

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 571 977**

51 Int. Cl.:

D21C 11/04 (2006.01)

D21C 11/00 (2006.01)

D21C 11/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.06.2009 E 09845900 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.02.2016 EP 2440703**

54 Título: **Método para precipitar lignina a partir de lejía negra utilizando gases residuales**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.05.2016

73 Titular/es:

**VALMET AKTIEBOLAG (100.0%)
851 94 Sundsvall, SE**

72 Inventor/es:

**LITTORIN, ANDERS;
WALLMO, HENRIK;
KARLSSON, HANNA y
WIMBY, MARTIN**

74 Agente/Representante:

GARCÍA-CABRERIZO Y DEL SANTO, Pedro

ES 2 571 977 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 precipitar lignina a partir de lejía negra utilizando gases residuales.

5 Campo técnico

Esta invención se refiere a un método para separación de lignina de lejía de cocción gastada, llamada lejía negra original, usando un proceso de separación ácida de 2 etapas.

Antecedentes

10 Las ventajas con la separación de lignina de lejía negra ya se han descrito en los documentos WO 2006/031175 y WO2006/038863. Estas patentes develan el novedoso proceso LignoBoost™ que es comercializado por Metso, y en las que el documento WO 2006/031175 desvela el proceso ácido de dos etapas básico y el documento WO2006/038863 desvela una mejora del proceso donde se añade sulfato o iones sulfato al proceso.

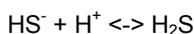
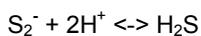
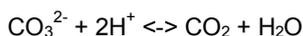
15 Un aspecto importante del proceso es que la carga requerida de productos químicos para la acidificación puede ser elevada. Si éste es el caso, el coste de productos químicos frescos es una gran parte del coste operativo y la viabilidad comercial del proceso es baja. Estos problemas podrían reducirse, si el proceso se optimiza para requisito mínimo para cargas de productos químicos frescos, haciendo al producto de lignina comercialmente bueno.

20 Otro problema con el proceso desvelado en el documento WO 2006/031175 es que puede haber un problema de desechado con los fuertemente olorosos gases de H₂S que son emitidos desde el tanque de resuspensión y se desangra del proceso, y se sugiere que estos sulfuros de hidrógeno podrían añadirse al proceso de elaboración de pasta para incrementar la sulfidez e incrementar posiblemente el rendimiento en el proceso de elaboración de pasta. Sin embargo, dicha desviación de los gases de H₂S fuertemente olorosos a otra parte de la fábrica de pasta introduce riesgos de emisiones de estos gases durante el transporte y el almacenamiento. Es mucho mejor usar estos gases en la ubicación o proceso que produce estos gases.

Resumen de la invención

25 La invención se basa en el descubrimiento de que los gases de H₂S que son emitidos desde el tanque de resuspensión también contienen una gran cantidad de dióxido de carbono residual, CO₂. Haciendo recircular este gas rico en H₂S y CO₂ a la primera etapa de acidificación, se obtiene una reducción correspondiente de la adición del dióxido de carbono fresco.

30 Contenido de carbonatos en la torta de lignina. Estos compuestos reaccionan con el acidificante y forman dióxido de carbono (CO₂) y sulfuro de hidrógeno (H₂S), según:



35 La formación de dióxido de carbono en este proceso permite una fuente adicional de dióxido de carbono necesaria para la primera etapa de acidificación, y el sulfuro de hidrógeno es también un colaborador neto en la acidificación dado que el valor de pK_a del sulfuro de hidrógeno es 6,89.

40 Esta invención se refiere a un proceso de separación ácida de dos etapas y la definición científica de acidez es la siguiente. Las reacciones de ácidos a menudo se generalizan en la forma $\text{HA} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{A}^-$, donde HA representa el ácido y A⁻ es la base conjugada. Los pares ácido-base conjugada difieren en un protón, y pueden interconvertirse mediante la adición o eliminación de un protón (protonación y desprotonación, respectivamente). Nótese que el ácido puede ser la especie cargada y la base conjugada puede ser neutra, en cuyo caso el esquema de reacción generalizado podría escribirse como $\text{HA}^+ \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{A}$. En solución existe un equilibrio entre el ácido y su base conjugada. La constante de equilibrio K es una expresión de las concentraciones en equilibrio de las moléculas o iones en solución. Los corchetes indican concentración, de modo que [H₂O] significa *la concentración de H₂O*. La constante de disociación del ácido K_a se usa generalmente en el contexto de reacciones ácido-base. El valor numérico de K_a es igual a la concentración de los productos respecto a la concentración de los reactantes, donde el reactante es el ácido (HA) y los productos son la base conjugada y H⁺. El más fuerte de dos ácidos tendrá una K_a más elevada que el ácido más débil; la relación de iones hidrógeno con respecto a ácido será mayor para el ácido más fuerte, dado que el ácido más fuerte tiene una mayor tendencia a perder su protón. Dado que el intervalo de posibles valores para K_a abarca muchos órdenes de magnitud, una constante más manejable, pK_a se usa más frecuentemente,

50

donde $pK_a = -\log_{10}(K_a)$. Los ácidos más fuertes tienen un pK_a más pequeño que los ácidos más débiles. pK_a determinadas experimentalmente a 25°C en solución acuosa se citan a menudo en libros de texto y material de referencia. Este valor del pK_a se usa en la siguiente descripción de los ácidos débil y fuerte usados. Como comparación, el valor de pK_a para el agua es 15,7.

5 abarque cualquier acidificante comparable a dióxido de carbono en aspectos de fuerza ácida, es decir un número de pK_a positivo del orden de 1-15, preferentemente 5-12. A menudo el dióxido de carbono es la elección preferida para el producto químico débil, dado que éste es un bajo impacto sobre la carga medioambiental, y tiene una capacidad bien demostrada de mejorar el rendimiento de lavado en etapas de lavado y mejora la capacidad de drenaje de la torta de lignina. El dióxido de carbono también es relativamente económico y no introduciría nuevos productos químicos en el ciclo de lejía de la fábrica de pasta. Este ácido débil se usa en la primera etapa de separación de la invención, dado que los volúmenes de lejía negra son considerables.

10 Se pretende en toda la presente descripción que la expresión ácido fuerte abarque cualquier acidificante comparable a ácido sulfúrico en aspectos de fuerza ácida, es decir un número de pK_a del orden de -3, es decir en el intervalo negativo y preferentemente en el intervalo de -1 a -5. Un acidificante fuerte alternativo podría encontrarse en acidificación que se realiza añadiendo SO₂(g), ácidos orgánicos, ácido clorhídrico (HCl), ácido nítrico (HNO₃), ácido yodhídrico (HI), ácido bromhídrico (HBr) o ácido perclórico (HClO₄), incluso aunque las alternativas con cloruros generalmente son menos preferidas debido a la carga medioambiental. El ácido sulfúrico fresco añadido al proceso podría obtenerse del llamado "ácido gastado" de un generador de dióxido de cloro o ácido sulfúrico fresco de un proveedor de productos químicos, o mezclas de los mismos.

15 La presente invención resuelve los problemas anteriores, tanto el problema de desechado del sulfuro sódico oloroso así como una carga reducida de acidificante en la primera etapa de acidificación.

20 Se pretende en toda la presente descripción que la expresión "deshidratación" abarque cualquier medio de deshidratación. Preferentemente la deshidratación se realiza usando centrifugado, un aparato de filtro prensa, un filtro de banda, un filtro rotatorio, tal como un filtro de tambor, o un tanque de sedimentación, o equipo similar, de la forma más preferida se usa un aparato de filtro prensa.

25 Se pretende en toda la presente descripción que la expresión "lejía negra original" abarque lejía de cocción gastada de un digestor, que tiene la mayor parte de la lignina del material de celulosa original disuelto en la "lejía negra original". La "lejía negra original" también puede tener un gran contenido de material orgánico e inorgánico, pero otros constituyentes específicos, mientras se mantiene el volumen aparente de lignina disuelta inalterada.

30 De acuerdo con los aspectos básicos del método de la invención, ésta se refiere a la separación de lignina de lejía negra original que comprende las siguientes etapas en secuencia:

a) Precipitación de lignina mediante una primera etapa de acidificación de la lejía negra original añadiendo un primer ácido

b) seguida por deshidratación mientras se forma una primera torta de filtro con alto contenido de lignina,

35 c) suspender la primera torta de filtro de lignina obtenida en la etapa b en una segunda etapa de acidificación usando un segundo ácido,

d) con lo que se obtiene una segunda suspensión de lignina,

e) deshidratación de la segunda suspensión de lignina formando una segunda torta de filtro con alto contenido de lignina,

40 f) lavar la segunda torta de filtro y finalmente,

g) deshidratación de la segunda torta de lignina lavada obteniendo un producto de lignina. La mejora de acuerdo con el proceso de la invención es que los gases residuales emitidos desde la segunda etapa de acidificación se recirculan y se mezclan con la lejía negra original como muy tarde en la primera etapa de acidificación.

45 En una realización de la invención, los gases residuales emitidos desde la segunda etapa de acidificación se tratan en un proceso de conversión en el que al menos una parte de los componentes de gas residual se convierte en un ácido más fuerte que tiene un valor de pK_a más bajo antes de ser recirculado y mezclado con la lejía negra original. El proceso de conversión preferentemente tiene lugar en una cámara de combustión en la que la combustión es asistida con un suministro de aire u oxígeno. En esta realización los gases residuales emitidos desde la segunda etapa de acidificación también podrían ser recogidos por una bomba que establece una presión subatmosférica durante la segunda etapa de acidificación para incrementar la desgasificación y la recogida de todos los gases emitidos y evitar la fuga de gases olorosos al medio ambiente.

50 En el método de la invención, el primer ácido es dióxido de carbono. Dado que el primer ácido se usa en el totalmente eficaz y que el acidificante respetuoso con el medio ambiente que tampoco añade ningún producto

químico peligroso al ciclo de la lejía es preferible. Esto no excluiría, sin embargo, la posibilidad de usar el mismo acidificante que el usado como segundo ácido en los aspectos básicos de la invención.

En el método de la invención, el segundo ácido es un ácido fuerte que tiene un pK_a negativo, preferentemente ácido sulfúrico. Dado que el segundo ácido se usa en la etapa de resuspensión de la primera torta de lignina, una cantidad de acidificante necesaria se reduce drásticamente, dado que el volumen total de la torta de lignina es menor de 1/10 del volumen de lejía negra original. Esto no excluiría la posibilidad de usar el mismo acidificante que el usado como primer ácido en los aspectos básicos de la invención.

En una realización preferida adicional del método de la invención está todo el proceso de separación, desde la primera etapa de acidificación y hasta obtener el producto final de lignina, mantenido en condiciones ácidas por debajo de pH 6. Preferentemente, todo el proceso de separación desde la primera etapa de acidificación se mantiene en condiciones ácidas incluso por debajo de pH 4. El nivel de pH en todo el proceso es, de la forma más preferida, un pH de 1 a 3,5. Esto impediría que cualquier lignina separada se disolviera de nuevo, y la lignina precipitada se sometería a lixiviado repetido de metales y otros componentes no deseados, cumpliendo los objetivos de obtener un producto de lignina limpio a alto rendimiento.

En una realización preferida adicional más del método de la invención está al menos la deshidratación de la etapa b) pero posiblemente también la etapa f) que incluye soplado a través de la primera, o segunda, torta de filtro mediante gas o una mezcla de gases, preferentemente gases de combustión, aire o vapor, lo más preferido aire o vapor sobrecalentado, para desechar la lejía negra restante. Este gas también podría recircularse a la lejía negra original si fuera necesario, dado que estos gases pueden contener componentes que tienen un efecto donador sobre la acidificación.

El método de la invención también puede incluir las etapas adicionales de combinar el ajuste del nivel de pH con un ajuste de la fuerza iónica, preferentemente usando iones de metales alcalinos o iones de metales alcalinotérreos, los más preferidos son iones de calcio. El método de la invención también puede incluir las etapas adicionales de que al menos una parte del filtrado procedente de la deshidratación en la etapa g), o el filtrado procedente del lavado en la etapa f) es devuelta a la segunda etapa de acidificación c) para reducir adicionalmente el consumo de ácido y agua.

Breve descripción de las figuras

La figura 1 muestra el proceso de separación de lignina de 2 etapas de la técnica anterior de acuerdo con el documento WO 2006/031175. La figura 2 muestra la modificación de la invención del proceso de separación de lignina de 2 etapas.

Descripción detallada de la invención

En la figura 1 se muestra el proceso de la técnica anterior conocida de acuerdo con el documento WO 2006/031175. Comprendiendo la separación de lignina de lejía negra original BL las siguientes etapas en secuencia:

a) Precipitación de lignina mediante una primera etapa de acidificación de la lejía negra original añadiendo un primer ácido o mezcla de ácidos AC_1 , en cualquier reactor de precipitación adecuado PR, b) seguida por deshidratación mientras se forma una primera torta de filtro con alto contenido de lignina, dicha deshidratación realizada en cualquier filtro de prensa adecuado FP_1 , que puede drenar un primer filtrado FL_1 de la suspensión de lignina y realizar adición de gas soplado a través de G_1 de la torta de lignina para desplazar cualquier lejía ácida residual, c) suspender la primera torta de filtro de lignina obtenida en la etapa b en una segunda etapa de acidificación usando un segundo ácido o mezcla de ácidos AC_2 , dicha suspensión realizada en cualquier tanque de resuspensión adecuado RT mientras se descargan los gases de H_2S olorosos emitidos, d) con lo que se obtiene una segunda suspensión de lignina en el tanque de resuspensión RT, e) deshidratación de la segunda suspensión de lignina que forma una segunda torta de filtro/lignina con alto contenido de lignina, dicha deshidratación realizada en cualquier filtro prensa adecuado FP_2 , que puede drenar un segundo filtrado FL_2 desde la suspensión de lignina, y al menos una parte de este segundo filtrado FL_2 puede recircularse de vuelta a la etapa c, un aparato de lavado WP, que añade un líquido de lavado WL a esta etapa de lavado, y finalmente g) deshidratación de la segunda torta de lignina lavada obteniendo un producto de lignina LP, dicha deshidratación realizada preferentemente en las últimas etapas del aparato de lavado WP, que puede drenar un tercer filtrado FL_3 de la segunda torta de filtro/lignina, y al menos una parte de este segundo filtrado FL_2 puede recircularse de vuelta a la etapa c, y también puede realizar adición de soplado de gas a través de G_2 de la torta de lignina para desplazar cualquier lejía ácida residual.

En la figura 2 se muestra la mejora de la invención del proceso de la técnica anterior de acuerdo con el documento WO 2006/031175. La separación de lignina de lejía negra original BL comprende las mismas etapas básicas que las mostradas en la figura 1, pero en este caso los gases residuales emitidos desde la segunda etapa de acidificación, es decir desde el tanque de resuspensión RT, se recircula y se mezcla con la lejía negra original como muy tarde en la primera etapa de acidificación.

El filtrado procedente de la primera etapa de deshidratación en FP_1 se recircula preferentemente directamente a un

sistema de recuperación, preferentemente después de realcalinización.

El gas usado en FP₁ o WP para soplado a través de la torta de filtro es preferentemente aire o gases de combustión, preferentemente gases de combustión desde una caldera de recuperación, una caldera de corteza o un horno de cal.

5 En la figura 3 se muestra una realización alternativa de la mejora de la invención del proceso de la técnica anterior de acuerdo con el documento WO 2006/031175. En este caso, el gas recirculado procedente de la etapa de resuspensión en RT se hace pasar a un reactor de oxidación donde el gas se oxida con o sin un catalizador en un proceso de combustión con una llama en un reactor de oxidación OR, mientras se le está añadiendo oxígeno, O₂. En dicha oxidación, tiene lugar una conversión del H₂S a dióxido de azufre o trióxido de azufre, que en una solución acuosa tienen una acidez más fuerte que H₂S. El reactor de oxidación podría ser, como alternativa, un proceso catalítico o una combinación de una combustión y un proceso catalítico similar a un proceso de producción de ácido sulfúrico. La fuerza ácida de H₂SO₃ y H₂SO₄ corresponde a valores de pK_a del orden de 1,8 y -3, respectivamente. Si una gran parte del H₂S se convierte en SO₂ y/o SO₃, entonces la necesidad de cargar dióxido de carbono fresco disminuye aún más para establecer el bajo valor de pH para la precipitación de lignina. Los ahorros en carga de dióxido de carbono fresco podrían reducirse en un 10-20% más, dependiendo de la eficiencia de conversión en la oxidación y la cantidad total de H₂S ser recogida preferentemente por una bomba de vacío P, presurizando los gases y garantizando positivamente que todos los gases emitidos desde el tanque de resuspensión son ventilados. Dado que oxígeno/aire pueden incluirse en la corriente de gases, debido a la ligera presión subatmosférica en el tanque de resuspensión, sería ventajoso añadir los gases tratados antes de cargar el dióxido de carbono en la lejía negra original, es decir en la tubería de alimentación al reactor de precipitación PR, tal como se muestra en la figura, o cualquier otro recipiente adecuado.

Un procedimiento adicional para estabilizar la lignina durante el proceso de 2 etapas es, en combinación con una disminución del pH, ajustar la fuerza iónica en la etapa de suspensión, preferentemente con iones de metales alcalinos o iones de metales alcalinotérreos multivalentes (por ejemplo calcio). A un pH dado, una fuerza iónica más elevada en la etapa de suspensión reduce las pérdidas de rendimiento de lignina. En este caso también la fuerza iónica y el pH del agua de lavado preferentemente corresponden esencialmente a las condiciones en la etapa de suspensión para evitar gradientes durante el proceso de lavado. Una fuerza iónica más elevada en la suspensión y en el agua de lavado da una lignina estable y un elevado rendimiento de lignina incluso a valores de pH en el intervalo ácido superior.

30 El método de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención puede realizarse adicionalmente, tal como se ha mostrado anteriormente, con lo que en primer lugar la lignina se precipita con dióxido de carbono u otros ácidos adecuados de acuerdo con métodos conocidos previamente. La suspensión se deshidrata a continuación en alguna forma de equipo de separación (por ejemplo alguna forma de equipo de filtración, tanque de sedimentación, centrifugado, etc.). Un equipo de filtro prensa donde la torta de filtro puede ser prensada a un elevado contenido seco es preferible. Seguidamente, se sopla preferentemente aire a través de la torta de filtro prensada para eliminar en la medida de lo posible la lejía negra restante. De esta manera, el consumo de ácido y la formación de sulfuro de hidrógeno en la posterior etapa de resuspensión pueden reducirse considerablemente.

40 La torta de filtro se resuspende en el tanque RT preferentemente equipado con un dispositivo de agitación adecuado y equipado con un escape para ocuparse del sulfuro de hidrógeno formado así como el dióxido de carbono residual y formado.

Ejemplos

Ejemplo 1 (Comparativo)

En el proceso de la técnica anterior mostrado en la figura 1 se usaba una lejía negra original con un producto de lignina seco que tenía una concentración de materia seca del 70% a una velocidad de producción de 348 t/día.

45 En el proceso se realizaron las siguientes cargas:

Carga de CO ₂ fresco (Toneladas/día)	Filtrado (FL ₁) (toneladas/día)	Carga de H ₂ SO ₄ (m ³ /día)	Filtrado (FL ₂) (toneladas/día)	Lejía de lavado (WL) (toneladas/día)
120	4441	12	541	541

Tal como se muestra en la figura, las proporciones de carga de dióxido de carbono fresco eran más de 1/3 (>33%) del producto final de lignina producido, es decir carga de 120 toneladas por 348 toneladas de producto final de lignina.

50 Dado que los costes para dióxido de carbono son de casi 100 euros por tonelada, los costes para productos químicos son entonces una gran parte de los costes de producción para el producto final de lignina.

Ejemplo 2, la invención

5 Si el proceso en su lugar se modifica de acuerdo con la invención, usando recirculación de los gases emitidos en la etapa de resuspensión, tal como se muestra en la figura 2, pero usando la misma lejía negra original con una concentración de materia seca del 30% y a una velocidad de alimentación de 4790 t/día, y donde el producto final de lignina tenía una concentración de materia seca del 70% a una velocidad de producción de 348 t/día en el proceso se realizaron las siguientes cargas:

Carga de CO ₂ fresco (Toneladas/día)	Filtrado (FL ₁) (toneladas/día)	Carga de H ₂ SO ₄ (m ³ /día)	Filtrado (FL ₂) (toneladas/día)	Lejía de lavado (WL) (toneladas/día)
78	4441	12	541	541

10 Tal como se muestra en la figura, las proporciones de carga en peso de dióxido de carbono fresco se redujeron a aproximadamente 1/5 (22%) del producto final de lignina producido, es decir una carga de 78 toneladas por 348 toneladas de producto final de lignina. La carga de dióxido de carbono real se redujo en un 35% en comparación con el proceso de la técnica anterior sin recirculación de gases emitidos desde la etapa de resuspensión.

15 Diversas realizaciones de la presente invención se han descrito anteriormente pero un experto en la materia constata alteraciones secundarias adicionales, que estarían dentro de la invención y ésta no debería estar limitada por ninguna de las realizaciones ejemplares descritas anteriormente, sino que debería estar definida solamente de acuerdo con las siguientes reivindicaciones y sus equivalentes. Por ejemplo, cualquiera de los métodos indicados anteriormente puede combinarse con otros métodos conocidos para separar lignina de lejía negra usando ácidos más débiles o más fuertes equivalentes. Otros aspectos, ventajas y modificaciones dentro del alcance de la invención serán evidentes para los expertos en la materia a la que pertenece la invención.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para la separación de lignina de lejía negra original que comprende las siguientes etapas en secuencia: a) Precipitación de lignina mediante una primera etapa de acidificación de la lejía negra original añadiendo un primer ácido, b) seguida por deshidratación mientras se forma una primera torta de filtro con alto contenido de lignina, c) suspender la primera torta de filtro de lignina obtenida en la etapa b en una segunda etapa de acidificación usando un segundo ácido, d) con lo que se obtiene una segunda suspensión de lignina, e) deshidratación de la segunda suspensión de lignina formando una segunda torta de filtro con alto contenido de lignina, f) lavar la segunda torta de filtro y finalmente, g) deshidratación de la segunda torta de lignina lavada obteniendo un producto de lignina, **caracterizado porque** los gases residuales emitidos desde la segunda etapa de acidificación se recirculan y se mezclan con la lejía negra original como muy tarde en la primera etapa de acidificación, **porque** el primer ácido es dióxido de carbono y **porque** el segundo ácido es un ácido fuerte que tiene un pK_a negativo, preferentemente ácido sulfúrico.
- 15 2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** los gases residuales emitidos desde la segunda etapa de acidificación son tratados en un proceso de conversión en el que al menos una parte de los componentes de gas residual se convierte en un ácido más fuerte que tiene un valor de pK_a más bajo que es recirculado y mezclado con la lejía negra original.
- 20 3. Un método de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** el proceso de conversión tiene lugar en una cámara de combustión en la que la combustión es asistida con un suministro de aire u oxígeno.
4. Un método de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** el proceso de conversión tiene lugar en un reactor de oxidación con un catalizador con o sin una llama.
- 25 5. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** los gases residuales emitidos desde la segunda etapa de acidificación son recogidos por una bomba que establece una presión subatmosférica durante la segunda etapa de acidificación.
- 30 6. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** todo el proceso de separación desde la primera etapa de acidificación y hasta obtener el producto final de lignina se mantiene en condiciones ácidas por debajo de pH 6.
- 35 7. Un método de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado porque** todo el proceso de separación desde la primera etapa de acidificación se mantiene en condiciones ácidas por debajo de pH 4.
- 40 8. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** al menos la deshidratación de la etapa b) pero posiblemente también la etapa f) incluye soplado a través de la primera, o segunda, torta de filtro con gas o una mezcla de gases, preferentemente gases de combustión, aire o vapor, lo más preferido aire o vapor sobrecalentado, para el desechado de la lejía negra restante.
- 45 9. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el ajuste del nivel de pH se combina con un ajuste de la fuerza iónica, preferentemente usando iones de metales alcalinos o iones de metales alcalinotérreos, lo más preferido iones de calcio.
10. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** al menos una parte del filtrado procedente de la deshidratación en la etapa g), o filtrado procedente del lavado en la etapa f) se devuelve a la segunda etapa de acidificación c) para reducir adicionalmente el consumo de ácido y agua.

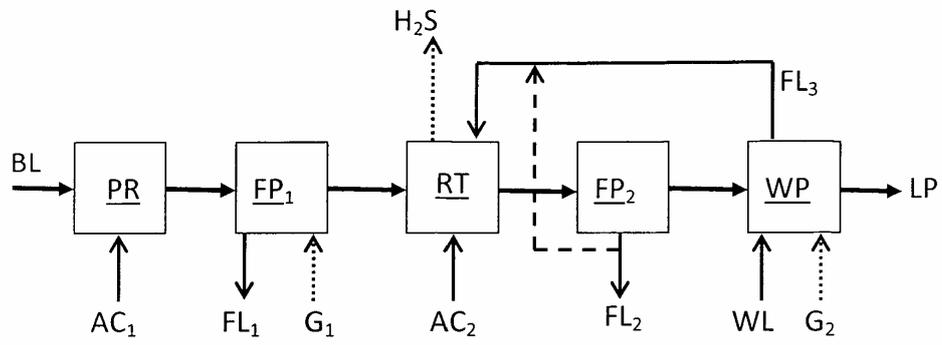


Fig. 1 Técnica Anterior

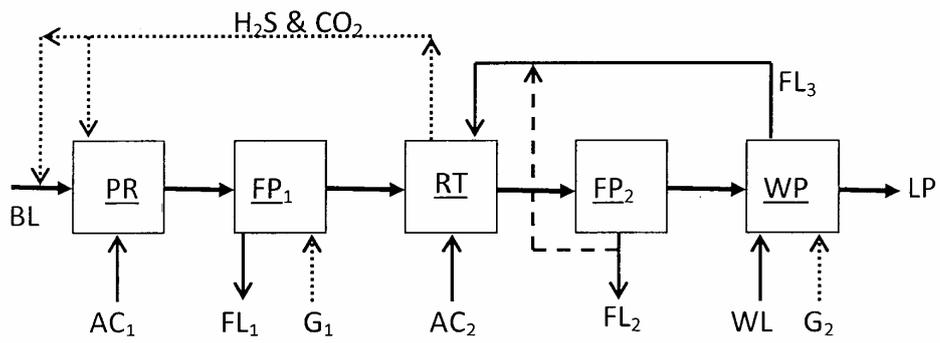


Fig. 2

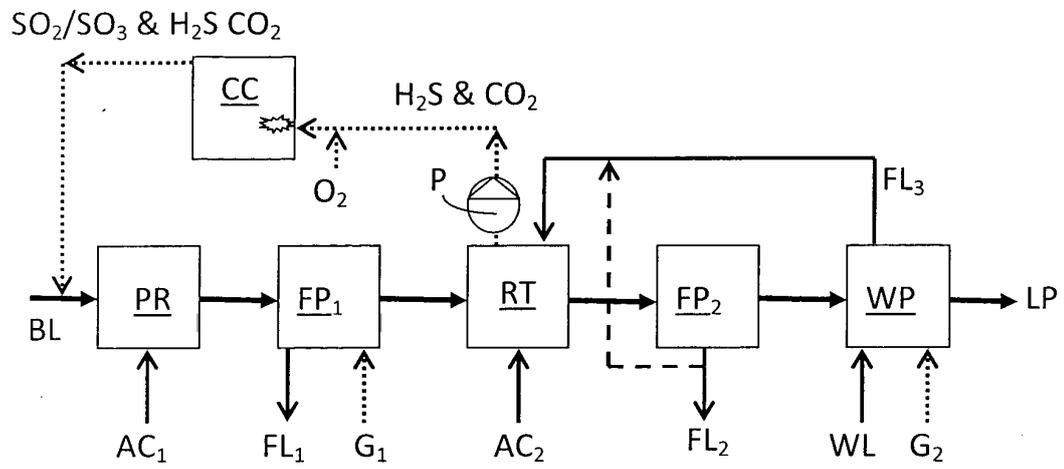


Fig. 3