaterialien wie Biomasse bekannt. Viele Bioraffinerieverfahren, z. B. eine Hydrolyse, erzeugen rohes Lignin wie Ligninrest, nach der Hydrolyse der Biomasse. Dieser wasserunlösliche Ligninrest enthält üblicherweise einen signifikanten Prozentsatz von nicht hydrolysierten Lignocelluloseteilchen.

[0003] Im Stand der Technik ist weiterhin bekannt, Lignin chemisch zu behandeln, indem das Lignin in einem Dis-Lösungsmittel aufgelöst wird wie NaOH, Alkohol-Wassermischung oder einer organischen Säuren, und das Lignin z. B. durch Schwefelsäure oder Wasser ausgefällt wird. Dann kann das reine Lignin erhalten werden, aber die bekannten Verfahren leiden an hohen Betriebs- und Kapitalkosten. Die Entfernung und/oder Wiedergewinnung des Dis-Lösungsmittels oder gebildeten Salzes führt zu zusätzlichen Kosten. Ein endgültiges Entwässern des Lignins wird üblicherweise durch eine Filtration durchgeführt. Die Größe der ausgefallten Ligninteilchen ist im Allgemeinen ziemlich klein, was einen negativen Effekt auf die Filtrationsrate und den Trockenfeststoffgehalt eines Filterkuchens hat.

ZIEL DIESER ERFINDUNG

[0004] Das Ziel dieser Erfindung liegt darin, eine gereinigte Ligninzusammensetzung mit verbesserten Eigenschaften anzugeben.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0005] Die Ligninzusammensetzung gemäß dieser Erfindung ist durch die Merkmale gemäß Anspruch 11 gekennzeichnet.

Figurenliste

[0006] Die beigefügten Zeichnungen, die ein weiteres Verständnis dieser Erfindung geben sollen und einen Teil dieser Beschreibung darstellen, erläutern einige Ausführungsbeispiele der Erfindung und helfen zusammen mit der Beschreibung, die Prinzipien dieser Erfindung zu erläutern. In den Zeichnungen ist:

Fig. 1 eine Fließdiagrammerläuterung eines Verfahrens,

Fig. 2 eine Fließdiagrammerläuterung eines Verfahrens,

Fig. 3a das rohe Lignin vor der Freisetzung und

Fig. 3b das rohe Lignin nach der Freisetzung.

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0007] Diese Erfindung betrifft eine Ligninfraktion (**6**), die durch ein Verfahren aus rohem Lignin (**1**) und bevorzugt durch Reinigung des rohen Lignins, zur Bildung einer reinen Ligninfraktion erhältlich ist. Das rohe Lignin (**1**) wurde mithilfe eines Behandlungsschrittes (**24**) verarbeitet, ausgewählt aus einer enzymatischen Behandlung, Behandlung mit ionischer Flüssigkeit und deren Kombinationen. Das Verfahren enthält die Behandlung des rohen Lignins (**1**) durch eine Ligninfreisetzung in zumindest einem Ligninfreisetzungsschritt (**3**) zum Freisetzen von Lignin aus dem rohen Lignin (**1**), so dass das Lignin freigesetzt wird, zur Bildung von zwei festen Phasen, Lignocellulose und freien Ligninteilchen, und Trennen einer Ligninfraktion (**6**) mithilfe von zumindest einem Trennschritt (**5**). In einem bevorzugten Ausführungsbeispiel ist die Ligninfraktion (**6**) ein gereinigtes rohes Lignin.

[0008] Ein Verfahren ist in **Fig. 1** gezeigt. Ein anderes Verfahren ist in **Fig. 2** gezeigt.

[0009] Die Anlage enthält zumindest einen Freisetzungsreaktor (**3**) zum Freisetzen des rohen Lignins (**1**) in zumindest einem Freisetzungsschritt, zumindest eine Trennvorrichtung (**5**) zum Trennen der Ligninfraktion (**6**)

in zumindest einem Trennschritt, zumindest eine erste Zuführvorrichtung zum Zuführen des rohen Lignins (1) in den Freisetzungsreaktor (3) und zumindest eine zweite Zuführvorrichtung zum Zuführen des behandelten rohen Lignins (4) von dem Freisetzungsreaktor (3) zu der Trennvorrichtung (5).

[0010] Bevorzugt wird das rohe Lignin (1) aus Ausgangsmaterial (20) gebildet. In diesem Zusammenhang bedeutet Ausgangsmaterial (20) irgendein Holz- oder Pflanzen-basiertes Ausgangsmaterial. Das Ausgangsmaterial kann Lignin, Lignocellulose, Cellulose, Hemicellulose, Glucose, Xylose, Extraktstoffe und andere inhärente strukturelle Komponenten von Biomasse ebenso wie Fremdkomponenten wie Enzyme oder Chemikalien enthalten. In einem anderen Ausführungsbeispiel ist das Ausgangsmaterial ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus holzbasiertem Ausgangsmaterial, holzartiger Biomasse, ligninhaltiger Biomasse wie landwirtschaftlichen Resten, Bagasse und Getreidestroh, holzartigen mehrjährigen Pflanzen, vaskulären Pflanzen, recyceltem braunem Karton, Entfärbepulpe und deren Kombinationen.

[0011] In diesem Zusammenhang betrifft rohes Lignin (1) irgendein Material oder Zusammensetzung, die Lignin enthält, im Wesentlichen ohne freies Lignin. In einem Ausführungsbeispiel enthält das rohe Lignin weniger als 20 Gew.% freies Lignin. Weiterhin enthält das freie Lignin ebenfalls Lignocellulose, die Glucaneinheiten enthält. Lignocellulose wie Glucaneinheiten und Lignin sind aneinander in heterogener Struktur gebunden, was bedeutet, dass typischerweise Lignin nicht gleichmäßig im Material verteilt ist. Hauptsächlich enthält das rohe Lignin Lignin und Lignocellulose, kann aber auch Hemicellulosen enthalten. Das rohe Lignin kann eine oder mehrere Ligninmaterialkomponenten enthalten. Das rohe Lignin kann unterschiedliche Gehalte von Lignin und Glucan enthalten. Weiterhin kann das rohe Lignin Enzyme enthalten, insbesondere nach einer enzymatischen Behandlung. Typischerweise ist das rohe Lignin in der Form einer Suspension, die Wasser, Säure, z. B. Ameisensäure, Essigsäure oder Schwefelsäure, Alkohol oder andere Flüssigkeit enthält, oder in der Form eines Kuchens, Klumpens oder dergleichen. In einem Ausführungsbeispiel ist das rohe Lignin in der Form einer Suspension. Bevorzugt ist das rohe Lignin ein Ligninrest von der Hydrolyse, z. B. Cellulysin.

[0012] In einem Ausführungsbeispiel, insbesondere nach der enzymatischen Behandlung und/oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit, enthält das rohe Lignin (1) einen hohen Anteil an Kohlenhydraten in der Form von fester Lignocellulose. Nach der enzymatischen Behandlung und/oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit wird Lignin dicht in Lignocellulose des rohen Lignins gebunden. Dann ist ein weiterer Verarbeitungsschritt erforderlich, um Lignin freizusetzen. Die Trennung der Ligninteilchen kann durch diese Erfindung erleichtert werden. Bevorzugt basiert die Trennung auf einer Fest-Fest-Trennung. Gleichzeitig wird das rohe Lignin gereinigt, unter Erhalt von Ligninmaterial, das für die Verwendung in verschiedenen Anwendungen mehr geeignet ist. In der Erfindung kann die Lignocellulosefraktion zu der enzymatischen Behandlung wie enzymatischen Hydrolyse und/oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit zurückzirkuliert werden. Eine alternative Option ist die Verwendung der wiedergewonnenen Lignocellulosefraktion in einer externen Anwendung.

[0013] In einem Ausführungsbeispiel wurde das rohe Lignin mit Flüssigkeit, z. B. mit Wasser verdünnt. In einem Ausführungsbeispiel ist WIS% (wasserunlösliche Feststoffe) des rohen Lignins zwischen 1 - 50% oder zwischen 20 - 40% in dem Freisetzungsschritt. In einem Ausführungsbeispiel ist WIS% (wasserunlösliche Feststoffe) des rohen Lignins zwischen 1 - 35% oder zwischen 10 - 30% oder zwischen 15 - 30% im Trennschritt. Wasserunlösliche Feststoffe, wie WIS%, können berechnet werden: $WIS\% = (\text{Gewicht des gewaschenen und getrockneten Materials}) / (\text{Gewicht der nassen Aufschlämmung zum Waschen})$. Eine geringe Konsistenz der Suspension unterstützt die mechanische Trennung von freien Ligninteilchen und Lignocellulosepartikeln. In einem Ausführungsbeispiel ist die gewichtsgemittelte Teilchengröße des rohen Lignins unter 1000 µm, bevorzugt unter 500 µm.

[0014] In einer Ausführungsbeispiel ist der Cellulosegehalt, d. h. Glucangehalt, des rohen Lignins (1) 3 - 70 Gew.%, bevorzugt 5 - 60 Gew.% und mehr bevorzugt 10 - 60 Gew.%, analysiert als Glucose.

[0015] In einem Ausführungsbeispiel sind die Lignocellulosepartikel in der Form von Faserstäben in dem rohen Lignin vorhanden. In einem Ausführungsbeispiel ist die gewichtsgemittelte Teilchengröße der Lignocellulosepartikel unterhalb von 1000 µm, in einem Ausführungsbeispiel unterhalb von 500 µm und in einem Ausführungsbeispiel unterhalb von 300 µm.

[0016] Das rohe Lignin wurde mithilfe einer enzymatischen Behandlung und/oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit (24) verarbeitet. In einem Ausführungsbeispiel wurde das rohe Lignin mithilfe der enzymatischen Behandlung und/oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit nach der Hydrolyse (21) verarbeitet, worin das rohe Lignin von dem Ausgangsmaterial (20) gebildet wurde.

[0017] In einem Ausführungsbeispiel wurde das rohe Lignin mithilfe der enzymatischen Behandlung (24) verarbeitet. In einem Ausführungsbeispiel ist die enzymatische Behandlung eine enzymatische Hydrolyse. In einem Ausführungsbeispiel wurde das rohe Lignin von dem Ausgangsmaterial gebildet und mithilfe der enzymatischen Hydrolyse verarbeitet.

[0018] In einem Ausführungsbeispiel ist das rohe Lignin (1) behandelt durch Entwässern, Waschen, Filtrieren und/oder Zentrifugieren in zumindest einem Wasch- und Trennschritt (2) vor der Ligninfreisetzung (3). Bevorzugt wird das rohe Lignin (1) gewaschen und lösliche Kohlenhydrate werden vor der Ligninfreisetzung (3) getrennt. Bevorzugt können lösliche Kohlenhydrate wie lösliche C₆-Kohlenhydrate (14) von dem rohen Lignin während des Wasch- und Trennschritts (2) getrennt werden. In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage zumindest eine Vorrichtung, z. B. Filter oder Zentrifuge, zum Behandeln des rohen Lignins (1) durch Entwässern, Waschen, Filtrieren und/oder Zentrifugieren in zumindest einem Wasch- und Trennschritt (2) vor der Ligninfreisetzung (3).

[0019] In einem Ausführungsbeispiel wird das rohe Lignin (1) durch Freisetzen in der Gegenwart von Säure behandelt. In einem Ausführungsbeispiel wird das rohe Lignin (1) durch Freisetzen ohne Säure behandelt. In einem Ausführungsbeispiel wird das rohe Lignin (1) mithilfe einer Wärmebehandlung wie einer hydrothermischen Behandlung in dem Ligninfreisetzungsschritt (3) freigesetzt. In einem Ausführungsbeispiel wird das rohe Lignin mithilfe der Autohydrolyse freigesetzt. In einem Ausführungsbeispiel wird das rohe Lignin mithilfe einer verdünnten Säurehydrolyse freigesetzt. In einem Ausführungsbeispiel wird das rohe Lignin in zwei Stufen freigesetzt. In einem Ausführungsbeispiel wird eine Stufe ohne Säure und eine andere Stufe mit Säure durchgeführt. In einem Ausführungsbeispiel ist der Freisetzungsreaktor (3) ein Kocher. In einem Ausführungsbeispiel ist der Freisetzungsreaktor (3) ein glasausgekleideter Kocher, z. B. ein absatzweise glasausgekleideter Kocher oder ein kontinuierlicher Standardkocher. In einem Ausführungsbeispiel ist der Freisetzungsreaktor (3) ein kontinuierlicher Rohrreaktor mit einer kurzen Retentionszeit, der eine plötzliche Freilassung von Druck nach der Reaktorphase beinhaltet. In einem Ausführungsbeispiel ist der Freisetzungsreaktor (3) ein Perkulations- oder Durchfluss-Reaktor.

[0020] In einem Ausführungsbeispiel ist die Temperatur während der Ligninfreisetzung (3) 130 - 400°C. In einem Ausführungsbeispiel ist die Temperatur zumindest 170°C während der Ligninfreisetzung (3). In einem Ausführungsbeispiel ist die Temperatur 170 - 240°C während der Ligninfreisetzung (3). Bei der Freisetzung wird freies Lignin von dem rohen Lignin freigesetzt, und zwei feste Phasen, Lignocellulose und freie Ligninteilchen, werden gebildet. In einem Ausführungsbeispiel wird, wenn das rohe Lignin durch Freisetzen behandelt wird, eine Dampfexplosionswirkung durch die Ligninfreisetzung erzielt, unter Unterstützung der Bildung der freien Ligninteilchen und zur Verminderung der Teilchengrößen der Lignocellulosepartikel. Die effektivste Ligninfreisetzung wird durch eine kurze Retentionszeit bei hoher Temperatur erzielt, d. h. zur Erzeugung einer sogenannten Flashwirkung zum Freisetzen von Lignin. Eigenschaften des rohen Lignins, Zieleigenschaften für das gereinigte Lignin und die Lignocellulosefraktion ebenso wie ökonomische und ökologische Werte bestimmen die optimalen Verfahrensbedingungen.

[0021] In einem Ausführungsbeispiel wird Wasser vor der Ligninfreisetzung (3) zugegeben. Die Temperatur des Wassers kann etwa 20 - 100°C sein.

[0022] In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage zumindest zwei parallele Freisetzungsreaktoren (3) zum Freisetzen von Lignin aus dem rohen Lignin (1). Bevorzugt erleichtern die parallelen Reaktoren den kontinuierlichen Vorgang. In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage zumindest zwei aufeinanderfolgende Freisetzungsreaktoren (3) zum Freisetzen von Lignin aus dem rohen Lignin (1).

[0023] In einem Ausführungsbeispiel ist die Stärke der Freisetzungsbehandlung zwischen Standardhemicellulose (C₅) und Cellulose (C₆)-Hydrolyse, somit die geringste mögliche Stärke zum Freisetzen von Lignin. Eine typische pH-eingestellte kombinierte Stärke (CS) oder Stärkeindex (SI) ist zwischen 1,5 und 2,5 (definiert durch die unten dargestellte Gleichung), wobei t die Zeit in Minuten und T die Temperatur in Grad Celsius ist.

$$\log(\text{CS}) = \log \left[t \exp \left(\frac{T - 100}{14.75} \right) \right] - pH$$

[0024] Der geringe Schweregrad (Stärke) ist vorteilhaft zum Auflösen eines möglichst niedrigen Prozentsatzes von Cellulose, weil dies die Ausbeute von C₆-Kohlenhydrat in einem enzymatischen Verfahren verbessert.

Zusätzliche Vorteile sind die Konservierung der natürlichen Reaktivität des Lignins und die höhere Selektivität der Freisetzungsbearbeitung, was zu einer reineren Zuckerlösung führt.

[0025] In einem Ausführungsbeispiel werden weniger als 70%, bevorzugt weniger als 60%, mehr bevorzugt weniger als 50% und am meisten bevorzugt weniger als 40% Glucan während der Ligninfreisetzung (3) aufgelöst.

[0026] Fig. 3a gibt ein Ausführungsbeispiel des rohen Lignins vor der Ligninfreisetzung an, und Fig. 3b gibt ein Ausführungsbeispiel des rohen Lignins nach der Ligninfreisetzung an. Dunklere runde Formen in Fig. 3b sind freigesetzte Ligninteilchen, und helleres farbiges Material ist Lignocellulose.

[0027] In einem Ausführungsbeispiel kann die Kochlösung von der Ligninfreisetzung während oder nach der Ligninfreisetzung entfernt werden. Lösliche Kohlenhydrate der Kochlösung können wiedergewonnen werden. Alternativ kann die Kochlösung zu einer Abwasserbehandlungsanlage als solches oder nach einer anschließenden Behandlung geführt werden.

[0028] In einem Ausführungsbeispiel wird Carbonat vor der Ligninfreisetzung zugegeben. In einem Ausführungsbeispiel wird Carbonat während der Ligninfreisetzung zugegeben. In einem Ausführungsbeispiel ist Carbonat in der Form von Natriumcarbonat, Natriumbicarbonat, Natriumdioxid, einem anderen geeigneten Carbonat oder deren Derivaten oder deren Kombinationen. Die Ligninteilchengröße kann durch Zugabe des Carbonates erhöht werden. Wenn CO₂ während des Freisetzungsschrittes erzeugt wird, quellen aufgeweichte Ligninteilchen aufgrund von expandierendem Gas innerhalb der Poren. Dann können Ligninteilchen mit erhöhter Teilchengröße leichter von dem rohen Lignin getrennt werden.

[0029] In einem Ausführungsbeispiel wird das behandelte rohe Lignin (4) nach der Ligninfreisetzung (3) gekühlt.

[0030] In einem Ausführungsbeispiel wird das behandelte rohe Lignin (4) nach der Ligninfreisetzung (3) gewaschen.

[0031] In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) in einem oder mehreren Trennschritten (5) nach dem Ligninfreisetzungsschritt (3) getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) in einem oder mehreren Trennschritten (5) getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Trennung mithilfe einer mechanischen Trennung durchgeführt. In einem Ausführungsbeispiel wird ein Trennverfahren ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Zentrifugalkräften, Sedimentation, Luftstrahlsiebung, Filtration, Flotation, Sieben und deren Kombinationen. In einem Ausführungsbeispiel erfolgt die Trennung mithilfe der Zentrifugalkräfte. In einem Ausführungsbeispiel erfolgt die Trennung mithilfe der Sedimentation. In einem Ausführungsbeispiel erfolgt die Trennung mithilfe der Luftstrahlsiebung. In einem Ausführungsbeispiel erfolgt die Trennung mithilfe der Filtration. In einem Ausführungsbeispiel erfolgt die Trennung mithilfe der Flotation. In einem Ausführungsbeispiel erfolgt die Trennung durch Sieben. In einem Ausführungsbeispiel wird jeder Trennschritt durch ähnliche Verfahren durchgeführt. Alternativ wird jeder Trennschritt durch unterschiedliche Verfahren durchgeführt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) von dem behandelten rohen Lignin (4) getrennt, so dass das verbleibende rohe Lignin die Lignocellulosefraktion (7) ist. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) von dem behandelten rohen Lignin (4) getrennt, so dass das verbleibende rohe Lignin die Ligninfraktion (6) ist. Bevorzugt ist die Ligninfraktion (6) das gereinigte Lignin.

[0032] In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage zumindest eine Trennvorrichtung (5) zum Trennen der Ligninfraktion (6) von dem behandelten rohen Lignin (4) und bevorzugt zum Reinigen der Ligninfraktion (6). In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage zumindest zwei Trennvorrichtungen (5). In einem Ausführungsbeispiel basiert die Trennvorrichtung auf Zentrifugalkräften, Sedimentation, Luftstrahlsiebung, Filtration, Flotation, Sieben oder deren Kombinationen. Die Trennvorrichtung kann ein Reaktor, Kessel, Behälter, Korb, Zyklon, Filter, Säule, Zelle, Basin, Verdicker oder dergleichen sein. In einem Ausführungsbeispiel erfolgt zumindest ein Trennschritt zum Trennen der Ligninfraktion mithilfe von Zentrifugalkräften, z. B. durch Korbzentrifuge oder Dekantierzentrifuge wie Vollmantelzentrifuge, oder durch Flotation, z. B. durch Brühenflotation oder Säulenflotation.

[0033] In einem Ausführungsbeispiel wird die Trennung der Ligninfraktion (6) in einem oder mehreren Trennschritt(en) durchgeführt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Trennung in einem Trennschritt durchgeführt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Trennung in mehr als einem Trennschritt durchgeführt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Trennung in drei Trennschritten durchgeführt. In einem Ausführungsbeispiel

enthält die Trennvorrichtung (5) einen oder mehrere Trennschritte. In einem Ausführungsbeispiel enthält der Trennschritt eine oder mehrere Trennvorrichtung(en). In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) in dem letzten Trennschritt getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) zwischen zwei Trennschritten getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) im ersten Trennschritt getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) im ersten Trennschritt getrennt und danach wird die Ligninfraktion gereinigt für die letzten Trennschritte. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) in jedem Trennschritt getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) in dem ersten Trennschritt getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) in mehr als einem Trennschritt getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) in jedem Trennschritt getrennt. In einem Ausführungsbeispiel wird zumindest ein getrennter Lignocellulosefluss zu einem gewünschten Schritt der Trennung zirkuliert.

[0034] In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) weiter durch Sieben, bevorzugt durch Vibrations-sieben gereinigt, zur Entfernung von Kohle und Zuckerzersetzungprodukten.

[0035] Die Trennung kann in einem breiten Temperaturbereich durchgeführt werden, z. B. bei Temperaturen zwischen 0 und 100°C. Eine höhere Temperatur unterstützt üblicherweise die Trennung aufgrund der niedrigeren Viskosität. Im Allgemeinen wird eine nahezu natürliche Verfahrenstemperatur verwendet, um ein Erwärmen oder Kühlen zu vermeiden.

[0036] In einem Ausführungsbeispiel wird ein chemisches Stabilisierungsmittel (8) in das behandelte rohe Lignin (4) im Zusammenhang mit dem Trennschritt (5) gegeben. In einem Ausführungsbeispiel wird ein stabilisierendes chemisches Mittel (8) in das behandelte rohe Lignin (4) vor dem Trennschritt (5) gegeben. In einem Ausführungsbeispiel wird das stabilisierende chemische Mittel (8) in das behandelte rohe Lignin (4) während des Trennschritts (5) gegeben. In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage zumindest eine Zufuhrvorrichtung zum Zugeben eines stabilisierenden chemischen Mittels (1) in das behandelte rohe Lignin (4).

[0037] Das stabilisierende chemische Mittel (8) wird zu dem behandelten rohen Lignin (4) in zumindest einem Schritt gegeben. In einem Ausführungsbeispiel wird das stabilisierende chemische Mittel (8) in das behandelte rohe Lignin (4) in einem Schritt gegeben. In einem Ausführungsbeispiel wird das stabilisierende chemische Mittel (8) in das behandelte rohe Lignin in mehr als einem Schritt gegeben. In einem Ausführungsbeispiel wird das stabilisierende chemische Mittel (8) in das behandelte rohe Lignin im Zusammenhang mit jedem Trennschritt gegeben. In einem Ausführungsbeispiel wird das stabilisierende chemische Mittel (8) in das behandelte rohe Lignin im ersten Trennschritt und/oder in zumindest einem späteren Trennschritt gegeben. Bevorzugt erfolgt eine chemische Stabilisierung und eine mechanische Trennung.

[0038] In einem Ausführungsbeispiel wird das chemische Stabilisierungsmittel in das behandelte rohe Lignin gegeben und das rohe Lignin wird gemischt, bevorzugt durch Hochschermischen. Das Hochschermischen ist vorteilhaft für das Erleichtern der Adsorption eines chemischen Mittels auf Oberflächen. Das stabilisierende chemische Mittel adsorbiert hauptsächlich auf Lignocellulosepartikeln.

[0039] In einem Ausführungsbeispiel ist das stabilisierende chemische Mittel (8) Polysaccharid als solches oder modifiziertes Polysaccharid. In diesem Zusammenhang ist das stabilisierende chemische Mittel typischerweise ein hydrophiles chemisches Mittel. In einem Ausführungsbeispiel wird das stabilisierende chemische Mittel ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Carboxymethylcellulose (CMC), polyanionischer Cellulose (PAC), anderen Cellulosederivaten, z. B. Ethylhydroxyethylcellulose und Methylcellulose, Guargum wie nativem Guargum oder modifiziertem Guargum, nativer Stärke, modifizierter Stärke, Pektin, Glykogen, Callose, Chrysolaminarin, nativer Hemicellulose, modifizierter Hemicellulose, Xylan, Mannan, Galactomannan, Galactoglucomannan (GGM), Arabinoxylan, Glucuronoxylan und Xyloglucan, Fucoidan, Dextran, Alginat, anderen Polysacchariden und deren Kombinationen. Das stabilisierende chemische Mittel kann in der nativen oder in der modifizierten Form sein. In einem Ausführungsbeispiel ist das stabilisierende chemische Mittel Carboxymethylcellulose (CMC). In einem Ausführungsbeispiel ist das stabilisierende chemische Mittel Guargum. Bevorzugt ist die Funktion des stabilisierenden chemischen Mittels, suspendierte Lignocellulosepartikel stabil während der chemischen Interaktion zu halten. Daher verbleiben behandelte Lignocellulosepartikel in der Suspension, während freie Ligninteilchen von der Suspension getrennt werden.

[0040] In einem Ausführungsbeispiel kann Waschwasser (9), z. B. bei einer Temperatur zwischen 20 - 70°C, zu der Trennvorrichtung (5) gegeben werden, bevorzugt in dem letzten Trennschritt, um die Ligninfraktion (6) zu waschen. Alternativ wird die Ligninfraktion (6) nach der Trennung (5) gewaschen. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion durch ein Verdrängungswaschen gewaschen. Das gereinigte Lignin kann leicht

in der Waschstufe neutralisiert werden, ohne negativ die Entwässerungsleistung zu beeinflussen. In diesem Kontext bedeutet das Waschwasser irgendeine Waschlösung oder Waschwasser. Das Waschwasser kann frisches Waschwasser oder recyceltes Waschwasser sein. Das Waschwasser kann physikalisch und/oder chemisch gereinigtes rohes Wasser ebenso wie ein reiner Seitenstrom von einem Bioraffinerievorgang sein, z. B. Kondensat von der Verdampfung von Zucker. Das Trennverfahren erfordert kein ultrareines Wasser, z. B. erhältlich durch Ionenaustausch, Destillation oder Umkehrosmose.

[0041] In einem Ausführungsbeispiel ist die Ligninfraktion (6) in der Form einer Suspension, Feststoffes, Sedimentes, Schlammes, Kuchens oder dergleichen nach dem Trennschritt. Die Ligninfraktion (6) kann ebenfalls andere Komponenten oder Mittel als Ligninteilchen enthalten. Bevorzugt enthält die Ligninfraktion freies Lignin. In einem Ausführungsbeispiel enthält die Ligninfraktion über 80%, bevorzugt über 85%, mehr bevorzugt über 90%, am meisten bevorzugt über 95% Lignin und weniger als 20%, bevorzugt weniger als 15%, mehr bevorzugt weniger als 10%, am meisten bevorzugt weniger als 5% Glucan. Der Ligningehalt wird als Kombination von säureunlöslichem und säurelöslichem Lignin spezifiziert.

[0042] In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) nach der Trennung durch Entwässern der Ligninfraktion in zumindest einem Entwässerungsschritt (10) behandelt, der aus den Trennverfahren, die oben beschrieben sind, oder anderen geeigneten Verfahren ausgewählt werden kann. In einem Ausführungsbeispiel wird das Entwässern in dem Trennschritt durchgeführt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) durch Entwässern in zumindest einem Filtrationsschritt, z. B. durch einen Druckfilter oder Vakuumfilter behandelt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) durch Entwässern in zumindest einem Reinigungs-Trennschritt behandelt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion im Reinigungs-Trennschritt mithilfe des Zentrifugalreinigens, z. B. durch Hydrozyklon, Sedimentation, z. B. durch Verdicker, Luftstrahlsieben, Aggregation, Flotation, Flokkulation und/oder Sieben behandelt. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninfraktion (6) durch Mahlen behandelt.

[0043] In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage zumindest eine Filtrationsvorrichtung, z. B. einen Druckfilter oder Vakuumfilter zum Filtrieren und Reinigen der Ligninfraktion (6). In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage zumindest eine Entwässerungsvorrichtung zum Entwässern der Ligninfraktion (6).

[0044] Die Entfernung von Lignocellulosepartikeln verbessert deutlich das Entwässern des Lignins, wie es durch eine erhöhte Filtrationsrate und/oder höheren Feststoffgehalt dargestellt wird. Der höhere Feststoffgehalt bedeutet, dass das Lignin für Stromabwärtsanwendungen als solches mehr geeignet ist und weniger Energie beim Trocknen erforderlich ist.

[0045] In einem Ausführungsbeispiel wird zumindest ein Teil der Lignocellulosefraktion (7), einschließlich Lignocellulosepartikeln, zu der enzymatischen Behandlung wie enzymatischer Hydrolyse und/oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit zurück zirkuliert. In einem Ausführungsbeispiel wird zumindest ein Teil der Lignocellulosefraktion (7) von dem Trennschritt (5) zu der enzymatischen Behandlung wie der enzymatischen Hydrolyse und/oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit zirkuliert. In einem Ausführungsbeispiel wird zumindest ein Teil der Lignocellulosefraktion (7) zu einer Stufe vor dem Behandlungsschritt (24) zirkuliert, bevorzugt vor der enzymatischen Behandlung oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) zu einer Stufe zwischen dem Hydrolysevorgang (21) und dem Behandlungsschritt (24) zirkuliert. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) in einen Behälter (23) für erneute Aufschlämmung zirkuliert, der vor dem Behandlungsschritt (24) angeordnet ist. Alternativ kann zumindest ein Teil der Lignocellulosefraktion (7) zu einem getrennten Hydrolysevorgang zirkuliert werden. In einem Ausführungsbeispiel enthält die Anlage ein Zirkulationsmittel zum Zirkulieren der Lignocellulosefraktion (7). In einem Ausführungsbeispiel wird ein Zuführsystem zum Zirkulieren der Lignocellulosefraktion (7) von der Trennvorrichtung (5) zu der enzymatischen Behandlung wie enzymatischer Hydrolyse und/oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit verwendet.

[0046] Bei dem enzymatischen Vorgang kann bevorzugt das Ausgangsmaterial, z. B. Holzmaterial, effektiver in dem Verfahren verwendet werden, wenn die Lignocellulosefraktion (7) zu der enzymatischen Behandlung wie der enzymatischen Hydrolyse rezirkuliert wird.

[0047] Wenn die Lignocellulosefraktion (7) zirkuliert wird, kann die Umwandlung in der enzymatischen Behandlung oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit erniedrigt werden. In einem Ausführungsbeispiel wird die Umwandlung um mindestens 10% oder um mindestens 20% des früher optimalen Umwandlungsgehaltes erniedrigt. Eine Enzymdosierung wird gewählt, so dass die gewünschte Glucan-in-Glucose-Umwandlung bei der enzymatischen Behandlung erzielt wird. Die geringere Umwandlung ermöglicht eine Verminderung der

Enzymdosis. Eigenschaften der zirkulierten Lignocellulosefraktion, insbesondere kleine Teilchengröße, geringer Hemicellulosegehalt und geringer Ligningehalt, vermindern möglicherweise die Enzymdosierung weiter. In einem Ausführungsbeispiel kann die Zuführkonsistenz bei der enzymatischen Behandlung erhöht werden. Dies kompensiert ansonsten die geringere Zuckerkonzentration und ein höheres Volumen der enzymatischen Behandlungsbehälter wie enzymatische Hydrolysebehälter, wenn die geringere Umwandlung angewandt wird. Die höhere Zuführkonsistenz wird erleichtert durch die geringere Viskosität der Mischung des vorbehandelten Ausgangsmaterials und Lignocellulose im Vergleich zum vorbehandelten Ausgangsmaterial alleine. Beim konventionellen Verfahren würde die geringere Umwandlung zu einem äquivalenten Abfall der C₆-Zuckerausbeute resultieren, aber wenn die wiedergewonnene Lignocellulosefraktion zu der enzymatischen Hydrolyse zirkuliert wird, ist die kombinierte C₆-Ausbeute typischerweise höher als in einem Referenzfall mit einem normalen Umwandlungsgehalt.

[0048] Die Lignocellulosefraktion (7) kann ebenfalls andere Komponenten oder Mittel als Kohlenhydrate wie Glucan enthalten. In einem Ausführungsbeispiel ist die Lignocellulosefraktion (7) in der Form einer Suspension. Diese Suspension enthält eine Flüssigkeit wie Wasser. In einem Ausführungsbeispiel enthält die Lignocellulosefraktion (7) 40 - 90%, bevorzugt 50 - 90%, mehr bevorzugt etwa 60 - 90% Glucan und 10 - 60%, bevorzugt 10 - 50%, mehr bevorzugt etwa 10 - 40% Lignin nach dem Trennschritt (5).

[0049] In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) nach der Trennung (5) entwässert, z. B. durch Filtration.

[0050] In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosefraktion (7) zur Bildung einer verdünnten Lignocellulosefraktion (13) nach dem Trennschritt (15) verdünnt. In einem Ausführungsbeispiel ersetzt die Flüssigkeit in der Lignocellulosefraktion teilweise oder vollständig frisches Wasser, das bei der Verdünnung des vorbehandelten Ausgangsmaterials vor der enzymatischen Hydrolyse erforderlich ist.

[0051] Erfindungsgemäß kann eine Ligninzusammensetzung gebildet werden. Die Ligninzusammensetzung enthält eine Ligninfraktion, die durch das Verfahren, das in diesem Kontext beschrieben ist, gebildet ist. Die Ligninzusammensetzung kann als Komponente bei der Herstellung eines Produktes wie eines Endproduktes verwendet werden, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Aktivkohle, Kohlenstofffaser, Ligninverbund, Bindemittelmateriale, Polymeren, Harzen, phenolischer Komponente, Dispersionsmittel, Futtermittel, Nahrungsmittel oder deren Kombination. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninzusammensetzung als Adsorbens für Öl, Kohlenwasserstoffzusammensetzung oder Schwermetalle verwendet. In einem Ausführungsbeispiel wird die Ligninzusammensetzung als trennbares Material bei der Energieproduktion verwendet.

[0052] In einem Ausführungsbeispiel kann eine Lignocellulosezusammensetzung gebildet werden. Die Lignocellulosezusammensetzung enthält eine Lignocellulosefraktion, die durch das Verfahren, das in diesem Kontext beschrieben ist, gebildet wurde. Die Lignocellulosezusammensetzung kann als Komponente bei der Herstellung eines Produktes verwendet werden, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Verbundmaterialien, Holzverbundmaterialien, Lignin-Holzverbundmaterialien, Holz-Kunststoffverbundmaterialien, enthaltend Verbundmaterialien, die aus Kunststoff, synthetischen Polymeren, Biopolymeren, Kautschuk oder deren Kombinationen zusammen mit Holz, Harzen gebildet sind, bevorzugt als Füllstoffe in Harzen, holzbasierten Materialien, holzbasierten Füllstoffen, Konstruktionsmaterialien, Gebäudeplatten, Leimplatten und/oder andere holzbasierten Platten wie Spanplatte, orientierte Strangplatte, Chipplatte, Intrallam, Holzleim, harte Platte, korrigierte Platte, Waferplatte, Faserplatte, Sperrholz, Isolationsmaterial, Verpackungsmaterial, Sperrmaterial oder Schaummaterial. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosezusammensetzung als verbrennbarer Stoff bei der Energieproduktion verwendet. In einem Ausführungsbeispiel wird die Lignocellulosezusammensetzung als Ausgangsmaterial bei einer Produktion von mikrokristalliner Cellulose, nanokristalliner Cellulose oder nanofibrillierter Cellulose verwendet. Ein Hochkristallinitätsindex und kleine Teilchengröße fördern die Verwendung der Lignocellulose in der Produktion der mikrokristallinen Cellulose oder nanokristallinen Cellulose.

[0053] Das Verfahren stellt die Ligninfraktion und die Ligninzusammensetzung mit guter Qualität zur Verfügung. Insbesondere kann die Reinheit der Ligninfraktion verbessert werden. Bei Verbesserung der Reinheit von Lignin und bei der Erhöhung des Feststoffgehaltes in der Ligninfraktion können bessere Eigenschaften des Endproduktes erhalten werden. Weiterhin kann die Lignocellulosefraktion wiedergewonnen werden. Aufgrund dieser Erfindung kann die Verwendung von Ausgangsmaterialien und Enzymen vermindert werden. Die Erfindung gibt einen möglichen Weg zur Erniedrigung der Konversion bei der enzymatischen Behandlung wie der enzymatischen Hydrolyse (EH) an, ohne dass eine negative Wirkung auf die Zuckerausbeute, Zuckerkonzen-

tration oder Größe der enzymatischen Hydrolysebehälter erzielt wird. Weiterhin kann die C₆-Zuckerausbeute in dem Verfahren verbessert werden.

[0054] Es wird bevorzugt eine verbesserte Filtermöglichkeit erzielt und weiterhin kann der Wärmewert der Ligninzusammensetzung erhöht werden, so dass sich der Wärmewert ohne Trocknen um zumindest 50% verbessern kann.

[0055] Das Verfahren ist zur Verwendung bei der Herstellung von unterschiedlichen Lignin- und Lignocellulose-basierten Produkten und Endprodukten von unterschiedlichen Ausgangsmaterialien geeignet. Bevorzugt wird das rohe Lignin durch Trennung der Lignocelluloseeteilchen gereinigt. Weiterhin kann die Ligninzusammensetzung als Energiequelle verwendet werden.

BEISPIELE

[0056] Die Erfindung wird detailliert durch die folgenden Beispiele unter Bezugnahme auf die beigefügten Zeichnungen beschrieben.

Beispiel 1

[0057] Bei diesem Beispiel wird eine Ligninfraktion (6) gemäß einem Verfahren von **Fig. 1** gebildet.

[0058] Das vorbehandelte Ausgangsmaterial wird aus dem Ausgangsmaterial (20) wie Biomasse mithilfe beispielsweise der Hemihydrolyse (21) gebildet. Das gebildete, vorbehandelte Ausgangsmaterial (22) wird in einem Behandlungsschritt (24), der eine enzymatische Behandlung wie eine enzymatische Hydrolyse ist, oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit verarbeitet, zur Bildung des rohen Lignins (1).

[0059] Das rohe Lignin (1) wird mithilfe einer ersten Zuführvorrichtung in einen Freisetzungsreaktor (3), z. B. in einen Kocher geführt, bevorzugt auf der Basis der Autohydrolyse oder verdünnten Säurehydrolyse, um das rohe Lignin durch eine Freisetzung zu behandeln. Wasser kann zu dem Freisetzungsreaktor (3) gegeben werden.

[0060] Das behandelte rohe Lignin (4) wird mithilfe einer zweiten Zuführvorrichtung von dem Freisetzungsreaktor (3) in die Trennvorrichtung (5) zum Trennen einer Ligninfraktion (6) geführt. Carboxymethylcellulose (8) kann als stabilisierendes chemisches Mittel in das rohe Lignin während der Trennung gegeben werden. Bevorzugt wird die Trennung in mehr als einem Trennschritt durchgeführt. Die Ligninfraktion (6) von der Trennvorrichtung (5) wird wiedergewonnen. Ebenso wird eine Lignocellulosefraktion (7) getrennt. Die Lignocellulosefraktion (7) kann zu der enzymatischen Behandlung wie enzymatischen Hydrolyse oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit zurück zirkuliert werden.

Beispiel 2

[0061] Bei diesem Beispiel wird eine Ligninfraktion (6) gemäß einem Verfahren von **Fig. 2** gebildet.

[0062] Das vorbehandelte Ausgangsmaterial wird von dem Ausgangsmaterial (20) wie Biomasse beispielsweise mithilfe der Hemihydrolyse (21) gebildet. Das gebildete vorbehandelte Ausgangsmaterial (22) wird über einen erneuten Aufschlammungstank (23) zu einem Behandlungsschritt (24), der eine enzymatische Behandlung wie eine enzymatische Hydrolyse oder eine Behandlung mit einer ionischen Flüssigkeit ist, geführt. Das vorbehandelte Ausgangsmaterial (22) wird in dem Behandlungsschritt (24) verarbeitet, zur Bildung des rohen Lignins (1).

[0063] Das rohe Lignin (1) wird in einer Filtrationsvorrichtung (2) filtriert, worin lösliche Kohlenhydrate (14) entfernt werden können. Wahlweise kann das rohe Lignin mit Wasser während oder nach der Filtration, bevorzugt unter Verwendung eines Verdrängungswaschens gewaschen werden. Danach wird das rohe Lignin (1) mithilfe einer ersten Zuführvorrichtung zu einem Freisetzungsreaktor (3), z. B. in einen Kocher geführt, bevorzugt auf der Basis der Autohydrolyse oder verdünnten Säurehydrolyse, um das rohe Lignin durch eine Freisetzung zu behandeln. Bevorzugt enthält die Anlage am Ende eine Dampfexplosionsstufe. Wasser kann zu dem Freisetzungsreaktor gegeben werden. Flüssigphase, die gelöste Kohlenhydrate (15) enthält, kann während oder nach der Freisetzung getrennt werden. Bevorzugt wird das behandelte rohe Lignin (4) nach der Ligninfreisetzung gewaschen.

[0064] Das behandelte rohe Lignin (4) wird mithilfe einer zweiten Zuführvorrichtung von dem Freisetzungsreaktor (3) in die optionale Waschstufe geführt und weiter zu der Trennvorrichtung (5), zum Trennen einer Ligninfraktion (6). Ebenso wird eine Lignocellulosefraktion (7) getrennt. Carboxymethylcellulose (8) kann als stabilisierendes chemisches Mittel in das rohe Lignin während der Trennung gegeben werden. Bevorzugt wird die Trennung in mehr als einem Trennschritt durchgeführt. Waschwasser (9), z. B. bei einer Temperatur zwischen 20 und 60°C, kann zu der Trennvorrichtung (5), bevorzugt im letzten Trennschritt zum Waschen der Ligninfraktion (6) gegeben werden. Die Ligninfraktion (6) von der Trennvorrichtung (5) wird zu der zweiten Filtrationseinheit (10) zur weiteren Behandlung der Ligninfraktion (6), z. B. durch einen Druckfilter, geführt. Die Ligninfraktion (6) kann filtriert und gereinigt werden, zur Bildung einer endgültigen Ligninzusammensetzung (11).

[0065] Die Lignocellulosefraktion (7) wird zu der enzymatischen Behandlung wie enzymatischen Hydrolyse oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit zurück zirkuliert. Die Lignocellulosefraktion (7) kann in einem Verdünnungsschritt (12) zur Bildung einer verdünnten Lignocellulosefraktion (13) verdünnt werden. Die verdünnte Lignocellulosefraktion (13) wird zum erneuten Aufschlammungstank (23) geführt und zum Behandlungsschritt (24) zirkuliert.

Beispiel 3

[0066] Bei diesem Beispiel wurden Lignin und Lignocellulosefraktionen gebildet.

[0067] Vorbehandelte Biomasse (PTB) wurde einer enzymatischen Hydrolyse mit einem kommerziellen Enzym unter Verwendung einer 16%igen TS (gesamte Feststoffe)-Zufuhr unterworfen. Eine Enzymdosierung wurde gewählt, so dass 80% Glucoseumwandlung nach 48 Stunden Hydrolysezeit erzielt wurde. Restliches festes Material, d. h. rohes Lignin, wurde von C₆-Kohlenhydraten durch eine Druckfiltration getrennt. Das rohe Lignin wurde einer Behandlung mit verdünnter Säure in einem Freisetzungsschritt ausgesetzt. Das rohe Lignin wurde in einem Kocher unter Verwendung der folgenden Bedingungen freigesetzt: 20,9% TS, Zeit 210 min, Temperatur 181°C und Schwefelsäuredosierung 6 kg/t TS PTB. Nach der Freisetzungsbehandlung wurde die Aufschlammung im Reaktor abgekühlt. Nach Kühlen war der pH der Aufschlammung 3,0.

[0068] Eine Druckfiltration und Verdrängungswaschen wurden verwendet, zum Trennen von wasserlöslichem Material von festen Teilchen. Die freigesetzten Ligninteilchen und restliche Lignocellulosepartikel wurden aufeinanderfolgend in vier Stufen getrennt. Die erste Stufe (grobere Stufe) ergab eine Lignocellulosefraktion und eine semi-gereinigte Ligninfraktion. Die folgenden Stufen (sauberere Stufen) wurden verwendet, zum weiteren Reinigen der Ligninfraktion. Der Standardvorgang war, Lignocellulosefraktionen von den Stufen 2-4 aufwärts zu optimalen Stufen im Trennvorgang zu zirkulieren. Wahlweise können eine oder mehrere Stufen durchgeführt werden, zum weiteren Reinigen der Lignocellulosefraktion (Einfangstufen). Das behandelte rohe Lignin wurde erneut aufgeschlämmt, unter Erhalt von 7% TS-Zufuhr für die grobere Stufe. CMC (Carboxymethylcellulose) wurde zu 10 kg/t gegeben und die Temperatur auf 55°C eingestellt. Die Aufschlammung wurde durch eine GEA Westfalia UCD205-Dekantierzentrifuge bei einer Zuführrate von 23 kg/min unter Verwendung einer Korbgeschwindigkeit von 2800 UpM gepumpt. Getrennte Lignin (schwere)-Fraktion wurde weiter erneut aufgeschlämmt, CMC wurde bei 3 kg/t TS zugegeben und die gebildete Aufschlammung wurde in der ersten Reinigerstufe unter Verwendung einer Dekantierzentrifuge verarbeitet. Zwei aufeinanderfolgende Reinigungsstufen basierten auf der Sedimentation. CMC wurde bei 1,5 kg/t TS in der zweiten Reinigungsstufe gegeben, und die dritte Reinigungsstufe wurde ohne CMC durchgeführt. Ein Unterfluss wurde nach zweistündiger Sedimentationszeit in den beiden Stufen gesammelt.

[0069] Lignin und Kohlenhydrate wurden unter Verwendung der TAPPI-Verfahren T-222 und T-UM 250 analysiert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1

Komponente	Einheit	PTB	CL1	CL2	LC/SS1	L/SS4
Säureunlösliches Lignin	%	30,7	69,8	79,0	38,9	86,8
Säurelösliches Lignin	%	2,2	1,9	2,1	3,8	1,0
Glucose	%	57,6	25,8	22,8	53,9	11,7
Xylose	%	9,1	1,2	<0,2	<0,2	<0,2

CL1 = rohes Lignin vor dem Kochen

CL2 = rohes Lignin nach Kocher

LC/SS1 = Lignocellulosefraktion nach Trennstufe 1

L/SS4 = Ligninfraktion nach Trennstufe 4

[0070] 15% Glucan wurde während des Freisetzungsschrittes hydrolysiert (löslich gemacht), was bedeutet, dass 85% Glucan für die enzymatische Hydrolyse nach 100%iger Wiedergewinnung in der Trennstufe verfügbar sind. Die Ligninfraktion L/SS4 war signifikant sauberer als das rohe Lignin nach dem Kocher (CL2), was demonstriert, dass Lignin zumindest teilweise von dem rohen Lignin während der verdünnten Säurehydrolyse freigesetzt wird. Mechanische Trennung ist nicht in der Lage, das rohe Lignin vor dem Kocher zu reinigen. Große Biomassenteilchen, die in PTB vorhanden sind, machen die Reinigung des Lignins komplizierter, weil größere Lignocellulosepartikel dazu neigen, in die schwere Fraktion (Ligninfraktion) zu driften. Aus diesem Grund ist ein heißes Blasen (z. B. Dampfexplosion) nach dem Freisetzungsschritt eine bevorzugte Option, die eine praktische Möglichkeit zur Verminderung der Teilchengröße darstellt. Mehrere strenge Bedingungen, die zu einem höheren Grad des hydrolysierten Glucans führen, würden signifikant zu der Ligninfreisetzung und anschließenden Trennung beitragen.

[0071] Die enzymatische Hydrolyse im Labormaßstab wurde für die Mischung aus PTB und zirkulierter Lignocellulose LC/SS1 mit dem Verhältnis von 87:13 auf gesamter Feststoffbasis durchgeführt. Referenz war eine ähnliche enzymatische Hydrolyse mit 100% PTB-Material. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2

	REF A	87:13 A	REF B	87:13 B
Enzymdosierung bei TS, %	3	3	4	4
Umwandlung nach 24 Stunden, %	59	58	64	71
Umwandlung nach 48 Stunden, %	68	73	79	78
Umwandlung nach 72 Stunden, %	69	72	78	82

[0072] Die Ergebnisse zeigen, dass recycelte Lignocellulose (Glucan) in Glucose genauso effizient wie ursprüngliches PTB umgewandelt wurde.

Beispiel 4

[0073] Bei diesem Beispiel wurde eine Wirkung einer zirkulierten Lignocellulosefraktion bei der Rheologie der gebildeten Aufschlämmung demonstriert. Die getrennte Lignocellulosefraktion von Beispiel 3 wurde bei diesem Experiment verwendet. Vorbehandelte Biomasse (PTB-Material) wurde mit dem Lignocellulosematerial erneut aufgeschlämmt, unter Erhalt einer Suspension mit einem gesamten Feststoffgehalt (TS) von 16,8% und einem Gehalt an wasserunlöslichen Feststoffen (WIS) von 16,5%. Das Verhältnis von PTB und zirkulierter Lignocellulose wurde auf 70:30 auf gesamter Feststoffbasis eingestellt. Die Viskosität der Suspension war 306 mPas (Brookfield 50 UpM). Als Referenz wurde die gleiche vorbehandelte Biomasse (PTB) mit reinem Wasser erneut aufgeschlämmt, unter Erhalt einer Suspension mit gesamten Feststoffen (TS) von 16,8% und einem Gehalt an wasserunlöslichen Feststoffen (WIS) von 16,5%. Die Viskosität der Suspension war 1876 mPas (Brookfield 50 UpM). Dieses Beispiel demonstriert, dass das Mischen der Lignocellulose mit der vorbehandelten Biomasse zu unerwarteten rheologischen Eigenschaften führt. Dies adressiert hauptsächlich die Wirkung der bipolaren Teilchengrößenverteilung, jedoch können auch die geänderten Oberflächeneigenschaften eine Rolle spielen. Eine niedrigere Viskosität ermöglicht die Verwendung eines höheren Feststoffgehaltes, beispielsweise wenn die enzymatische Hydrolyse mit einer geringen Umwandlung, d. h. geringen Kohlenhydratausbeute durchgeführt wird, so dass eine Kompensation einer ansonsten erniedrigten Zuckerkonzentration und eines erhöhten Behältervolumens ermöglicht wird. Selbst wenn es keinen Vorteil gibt, einen höheren Feststoffgehalt zu erzielen, erleichtert eine geringere Viskosität die Verwendung einer weniger intensiven Mischstufe.

[0074] Das Verfahren ist in unterschiedlichen Ausführungsbeispielen geeignet für die Verwendung zur Bildung von Ligninfraktionen und Lignocellulosefraktionen von den sehr unterschiedlichen Arten von rohem Lignin.

[0075] Diese Erfindung ist nicht lediglich auf die oben beschriebenen Beispiele beschränkt; stattdessen sind viele Veränderungen innerhalb des Umfangs der erfindungsgemäßen Idee, die durch die Ansprüche definiert ist, möglich.

Schutzansprüche

1. Ligninfraktion, erhältlich durch ein Verfahren, das die folgenden Schritte enthält:
 - Bilden der Ligninfraktion aus rohem Lignin, das mithilfe eines Behandlungsschrittes verarbeitet wurde, ausgewählt aus enzymatischer Behandlung, Behandlung mit ionischer Flüssigkeit und deren Kombinationen, und Behandlung des rohen Lignins durch eine Ligninfreisetzung in zumindest einem Ligninfreisetzungsschritt und
 - Trennen der Ligninfraktion in zumindest einem Trennschritt.
2. Ligninfraktion nach Anspruch 1, worin die Ligninfraktion freies Lignin enthält.
3. Ligninfraktion nach Anspruch 1 oder 2, worin die Ligninfraktion erhältlich ist durch das Verfahren, bei dem die Ligninfreisetzung eine hydrothermische Behandlung oder verdünnte Säurehydrolyse ist.
4. Ligninfraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 3, worin die Ligninfraktion erhältlich ist durch das Verfahren, das weiterhin die Behandlung des rohen Lignins durch Entwässern, Waschen, Filtrieren und/oder Zentrifugieren in zumindest einem Wasch- und Trennschritt vor der Ligninfreisetzung enthält.
5. Ligninfraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 4, worin die Ligninfraktion erhältlich ist durch das Verfahren, das weiterhin die Trennung der Lignocellulosefraktion in zumindest einem Trennschritt enthält.
6. Ligninfraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 5, worin die Ligninfraktion erhältlich ist durch das Verfahren, bei dem die Trennung in mehr als einem Trennschritt durchgeführt ist.
7. Ligninfraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 6, worin die Ligninfraktion erhältlich ist durch das Verfahren, das weiterhin die Zugabe eines stabilisierenden chemischen Mittels in das behandelte rohe Lignin in Zusammenhang mit dem Trennschritt enthält.
8. Ligninfraktion nach Anspruch 7, worin das stabilisierende chemische Mittel Carboxymethylcellulose (CMC) oder Guargum ist.
9. Ligninfraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 8, worin die Ligninfraktion erhältlich ist durch das Verfahren, das weiterhin Zirkulieren von zumindest einem Teil der Lignocellulosefraktion von dem Trennschritt zu der enzymatischen Behandlung oder Behandlung mit ionischer Flüssigkeit enthält.
10. Ligninfraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 9, worin die Ligninfraktion über 80% Lignin und weniger als 20% Glucan enthält.
11. Ligninzusammensetzung, enthaltend die Ligninfraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 10.
12. Ligninzusammensetzung nach Anspruch 11, worin die Ligninzusammensetzung eine Komponente in einem Produkt ist, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Aktivkohle, Kohlenstofffaser, Ligninverbund, Bindemittelmateriale, Polymeren, Harzen, phenolischer Komponente, Dispergiermittel, Futtermittel, Nahrungsmittel oder deren Kombination.
13. Ligninzusammensetzung nach Anspruch 11, worin die Ligninzusammensetzung ein Adsorbens für Öl, Kohlenwasserstoffzusammensetzung oder Schwermetalle ist.

Es folgen 4 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

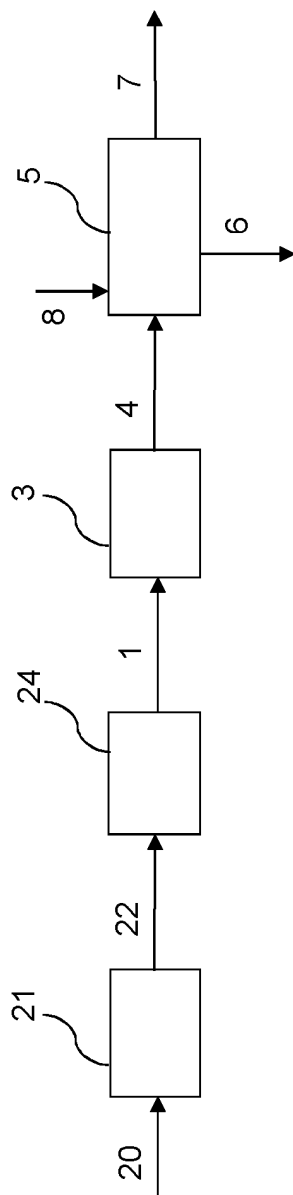


Fig. 1

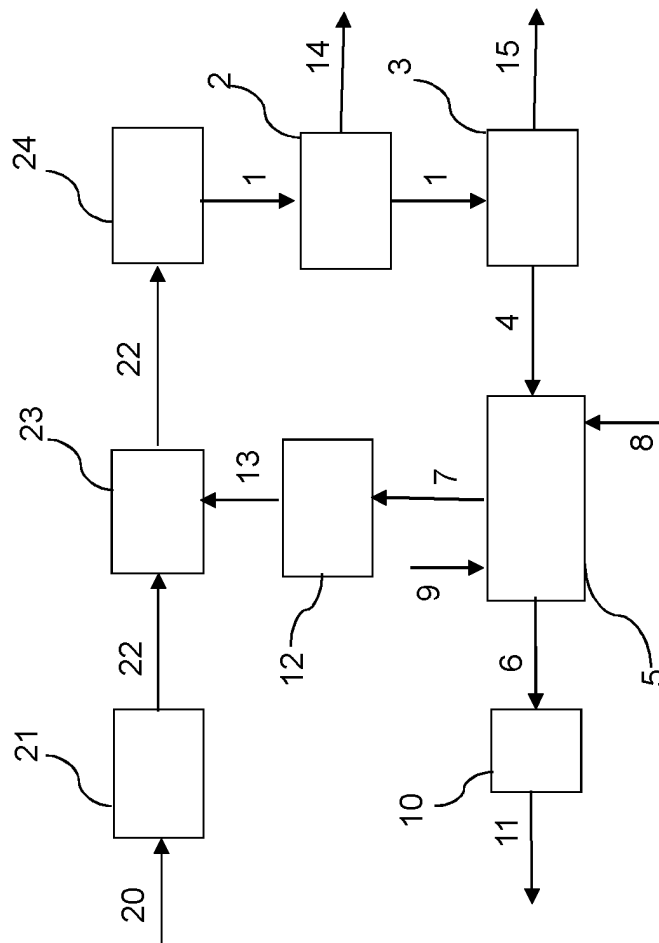


Fig. 2

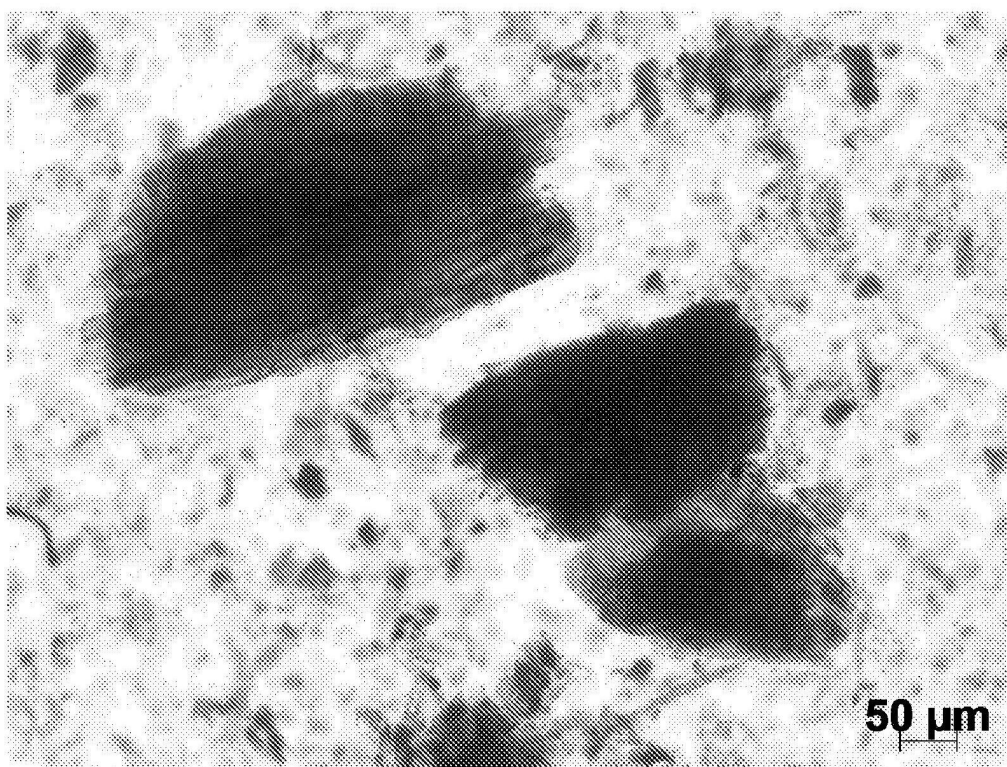


Fig. 3a

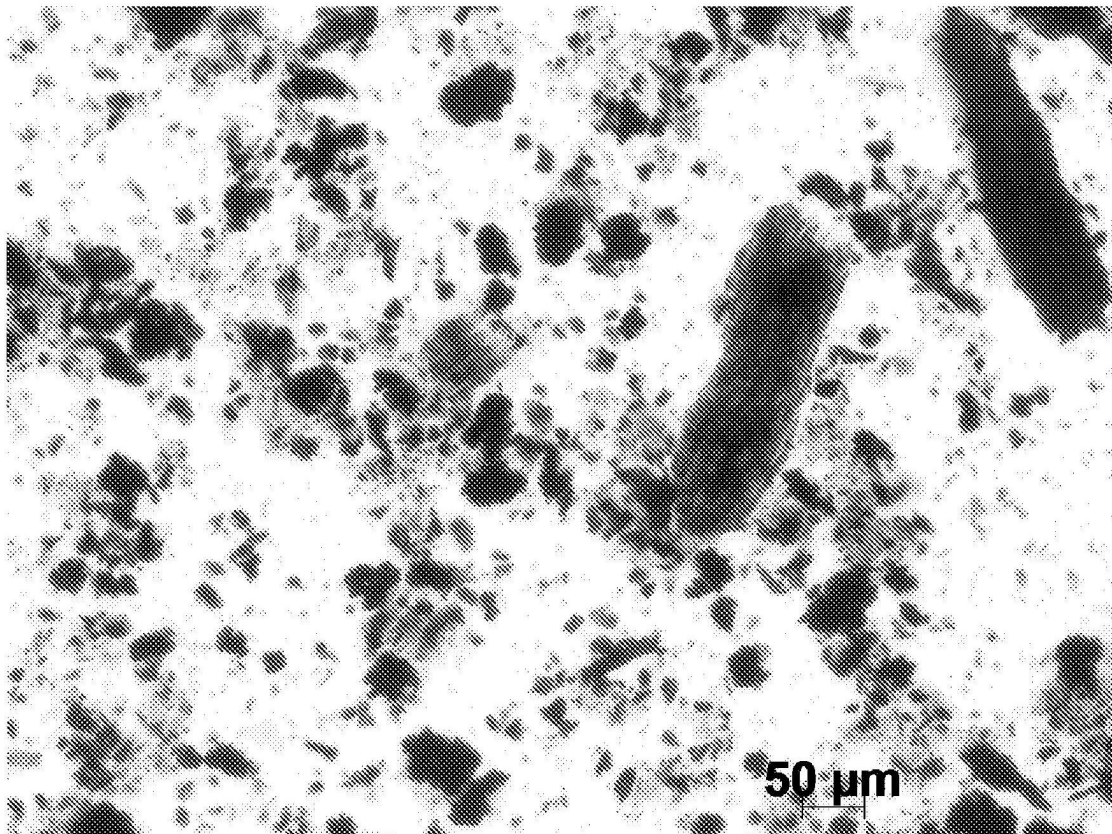


Fig. 3b