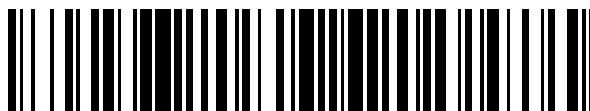


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 574 912**

51 Int. Cl.:

**C07G 1/00** (2011.01)

**D21C 11/00** (2006.01)

**C08H 7/00** (2011.01)

**C08L 97/02** (2006.01)

**C08H 8/00** (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.10.2011 E 11785276 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.03.2016 EP 2632930**

54 Título: **Procedimiento para obtener lignina**

30 Prioridad:

**29.10.2010 AT 17992010**

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

**23.06.2016**

73 Titular/es:

**ANNIKKI GMBH (100.0%)**

**Rankengasse 28a**

**8020 Graz, AT**

72 Inventor/es:

**TERS, THOMAS;**

**FUQAHA, ABDEL HALIM;**

**FRIEDL, ANTON;**

**SREBOTNIK, EWALD;**

**ZIKELI, FLORIAN y**

**MESSNER, KURT**

74 Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan**

**ES 2 574 912 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

Procedimiento para obtener lignina

Los procesos de biorrefinería han cobrado mucha importancia como respuesta a las menguantes reservas de petróleo y las posibles inseguridades en el suministro de petróleo. Por estos se entiende la descomposición de biomasa en sus componentes individuales y su procesamiento subsiguiente para dar productos de calidad superior. La materia prima más económica es la lignocelulosa como madera o plantas anuales (por ejemplo paja de cereales), que están disponibles en grandes cantidades y no están en competencia con productos alimenticios. Un factor económico esencial en su aprovechamiento es el denominado procedimiento de disgregación (pretratamiento). Un procedimiento de disgregación ideal descompone la lignocelulosa sin un consumo de energía alto de la manera más selectiva posible en sus componentes principales celulosa, hemicelulosa y lignina. De manera especial, la lignina ha pasado de ser un posible sustituto para materias primas petroquímicas a ser un material de partida codiciado para la industria química y se prevén por ejemplo aplicaciones en forma de bajo peso molecular como componentes de carburante, adhesivos, aglutinantes o en forma de mayor peso molecular como sustituto o aditivo polimérico, componentes de resina, fibras de carbono, etc. A este respecto, el tipo del proceso de disgregación influye de manera esencial en las propiedades de la lignina obtenida, como también en el procesamiento aguas abajo de la fracción de lignina. La mayoría de los procesos de disgregación tienen lugar a temperaturas de entre 100° y 200°C, contienen productos de descomposición y de transformación térmicos de celulosa, hemicelulosa y lignina, que en la mayoría de los casos a su vez se separan por destilación con un consumo de energía alto, como por ejemplo en procesos Organosolv (C. Arato, E.K. Pye, G. Gjennestad, 2005, The Lignol approach to biorefining of woody biomass to produce ethanol and chemicals. Appl. Biochem. Biotechnol., vol. 121-12:871-882. Pilotprojekt "Lignocellulose-Bioraffinerie" Gemeinsamer Schlussbericht zu den wissenschaftlichen Ergebnissen aller Teilvorhaben).

La lignina es una materia prima importante que, debido a su estructura, puede emplearse como biomaterial, por ejemplo como elemento constituyente en duroplastos o en plásticos o también para la producción de productos químicos y en la biorrefinería, y que puede obtenerse por ejemplo a partir de biomasa, por ejemplo tras su disgregación alcalina.

Se conoce la precipitación de lignina mediante acidificación a partir de disoluciones alcalinas obtenidas a este respecto. Sin embargo, la lignina de la disgregación alcalina en general no es filtrable tras la precipitación con ácido, sino que debe someterse en primer lugar a un proceso de maduración, que consiste en calentamiento y reposo. Si se disgrega por ejemplo lignocelulosa mediante el proceso con sosa sin la adición de un disolvente (por ejemplo J.H.Lora & E. Escudero, 2000, Soda pulping of agricultural fibres for boardmaking applications. Paper Technology, mayo de 2000, 37-42.), entonces la lignina que se produce no es filtrable. Para su separación y obtención se proponen un calentamiento y una maduración posteriores (véase A. Abaecherli, F. Doppenberg, 2003, Method for preparing alkaline solutions containing aromatic polymers, documento EP0970275).

Ahora se encontró sorprendentemente que la lignina puede separarse por filtración, cuando se disgrega la lignocelulosa mediante una disolución alcohólica alcalina a 100°C y tiene lugar la precipitación con ácido de la lignina a partir de esta disolución alcohólica alcalina, pudiendo tener lugar una concentración previa, por ejemplo una separación previa de alcohol de la disolución.

En un aspecto, la presente invención proporciona un procedimiento para obtener lignina, que se caracteriza porque se le añade ácido a una disolución alcohólica alcalina de lignina y se separa la lignina que se ha hecho precipitar, y se elimina alcohol del filtrado para obtener lignina adicional.

Mediante la adición de ácido en un procedimiento según la presente invención se reduce el valor de pH de la disolución alcalina alcohólica que contiene lignina, por ejemplo la disolución de disgregación, mediante la adición de ácido hasta un valor de pH de entre pH 7 y pH 1, preferiblemente de entre pH 7 y pH 2, de manera especialmente preferible de entre pH 2,5 y 1,5.

En un aspecto adicional, en un procedimiento según la presente invención el valor de pH de la disolución alcalina alcohólica se reduce gradualmente entre pH 7 y pH 1 mediante adición de ácido, en el que después de cada etapa gradual de la reducción del pH se separa la lignina precipitada, en particular se separa mediante centrifugación, filtración, ultrafiltración, en particular en el que se secan las fracciones de lignina obtenidas y se recupera el alcohol, que eventualmente todavía se encuentra en la(s) fracción(es) de lignina obtenida(s), mediante secado.

Un procedimiento para obtener lignina que se proporciona según la presente invención, también se designa "procedimiento según la presente invención" en el presente documento.

Se ha mostrado sorprendentemente que en un procedimiento según la presente invención se hacen precipitar las fracciones de lignina con un peso molecular mayor mediante la adición de ácido, mientras que las fracciones de lignina con, en comparación con las fracciones que se han hecho precipitar, un peso molecular menor permanecen en disolución. Tras la eliminación de la fracción de lignina que se ha hecho precipitar, por ejemplo separándola por filtración, pueden hacerse precipitar mediante la eliminación de alcohol de la disolución restante, por ejemplo del filtrado restante, fracciones de lignina adicionales. Por tanto, un procedimiento según la presente invención es especialmente adecuado para obtener lignina en forma fraccionada, es decir para obtener fracciones de lignina de

diferentes pesos moleculares.

5 En un aspecto adicional, la presente invención proporciona un procedimiento para la obtención fraccionada de lignina de mayor y bajo peso molecular, que se caracteriza porque se le añade ácido a una disolución alcohólica alcalina de lignina, se separa la fracción de lignina de mayor peso molecular que se ha hecho precipitar y se elimina el alcohol de la disolución obtenida tras la separación, para la precipitación de fracciones de lignina de bajo peso molecular, preferiblemente mediante evaporación, evaporación a vacío, destilación, destilación a vacío.

10 En un procedimiento según la presente invención, la fracción de lignina de bajo peso molecular de lignina tiene un Mn (*number average molecular weight*, peso molecular promedio en número) de desde 1000 D hasta 650 D, preferiblemente de 750 D y un Mw (*weight average molecular weight*, peso molecular promedio en peso) de desde 1500 D hasta 1000 D, preferiblemente de 1250 D. La fracción de lignina de alto peso molecular tiene un Mn de desde 1500 D hasta 1000 D, preferiblemente de 1100 D a 1200 D, y un Mw de desde 7000 D hasta 3000 D, preferiblemente de 4500 D - 5000 D.

15 Por peso molecular promedio, en el presente documento se entiende el promedio en peso (Mw) y/o promedio en número (Mn) de la distribución del peso molecular, calculado por medio del software de análisis de datos de GPC Chemstation de Agilent, determinándose la distribución del peso molecular cromatográficamente por medio de HPLC usando 3 columnas TSK-GEL (Tosoh G4000PW/G3000PW/G3000PW) conectadas una detrás de otra, sosa cáustica 10 mM como fase móvil, detección de UV a 280 nm, así como patrones de calibración de sal de sodio de PSS (poli(sulfonato de estireno)) en el intervalo de peso molecular de desde 0,3 kD hasta 35 kD.

20 Una disolución alcohólica alcalina de lignina puede producirse, por ejemplo, tratando material lignocelulósico con una disolución acuosa, que contiene un alcohol, en particular un alcohol C<sub>1-6</sub>, y que tiene un valor de pH de entre 11,0 y 14,0, fraccionándose lignocelulosa y obteniéndose y separándose un material enriquecido con celulosa y hemicelulosa. A este respecto, las fracciones de lignina permanecen sorprendentemente casi de manera cuantitativa en la disolución.

25 Como alcohol se utiliza preferiblemente un alcohol soluble en agua, por ejemplo un alcohol alifático, tal como un alcohol C<sub>1-6</sub>, o mezclas de tales alcoholes, de manera especialmente preferible un alcohol C<sub>1-4</sub>, como etanol, isopropanol. En una forma de realización preferida se utiliza etanol, en otra forma de realización preferida se utiliza isopropanol, como alcohol.

30 El alcohol se encuentra en una disolución acuosa durante la disgregación y en el procedimiento según la invención preferiblemente en una magnitud de desde el 10 hasta el 70% en volumen, por ejemplo de desde el 30 hasta el 60% en volumen. Se encontró que para conseguir una alta selectividad de la descomposición de lignina puede utilizarse aproximadamente el 30% en volumen, y para conseguir un alto rendimiento de lignina, aproximadamente el 60% en volumen.

35 La disgregación de lignocelulosa se fracciona a una temperatura de menos de 100°C, tal como menos de 80°C, por ejemplo menos de 60°C, preferiblemente de entre 40°C y 90°C, de manera especialmente preferible de entre 50°C y 70°C.

La duración de la disgregación asciende preferiblemente a de 2 horas a 36 horas, de manera especialmente preferible de 3 a 18 horas.

40 Para el fraccionamiento del material lignocelulósico, el material lignocelulósico se encuentra en la mezcla alcohólica alcalina acuosa preferiblemente en una densidad de materia del 3-40% en peso, tal como del 5-40% en peso, en particular del 5-20% en peso.

El valor de pH de entre 11,0 y 14,0 de la mezcla acuosa para el fraccionamiento puede ajustarse con una base, preferiblemente una base inorgánica, tal como un hidróxido inorgánico, en particular un hidróxido de un metal alcalino o alcalinotérreo, por ejemplo potasa cáustica, sosa cáustica, preferiblemente sosa cáustica.

45 La disolución de disgregación se compone de una base, un alcohol, en particular un alcohol C<sub>1-4</sub> y agua. La concentración de la disolución alcalina, con respecto al peso seco de la lignocelulosa que va a disgregarse, asciende a del 3 al 12% en peso, dependiendo del grado de lignificación del sustrato, de manera especialmente preferible del 5 al 8% en peso.

50 Para la disgregación se mezcla lignocelulosa triturada, preferiblemente paja triturada, en un recipiente de reacción con la disolución de reacción precalentada. El contenido en sólidos al comienzo del procedimiento de disgregación puede ascender a entre el 3-40% en peso, pero habitualmente es de entre el 5-20%, por ejemplo el 10-20%.

Como material lignocelulósico se utiliza preferiblemente paja, plantas herbáceas energéticas, como por ejemplo pasto varilla, *Miscanthus giganteus* o abacá, sisal, bagazo, o sustratos de lignocelulosa atípicos, tales como cascarillas, por ejemplo cascarillas de arroz, preferiblemente paja, plantas herbáceas energéticas, bagazo o cascarillas, de manera especialmente preferible paja o bagazo, por ejemplo paja.

La paja tiene una superficie fuertemente hidrófoba, de tal manera que la humectación con disoluciones acuosas supone un problema. Se ha mostrado que mediante el uso de alcohol es posible introducir, incluso sin presión, la disolución de reacción en los poros del sustrato y sustituir el aire existente por la disolución de reacción. Además se ha mostrado que en las condiciones de reacción seleccionadas el alcohol acelera la extracción de los productos de fraccionamiento de la paja y contribuye a mantener los productos de fraccionamiento de lignina en disolución y que además el alcohol disminuye la solubilidad de la hemicelulosa y de sus productos de fraccionamiento y con ello se mantiene la hemicelulosa en el sustrato.

Según qué otro uso se pretenda de los productos, mediante la combinación de los parámetros concentración de NaOH, temperatura, duración, densidad de materia y concentración de alcohol puede conseguirse o bien un rendimiento de lignina máximo de aproximadamente el 90% con una descomposición de hemicelulosa baja (aproximadamente el 10%), o bien un rendimiento de lignina de aproximadamente el 70% con menos del 1% de descomposición de hemicelulosa. El uso de alcohol permite así sustancialmente el desacoplamiento de la descomposición de lignina de la descomposición de hemicelulosa.

Mediante la selección adecuada de la concentración de los componentes de disgregación alcohol, agua y disolución alcalina, así como de los parámetros de reacción temperatura, duración de la disgregación y concentración en sólidos para la lignocelulosa a disgregar en cada caso puede ajustarse un rendimiento de lignina pretendido. Por ejemplo, para la lignocelulosa a disgregar en cada caso pueden establecerse modelos de regresión para datos de disgregación, de los que para el contenido en lignina del sólido precipitado tras la disgregación pretendido en cada caso puede elegirse la composición porcentual óptima de los componentes de disgregación y de los parámetros de reacción óptimos. A este respecto, el establecimiento de tales modelos de regresión puede tener lugar con diseño experimental.

En el caso de la organización pretendida en el presente caso del procedimiento según la invención como proceso de biorrefinería, la lignina disuelta durante la disgregación se separa del sólido. Esto puede tener lugar, por ejemplo, mediante filtración, centrifugación o prensado, por ejemplo con ayuda de una prensa extrusora. El sólido se somete adicionalmente a un proceso de lavado.

La disolución de disgregación que contiene lignina se separa del sólido, por ejemplo mediante filtración o centrifugación.

En un aspecto adicional, la presente invención proporciona un procedimiento para obtener lignina a partir de material lignocelulósico mediante disgregación con alcohol, en particular con un alcohol C<sub>1-4</sub>, en particular con etanol, agua y una disolución alcalina, en particular sosa cáustica, a una temperatura de menos de 100°C, en particular de desde 40°C hasta 90°C, en particular desde 50°C hasta 70°C, en particular, que la concentración de la disolución alcalina con respecto al peso seco de la lignocelulosa que va a disgregarse asciende a desde el 3 hasta el 12% en peso, en particular desde el 4 hasta el 10% en peso, especialmente desde el 5 hasta el 8% en peso, caracterizado porque la lignina que se encuentra en la disolución alcohólica alcalina se separa del sólido, en particular se separa mediante prensado, centrifugado, filtrado, y la lignina de la disolución de disgregación se separa mediante adición de un ácido en forma de una fracción de lignina de menor peso molecular soluble y una de mayor peso molecular insoluble, en particular en el que la fracción de mayor peso molecular precipita debido a la adición del ácido y a continuación se separa, y la fracción de bajo peso molecular se hace precipitar mediante la eliminación del alcohol de la disolución y a continuación se separa.

La obtención de la lignina a partir de la disolución de disgregación tras la separación del sólido tiene lugar mediante la precipitación de la lignina tras la acidificación de la disolución.

Para ello existen las posibilidades de:

- 1) acidificar y precipitar a partir de la disolución de disgregación sin concentración
- 2) acidificar y precipitar a partir de la disolución de disgregación tras la concentración mediante, por ejemplo, evaporación, destilación (a vacío), ultrafiltración, nanofiltración.

En un aspecto adicional, en un procedimiento según la presente invención antes de la concentración de la lignina en la disolución alcohólica alcalina mediante precipitación con ácido tiene lugar una etapa adicional de concentración mediante destilación o evaporación o evaporación a vacío o ultrafiltración o nanofiltración o una combinación de tales etapas, en particular mediante ultrafiltración o nanofiltración.

En un aspecto adicional, en un procedimiento según la presente invención, una disolución alcohólica alcalina de lignina es aquella que se obtuvo mediante la obtención de lignina a partir de material lignocelulósico mediante disgregación con alcohol, en particular con un alcohol C<sub>1-4</sub>, en particular con etanol, agua y una disolución alcalina, en particular sosa cáustica, a una temperatura de menos de 100°C, en particular de desde 40°C hasta 90°C, en particular desde 50°C hasta 70°C, en particular, que la concentración de la disolución alcalina con respecto al peso seco de la lignocelulosa que va a disgregarse asciende a desde el 3 hasta el 12% en peso, en particular desde el 4 hasta el 10% en peso, especialmente desde el 5 hasta el 8% en peso, y que está concentrada, en particular mediante evaporación, destilación (a vacío), ultrafiltración, nanofiltración.

En un procedimiento según la presente invención, mediante la nanofiltración se retiene en el retenido el 60-95%, preferiblemente el 70-95%, de manera especialmente preferible el 80-95% de la lignina disuelta, que se encuentra en la disolución de disgregación. La lignina concentrada en el retenido se separa mediante la precipitación. Por ejemplo, mediante la concentración de la lignina durante la nanofiltración en el retenido y mediante la reducción de volumen del retenido alcanzada se reduce la cantidad del ácido necesario para la precipitación en el 50-90%, preferiblemente en el 70-90, de manera especialmente preferible en el 80-90%. El permeado, que representa una cantidad de la disolución de disgregación del 60-90%, preferiblemente del 70-90%, de manera especialmente preferible del 80-90% y solo contiene cantidades residuales de lignina, se recircula a la disgregación. El permeado recirculado se somete a una etapa de purificación adicional, en particular a una ósmosis inversa, destilación, precipitación de sales, tratamiento en intercambiador iónico.

La variante 1) tiene la desventaja de que son necesarias altas concentraciones de ácidos para disminuir la disolución de disgregación alcalina desde aproximadamente pH 11 hasta pH 7 - pH 1. Esto es aplicable también a la variante 2 con concentración mediante evaporación o destilación (a vacío), dado que la concentración de los iones OH en la disolución no se ve modificada por ello.

Sin embargo, se ha mostrado sorprendentemente que una ultra y/o nanofiltración es especialmente ventajosa para la concentración, puesto que durante la concentración de la lignina mediante ultra y/o nanofiltración, según el grado de concentración, por ejemplo aproximadamente el 80% de los iones OH se encuentran en el permeado y se recirculan a la disgregación y sólo el 20% siguen siendo eficaces para el pH. Se ha mostrado además que con un valor de pH decreciente también disminuye el peso molecular de la fracción de lignina obtenida. Una distribución del peso molecular típica se representa en la ilustración en la figura 1.

La ultra y/o nanofiltración para concentrar la lignina en una disolución alcohólica alcalina es nueva y es igualmente objeto de la presente invención.

En un aspecto adicional, la presente invención proporciona un procedimiento para producir una disolución alcohólica alcalina concentrada de lignina, que se caracteriza porque una disolución alcohólica alcalina de lignina, en particular aquella que se obtuvo según uno de los procedimientos de disgregación descritos anteriormente, se somete a una filtración por membrana, tal como una ultra y/o nanofiltración, eliminándose dado el caso parcialmente alcohol.

Dado el caso, el permeado se somete, antes de la recirculación al proceso de disgregación, a una etapa de purificación adicional o varias etapas de purificación, en particular a una ósmosis inversa, destilación, precipitación de sales, tratamiento en intercambiador iónico.

Si la concentración tiene lugar mediante filtración por membrana y mediante eliminación parcial de alcohol, entonces estas dos etapas pueden realizarse en cualquier orden, sin embargo se prefiere la concentración de la lignina mediante filtración por membrana con separación posterior del alcohol, dado que durante la filtración por membrana tiene lugar una reducción del volumen de la disolución hasta aproximadamente el 20% y de este modo se reduce enormemente la energía (térmica) que debe emplearse para la separación del alcohol. Además, la disolución recirculada ya contiene de nuevo etanol para una disgregación adicional.

La concentración de la lignina mediante la eliminación parcial del alcohol sólo puede tener lugar mientras a este respecto la lignina de bajo peso molecular se mantenga en disolución. Con una eliminación completa del alcohol, ya no es posible una separación de la lignina en una fracción de bajo peso molecular que permanece en disolución durante la acidificación y una de alto peso molecular que precipita, dado que precipita toda la lignina.

La precipitación de la lignina a partir del retenido de la (ultra) / nanofiltración puede tener lugar en una etapa mediante acidificación de la disolución que contiene lignina, o puede tener lugar en fracciones individuales, de manera gradual en diferentes etapas graduales de valor de pH de desde pH = 7 hasta pH = 1. Esto es aplicable tanto para una disolución de lignina que contiene alcohol, como para una disolución de lignina de la que se había eliminado el alcohol.

Para la acidificación, en un procedimiento según la presente invención puede usarse un ácido inorgánico u orgánico. Preferiblemente se usa un ácido inorgánico, por ejemplo H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, HCl.

La presencia de alcohol en la disolución de lignina tiene una influencia esencial sobre la capacidad de precipitación de determinadas partes de la fracción de lignina: si la precipitación tiene lugar sin la eliminación previa del alcohol mediante evaporación o destilación (a vacío), entonces a este respecto sólo precipita aproximadamente el 50% de la lignina, mientras que la otra mitad permanece en disolución.

La determinación del peso molecular promedio de ambas fracciones, que se realizó tal como se indicó anteriormente, ha mostrado que la fracción que se ha hecho precipitar presenta un Mn promedio de 1150 D y un Mw de 5000 D, es decir que es de alto peso molecular, mientras que la fracción soluble con un Mn promedio de 750 D y un Mw de 1250 es de bajo peso molecular.

La fracción soluble se hace precipitar, dado el caso se fracciona, mediante la eliminación del alcohol.

La lignina obtenida según el procedimiento según la invención o las fracciones individuales de lignina pueden lavarse para la separación de impurezas, tales como por ejemplo sales, compuestos de bajo peso molecular con disolventes adecuados, por ejemplo agua o disolventes orgánicos, en los que las fracciones de lignina no son solubles.

- 5 Las fracciones de lignina obtenidas en cada caso pueden secarse. A este respecto, el alcohol que eventualmente todavía se encuentra en la(s) fracción(es) de lignina obtenida(s) puede recuperarse.

La lignina obtenida según el procedimiento según la invención se procesa de manera subsiguiente preferiblemente para dar productos de mayor calidad, en particular resinas fenólicas, componentes de carburante, fibras de carbono, copolímeros de plástico o productos farmacéuticos.

- 10 El procesamiento subsiguiente puede tener lugar de manera adecuada, por ejemplo de manera análoga a procedimientos de procesamiento subsiguiente de lignina. Por ejemplo, la lignina de bajo peso molecular obtenida puede procesarse para dar productos, que requieren un peso molecular bajo, tal como por ejemplo derivados de lignina con peso molecular de hasta aproximadamente 1000, por ejemplo para la producción de resinas para la generación de materiales prensados estratificados a alta presión, tales como placas compactas y laminados, y la lignina de mayor peso molecular puede procesarse para dar productos, que requieren un peso molecular, que es esencialmente mayor de 1000, tal como por ejemplo para la producción de resinas, que se usan para generar tableros de fibra de madera.

- 20 Las sustancias solubles en agua que se encuentran en el sobrenadante líquido de las precipitaciones, en particular ácidos, partes de lignina solubles en ácido, sales, pueden separarse en etapas adicionales tras aislar la lignina que se ha hecho precipitar de la disolución obtenida. Este modo de proceder es adecuado en particular para la separación de los ácidos hidroxicinámicos de bajo peso molecular, tales como ácido ferúlico y ácido cumárico, que pueden separarse mediante procedimientos de separación adicionales, por ejemplo adsorción en materiales de soporte o extracción líquido/líquido con disolventes adecuados.

- 25 Una posibilidad adicional consiste en utilizar la PVPP en una columna empaquetada, a través de la que se hace pasar la disolución, que contiene ácidos hidroxicinámicos. A este respecto, pueden conseguirse cargas mayores y la razón de PVPP utilizada con respecto a la cantidad de líquido que debe purificarse se encuentra a aproximadamente 1:500 o superior.

- 30 En un aspecto adicional, la presente invención propone un procedimiento según la presente invención, que se caracteriza porque tras la separación de la lignina la disolución ácida restante se trata con polivinilpirrolidona para obtener ácidos hidroxicinámicos a partir de la disolución, adsorbiéndose los ácidos hidroxicinámicos en la polivinilpirrolidona y eliminándose de la disolución.

- 35 La posibilidad de una separación sencilla de la fracción de lignina en una fracción de alto y de bajo peso molecular, para la que existen campos de aplicación separados, es una ventaja esencial de un procedimiento según la presente invención.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para obtener lignina, caracterizado porque se le añade ácido a una disolución alcohólica alcalina de lignina para el ajuste de un valor de pH de entre pH 7 y pH 1 y se separa la lignina que se ha hecho precipitar y se elimina alcohol del filtrado para obtener lignina adicional.
- 5 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se le añade ácido a una disolución alcohólica alcalina de lignina, se separa la fracción de lignina de mayor peso molecular que se ha hecho precipitar y, para precipitar fracciones de lignina de bajo peso molecular, se elimina alcohol de la disolución obtenida tras la separación, en particular, mediante evaporación, evaporación a vacío, destilación, destilación a vacío.
- 10 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, para obtener lignina a partir de un material lignocelulósico mediante disgregación con alcohol, en particular con un alcohol C<sub>1-4</sub>, en particular con etanol, agua y una disolución alcalina, en particular sosa cáustica, a una temperatura de menos de 100°C, en particular de entre 40°C y 90°C, en particular de entre 50°C y 70°C, en particular que la concentración de la disolución alcalina, con respecto al peso seco de la lignocelulosa que va a disgregarse, es de entre el 3 y el 12% en peso, en particular de entre el 4 y el 10% en peso, especialmente de entre el 5 y el 8% en peso, caracterizado porque la lignina que se encuentra en la disolución alcohólica alcalina se separa del sólido, en particular se separa mediante prensado, centrifugado, filtrado, y la lignina se separa de la disolución de disgregación mediante la adición de un ácido en forma de una fracción de lignina de menor peso molecular soluble y una de mayor peso molecular insoluble, en particular en el que la fracción de mayor peso molecular precipita debido a la adición del ácido y a continuación se separa, y la fracción de bajo peso molecular se hace precipitar mediante la eliminación del alcohol de la disolución y a continuación se separa.
- 15 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el sustrato lignocelulósico es paja, en particular paja de trigo.
- 25 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado porque el peso molecular promedio de la fracción de lignina de bajo peso molecular tiene un Mn (peso molecular promedio en número) de desde 1000 D hasta 650 D, en particular de 750 D y un Mw (peso molecular promedio en peso) de desde 1500 D hasta 1000 D, en particular de 1250 D; y el peso molecular promedio de la fracción de lignina de alto peso molecular tiene un Mn de desde 1500 D hasta 1000 D, en particular de 1100 D a 1200 D, y un Mw de desde 7000 D hasta 3000 D, en particular de 4500 D a 5000 D.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el valor de pH de la disolución alcalina alcohólica, en particular la disolución de disgregación, se reduce mediante la adición de ácido hasta un valor de pH de entre pH 7 y pH 1, en particular de entre pH 7 y pH 2, en particular hasta (aproximadamente) pH 2.
- 35 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el valor de pH de la disolución alcalina alcohólica se reduce gradualmente entre pH 7 y pH 1 mediante adición de ácido, en el que después de cada etapa gradual de la reducción del pH se separa la lignina precipitada, en particular se separa mediante centrifugación, filtración, ultrafiltración, en particular en el que se secan las fracciones de lignina obtenidas y se recupera el alcohol, que eventualmente todavía se encuentra en la(s) fracción(es) de lignina obtenida(s), mediante secado.
- 40 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque antes de la concentración de la lignina en la disolución alcohólica alcalina mediante precipitación con ácido tiene lugar una etapa de concentración adicional mediante destilación o evaporación o evaporación a vacío o ultrafiltración o nanofiltración o una combinación de tales etapas, en particular mediante ultrafiltración o nanofiltración.
- 45 9. Procedimiento para producir una disolución alcohólica alcalina concentrada de lignina, que se caracteriza porque una disolución alcohólica alcalina de lignina, que se obtuvo según uno de los procedimientos de disgregación descritos en las reivindicaciones anteriores, se somete a una filtración por membrana, tal como una ultra y/o nanofiltración, en la que se elimina parcialmente alcohol.
- 50 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la lignina de bajo peso molecular obtenida se procesa para dar productos que requieren un bajo peso molecular, en particular para la producción de resinas para la generación de materiales prensados estratificados a alta presión como placas compactas y laminados; y la lignina de mayor peso molecular se procesa para dar productos que requieren un peso molecular mayor, en particular para la producción de resinas, para generar tableros de fibra de madera.
- 55 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque tras la separación de la lignina la disolución ácida restante se trata con polivinilpirrolidona para obtener ácidos hidroxicinámicos de la disolución, en el que los ácidos hidroxicinámicos se adsorben en la polivinilpirrolidona y se extraen de la disolución.

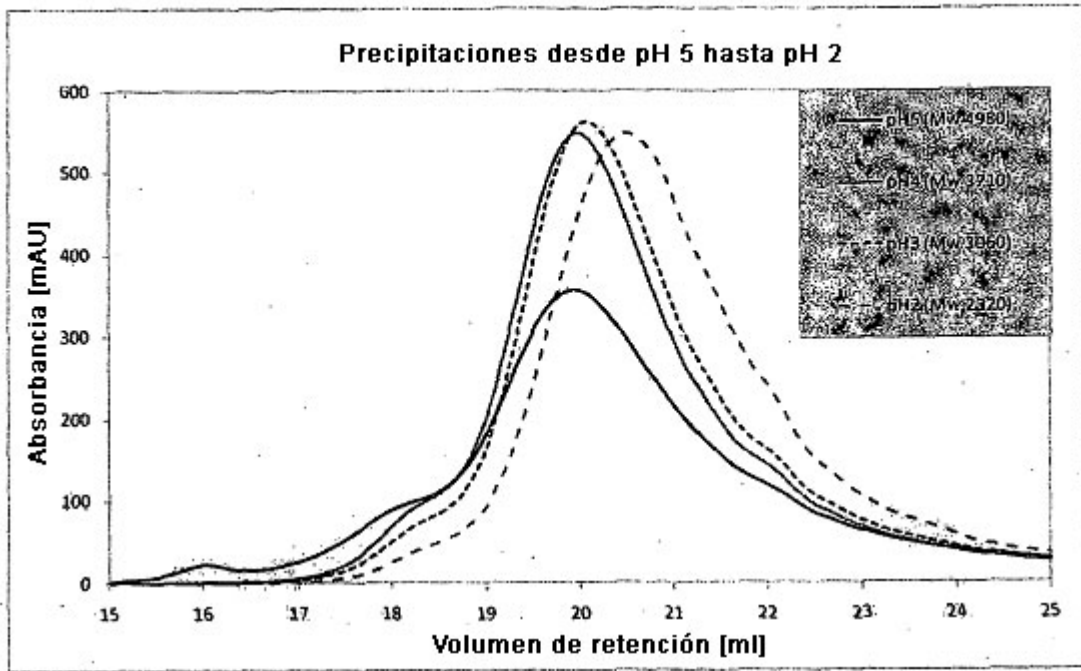


Fig. 1