

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 610 018**

51 Int. Cl.:

D21C 11/00 (2006.01)

C08H 7/00 (2011.01)

D21C 11/04 (2006.01)

C08H 8/00 (2010.01)

C10L 5/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.03.2012 PCT/SE2012/050293**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.09.2013 WO13137790**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.03.2012 E 12871539 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.10.2016 EP 2825698**

54 Título: **Método de separación de la lignina del licor negro**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.04.2017

73 Titular/es:
**VALMET AKTIEBOLAG (100.0%)
851 94 Sundsvall, SE**

72 Inventor/es:
**ÖHMAN, FREDRIK;
THELIANDER, HANS;
TOMANI, PER y
AXEGÅRD, PETER**

74 Agente/Representante:
GARCÍA-CABRERIZO Y DEL SANTO, Pedro

ES 2 610 018 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 de separación de la lignina del licor negro

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método para la separación de la lignina del licor de cocción gastado, llamado licor negro original, utilizando un proceso de precipitación.

10 Antecedentes

Las ventajas de la separación de la lignina del licor negro ya se describen en los documentos WO 2006/031175 y WO2006/038863. Estas patentes describen el nuevo procedimiento **LignoBoost™** que en la actualidad vende Metso, y del cual WO 2006/031175 divulga el proceso de lavado ácido en dos etapas básicas y WO2006/038863 divulga una mejora del proceso en el que se añaden al proceso sulfato o iones de sulfato.

Un aspecto importante del proceso es que la carga de productos químicos requerida para la acidificación puede ser alta. Siendo así, el coste de los productos químicos nuevos supone una gran parte del costo operativo y la viabilidad comercial del proceso es inferior. Estos problemas podrían reducirse si el proceso se optimiza para un requerimiento mínimo de carga de productos químicos nuevos, haciendo el producto lignina comercialmente sólido. Acidificantes en forma de flujo de residuos generados a partir de procesos de fabricación son por lo tanto preferibles, ya que pueden resolver el problema de la eliminación de residuos y disminuir el impacto ambiental. Dado que la precipitación de lignina requiere la acidificación de los flujos de licor negro alcalinos, gran parte de la cantidad total de agente de acidificación se utiliza para disminuir el nivel de pH hasta el punto en el que la lignina comienza a precipitar. La primera fase en la obtención de este nivel de pH normalmente reduce el nivel de pH desde aproximadamente pH 13 en el licor negro original hasta un nivel de pH de aproximadamente 11,5, y, normalmente, no entraña ninguna nucleación de partículas de lignina. La cantidad de acidificante requerida es, sin embargo, relativamente alta para esta primera fase dado que el pH sigue una escala logarítmica, y cualquier subsiguiente rebaja adicional del pH a partir de 11,5 requiere mucho menos acidificante para el mismo orden de valor de pH absoluto rebajado

El proceso Lignoboost produce un producto de lignina que si es utilizado como combustible se clasifica como un combustible "verde" al estar basado en combustible recuperado. La idea de la clasificación de los combustibles "verdes" se basa en el concepto de no incrementar la huella de dióxido de carbono, es decir, las emisiones por la quema de combustibles fósiles. Los ácidos más prometedores para este proceso son el dióxido de carbono durante al menos la precipitación inicial de la lignina y a continuación utilizando ácido sulfúrico (H₂SO₄) para el lavado y la lixiviación de los metales de la lignina. El ácido sulfúrico se podría añadir como un ácido sulfúrico nuevo de un proveedor de productos químicos, o preferiblemente, utilizando el llamado "ácido gastado" de un generador de dióxido de cloro a menudo utilizado en una fábrica de celulosa. Este último uso de ácido gastado, ya disponible en la mayoría de los emplazamientos de las plantas, enfatiza aún más que el producto de lignina se considere como un combustible "verde".

Una desventaja del proceso de precipitación es que partículas de núcleo de lignina pueden formarse espontáneamente en el licor negro original acidificado en grandes cantidades y a un tamaño de partícula muy pequeño, típicamente de sólo 0,1-1 µm, y estas pequeñas partículas son muy difíciles de separar en cualquier proceso subsiguiente de deshidratación. En su lugar se buscan grandes agregados de lignina que mejorarán la filtrabilidad y aumentarán el rendimiento de la lignina del proceso de deshidratación.

50 Resumen de la invención

La invención se basa en el hallazgo de que pueden formarse agregados de lignina mayores con ventaja respecto de partículas de lignina más pequeñas si la precipitación de lignina en el licor negro original tiene lugar, a cambio, sobre las partículas de lignina añadidas al licor negro original, es decir, que la lignina precipita a medida que ocurre el crecimiento de las partículas en lugar de formar nuevas partículas de núcleo de lignina.

Por lo tanto, la invención se refiere a un método para la separación de lignina de licor negro original que tiene un primer valor de pH, que comprende las siguientes fases en secuencia:

Una primera etapa de precipitación en la que se añade una carga acidificante al licor negro original con el fin de disminuir el valor de pH del licor negro original a un segundo nivel de pH que inicia la precipitación de lignina, por lo que dicho segundo nivel de pH está por encima de pH 7 y por debajo de 11,5, seguida de una etapa de separación en la que la lignina precipitada se separa como una torta de lignina de la fase líquida restante del licor negro original acidificado, y, de acuerdo con los aspectos de la invención, se añaden partículas de germen de lignina al licor negro original en la primera etapa de precipitación con el fin de aumentar el crecimiento de partículas de lignina sobre dichas partículas de germen de lignina en lugar de la nucleación espontánea de partículas de lignina en dicho licor negro original.

- 5 Añadiendo estas partículas de germen de lignina adicionales, la lignina que precipita a partir del licor negro original, comienza en su lugar a precipitar sobre estas partículas de germen de lignina, que ya tienen un tamaño sustancial, evitando la nucleación espontánea de un gran número de partículas de núcleo pequeño y, en su lugar, precipita a medida que se produce el crecimiento de partículas sobre estas partículas de germen de lignina, mejorando así la filtrabilidad y el rendimiento de la lignina del proceso.
- 10 De acuerdo con una realización preferida del método de la invención, la primera etapa de precipitación se divide en al menos dos fases en secuencia, en la que
- 15 se añade una primera carga acidificante al licor negro original en una primera fase de precipitación con el fin de disminuir el valor del pH del licor negro original a un segundo nivel de pH por lo que menos del 10% del contenido total de lignina se precipita y preferiblemente como partículas de núcleo pequeño, siendo dicho segundo nivel de pH por lo menos 1 unidad de pH por debajo de la del primer valor de pH, una segunda carga acidificante se añade al licor negro original acidificado desde la primera fase de precipitación en una segunda fase de precipitación con el fin de disminuir el valor del pH hasta un tercer nivel de pH por lo que más del 20% del contenido total de lignina se precipita adicionalmente y preferiblemente a medida que se produce el crecimiento de partículas de núcleo formadas en la primera fase de precipitación y el crecimiento de partículas de núcleo precipitadas en la segunda fase de precipitación, siendo dicho tercer nivel de pH por lo menos 0,1 unidades de pH por debajo de la del segundo valor de pH, y en la que las partículas de germen de lignina añadidas se añaden después de la primera fase de precipitación para estar presentes durante la segunda fase de precipitación.
- 25 Mediante estas etapas de procedimiento se podría optimizar la primera fase de precipitación sólo para disminuir el pH utilizando torres con pequeños cuerpos de relleno que aumenten la superficie de contacto entre el acidificante y el licor negro original y evitar el bloqueo de pequeños canales de flujo a través de tales torres mediante la introducción de partículas de germen de lignina ya durante la primera fase de precipitación.
- 30 Según otra realización de la invención, las partículas de germen de lignina se añaden al menos en parte como una fracción obtenida a partir de la torta de lignina. Preferiblemente, la fracción obtenida de la torta de lignina es de las partículas de lignina más pequeñas en la torta de lignina. Las partículas de lignina más grandes en la torta de lignina ya tienen forma para una deshidratación eficiente mientras que las partículas de lignina más pequeñas pueden ser difíciles de filtrar y por lo tanto pueden necesitar un crecimiento de tamaño para aumentar la filtrabilidad y por lo tanto aumentar el rendimiento de la lignina del proceso.
- 35 De acuerdo con una realización alternativa o complementaria de la invención, las partículas de germen de lignina se añaden en forma de un polvo de lignina que tiene un tamaño de partícula uniforme. Preferiblemente, el polvo de lignina tiene un tamaño de partícula en el intervalo de 0,1 a 1 milímetro. Por lo tanto, el polvo de lignina podría ser un producto comercial con un tamaño de partícula definido que se produce en la fábrica o se compra a proveedores especiales.
- 40 Según otra realización más de la invención, las partículas de germen de lignina están suspendidas en un flujo parcial de la fase líquida restante del licor negro original acidificado, antes de ser añadidas a la etapa de precipitación. Esto permitirá un fácil manejo con bombas y la reintroducción de estas partículas de germen de lignina en el proceso de precipitación junto con el líquido ya acidificado que no requiere más acidificante con el fin de disminuir el pH en la última fase de la etapa de precipitación.
- 45 Se entiende en toda la presente descripción que la expresión “deshidratación” abarca cualquier medio de deshidratación. Preferiblemente, la deshidratación se lleva a cabo usando centrifugación, un aparato de filtro de prensa, un filtro de banda, un filtro rotatorio, tal como un filtro de tambor, o un tanque de sedimentación, o un equipo similar, más preferiblemente se usa un aparato de filtro de prensa.
- 50 Se entiende en toda la presente descripción que la expresión “licor negro original” abarca el licor de cocción gastado de un digestor, teniendo la mayor parte de la lignina del material de celulosa original disuelto en el “licor negro original”. El “licor negro original” puede tener también un gran contenido de material orgánico e inorgánico, pero también puede haber pasado por procesos de separación para extraer trementina u otros constituyentes específicos, manteniendo inalterado el volumen de lignina disuelta.
- 55 Se entiende en toda la presente descripción que la expresión “horno de cal” abarca la planta de conversión en la isla de reciclaje en la que el carbonato de calcio en el lodo calcáreo obtenido en la planta de recaustización se calcina en óxido de calcio y se reutiliza en el ciclo de cal.
- 60
- 65

Breve descripción de las figuras

- 5 La Fig. 1 muestra el estado de la técnica para el proceso de separación de la lignina, de acuerdo con el documento WO 2006/031175.
 La Fig. 2 muestra el uso de los gases del horno de cal en la etapa de precipitación.
 La Fig. 3 muestra el uso de gases del horno de cal en la etapa de precipitación, así como el uso de al menos una parte de los gases del horno de cal para la deshidratación de la torta/producto de lignina;
 10 La Fig. 4 muestra el uso de los gases del horno de cal en paralelo en las etapas de deshidratación;
 La Fig. 5 muestra el uso de los gases de combustión procedentes del horno de cal en serie en varias etapas de deshidratación.
 La Fig. 6 muestra un diagrama de proceso de un ejemplo de implementación de la adición inventiva de partículas de germen de lignina durante el proceso de precipitación;
 15 La Fig. 7 muestra una implementación alternativa de la adición inventiva de partículas de germen de lignina durante el proceso de precipitación con el reciclaje alternativo de acidificantes producidos en el proceso.

Descripción detallada de la invención

- 20 En la figura 1 se muestra el procedimiento conocido en el estado de la técnica según el documento WO 2006/031175. Comprendiendo la separación de la lignina del licor negro original BL las siguientes etapas en secuencia:

25 Precipitación de la lignina mediante una primera etapa de acidificación del licor negro original BL_{IN} mediante la adición de un primer ácido o mezcla de ácidos AC_1 en cualquier reactor de precipitación PR adecuado,

seguido de deshidratación mientras se forma una primera torta de filtración con un alto contenido de lignina, hecha dicha deshidratación en cualquier prensa de filtro adecuada FP_1 , que puede drenar un primer filtrado FL_1 de la suspensión de lignina y adicionar un golpe de gas a través de G_1 de la torta de lignina con el fin de desplazar cualquier licor negro residual,
 30

suspensión de 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 hecha en cualquier tanque de suspensión adecuado RT mientras se descartan los gases malolientes H_2S emitidos,
 35

después de lo cual una segunda suspensión de lignina se obtiene en el tanque de suspensión RT_m ,

deshidratación de la segunda suspensión de lignina formando una segunda torta de filtro/lignina con alto contenido de lignina, dicha deshidratación hecha en cualquier prensa de filtro adecuada FP_2 , que puede drenar un segundo filtrado FL_2 de la suspensión de lignina, y al menos una parte de este segundo filtrado FL_2 puede ser recirculada de nuevo a la etapa de suspensión,
 40

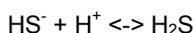
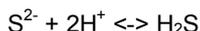
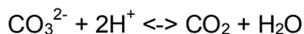
lavado de la segunda torta de filtro, dicho lavado realizado en cualquier aparato de lavado adecuado WP, añadiendo un líquido de lavado WL a esta etapa de lavado, y finalmente
 45

deshidratación de la segunda torta de lignina lavada obteniendo un producto de lignina LP, dicha deshidratación preferiblemente hecha en las últimas etapas del aparato de lavado WP, que pueden 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 ser recirculado de nuevo a la etapa c, y puede también adicionar un golpe de gas a través de G_2 de la torta de lignina con el fin de desplazar cualquier licor ácido residual.
 50

En la figura 2 se muestra una alternativa usando gases de combustión G_{1a} obtenidos a partir de un horno de cal LK enviados directamente a la etapa de precipitación PR. El uso de gases del horno de cal para la acidificación es conocido per se. Al menos una parte del primer ácido o mezcla de ácidos añadidos a la primera etapa de precipitación pueden ser gases ricos en dióxido de carbono y que tienen su origen en los gases de combustión ventilados desde un horno de cal, lo que significa que los gases de combustión pueden ser enviados directa o indirectamente a la etapa de precipitación. En la figura 3 se muestra todavía una alternativa en la que al menos una parte de los gases de combustión G_{1a} ventilados desde un horno de cal LK se utilizan primero para la deshidratación de la torta de lignina antes de ser utilizados como agente de acidificación en la primera etapa de precipitación, y los gases residuales desplazados G_{1b} también se añaden a la etapa de precipitación PR junto con los gases del horno de cal G_{1a} enviados directamente a la etapa de precipitación.
 55
 60

En la figura 4 se muestra una realización preferida adicional del proceso de precipitación según el documento WO 2006/031175. Como se describe anteriormente la primera etapa de precipitación PR y primera etapa de deshidratación FP_1 es seguida por una etapa de suspensión RT en la que la primera torta de filtro de lignina se suspende en una segunda etapa de acidificación usando un segundo ácido o mezcla de ácidos AC_2 , después de lo cual se obtiene una segunda suspensión de lignina. Esta etapa es seguida después por una segunda etapa de
 65

deshidratación FP₂ de la segunda suspensión de lignina formando una segunda torta de filtro con un alto contenido de lignina. Sigue una etapa de lavado WP para el lavado de la segunda torta de filtro y finalmente seguida de una tercera etapa de deshidratación de la segunda torta de lignina lavada obteniendo un producto de lignina LP. De acuerdo con las realizaciones preferidas del método inventivo, los gases residuales H₂S y CO₂ emitidos de la segunda etapa de acidificación RT también son recirculados y se mezclan con el licor negro original en la primera etapa de precipitación PR. El dióxido de carbono formado en el tanque de suspensión, se origina a partir del contenido de sulfuros y carbonatos en la torta de lignina. Estos compuestos reaccionan con el agente de acidificación y forman dióxido de carbono (CO₂) y sulfuro de hidrógeno (H₂S), de acuerdo con:



La formación de dióxido de carbono en este proceso permite una fuente adicional de dióxido de carbono necesario para la primera etapa de acidificación, y el sulfuro de hidrógeno es también un contribuyente neto a la acidificación, ya que el valor pK_a de sulfuro de hidrógeno es 6,89.

En esta realización los gases del horno de cal son enviados directamente y en flujos paralelos G_{1a} y G_{2a} a las etapas de deshidratación FP₁ y WP, y los gases residuales desplazados G_{1b} y G_{2b} de estas etapas de deshidratación se recogen y se añaden a la fase de precipitación PR. Aquí no hay gases de combustión del horno de cal enviados directamente a la etapa de precipitación, sino más bien a través de dichas etapas de deshidratación.

En la figura 5 se muestra una realización alternativa de la figura 4. En esta realización los gases del horno de cal son enviados directamente a la última etapa de deshidratación WP, y los gases residuales desplazados G_{2b} de esta última etapa de deshidratación se recogen y se añaden a una etapa de deshidratación anterior, aquí FP₁. Los gases residuales desplazados G_{1b} de esta etapa de deshidratación precedente se recogen y se añaden a la etapa de precipitación PR. Aquí no hay gases de combustión del horno de cal enviados directamente a la etapa de precipitación, sino más bien a través de la utilización en dichas etapas de deshidratación y a contracorriente del flujo de lignina a través del proceso.

Como podrá entenderse a partir de estos ejemplos de realizaciones, la alimentación directa y/o alimentación indirecta a la etapa de precipitación a través de las etapas de deshidratación de los gases de combustión del horno de cal podría implementarse en cualquier proporción posible.

Un procedimiento adicional para la estabilización de la lignina durante el proceso de 2 etapas es, en combinación con una disminución de pH, ajustar la fuerza iónica en la fase de suspensión, preferiblemente con iones de metales alcalinos multivalentes o iones de metales alcalinotérreos (por ejemplo calcio). A un pH dado, una fuerza iónica más alta en la etapa de suspensión reduce las pérdidas de rendimiento de lignina. Aquí también la fuerza iónica y el pH del agua de lavado se corresponderían esencialmente con las condiciones en la etapa de suspensión para evitar gradientes durante el proceso de lavado. Una fuerza iónica más alta en la suspensión y en el agua de lavado da una lignina estable y un alto rendimiento de la lignina incluso a valores de pH- en el intervalo ácido superior.

Una desventaja de las soluciones descritas es que el filtrado ácido de las etapas de deshidratación contiene una gran cantidad de azufre, y si estos filtrados ácidos se envían a la isla de reciclaje, el azufre terminará en las cenizas de la caldera de recuperación y el equilibrio de azufre se verá afectado, necesitando una carga compensatoria de sodio nuevo con el fin de restablecer el correcto equilibrio de azufre.

En la figura 6 se divulga el proceso Lignoboost con un proceso de eliminación de azufre. En la mayoría de las partes que aquí se muestran, las etapas básicas se describen en las figuras anteriores, pero aquí se da a conocer cómo el proceso Lignoboost está conectado a las operaciones de recuperación, es decir, las etapas de evaporación 2 a 7 que reciben licor negro, BL_{DIG}, de un digestor. El licor negro original BL_{IN} que se manejará en el sistema Lignoboost se extrae después de la etapa de evaporación 2 y normalmente tiene una concentración de materia seca de aproximadamente el 42% y un pH de aproximadamente 13. Preferiblemente sólo una parte del flujo total es desviado al proceso Lignoboost. Según los últimos hallazgos el proceso de precipitación se divide en al menos 2 fases en dos torres en serie, utilizando una primera torre de precipitación PR1 en la que el objetivo principal es reducir el nivel de pH hacia un punto de partida para la precipitación de partículas de núcleo de lignina. Preferiblemente esta torre tiene un relleno aleatorio con cuerpos de relleno, tales como anillos Rachig, aumentando el área de la superficie de contacto entre el acidificante y el licor negro. Típicamente, el pH se rebaja hasta aproximadamente 11,5 en la primera torre. En la segunda torre PR2 se implementa la reducción final del pH y la mayor parte de la lignina precipita aquí y por lo tanto esta torre es de un diseño abierto que permita al precipitado de lignina enjuagarse a su través. El pH al final de esta segunda torre es de aproximadamente 11 y, por lo tanto, todavía alcalino. El licor negro

con su contenido de precipitado de lignina se reenvía a un aparato de deshidratación posterior, FP₁, que filtra el precipitado de lignina como una torta, la flecha hacia abajo en la figura, y la fase líquida restante BL_{OUT} del licor negro original acidificado se envía de nuevo a las etapas finales de evaporación 1a-1b-1c. La torta de lignina es transportada por cintas transportadoras hasta un recipiente de mezcla en el que la torta de lignina se suspende en una solución de ácido fuerte que establece un nivel de pH por debajo de 5 y se mantiene la suspensión de lignina acidificada en este estado de suspensión durante al menos 2 minutos en un tanque de retención RT. Finalmente, la suspensión de lignina acidificada se envía a un aparato de deshidratación FP₂, en el que una segunda torta de lignina LP se filtra fuera de la fase líquida ácida (FL₁). La fase líquida ácida FL₁ se somete a un proceso de eliminación de azufre en el que un compuesto que contiene calcio, aquí CaCO₃, se añade a la fase líquida ácida en un recipiente de mezcla, con lo que el azufre en la fase líquida ácida reacciona con el compuesto de calcio formando yeso sólido, CaSO₄. El yeso sólido se separa después de la fase líquida ácida en un aparato de deshidratación, que puede incluir la adición de agua de lavado. El yeso sólido deshidratado y preferiblemente lavado WG se purga y la fase líquida ácida restante FL₂ con reducido contenido en azufre se envía a la recuperación química y, preferiblemente, como se muestra, se mezcla en el flujo de licor negro BL_{DIG} del digestor. El yeso purgado podría ser vendido como material de base para la producción de placas de yeso u otros usos, o incluso ser enviado al vertedero. Al añadir CaCO₃ a la fase líquida ácida FL₂, el pH aumentará hasta aproximadamente 12, incluso si la fase líquida ácida tiene un nivel de pH inicial de aproximadamente 2. A un nivel de pH tan alto como 12 se incrementará la solubilidad del yeso CaSO₄ y con el fin de promover la formación de una fase sólida de yeso debe añadirse ácido, preferiblemente un ácido orgánico tal como ácido acético o ácido fórmico y en una cantidad tal que el nivel de pH se mantenga en aproximadamente 5. Otro efecto ventajoso es que en el proceso de eliminación de azufre, se forma dióxido de carbono, en una cantidad tal que corresponde aproximadamente a un 25-30% de la necesidad de CO₂ en la etapa de precipitación. De acuerdo con la invención, se añaden partículas de germen de lignina a la etapa de precipitación y en esta realización mostrada en la figura 6, estas partículas de germen de lignina se obtienen de una cinta transportadora de tamizado que pasará las partículas más pequeñas de la torta de lignina hasta un desviador inclinado que envía estas partículas de germen de lignina LGP a un tanque de mezcla. En este tanque mezclador, las partículas de germen de lignina podrían suspenderse en un flujo parcial de la fase líquida restante del licor negro original acidificado BL_{OUT}, antes de ser añadidas a la etapa de precipitación.

En la figura 7 se muestra una instalación alternativa del sistema mostrado en la figura 6, pero que indica fuentes alternativas de acidificante para la etapa de precipitación similares a las mostradas en las figuras 1-5. Aquí se indica que los gases del horno de cal G_{1a} pueden ser enviados a la primera torre de precipitación PR1, y que los gases ventilados procedentes de la etapa de suspensión en el tanque de retención RT pueden ser enviados a la segunda torre de precipitación PR2. De acuerdo con la invención, se añaden partículas de germen de lignina LG a la etapa de precipitación y en esta realización mostrada en la figura 6, estas partículas de germen de lignina se obtienen a partir de polvo de lignina con un tamaño de partícula uniforme y éstas podrían añadirse directamente a la tubería de transferencia desde el primer recipiente PR1 al segundo recipiente PR2. Preferiblemente se podría introducir algún efecto de mezcla, y se puede añadir en el lado de succión de cualquier bomba hacia adelante esta mezcla al segundo recipiente PR2. Preferiblemente, este polvo de lignina tiene un tamaño de partícula uniforme y en el rango de 0,1 a 1 milímetro, por lo tanto, significativamente más grande que las partículas de núcleo de lignina precipitadas espontáneamente en el proceso.

Debe observarse que sólo se procura para precipitación una parte del contenido de lignina, ya que el licor negro residual BL_{OUT} se envía al proceso de reciclaje convencional y, por lo tanto, se necesita una cierta cantidad de lignina para mantener parte del contenido de combustible, es decir, valor calorífico, para la caldera de recuperación. Por lo tanto, es importante que el licor negro residual después del proceso de precipitación sea todavía alcalino y no añada problemas en el subsiguiente proceso de reciclaje. Por lo tanto, el proceso Lignoboost es ideal para fábricas sobrecargadas donde las operaciones de reciclaje en la planta de evaporación o en la caldera de recuperación han alcanzado su límite operacional y se necesita una capacidad adicional para manejar volúmenes incrementados de licor negro. En su lugar, se podría aumentar la capacidad del proceso de fabricación de pulpa y los volúmenes incrementados de licor negro coincidirían con un proceso complementario que produce un combustible "verde" de gran valor.

55

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para la separación de la lignina del licor negro original (BL_{IN}) con un primer valor de pH, que comprende las siguientes fases en secuencia:
- 10 una primera etapa de precipitación (PR) en la que se añade una carga acidificante al licor negro original con el fin de disminuir el valor del pH del licor negro original a un segundo nivel de pH de inicio de la precipitación de lignina en la que dicho segundo nivel de pH está por encima de pH 7 y por debajo de 11,5, seguida de una fase de separación (FP₁) en la que la lignina precipitada se separa como una torta de lignina de la fase líquida restante del licor negro original acidificado, **caracterizado porque**
- 15 se añaden partículas de germen de lignina al licor negro original en la primera etapa de precipitación con el fin de aumentar el crecimiento de partículas de lignina sobre dichas partículas de germen de lignina en lugar de la nucleación espontánea de partículas de lignina en dicho licor negro original.
- 20 2. Método según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la primera etapa de precipitación se divide en al menos dos fases en secuencia, en donde
- 25 se añade una primera carga de acidificante al licor negro original en una primera fase de precipitación (PR1) con el fin de disminuir el valor de pH del licor negro original a un segundo nivel de pH de manera que se precipita menos del 10% del contenido total de lignina y preferiblemente como partículas de núcleo pequeño, estando dicho segundo nivel de pH al menos 1 unidad de pH por debajo del primer valor de pH,
- 30 se añade una segunda carga acidificante al licor negro original acidificado de la primera fase de precipitación en una segunda fase de precipitación (PR2) con el fin de disminuir el valor del pH hasta un tercer nivel de pH, con lo que se precipita adicionalmente más del 20% del contenido total de lignina y preferiblemente en forma de crecimiento de las partículas de núcleo formadas en la primera fase de precipitación y de crecimiento de partículas de núcleo precipitadas en la segunda fase de precipitación, siendo dicho tercer nivel de pH por lo menos 0,1 unidades de pH por debajo del segundo valor de pH,
- 35 y en el que las partículas de germen de lignina añadidas se añaden después de la primera fase de precipitación (PR1) para estar presentes durante la segunda fase de precipitación (PR2).
- 40 3. Método según la reivindicación 2, **caracterizado porque** las partículas de germen de lignina añadidas son al menos en parte una fracción obtenida de la torta de lignina.
- 45 4. Método según la reivindicación 3, **caracterizado porque** la fracción obtenida de la torta de lignina son las partículas de lignina más pequeñas en la torta de lignina.
- 50 5. Método según la reivindicación 2, **caracterizado porque** las partículas de germen de lignina añadidas son polvo de lignina que tiene un tamaño de partícula uniforme.
- 55 6. Método según la reivindicación 5, **caracterizado porque** el polvo de lignina tiene un tamaño de partícula en el rango de 0,1 a 1 milímetro.
7. Método según la reivindicación 1, **caracterizado porque** las partículas de germen de lignina se suspenden en un flujo parcial de la fase líquida restante del licor negro original acidificado, antes de ser añadidas a la etapa de precipitación.

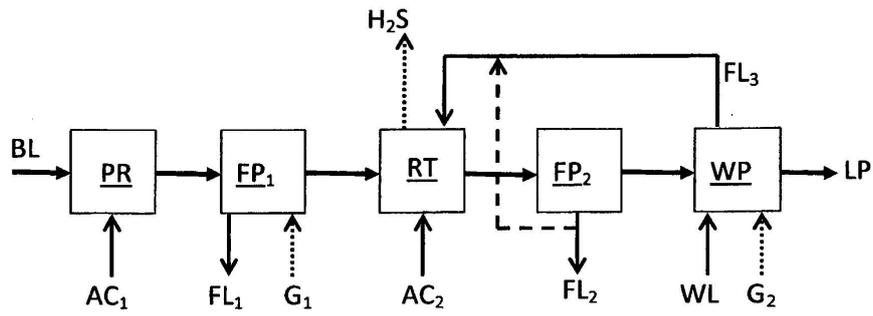


Fig. 1 Estado de la técnica

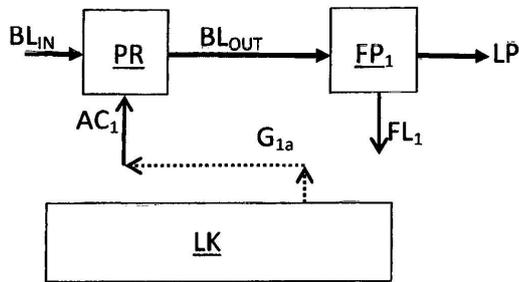


Fig. 2

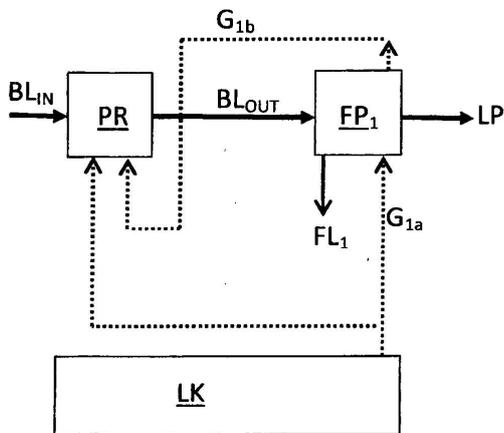


Fig. 3

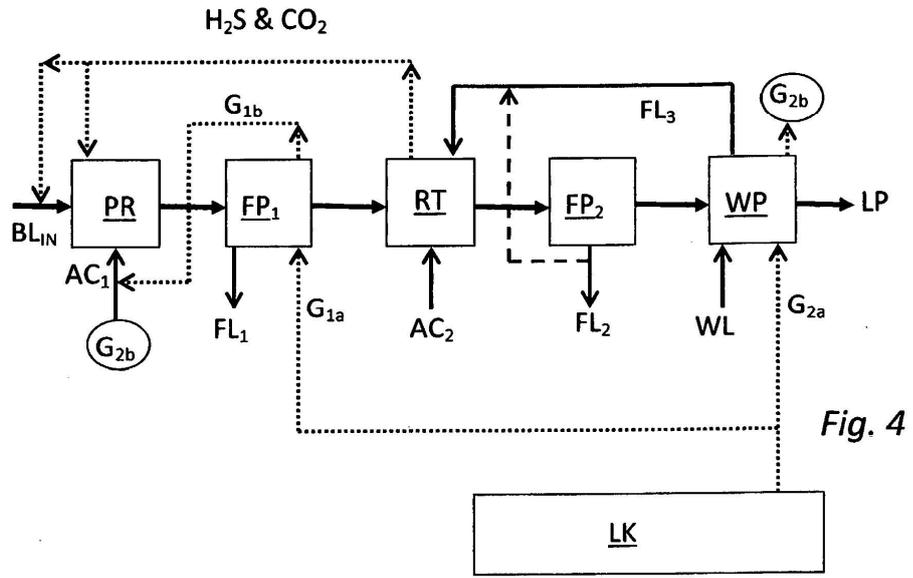


Fig. 4

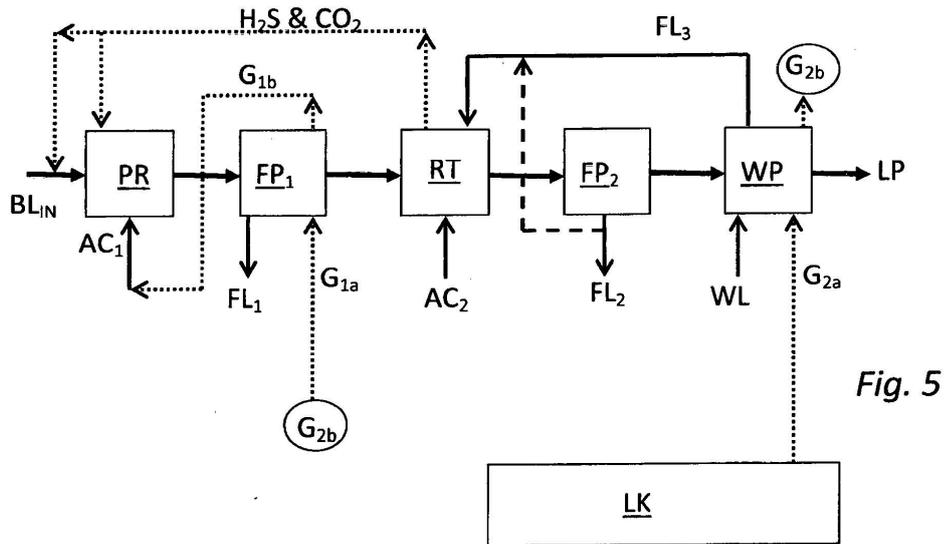
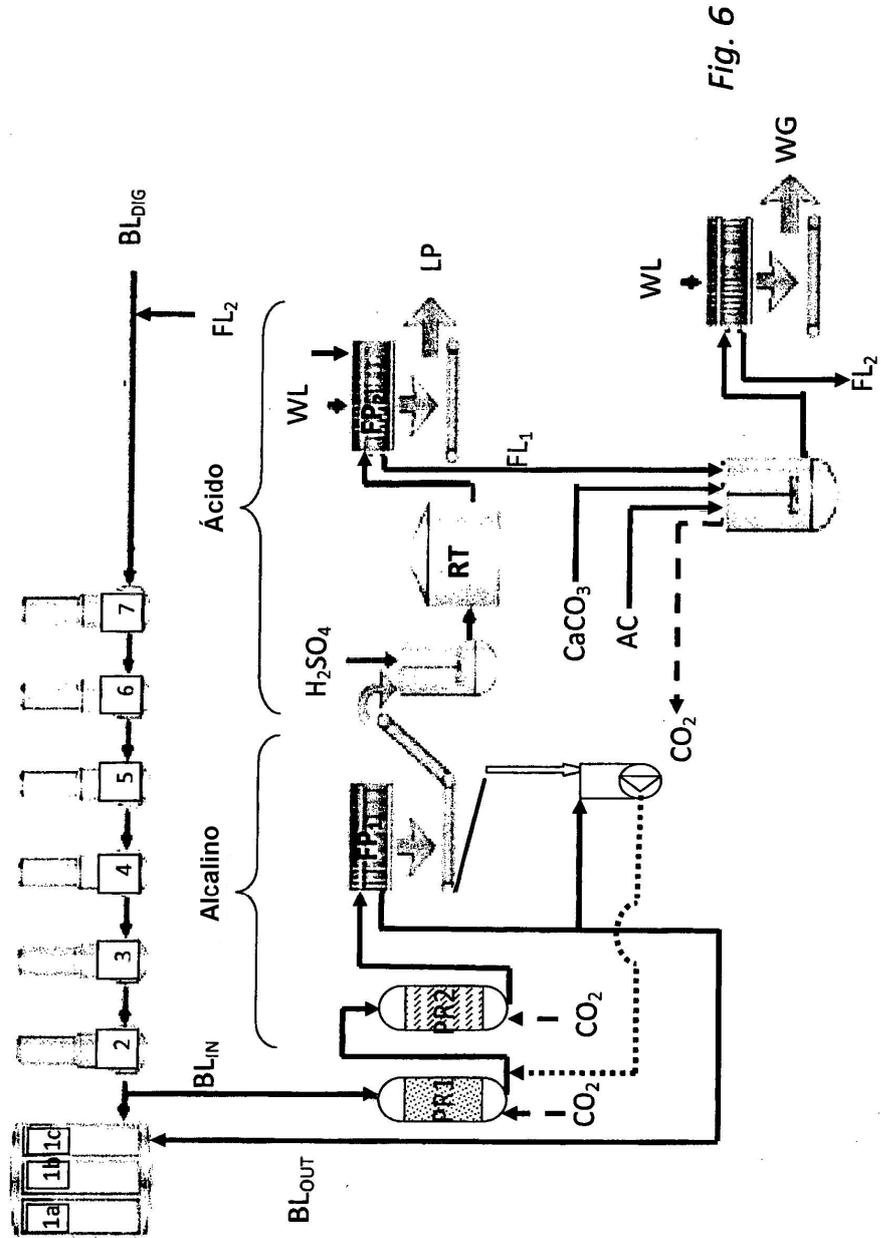


Fig. 5



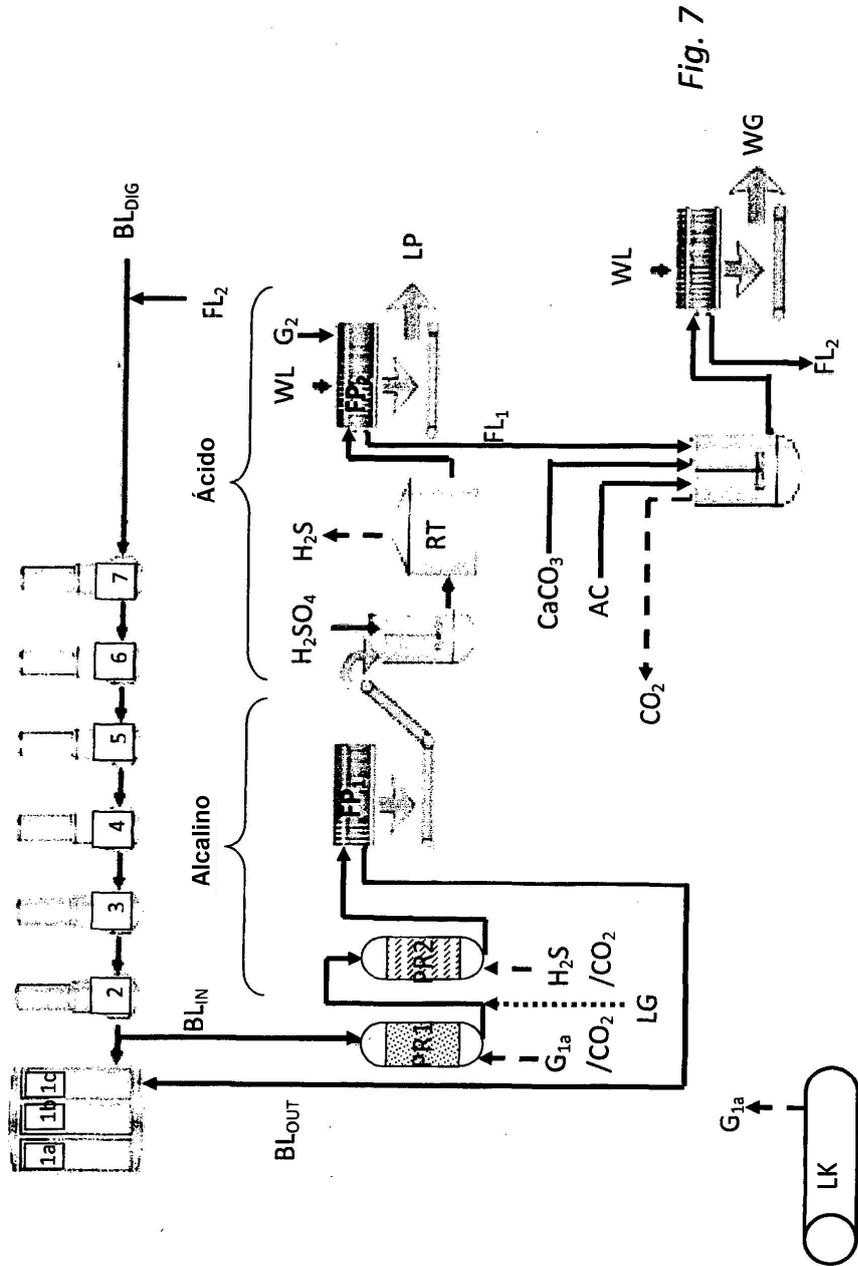


Fig. 7