

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 643 852**

51 Int. Cl.:

C07G 1/00 (2011.01)

C08L 97/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.03.2013 PCT/FI2013/050337**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.10.2013 WO13144445**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.03.2013 E 13718603 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.08.2017 EP 2831088**

54 Título: **Método y sistema para tratar lignina, un producto que comprende lignina y un método para fabricar un producto que comprende lignina**

30 Prioridad:

29.03.2012 FI 20125362

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

24.11.2017

73 Titular/es:

UPM-KYMMENE CORPORATION (100.0%)

Alvar Aallon katu 1

00100 Helsinki, FI

72 Inventor/es:

VARVEMAA, PÄIVI;

SIPPONEN, JUHA;

NISSINEN, VILHO;

PIETARINEN, SUVI;

PYKÄLÄINEN, NINA y

MIETTINEN, MAUNO

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 643 852 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 y sistema para tratar lignina, un producto que comprende lignina y un método para fabricar un producto que comprende lignina

Campo de la invención

- 5 Esta invención se refiere a un método y a un sistema para tratar lignina. Además, esta invención se refiere a un producto que comprende lignina y un método para fabricar producto que comprende lignina.

Antecedentes de la invención

10 La lignina es una sustancia orgánica que se encuentra en los tejidos de las plantas. La lignina se une, por ejemplo, a las células, las fibras y los vasos que constituyen la madera u otra planta y, por lo tanto, produce paredes celulares robustas y fuertes. Es uno de los polímeros orgánicos más abundantes y la segunda fuente de carbono renovable más abundante en la Tierra, después de la celulosa. La lignina es un biopolímero bastante inusual debido a su heterogeneidad, es decir, las ligninas muestran cierta variación en su composición química. La definición común a todas es un polímero de red dendrítica de unidades básicas de fenilpropano.

15 Es posible extraer la lignina para una variedad de usos cuando las plantas se tratan para diversos fines industriales. Por ejemplo, en la fabricación de papel, la lignina se elimina de la pulpa cuando se fabrica papel blanqueado de alta calidad. En este caso, la lignina eliminada se quema a menudo proporcionando energía para hacer funcionar el molino, porque la lignina produce una gran cantidad de energía (más que la celulosa) cuando se quema.

Sumario de la invención

20 La presente invención describe un método y un sistema para tratar lignina. La invención describe además un método para fabricar un producto que comprende lignina. Además, esta invención describe un producto que comprende polvo de lignina.

El producto que comprende polvo de lignina es un material compuesto, una película de barrera, una briqueta, un gránulo o un cartón marrón.

25 La lignina se ha utilizado típicamente como una torta o un pequeño agregado porque el polvo de la lignina es un material explosivo y, por lo tanto, la molienda de aglomerados de lignina en partículas pequeñas ha sido un gran reto.

30 Si el polvo de lignina comprende grandes aglomerados, puede ser imposible mezclar el polvo de lignina uniformemente con otras materias primas, especialmente con contenidos en lignina menores que el 2 %. Así, en este caso, el contenido en lignina del producto puede ser localmente alto y, por otro lado, no haber lignina en algunas posiciones. De acuerdo con la presente invención, se puede fabricar polvo de lignina y productos que comprendan polvo de lignina.

Los aspectos de la invención se caracterizan por lo indicado en las reivindicaciones 1, 10, 11 y 12, independientes. Se describen varias realizaciones de la invención en las reivindicaciones dependientes.

El método para tratar la lignina comprende las siguientes etapas:

- 35
- alimentar material de lignina al sistema,
 - disminuir el tamaño de partícula del material de lignina en un dispositivo de molienda con el fin de fabricar polvo de lignina con una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 85 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 300 micrómetros,
 - 40 • aumentar el contenido en sólidos secos del material de lignina al menos 5 unidades porcentuales, más preferiblemente al menos 10 o al menos 15 unidades porcentuales y lo más preferiblemente al menos 20 o al menos 25 unidades porcentuales al tiempo que disminuya el tamaño de partícula en el dispositivo de molienda y
 - suministrar aire o gas inerte calentado al dispositivo de molienda.

45 Preferiblemente, al menos el 90% de los aglomerados y las partículas de lignina en el polvo de lignina tiene un tamaño menor que 200 micrómetros, más preferiblemente al menos el 95 % de los aglomerados y las partículas de lignina en el polvo de lignina tiene un tamaño menor que 100 micrómetros.

50 Ventajosamente, el contenido en materia seca del material de lignina aumenta al menos 10 unidades porcentuales durante el procedimiento de molienda en el dispositivo de molienda. El contenido en sólidos secos del material de lignina introducido en el sistema está preferiblemente entre 40 y 90 %. El contenido en sólidos secos del polvo fabricado está preferiblemente entre 80 y 100 %.

Ventajosamente, el dispositivo de molienda es un molino de rotor. El dispositivo de molienda comprende preferiblemente un rotor y la temperatura de una superficie del rotor durante el procedimiento de pulverización es menor que la temperatura de transición vítrea del material de lignina. En un ejemplo, el dispositivo de molienda es un molino de martillos.

5 El sistema para tratar lignina comprende:

- un aparato adaptado para alimentar material de lignina al sistema,
- un dispositivo de molienda que está dispuesto:
 - 10 ○ para disminuir el tamaño de los aglomerados y/o las partículas de lignina con el fin de obtener polvo de lignina con una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 85% en peso de los aglomerados y las partículas de lignina tenga un tamaño menor que 300 micrómetros y
 - para aumentar el contenido en sólidos secos del material de lignina al menos 5 unidades porcentuales al tiempo que disminuya el tamaño de partícula en el dispositivo de molienda y
- medios para suministrar aire o gas inerte calentado al dispositivo de molienda.

15 Ventajosamente, el polvo de lignina de acuerdo con la presente invención tiene una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 85 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 300 micrómetros, más preferiblemente al menos el 90 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 200 micrómetros y lo más preferiblemente al menos el 95 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 100 micrómetros. Ventajosamente, el contenido en humedad del polvo de lignina fabricado es menor que 60 %, más preferiblemente menor que 40 % y lo más preferiblemente menor que 20 %, es decir, lo más
20 ventajosamente, el polvo de lignina tiene un contenido en sólidos secos entre 80 y 100 %.

El polvo de lignina se puede usar, por ejemplo,

- como aditivo, tal como un aglutinante, o
- como fuente de energía.

Un método para fabricar un producto que comprende polvo de lignina comprende las siguientes etapas:

- 25 • alimentar la primera materia prima a un sistema, materia prima que puede comprender, por ejemplo, madera, polvo de madera, polímero plástico y/o alimentación animal,
- alimentar la segunda materia prima al sistema, segunda materia prima que comprende polvo de lignina obtenible a partir de material de lignina por disminución del tamaño de partícula del material de lignina en un dispositivo de molienda y con una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 95 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 100 micrómetros y el contenido en
30 materia seca de los aglomerados y las partículas de lignina es al menos el 60 % y
- conformar el producto que comprende la primera y la segunda materia prima, siendo la cantidad del polvo de lignina al menos el 0,1 % en peso del peso seco del producto.

Aunque no forma parte de la invención, ventajosamente un sistema para fabricar un producto comprende:

- 35 • un aparato adaptado para alimentar la primera materia prima y la segunda materia prima al sistema, segunda materia prima que comprende polvo de lignina con una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 85 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 300 micrómetros,
- medios para mezclar la primera materia prima con la segunda materia prima para obtener una mezcla, tal como un mezclador, y
40
- un aparato adaptado para conformar el producto a partir de la mezcla, en el que el producto comprende al menos el 0,1 % en peso de dicho polvo de lignina.

45 El producto de acuerdo con la presente invención comprende polvo de lignina obtenible a partir de material de lignina mediante la disminución del tamaño de partícula de material de lignina en un dispositivo de molienda, comprendiendo el polvo de lignina aglomerados y partículas de lignina; el producto es uno de un gránulo, un material compuesto, una película de barrera, una briqueta y un cartón marrón; al menos el 95 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 100 micrómetros; el contenido en materia seca de los aglomerados y las partículas de lignina es al menos 60 % y tiene un contenido en lignina de al menos 0,1 % en peso. Lo más

preferiblemente, al menos el 95 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 50 micrómetros. Ventajosamente, el producto es:

- un material compuesto, que comprende preferiblemente el polvo de lignina entre 0,1 y 50 % en peso,
- una película de barrera, que comprende preferiblemente el polvo de lignina entre 0,1 y 30 % en peso,
- 5 • un gránulo, que comprende preferiblemente el polvo de lignina entre 0,1 y 20 % en peso,
- una briqueta, que comprende preferiblemente el polvo de lignina entre 0,1 y 20 % en peso,
- un granulado, que comprende preferiblemente el polvo de lignina entre 0,1 y 50 % en peso,
- un tablero de partículas, que comprende preferiblemente el polvo de lignina entre 0,5 y 20 % en peso o
- un cartón marrón, que comprende preferiblemente el polvo de lignina entre 0,5 y 20 % en peso.

10 En un ejemplo, el producto es un gránulo o una briqueta. En este caso, el aparato adaptado para conformar el producto comprende un dispositivo de granulación o un dispositivo para fabricar briquetas para conformar el gránulo o la briqueta que comprende polvo de lignina de 0,1 a 20 % en peso.

Descripción de los dibujos

A continuación, la invención se ilustrará mediante dibujos en los que:

- 15 La fig. 1a muestra una realización de ejemplo del procedimiento de pulverización en vista esquemática reducida,
- La fig. 1b muestra una realización de ejemplo del procedimiento de fabricación del producto que comprende polvo de lignina en vista esquemática reducida,
- Las figs. 2-14 muestran fotos y resultados de pruebas experimentales, en las que:
- 20 La fig. 2 muestra la distribución de tamaño de partícula de tortas de lignina molidas con martillo,
- La fig. 3 muestra algunas distribuciones de tamaño de partícula,
- La fig. 4a muestra algunos ejemplos del material de lignina para pulverizar,
- La fig. 4b muestra un ejemplo del polvo de lignina,
- La fig. 4c muestra un ejemplo del polvo de lignina que comprende nódulos,
- 25 La fig. 5a muestra las distribuciones de tamaño de partícula de la lignina tratada con molino de tipo *Long Gap*,
- La fig. 5b muestra un ejemplo de la sección del rotor del molino de rotor que comprende material de lignina,
- La fig. 6 muestra las distribuciones de tamaño de partícula de la lignina tratada con el molino de *ultrarrotor*,
- La fig. 7 muestra algunas distribuciones de tamaño de partícula de material de lignina,
- 30 La fig. 8 muestra algunas distribuciones de tamaño de partícula de la lignina, harina de patata y almidón de patata,
- La fig. 9 muestra la distribución de tamaño de partícula modificada de la lignina y el almidón,
- Las figs. 10a – b muestran tamaños de partícula de polvo de madera,
- La fig. 11a muestra la durabilidad de los gránulos como una función de la cantidad aditiva,
- 35 La fig. 11b muestra la durabilidad del gránulo frente a la temperatura de la matriz,
- La fig. 12a muestra la cantidad de azufre,
- La fig. 12b muestra la cantidad de azufre y cinc,
- La fig. 13a muestra la cantidad de ceniza,
- La fig. 13b muestra la cantidad de cromo y cobre y

La fig. 14 muestra cantidades de potasio y sodio.

Descripción detallada de la invención

En la siguiente descripción, todos los porcentajes son en peso seco, si no se indica lo contrario.

En esta solicitud se utilizan los siguientes números de referencia:

- 5 11 material de lignina para pulverizar,
 12 lignina en polvo, es decir, la primera materia prima de un producto,
 13 segunda(s) materia(s) prima(s) del producto,
 14 producto que comprende lignina,
 15 aire caliente,
 10 20 dispositivo suministrador para el procedimiento de pulverización,
 22 dispositivo de filtrado,
 27 calentador de aire,
 30 dispositivo de molienda y
 40 aparato adaptado para fabricar el producto que comprende polvo de lignina.
- 15 La lignina es polifenol que puede formar enlaces fuertes. Es un material relativamente hidrófobo y el segundo biopolímero más común en la naturaleza. La cantidad de lignina varía en las plantas. Por ejemplo, los árboles boreales tienen típicamente alrededor del 20-30 por ciento de lignina, pero, por ejemplo, en cáscara de coco (coco), el contenido en lignina puede ser más del 45 por ciento. Las ligninas muestran cierta variación en su composición química. La definición común a todas es un polímero de red dendrítica de unidades básicas de fenilpropeno.
- 20 El material de lignina puede separarse de cualquier material vegetal que contenga lignina, es decir, cualquier material vegetal que contenga celulosa. El material vegetal puede ser madera. La madera puede ser de árboles de madera blanda como píceas, pino, abeto, alerce, abeto *douglas* y/o cicutas o de árboles de madera dura como abedul, álamo temblón, álamo, aliso, eucalipto o acacia o de una mezcla de madera(s) blanda(s) y/o madera(s) dura(s). El material que no es madera puede ser de residuos agrícolas, hierbas u otras sustancias vegetales tales como paja,
 25 hojas, corteza, semillas, cascotes, flores, verduras o frutas de algodon, maíz, trigo, avena, centeno, cebada, arroz, lino, cáñamo, cáñamo de Manila, cáñamo sisal, yute, ramio, kenaf, bagazo, bambú o caña o de una mezcla de material(es) no maderero(s) y/o material(es) de madera.
- La lignina puede precipitarse del licor negro de una fábrica de pasta kraft mediante un procedimiento de dióxido de carbono, después de lo cual puede filtrarse a presión, dispersarse, lavarse con ácido sulfúrico y finalmente
 30 filtrarse a presión y lavarse con agua. Después de estas etapas, la lignina está en forma de tortas de masa filtrante.
- El material de lignina también se puede separar usando un procedimiento de separación de lignina, tal como *Lignoboost* o similar. Típicamente, la lignina separada está en forma de una torta de lignina o un pequeño agregado de lignina. La torta de lignina o el pequeño agregado de lignina que se va a pulverizar tiene preferiblemente un tamaño entre 5-150 mm, pero el tamaño puede variar.
- 35 La figura 1a describe un ejemplo de un sistema en el que se suministra el material 11 de lignina para pulverizar a un procedimiento de pulverización. La figura 1a muestra el material de lignina para pulverizar 11, el polvo 12 de lignina, el aire 15 calentado, un dispositivo 20 de suministro para el procedimiento de pulverización, un dispositivo 22 de filtración, un calentador 27 de aire y un dispositivo 30 de molienda.
- 40 Ventajosamente, se suministra el material de lignina para pulverizar al sistema de pulverización y al dispositivo 30 de molienda, en el mismo mediante el dispositivo 20 de suministro. El aire se calienta preferiblemente mediante un calentador 27 de aire, tal como un intercambiador de calor, después de lo cual el aire 15 calentado es conducido al dispositivo 30 de molienda. En un ejemplo, el aire 15 caliente se genera por medio de un intercambiador de calor procedente del calor residual de una fábrica de pasta. Después de la etapa de molienda, el material de lignina en polvo se transporta preferiblemente al dispositivo 22 de filtración, en el que el material de lignina se separa del aire
 45 en circulación.
- Además, el sistema comprende preferiblemente un ventilador, un silenciador, un tubo, una bomba y/o válvulas, tales como una válvula rotatoria, una válvula de charnela y una válvula de barrera contra explosiones.
- El material 11 de lignina se trata mecánicamente usando tecnología de molienda para conseguir lignina en polvo. El material 11 de lignina para pulverizar puede estar en forma de tortas o pequeños agregados de lignina filtrados a

presión. Preferiblemente, el material de lignina que se suministra al dispositivo 30 de molienda tiene un contenido en sólidos secos (antes del procedimiento de molienda) entre 40 y 90 %, más preferiblemente entre 60 y 80 %.

5 Ventajosamente, el dispositivo 30 de molienda es un molino de rotor, un molino de martillos, un molino de piedra o un molino de aire. El sistema comprende al menos un dispositivo 30 de molienda, preferiblemente uno, dos, tres o cuatro dispositivos 30 de molienda. Si se utiliza el molino de martillos, el sistema comprende preferiblemente al menos dos dispositivos de molienda, preferiblemente dos o cuatro dispositivos de molienda.

En una realización ventajosa, el dispositivo 30 de molienda comprende un pequeño volumen de aire dentro del rotor. Por lo tanto, el dispositivo 30 de molienda de acuerdo con la presente invención puede funcionar bien con el polvo de lignina explosivo.

10 El dispositivo 30 de molienda es preferiblemente un molino de rotor tal como un molino de tipo *long gap* o un molino de ultrarrotor. Alternativamente o adicionalmente, al menos un dispositivo 30 de molienda puede ser un molino de martillos.

Se pueden usar uno, dos, tres, cuatro o cinco de los siguientes para controlar el procedimiento de molienda:

- un tipo del dispositivo de molienda,
- 15 • velocidad del rotor del dispositivo de molienda,
- un volumen de aire dentro del rotor del dispositivo de molienda,
- cantidad de oxígeno dentro del rotor del dispositivo de molienda y
- cantidad de gas inerte suministrada dentro del rotor del dispositivo de molienda.

20 El dispositivo 20 de suministro es preferiblemente un tornillo. En un ejemplo ventajoso, se utiliza un molino de rotor como dispositivo 30 de molienda y se suministra directamente el material de lignina a la sección del rotor del molino de rotor mediante el tornillo.

25 El contenido en humedad del material de lignina disminuye preferiblemente significativamente en el dispositivo 30 de molienda durante el procedimiento de pulverización. Preferiblemente, el contenido en humedad del material de lignina disminuye al menos 5 o al menos 10 unidades porcentuales, más preferiblemente al menos 15 o al menos 20 unidades porcentuales y lo más preferiblemente al menos 25 unidades porcentuales en el dispositivo 30 de molienda.

En un ejemplo ventajoso, el contenido en sólidos secos del material 11 de lignina que se va a pulverizar está entre 60 y 80 % cuando se alimenta el material de lignina al dispositivo 30 de molienda.

30 De manera ventajosa, el contenido en sólidos secos del polvo de lignina que sale del dispositivo de molienda es al menos 40 % o al menos 60, más preferiblemente entre 80 y 100 % o entre 85 y 99,9 % y lo más preferiblemente entre 90 y 95 %.

35 Ventajosamente, el polvo 12 de lignina de acuerdo con la invención tiene una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 85 % o al menos el 90 %, más preferiblemente al menos el 95 % o al menos el 97 % y lo más preferiblemente al menos el 99 % o al menos el 100 % de los aglomerados y las partículas tiene un tamaño menor que 300 micrómetros o menor que 200 micrómetros, más preferiblemente menor que 150 micrómetros o menor que 100 micrómetros y, lo más preferiblemente, menor que 70 micrómetros o menor que 50 micrómetros. Por ejemplo, si se utiliza el material de lignina como aditivo, debe tener partículas y aglomerados lo suficientemente pequeños para poder trabajar eficazmente como aglutinante y mezclarse eficientemente con otras materias primas utilizadas.

40 En un ejemplo, se suministra gas inerte, preferiblemente nitrógeno, al dispositivo 30 de molienda y se utiliza en el mismo durante el procedimiento de molienda. El gas inerte se utiliza preferiblemente si el dispositivo 30 de molienda tiene un gran espacio de aire. Ventajosamente, se utiliza un dispositivo de molienda con un pequeño espacio de aire, tal como un molino de rotor. En este caso, el gas inerte no se utiliza preferiblemente para evitar mayores costes de fabricación.

45 La figura 1b muestra, en vista esquemática reducida, una realización de ejemplo del procedimiento de fabricación del producto que comprende lignina en polvo. El polvo 12 de lignina y otras materias 13 primas se transportan al sistema para fabricar un producto 14 que comprenda polvo 12 de lignina.

Ventajosamente, el producto que comprende polvo 12 de lignina es:

- un material compuesto,
- una barrera,

- un gránulo,
- una briqueta o
- un cartón marrón.

El polvo de lignina se puede usar, por ejemplo,

- 5
- como aditivo, tal como un aglutinante o
 - como fuente de energía.

10 La lignina, especialmente si se usa como aditivo, debe tener distribuciones de aglomerado y tamaño de partícula lo suficientemente pequeñas como para poder actuar eficazmente como aglutinante. Ventajosamente, el producto comprende polvo de lignina con una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 85 % o al menos el 90 %, más preferiblemente al menos el 95 % o al menos el 97 % y lo más preferiblemente al menos el 99 % o al menos el 100 % de las partículas de lignina y los aglomerados tiene un tamaño menor que 300 micrómetros o menor que 200 micrómetros, más preferiblemente menor que 150 micrómetros o menor que 100 micrómetros y lo más preferiblemente menor que 70 micrómetros o menor que 50 micrómetros.

15 Por ejemplo, en combustibles, la lignina usada como aditivo puede unir a las partículas mejorando la durabilidad y, además, mejorar la calidad del combustible, por ejemplo, las propiedades de combustión y el valor calorífico del combustible.

Ventajosamente, el polvo de lignina se utiliza como aditivo en gránulos o briquetas. El polvo de lignina se puede usar, por ejemplo, como aditivo de tal manera que el polvo de lignina actúa como aglutinante en el gránulo o en la briqueta. Además, el polvo de lignina puede funcionar como fuente de energía adicional.

20 La briqueta es preferiblemente una briqueta de madera. La cantidad de lignina en polvo en la briqueta está preferiblemente entre 0,1 y 20 % o entre 0,2 y 10 %, más preferiblemente entre 0,3 y 5 % o entre 0,4 y 2 % y lo más preferiblemente entre 0,5 y 1 %. La cantidad de lignina usada en la briqueta depende típicamente del contenido en azufre de la lignina.

25 Una briqueta de acuerdo con la presente invención, especialmente la briqueta de madera, es biocombustible densificado hecho con aditivo en polvo de lignina en forma de unidades cubiformes o cilíndricas, producidas por compresión de biomasa pulverizada. Las briquetas de biocombustible se fabrican ventajosamente en una prensa de émbolo, siendo el contenido en humedad total preferiblemente menor que el 15 % de la masa en base húmeda.

30 El gránulo es preferiblemente un gránulo de alimentación o un gránulo de madera. La cantidad de lignina en polvo en el gránulo está preferiblemente entre 0,1 y 20 % o entre 0,2 y 10 %, más preferiblemente entre 0,3 y 5 % o entre 0,4 y 2 % y lo más preferiblemente entre 0,5 y 1 %. La cantidad de lignina usada en el gránulo depende típicamente del contenido en azufre de la lignina. Ventajosamente, el polvo de lignina para alimentar con el sistema de tratamiento de gránulos tiene un contenido en sólidos secos entre 60 y 100 %, más preferiblemente entre 80 y 95 % y lo más preferiblemente entre 85 y 92 %.

35 Un gránulo según la presente invención, tal como el gránulo de madera o el gránulo de alimentación, se fabrica típicamente a partir de biomasa pulverizada con aditivo de lignina en polvo. El gránulo está normalmente en forma cilíndrica. El gránulo de madera de acuerdo con la presente invención es preferiblemente biocombustible densificado hecho de biomasa leñosa pulverizada.

40 La granulación puede realizarse por medios conocidos por un experto en la materia. La planta de granulación puede comprender, por ejemplo, una torre de enfriamiento, una máquina de granulación, dispositivos de alimentación de aditivos, silos de materias primas y un dispositivo de molienda tal como un molino de martillos.

El procedimiento de producción de gránulos comprende ventajosamente al menos algunos de los aparatos mencionados a continuación:

- 45
- dispositivo(s) suministrador(es) para alimentar el polvo de madera u otra materia o materias primas y la lignina en polvo,
 - un primer mezclador, por ejemplo, molino de martillos, para mezclar los materiales suministrados para obtener una mezcla,
 - medios de transporte de flujo de aire para transportar la mezcla,
 - un dispositivo de separación, tal como un ciclón, para separar el aire de la mezcla,
 - un segundo mezclador para remezclar la mezcla,

- medios de vapor y humectante con el fin de alcanzar un contenido en humedad predeterminado de la mezcla,
 - un dispositivo de alimentación para el dispositivo de granulación, tal como un tornillo, para alimentar la mezcla al dispositivo de granulación,
- 5
- un dispositivo de granulación para obtener el producto 14,
 - un dispositivo de refrigeración y
 - transportador para transportar el producto 14 a un almacén.

10 Ventajosamente, la longitud del gránulo está comprendida entre 5 mm y 50 mm, más preferiblemente la longitud es menor que 45 mm y lo más preferiblemente la longitud es menor que 40 mm. Típicamente, el gránulo comprende extremos rotos. Una porción de los gránulos que tienen una longitud mayor que 40 mm es preferiblemente 1 % en peso como máximo. Ventajosamente, el diámetro de los gránulos es menor que 25 mm, más preferiblemente menor que 12 mm y lo más preferiblemente menor que 10 mm.

15 Ventajosamente, la cantidad de finos en los gránulos (% en peso de partículas que tienen un tamaño de partícula menor que 3,15 mm, norma CEN/TS 15149-1, válida en 2011) es de 5 % como máximo, más preferiblemente 2 % como máximo y lo más preferiblemente 1 % como máximo.

En un ejemplo, la cantidad de azufre (% en peso de base seca, norma CEN/TS 15289, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es de 0,20 % como máximo, más preferiblemente 0,1 % como máximo y lo más preferiblemente 0,08 % como máximo.

20 Ventajosamente, la cantidad de azufre (norma EN 15289, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 0,05 % en peso seco como máximo, más preferiblemente de 0,04 % en peso seco como máximo y lo más preferiblemente de 0,03 % en peso seco como máximo.

En un ejemplo, la cantidad de nitrógeno (% en peso de base seca, norma CEN/TS 15104, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente 3 % en peso seco como máximo, más preferiblemente 2 % en peso seco como máximo y lo más preferiblemente 1 % en peso seco como máximo.

25 Ventajosamente, la cantidad de nitrógeno (% en peso de base seca, norma EN 15104, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 1 % en peso seco como máximo, más preferiblemente 0,5 % en peso seco como máximo y lo más preferiblemente 0,3 % en peso seco como máximo.

30 En un ejemplo, la cantidad de cloro (% en peso de base seca, norma CEN/TS 15289, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente 0,1 % en peso seco como máximo, más preferiblemente 0,07 % en peso seco como máximo y lo más preferiblemente 0,03 % en peso seco como máximo.

Ventajosamente, la cantidad de cloro (% en peso de base seca, norma EN 15289, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 0,04 % en peso seco como máximo, más preferiblemente de 0,03 % en peso seco como máximo y lo más preferiblemente 0,02 % en peso seco como máximo.

35 La cantidad de arsénico (As, norma EN 15297, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 1 mg/kg seco como máximo.

La cantidad de cadmio (Cd, norma EN 15297, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 0,5 mg/kg seco como máximo.

La cantidad de cromo (Cr, norma EN 15297, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 10 mg/kg seco como máximo.

40 La cantidad de cobre (Cu, norma EN 15297, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 10 mg/kg seco como máximo.

La cantidad de plomo (Pb, norma EN 15297, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 10 mg/kg seco como máximo.

45 La cantidad de mercurio (Hg, norma EN 15297, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 0,1 mg/kg seco como máximo.

La cantidad de níquel (Ni, norma EN 15297, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 10 mg/kg seco como máximo.

La cantidad de cinc (Zn, norma EN 15297, válida en 2011) en el gránulo o en la briqueta es preferiblemente de 100 mg/kg seco como máximo.

La función del aditivo en polvo de lignina en el producto puede ser mejorar la calidad técnica del producto y también fortalecer el producto frente a la humedad. El aditivo de lignina también puede disminuir los cambios de calidad causados por la materia prima heterogénea y actúa como aglomerante de polvo. Por ejemplo, en el procedimiento de producción de gránulos, la lignina se hace elástica debido al aumento de la temperatura y las partículas de adhesivo, tales como las partículas de madera, junto a gránulo. El enfriamiento del gránulo endurece la lignina de nuevo y hace que el gránulo sea duradero. El valor calórico de la lignina es alto, lo que la convierte en un buen biocombustible.

La figura 2 muestra distribuciones de tamaño de partícula de ejemplo de tortas de lignina molidas con martillos. Las tortas de lignina se muelen con martillo a temperatura ambiente usando un tamiz de 5 mm de abertura. Como puede verse, el material de lignina molido con martillo tres veces tiene un tamaño de partícula medio más pequeño que el material de lignina que es molido con martillo una vez o dos veces. Preferiblemente, el material de lignina se muele con martillo al menos dos veces. Sin embargo, el material de lignina molido con martillo una vez ya puede ser lo suficientemente bueno para su uso para algunos productos.

La figura 3 muestra un ejemplo de distribuciones de tamaño de partícula de lignina, almidón de patata y harina de patata. Los materiales se tratan con aire caliente durante la molienda. Como puede verse en la figura 3, el material de lignina en polvo tiene típicamente, especialmente si es molido con un molino de rotor, más partículas pequeñas que el almidón de patata o la harina de patata.

La figura 4a muestra algunos ejemplos del material de lignina que se suministra al dispositivo de molino de rotor. Un efecto de una temperatura de molienda sobre el material de lignina se ilustra en las figuras 4b y 4c. La figura 4b muestra el polvo de lignina fabricado usando una buena temperatura del tratamiento, por lo tanto, el material obtenido es incluso polvo de lignina. Si se funde la lignina normalmente forma, no sólo polvo de lignina, sino también grandes nódulos duros, que se muestra en la figura 4c. Los nódulos mostrados en la figura 4c se forman debido a una temperatura del aire de entrada muy alta (350 °C) durante el procedimiento de pulverización.

Ventajosamente, la temperatura de entrada del aire calentado durante el procedimiento de pulverización es menor que 160 °C, preferiblemente entre 90 y 130 °C y más preferiblemente entre 100 y 120 °C. Lo más preferiblemente, la temperatura de entrada del aire calentado durante el procedimiento de pulverización es menor que la temperatura de transición vítrea (T_g) del material de lignina.

Una cantidad del aire calentado de entrada durante el procedimiento de pulverización es preferiblemente al menos 8300 m³/t, por ejemplo, entre 8300 y 20 000 m³/t, más preferiblemente al menos 13 000 m³/t, por ejemplo, entre 13 000 y 17 000 m³/t.

Gracias a la presente invención, se pueden obtener nuevos productos de lignina con una distribución de tamaño de partícula controlada, así como un contenido de materia seca controlado. Algunas pruebas experimentales se muestran en los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

En este ensayo, se midió el rendimiento de la lignina en polvo como aditivo de gránulos y se comparó el rendimiento con almidón de patata y gránulos genuinos sin aditivos.

En el ensayo, se utilizó una mezcla de 20 % de píceas de Noruega (*Picea abies*) y 80 % de pino silvestre (*Pinus sylvestris*). El contenido de humedad de la materia prima antes de la granulación fue del 9-11 %. La granulación se realizó mediante la denominada prensa de gránulos SPC con matriz redonda vertical fija. El canal de prensa era de 50 mm y el diámetro del gránulo era de 8 mm.

Los gránulos se enfriaron después de prensar en torre de enfriamiento mediante aire fresco y se muestrearon después de enfriar. La primera prueba de durabilidad técnica se realizó aproximadamente una hora después del prensado. La prueba se repitió después de 5-7 días después del prensado para ver si la durabilidad técnica se desarrollaría de manera diferente con aditivo de lignina o aditivo de almidón.

Se ensayó la durabilidad técnica mediante un dispositivo y un procedimiento siguiendo la norma europea de biocombustibles sólidos. Los gránulos se pulieron en tambor, 500 vueltas [5 rad/s (50 rpm)] en la cámara con una cuchilla metálica; después de eso, se tamizaron todas las partículas menores que 3,15 mm y se midió la masa restante de gránulos.

La temperatura y el consumo de energía, así como todas las medidas funcionales, como los cambios de peso, se controlaron como un sistema de control de datos a medida construido para fines de investigación en la planta de gránulos. Las fórmulas de los gránulos ensayadas se muestran en la tabla 1.

ES 2 643 852 T3

Tabla 1. Aditivos utilizados en el ensayo.

Lote	Descripción
0-ensayo2	Sin aditivos
S0.5%	0,5 % de almidón como aditivo
L0.5%2	0,5 % de lignina como aditivo.
0-ensayo3	Sin aditivos
0-ensayo1	Sin aditivos
L1%	1 % de lignina como aditivo
L0.4%	0,4 % de lignina como aditivo
L0.5%	0,5 % de lignina como aditivo
S0.6%	0,6 % de almidón como aditivo
S0.9%	0,9 % de almidón como aditivo

5 La durabilidad técnica se presenta en la tabla 2. Todos los lotes ensayados se ensayaron dos veces y la media de esas dos pruebas se usó como valor de comparación y se introdujo en ensayos adicionales. Se repitió la prueba CEN unos días más tarde con el fin de encontrar diferencias del posterior fortalecimiento de los gránulos en el almacenamiento.

Tabla 2. Resultados de los ensayos de durabilidad de los lotes de gránulos producidos.

Lote	Fecha	Masa de la muestra antes de la prueba, g	Masa de la muestra después de la prueba, g	CEN-%	Promedio de pares de muestras	CEN-%	Promedio de pares de muestras	Unidades de la diferencia %
0-ensayo3	22.9.	501,06	443,29	88,47 %				
0-ensayo3	22.9.	503,34	442,63	87,94 %	88,20 %			
L1%	22.9.	502,97	481,14	95,66 %		95,61 %		
L.1%	22.9.	503,49	480,29	95,39 %	95,53 %	95,66 %	95,64 %	0,11 %
L0.4%	22.9.	503,81	465,97	92,49 %		93,01 %		
L0.4%	22.9.	503,78	467,65	92,83 %	92,66 %	93,12 %	93,07 %	0,41 %
L0.5%	22.9.	508,22	473,86	93,24 %				

ES 2 643 852 T3

Lote	Fecha	Masa de la muestra antes de la prueba, g	Masa de la muestra después de la prueba, g	CEN-%	Promedio de pares de muestras	CEN-%	Promedio de pares de muestras	Unidades de la diferencia %
L0,5%	22.9.	508,05	467,63	92,04 %	92,64 %			
L0,5%	22.9.	645,34	599,17	92,85 %				
L0,5%	22.9.	527,42	489,96	92,90 %	92,87 %			
S0,6%	22.9.	512,23	485,09	94,70 %		95,14 %		
S0,6%	22.9.	524,92	497,55	94,79 %	94,74 %	95,32 %	95,23 %	0,49 %
0-ensayo1	21.9.	462,3	394,6	85,36 %		88,68 %		
0-ensayo1	21.9.	518,5	451,1	87,00 %	86,18 %	87,87 %	88,27 %	2,09 %
S0,5%	21.9.	557,3	507,9	91,14 %		91,66 %		
S0,5%	21.9.	526,5	477,6	90,71 %	90,92 %	91,85 %	91,76 %	0,83 %
10,5%	21.9.	597,8	550,3	92,05 %		92,15 %		
L0,5%	21.9.	605,0	555,6	91,83 %	91,94 %	92,04 %	92,09 %	0,15 %
0-ensayo2	21.9.	616,6	545,0	88,39 %				
0-ensayo2	21.9.	581,8	511,0	87,83 %	88,11 %			
S0,9%	23.9.	545,35	524,98	96,26 %		96,21 %		
S0,9%	23.9.	519,5	498,96	96,05 %	96,16 %	96,30 %	96,25 %	0,10 %

Se siguieron las temperaturas de prensado a partir de 11 puntos de medición en la matriz y también se siguió la temperatura del aceite del engranaje. Los números de los puntos de medición siguen estrictamente los números del reloj. Las temperaturas entre diferentes lotes no son notablemente diferentes. La temperatura tampoco fue significativa en el análisis de regresión.

5

Se ensayaron dos porcentajes de aditivo, 0,5 y aproximadamente 1 % tanto para almidón como para lignina. Con el 0,5 %, la resistencia a la humedad fue de aproximadamente 65 %, pero cambió cuando se añadió el porcentaje de aditivo. Al duplicar la cantidad de aditivo, la resistencia a la humedad disminuyó con la lignina y aumentó con el almidón. Estos resultados se muestran en la tabla 3.

Tabla 3. Resultados de la prueba de resistencia a la humedad.

Lote	Masa original, g	Masa después de tratamiento con humedad y prueba CEN, g	CEN-%
L0,5%	500,44	322,88	65 %
S0.5%	500,70	321,37	64 %
S0.9%	501,17	333,20	66 %
L1%	501,23	306,38	61 %

5 Según el ensayo, la lignina es tan buen aditivo de gránulos como el almidón. No se pueden encontrar diferencias notables de acuerdo con la prueba realizada. Las propiedades técnicas del aditivo de lignina utilizado eran algo diferentes si se comparaban con el almidón. El polvo de lignina es realmente fino y se adquiere más fácilmente en el aire en el procedimiento y parece adquirirse mezclado con materia prima mejor que el almidón. En un gránulo fresco y caliente, la lignina no hace que la superficie del gránulo sea pegajosa como hace el almidón.

10 La durabilidad de los gránulos mejora en el almacenamiento. En esta prueba, la durabilidad mejoró más en los gránulos sin aditivo. Según los resultados, la lignina como aditivo podría disminuir esta mejora; en otras palabras, el gránulo agregado de lignina alcanza el fortalecimiento final más rápido que los gránulos normales.

Ejemplo 2

Durante estas pruebas experimentales, se probaron diferentes tipos de dispositivos y parámetros del procedimiento. Los dispositivos utilizados durante el ensayo fueron:

- Molino 1 de rotor: un molino de tipo *long gap*,
- 15 • Molino 2 de rotor: un molino de ultrarrotor y
- Molino 3 de rotor: un secador instantáneo agitado por un rotor disgregador de alta velocidad.

El material de madera utilizado fue una mezcla consistente en 54-60 % de pino y 40-46% de píce. Se trató la materia prima mediante el molino de martillos antes de la granulación.

El ensayo de durabilidad de los gránulos se implementó de la siguiente manera:

20 Se trataron primero los gránulos mediante un tamiz de 3,15 mm. Se pusieron 500 ± 10 g de gránulos en una cámara y se hicieron rotar en la cámara 10 min., a una velocidad de 5 rad/s (50 rotaciones por minuto). Después de esto, se tamizaron de nuevo los gránulos y se midió la masa final de los gránulos. Se calculó la durabilidad como $\text{Masa final/Masa original} * 100 \%$.

25 La lignina utilizada se muestra en la tabla 4. Además, se utilizó almidón de patata Finnamyl como aglutinante de referencia.

Tabla 4. Aditivo de lignina seleccionado

Numero de muestra	Código de muestra	Peso (kg)	Humedad inicial (%)
1	G 1/CH4	50	26
2	G 2/CH4	51	26
3	G 2/CH4	47	26
4	G 3/CH1	33	53
5	G 3/CH1	30	53
6	G 3/CH1	31,5	53

ES 2 643 852 T3

Numero de muestra	Código de muestra	Peso (kg)	Humedad inicial (%)
7	G 3/CH1	32	53
8	G 3/CH1	31,5	53
9	G 4/CH2	58	23
10	G 5/CH3	56,5	30
11	G 6/CH 6	37,5	37
12	Gran lote	6095	39

5 Los resultados del molino 3 de rotor se muestran en la tabla 5. El material de lignina podría ser tratado bien. El contenido de materia seca del material de lignina varió entre el 47 % y el 77 %. Un cierto tipo de pretrituración fue beneficioso para poder triturar las masas más grandes antes del tornillo de alimentación. La materia prima se alimentó directamente al área disgregadora de la máquina.

Como se puede apreciar a partir de la distribución de tamaño de partícula en la figura 8 hay una fracción de partículas mayores que 100 micrómetros. El material grueso se puede apreciar fácilmente con los dedos también. Por lo tanto, el tamizado es necesario para reducir la fracción más gruesa del producto.

Tabla 5. Resultados del molino 3 de rotor

Muestra	Código de muestra	Peso (kg)	Humedad inicial (%)	Humedad del blanco	humedad	Peso seco	Peso final
1	G 1/CH4	50	26	2	1,5	37	
2	G 2/CH4	51	26	2	1,5	37,74	39
3	G 2/CH4	47	26	10	4,5	34,78	29
4	G 3/CH1	33	53	10	10	15,51	
5	G 3/CH1	30	53	10	10	14,1	
6	G 3/CH1	31,5	53	10	13	14,81	
7	G 3/CH1	32	53	10	13	15,04	
8	G 3/CH1	31,5	53	10	7,2	14,81	57
9	G 4/CH2	58	23	10	8	44,66	40
10	G 5/CH3	56,5	30	2	2	39,55	12,6
11	G 6/CH 6/1	37,5	37	2	2	23,63	11

10
15 La maquinabilidad del molino 2 de rotor fue buena desde el principio. El material de lignina fue alimentado por el tornillo directamente a la sección del rotor de la máquina. Además, la temperatura del aire de entrada era solamente de 100-110 °C. La baja temperatura del aire fue compensada por la alta cantidad de flujo de aire para alcanzar la capacidad de evaporación ya considerablemente alta. El producto final fue polvo fino de buena calidad. Los resultados de los ensayos del molino 2 de rotor se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Resultados de los ensayos del molino 2 de rotor.

	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Temperatura de entrada, °C	100-108	96	95
Temperatura de salida, °C	59-62	42	37
Humedad inicial, %	40	40	40
Humedad residual, %	3,6	5,8	7,9
Capacidad, kg/h	150	150	150
Densidad aparente, kg/m ³	290		290

	Prueba 4	Prueba 5	Prueba 6
Temperatura de entrada	105	102-110	102-110
Temperatura de salida	45	45-47	45-47
Humedad inicial	40	40	40
Humedad residual	8	5,9-6,35	5,9-6,35
Capacidad	150	150	150
Densidad aparente		290	

- 5 Con el molino 1 de rotor, se ensayó un efecto de la temperatura en el procedimiento de pulverización de lignina. Los resultados del molino 1 de rotor se muestran en la tabla 7. El material de alimentación se alimentó al canal de entrada de aire del molino 1 de rotor. La alimentación se realizó primero por el tornillo y, además, por la excavadora giratoria.

Tabla 7. Resultados del molino 1 de rotor

	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Prueba 4
Temperatura de entrada	350	350	350	350
Temperatura de salida	70	65	60	63-65
Humedad inicial	40	40	40	40
Humedad residual	4,6	5,5	8,9	4,8-6,3
Capacidad	220	297	315	315

- 10 Se utilizó una temperatura de entrada extremadamente alta, 350°C, en el procedimiento, para ver el efecto de la alta temperatura sobre el material de lignina. Al comienzo de la prueba, el canal de entrada fue bloqueado por el material de alimentación. Por lo tanto, se premolió el material de alimentación mediante el molino de martillos. Los tamaños de partícula después de la molienda fueron los siguientes: 39,3 % < 63 µm, 70 % < 500 µm, 80,6 % < 1 mm, 96,5 % < 3,15 mm, 99,9 % < 5 mm. No se observaron problemas técnicos en la molienda con martillos.

Después de eso, el molino 1 de rotor seguía bloqueándose cada media hora de funcionamiento. Finalmente, se informó que el producto final incluía grandes nódulos oscuros y duros como se muestra en la figura 5b. Lo más probable es que la lignina se hubiera pegado a las paredes calientes de la máquina, que se hubiera fundido y que se hubieran formado esos nódulos. Por lo tanto, debería usarse una temperatura más baja, ventajosamente menor que el punto de fusión de la lignina. Además, el material se alimenta preferiblemente directamente en la sección del rotor. La tabla 8 muestra un efecto de la temperatura sobre la lignina en polvo.

Tabla 8. Efecto de la temperatura sobre la lignina en polvo

Propiedad	Molino 2 de rotor	Molino 1 de rotor	Molino 3 de rotor
Producción, kg/h	150	300	50
T ent., °C	100-110	350	170
T sal., °C	45-46	60-65	55-65
Tamaño de partícula, µm	< 50 fino	< 50 + masas	< 300
Pretratamiento	Tornillo de trituración	Molino de martillos	Alimentador de trituración
Alimentación	A la sección del rotor	A la entrada de aire	Al disgregador
Maquinabilidad	Buena	Problemas de bloqueo, masas	Buena

La distribución de tamaño de partícula de lignina y almidón se muestra en la figura 8. Para el ensayo a escala piloto, la distribución de tamaño de partícula de la lignina seca del molino 3 de rotor se modificó mediante un tamiz de 100 micrómetros. Aproximadamente el 25 % del material fue rechazado y molido adicionalmente mediante un molino de bolas. Sin embargo, la lignina tendió a quedar pegada a las paredes del molino de bolas. La distribución de tamaño de partícula modificada se ve en la figura 9. La distribución de tamaño de partícula del producto del molino 1 de rotor se presenta en la figura 5a. La figura 5b muestra un ejemplo de la sección del rotor del molino de rotor que comprende material de lignina. La distribución de tamaño de partícula del producto del molino 2 de rotor se presenta en la figura 6.

La distribución de tamaño de partícula tamizada medida como fracciones de masa fue como se muestra en las figuras 10a y 10b, en las que el polvo de madera ensayado en una escala piloto se muestra en la figura 10a y el polvo de madera ensayado en una escala de producción se muestra en la figura 10b. En la escala piloto se utilizó un tamiz de 6 mm en un molino de martillo, mientras que en el ensayo a escala de producción se utilizó un tamiz de 10 mm. Esto puede verse como un polvo ligeramente más fino en el ensayo a escala piloto.

Los ensayos de durabilidad se realizaron justo después de los ensayos y un par de días después de los ensayos. La durabilidad de los gránulos como una función de la cantidad de aditivo ensayada en ensayo a escala piloto se muestra en la figura 11a y la durabilidad de los gránulos frente a la temperatura de la matriz ensayada en el ensayo a escala de producción se muestra en la figura 11b. La temperatura de la matriz parece aumentar la durabilidad, que se observó especialmente en los ensayos a escala de producción. La durabilidad aumenta ligeramente durante el almacenamiento. Resumiendo, tanto la lignina como el almidón son aglutinantes muy comparables.

En los ensayos a escala de producción, alcanzaron el nivel de calidad A1, 97,5 %, tanto los gránulos que contenían lignina como los que contenían almidón, mientras que en los ensayos piloto, la durabilidad de tanto el gránulo que contenía almidón como del que contenía lignina mantuvo la calidad A1, 97,5 %. La razón de esto era una temperatura de la matriz 30 grados más alta en la máquina de producción que en la máquina piloto. Adicionalmente, la temperatura de la matriz varió mucho en la máquina piloto, como puede verse en la figura 11b.

La cantidad de azufre se muestra en la figura 12a y la cantidad de cinc se muestra en la figura 12b. El contenido de ceniza se muestra en la figura 13a y las cantidades de cromo y cobre se muestran en la figura 13b.

Los contenidos de potasio y sodio se muestran en la figura 14. Estos elementos son importantes por las propiedades de fusión de la ceniza, que eran buenas con los aditivos tanto del almidón como de la lignina. En la prueba se utilizó una mezcla de ácido nítrico, peróxido de hidrógeno y ácido fluorhídrico.

También se realizaron pruebas de combustión de los gránulos. Los gránulos fabricados con una cantidad de aditivo del 0,5 % se analizaron como sigue. El gránulo que contenía lignina tenía propiedades de fusión de la ceniza

ES 2 643 852 T3

ligeramente mejores que el gránulo que contenía almidón. Todas las propiedades cumplieron la especificación A1. Los resultados se muestran en las tablas 9 a 11.

Tabla 9. Tabla 1 de análisis de gránulos

	Lignina	Almidón	
Contenido en ceniza (550 °C)	0,3	0,3	% en peso, d
Contenido en azufre	< 0,02	< 0,02	% en peso, d
Valor calorífico bruto	20,50	20,48	MJ/kg, d
Valor calorífico neto	19,15	19,13	MJ/kg, d
Valor calorífico neto	5,319	5,314	MWh/t, d
Combustión de bomba de oxígeno para halógenos	*****	*****	
Cl	0,003	0,003	% en peso, d
Fusibilidad de la ceniza (atmósfera oxidante)	*****	*****	
Temperatura de deformación, TD	1350	1310	°C
Temperatura de la esfera, TE	-----	1350	°C
Temperatura del hemisferio, TH	1430	1360	°C
Temperatura de flujo, TF	> 1450	1420	°C

5 Tabla 10. Tabla 2 de análisis de gránulos

	Lignina	Almidón	
Na	46	26	mg/kg, d
K	440	440	mg/kg, d
Ca	720	700	mg/kg, d
Mg	170	170	mg/kg, d
P	50	52	mg/kg, d
Al	70	63	mg/kg, d
Si	350	370	mg/kg, d
Fe	87	86	mg/kg, d
Cr	0,74	0,77	mg/kg, d
Cu	0,74	0,78	mg/kg, d
Mn	75	76	mg/kg, d

ES 2 643 852 T3

	Lignina	Almidón	
Ni	0,78	< 0,5	mg/kg, d
Zn	12	9,7	mg/kg, d

Tabla 11. Tabla 3 de análisis de gránulos

Punto de prueba		4	2	3	10	6	7	8	9	5	1	Lignina
Aditivo	Especificación	0%	S 0,5 %	L 0,5 %	S 0,9 %	L 1 %	L 0,4 %	L 0,5 %	S 0,6 %	0 %	0 %	Lig.
Azufre, S, ICP %	0,03	0,0068	0,0070	0,0158	0,0068	0,0279	0,0153	0,0155	0,0066	0,0072	0,0081	1,9596
Azufre, S, ICP mg/kg	300	68	70,2	158	68,3	279	153	155	66,3	71,7	80,5	19 596
Potasio, K, ICP mg/kg		347	350	339	343	348	347	346	344	348	350	373
Sodio, Na, ICP mg/kg		18,9	30,1	29,8	22,1	45,2	31,2	32,3	21,7	21,1	57,7	1879
Cinc, Zn, ICP mg/kg	100	9,1	8,23	8,6	8,26	8,66	9,15	8,64	8,29	8,77	8,47	60,4
Cromo, Cr, ICP mg/kg	10	0,58	0,402	0,414	0,638	0,457	0,48	0,471	0,369	0,504	0,517	1,32
Cobre, Cu, ICP mg/kg	10	0,707	0,662	0,65	0,68	0,642	0,715	0,752	0,667	0,743	0,774	2,88
Arsénico, As, ICP mg/kg	1	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Cadmio, Cd, ICP mg/kg	0,5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Níquel, Ni, ICP mg/kg	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,561
Plomo, Pb, ICP mg/kg	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Ceniza 700 °C (licor negro) %	0,7	0,4	0,4	0,4	0,3	0,4	0,4	0,3	0,4	0,4	0,4	0,9
Contenido		95,9	96,1	96,6	95,8	96,2	96,3	96,5	96,4	95,4	95,6	92,7

ES 2 643 852 T3

Punto de prueba		4	2	3	10	6	7	8	9	5	1	Lignina
Aditivo	Especificación	0%	S 0,5 %	L 0,5 %	S 0,9 %	L 1 %	L 0,4 %	L 0,5 %	S 0,6 %	0 %	0 %	Lig.
seco total 60 °C %												

5 De acuerdo con los análisis de combustibilidad y las pruebas de durabilidad de los gránulos, el polvo de lignina se puede usar como aditivo. Además, el aditivo de gránulos de almidón original puede ser reemplazado por lignina. Además, el ensayo a escala de producción mostró claramente el potencial del polvo de lignina seca como aditivo en gránulos de madera. Por la adición de 0,59 % se alcanzó el nivel de durabilidad A1 del 97,5 %.

Un experto en la materia comprende fácilmente que las diferentes realizaciones de la invención pueden tener aplicaciones en entornos en los que se desee la optimización del tratamiento de la lignina. También es obvio que la presente invención no está limitada únicamente a las realizaciones presentadas anteriormente, sino que puede modificarse dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

10

REIVINDICACIONES

1. Un método para tratar lignina, comprendiendo el método:

- alimentar material (11) de lignina al sistema,
- disminuir el tamaño de partícula del material (11) de lignina en un dispositivo (30) de molienda con el fin de fabricar polvo de lignina con una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 85 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina sea menor que 300 micrómetros y
- aumentar el contenido en sólidos secos del material de lignina mientras se disminuye el tamaño de partícula en el dispositivo (30) de molienda,

caracterizado por:

- suministrar aire (15) caliente o gas inerte al dispositivo (30) de molienda, por consiguiente
- aumentar el contenido en sólidos secos del material de lignina al menos 5 unidades porcentuales mientras disminuye el tamaño de partícula en el dispositivo (30) de molienda.

2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que al menos el 90 % de los aglomerados y las partículas de lignina en el polvo de lignina tiene un tamaño menor que 200 micrómetros.

3. El método de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por que al menos el 95 % de los aglomerados y las partículas de lignina en el polvo de lignina tiene un tamaño menor que 100 micrómetros.

4. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el contenido en sólidos secos del material de lignina introducido en el sistema está entre 40 y 90 %.

5. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el contenido en sólidos secos del polvo fabricado está entre 80 y 100 %.

6. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el dispositivo (30) de molienda es un molino de rotor.

7. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 precedentes, caracterizado por que el dispositivo (30) de molienda es un molino de martillos.

8. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el contenido en materia seca del material de lignina aumenta al menos 10 unidades porcentuales durante el procedimiento de molienda en el dispositivo (30) de molienda.

9. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el dispositivo (30) de molienda comprende un rotor y que la temperatura de una superficie del rotor durante el procedimiento de pulverización es menor que la temperatura de transición vítrea del material de lignina.

10. Un sistema para tratar lignina, comprendiendo el sistema:

- un aparato adaptado para alimentar material (11) de lignina al sistema y
- un dispositivo (30) de molienda que está dispuesto:
 - para disminuir el tamaño de los aglomerados y/o las partículas de lignina con el fin de obtener polvo de lignina con una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 85 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina tiene un tamaño menor que 300 micrómetros y
 - para aumentar el contenido en sólidos secos de la lignina mientras disminuye la partícula en el dispositivo (30) de molienda;

caracterizado por:

- medios para suministrar aire (15) caliente o gas inerte al dispositivo (30) de molienda y por que
- el dispositivo (30) de molienda está dispuesto para aumentar el contenido en sólidos secos del material de lignina al menos 5 unidades porcentuales mientras disminuye la partícula en el dispositivo (30) de molienda.

11. Un método para fabricar un producto que comprende lignina, comprendiendo el método:

- alimentar la primera materia prima a un sistema,

- alimentar una segunda materia prima al sistema, segunda materia prima que comprende polvo de lignina, obtenible a partir de material (11) de lignina por disminución del tamaño de partícula del material (11) de lignina en un dispositivo (30) de molienda y

5 - conformar el producto que comprende la primera y la segunda materia prima, siendo la cantidad de polvo de lignina al menos el 0,1 % en peso de peso seco del producto, en el que

- el producto es uno de un gránulo, un material compuesto, una película de barrera, una briqueta y un cartón marrón,

caracterizado por que

10 - el polvo de lignina de la segunda materia prima tiene una distribución de tamaño de partícula en la que al menos el 95 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 100 micrómetros y el contenido en materia seca de los aglomerados y las partículas de lignina es al menos el 60 %.

12. Un producto con un contenido en lignina de al menos el 0,1 % en peso, comprendiendo el producto:

15 - polvo de lignina obtenible a partir de material (11) de lignina mediante la disminución del tamaño de partícula del material (11) de lignina en un dispositivo (30) de molienda, comprendiendo el polvo de lignina aglomerados y partículas de lignina y

- el producto es uno de un gránulo, un material compuesto, una película de barrera, una briqueta y un cartón marrón,

caracterizado por que

20 - al menos el 95 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 100 micrómetros y

- el contenido en materia seca de los aglomerados y las partículas de lignina es al menos el 60 %.

13. El producto de acuerdo con la reivindicación 12, caracterizado por que al menos el 95 % en peso de los aglomerados y las partículas de lignina es menor que 50 micrómetros.

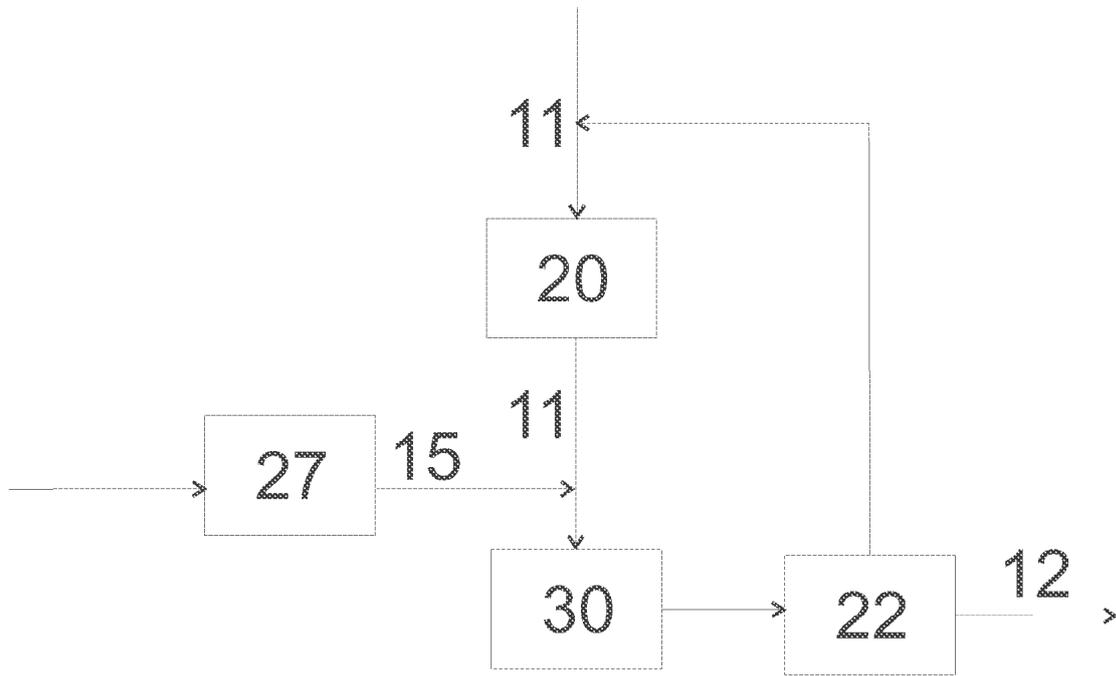


Fig. 1a

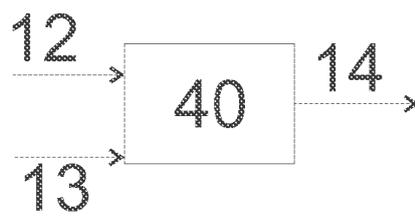


Fig. 1b

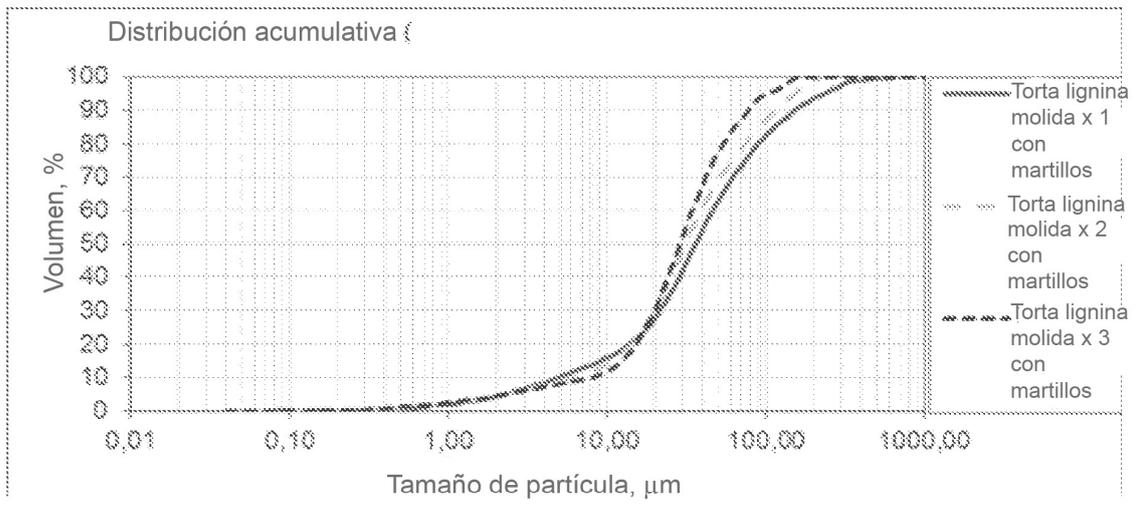


Fig. 2

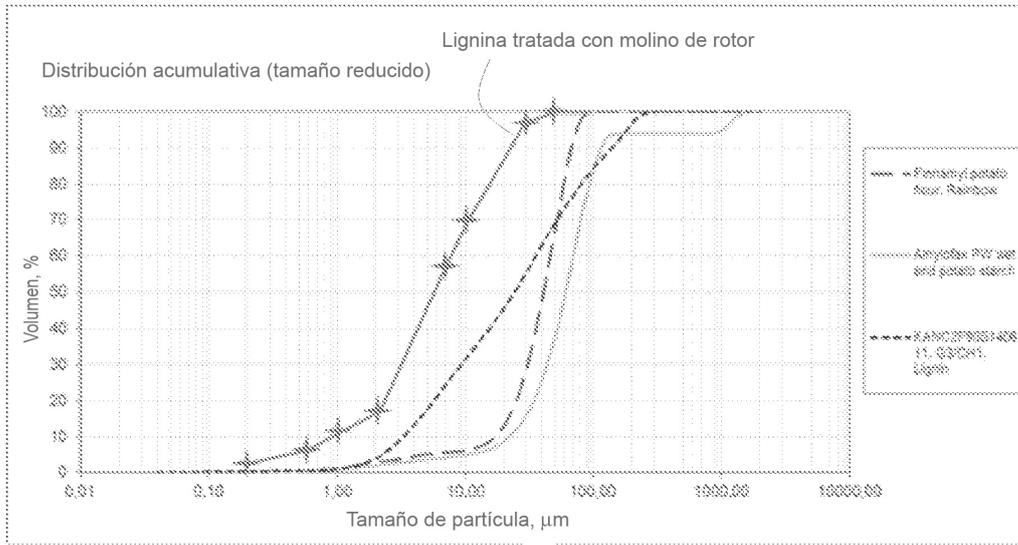


Fig.3

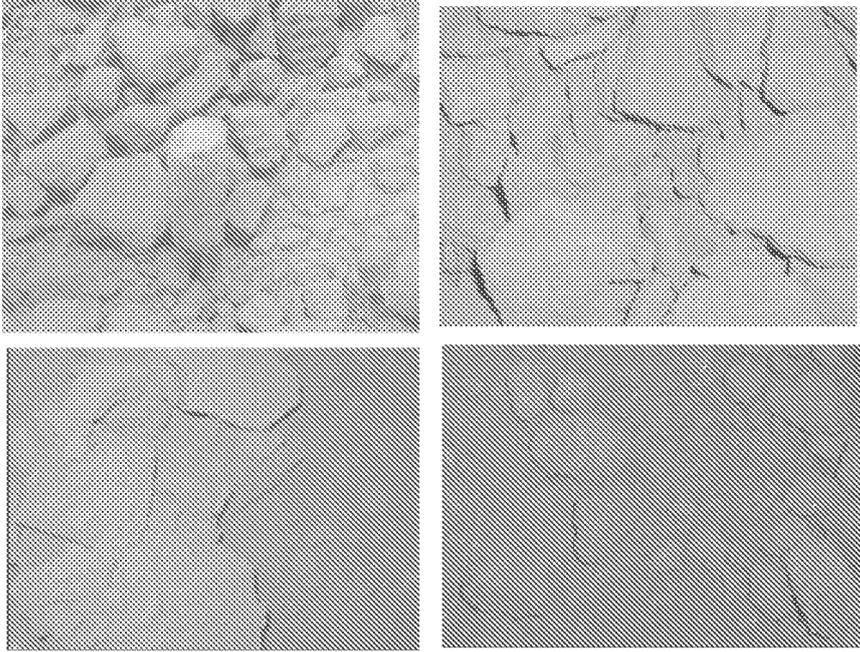


Fig. 4a

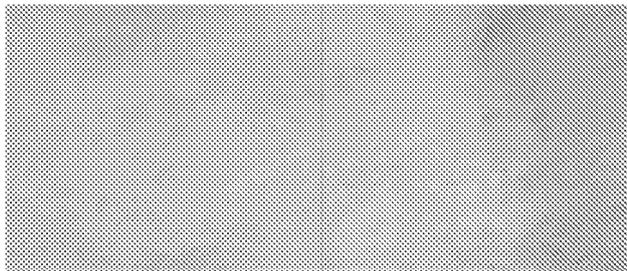


Fig. 4b

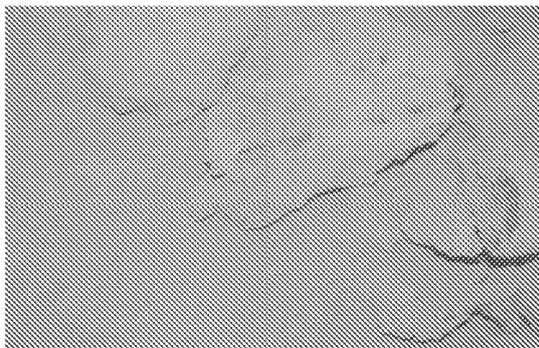


Fig. 4c

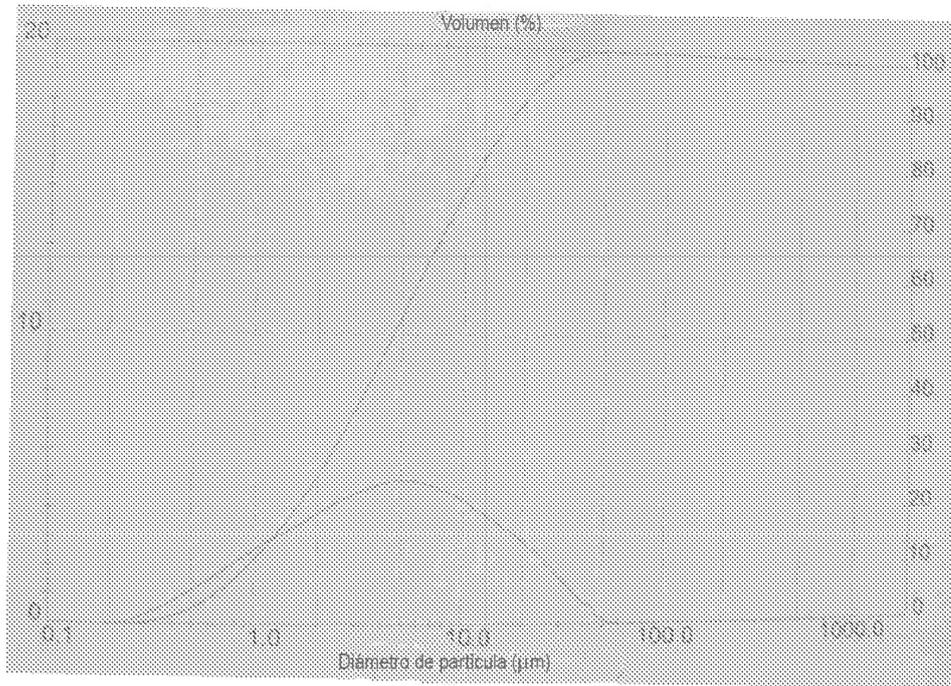


Fig. 5a

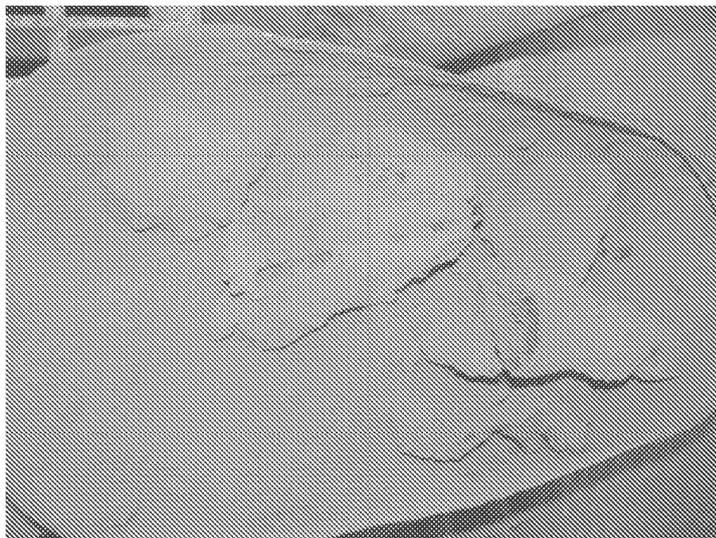


Fig. 5b

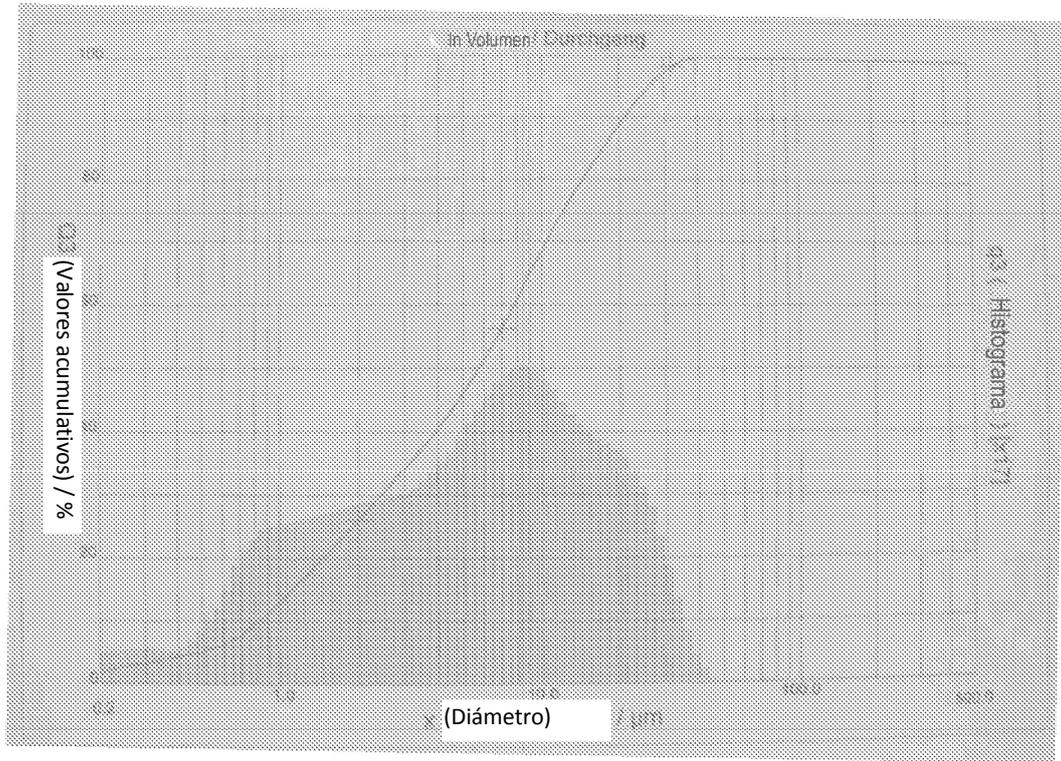


Fig. 6

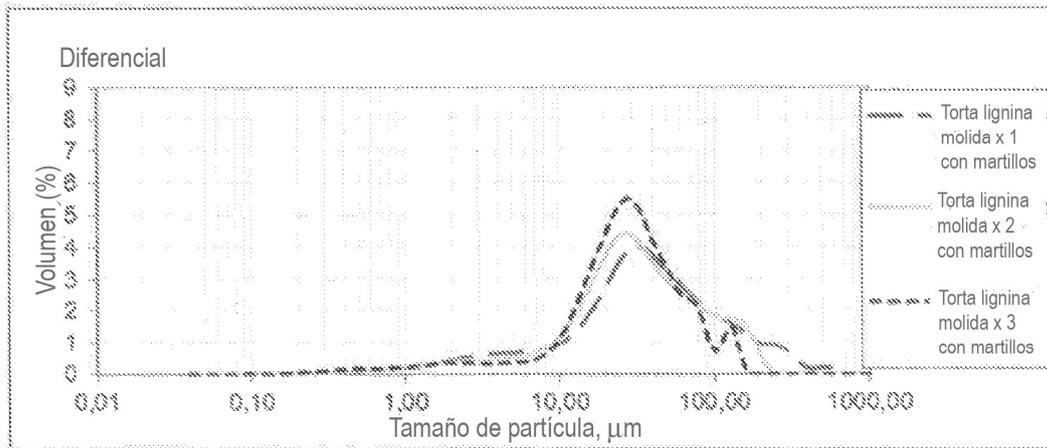


Fig. 7

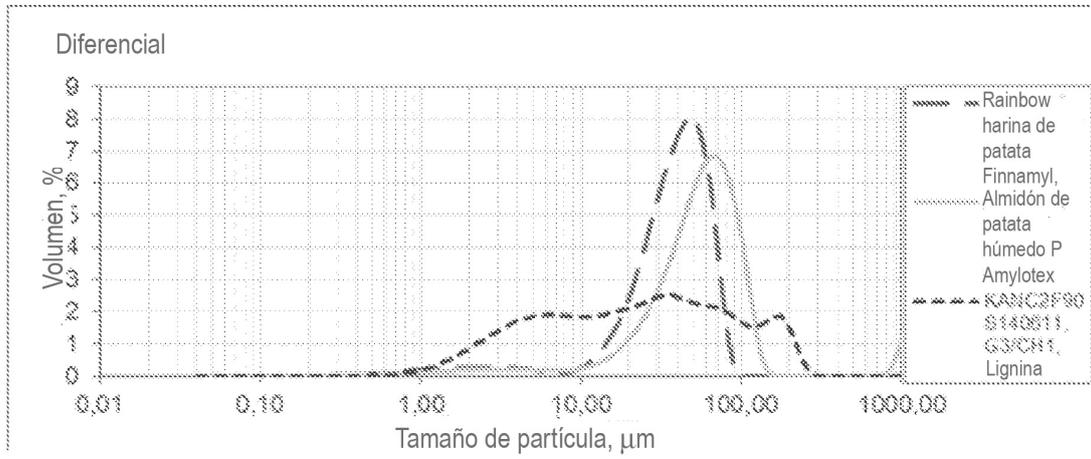


Fig. 8

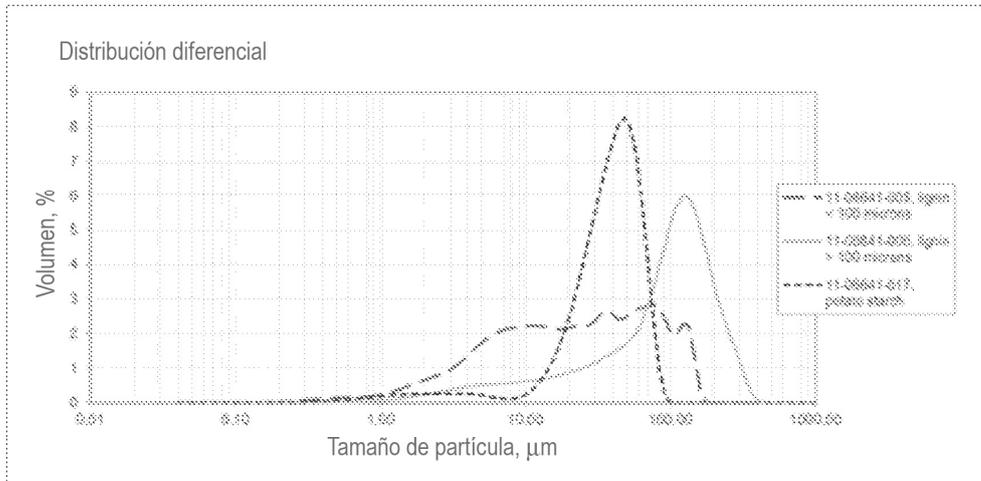


Fig. 9

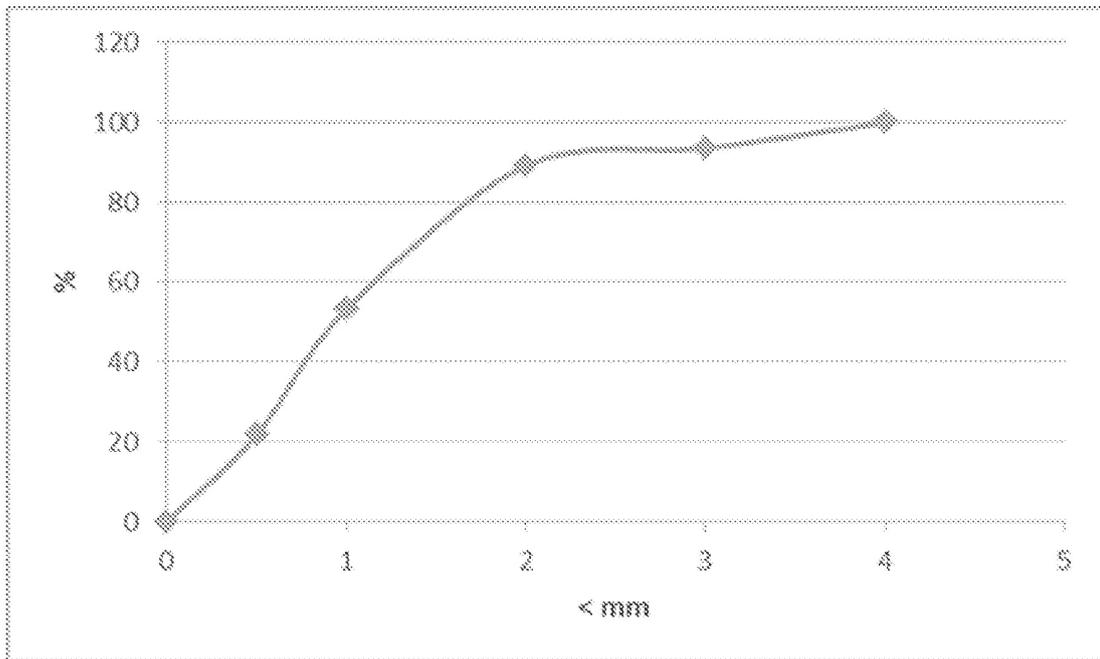


Fig. 10a

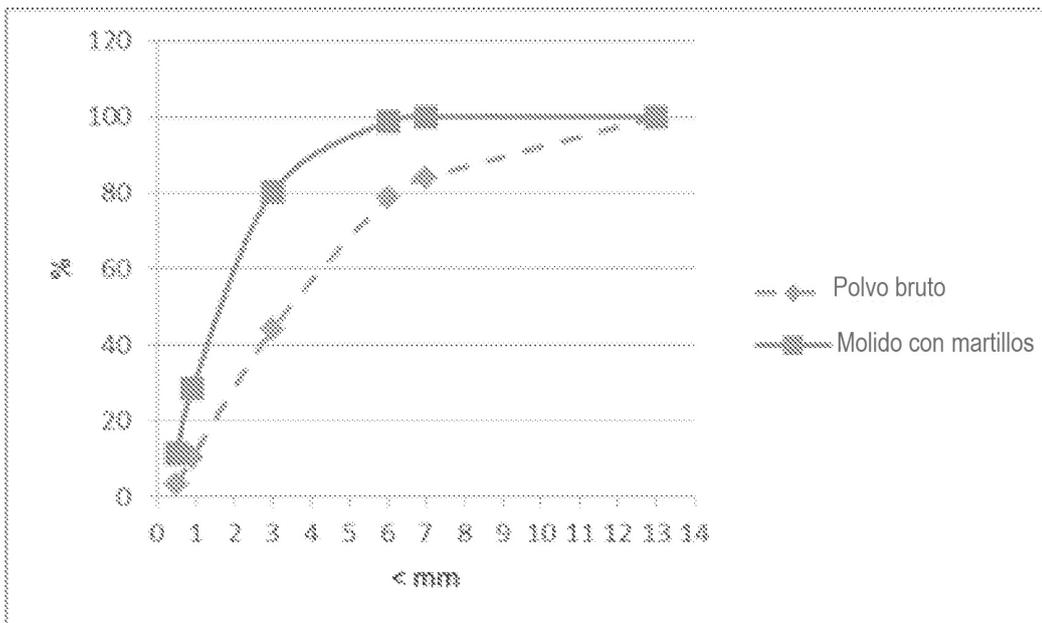


Fig. 10b

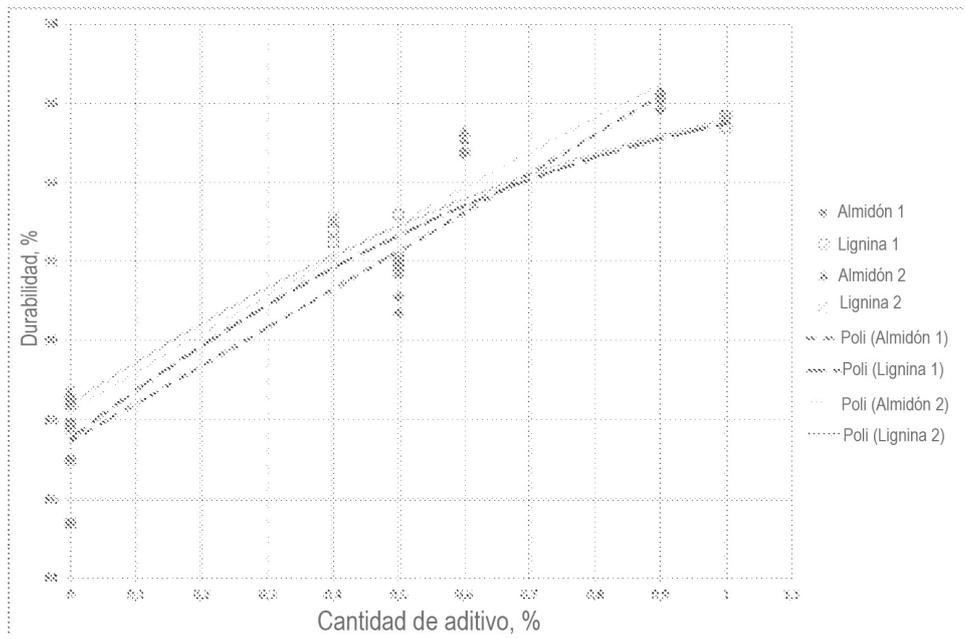


Fig. 11a

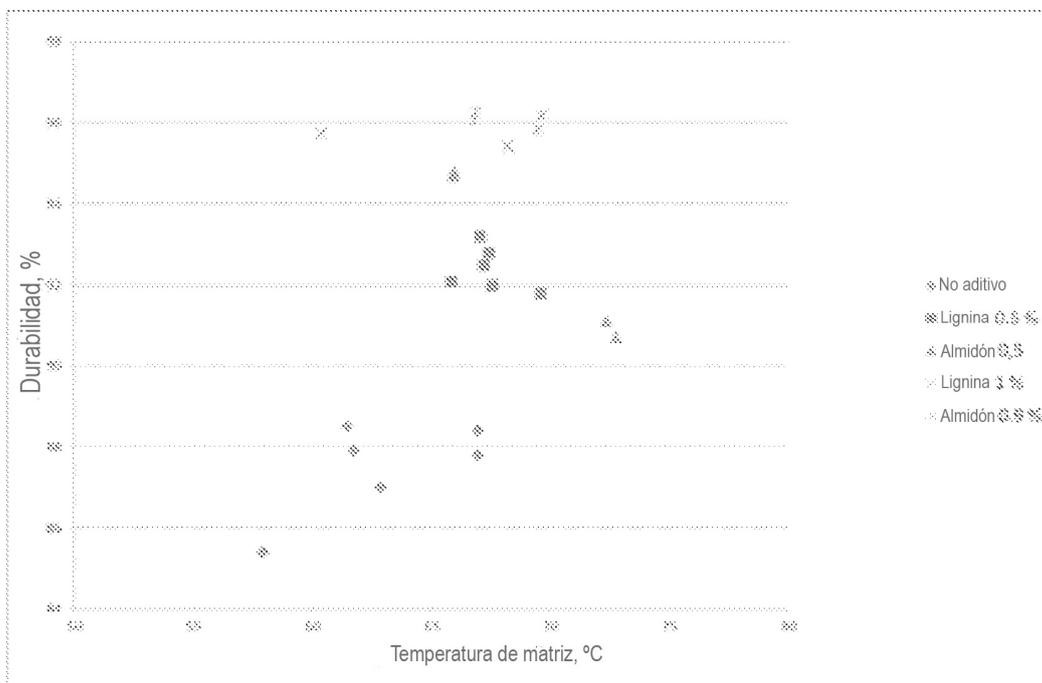


Fig. 11b

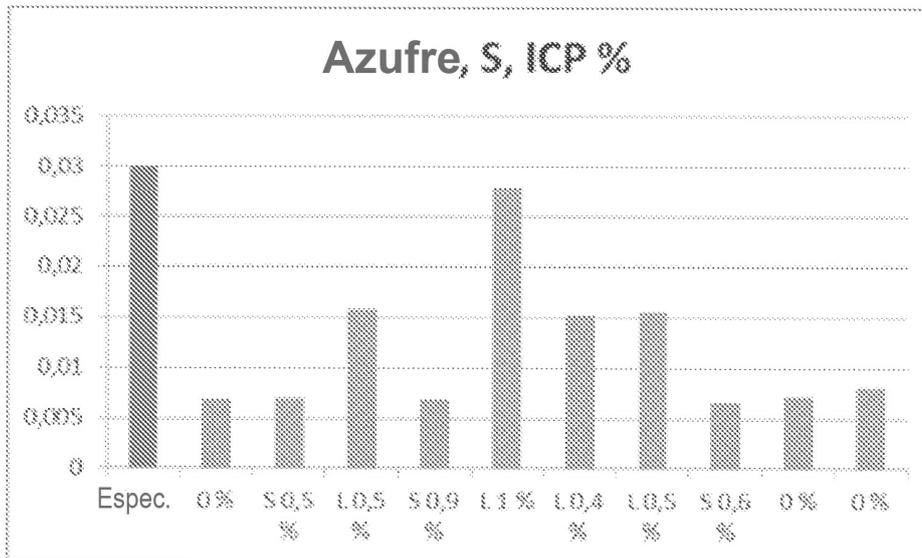


Fig. 12a

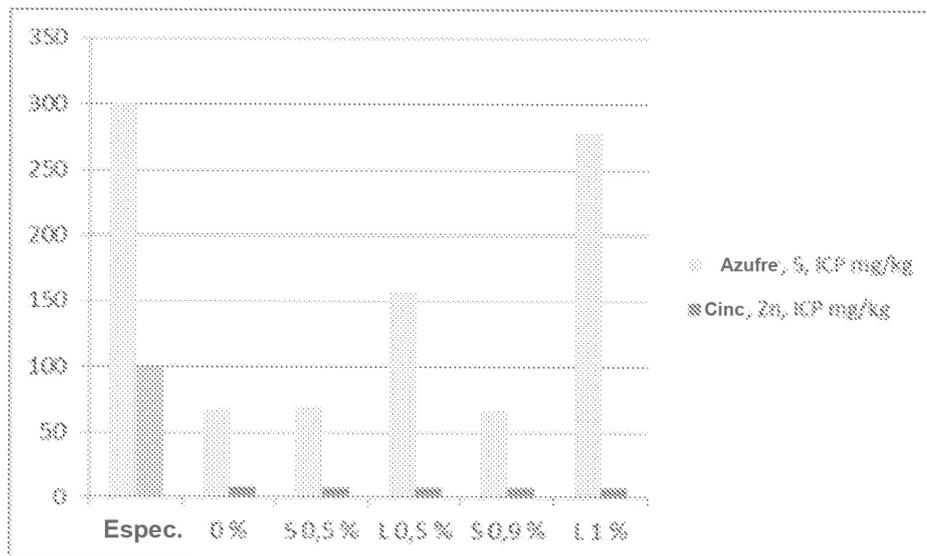


Fig. 12b

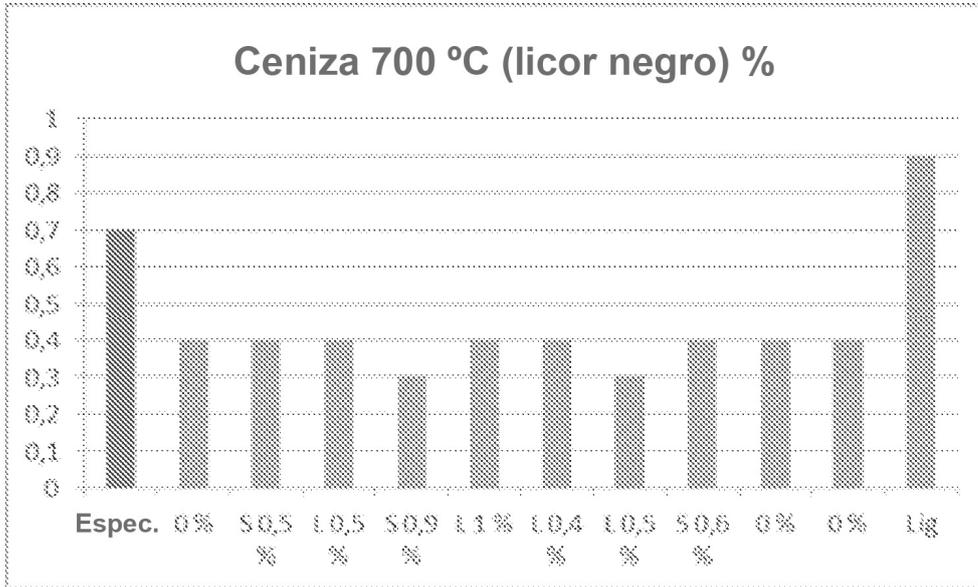


Fig. 13a

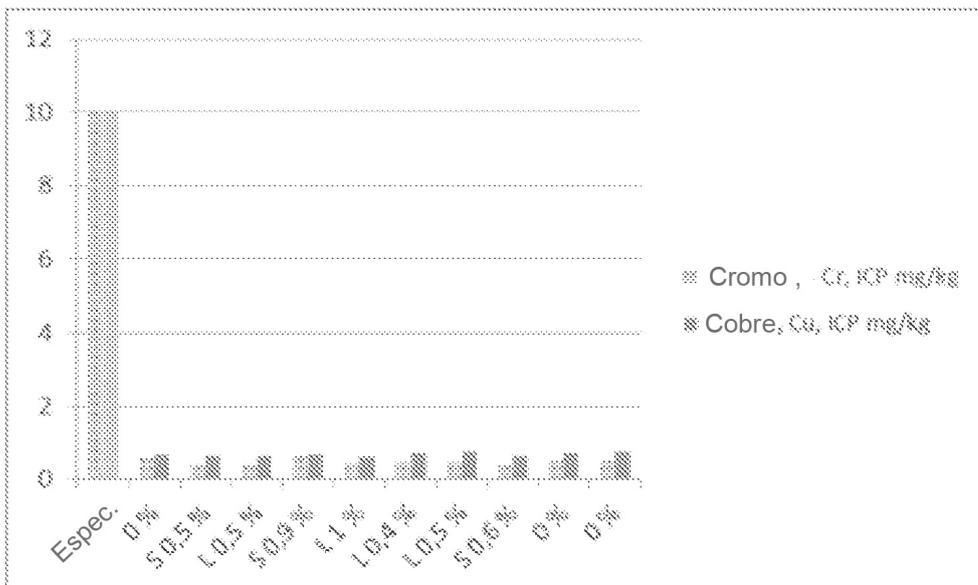


Fig. 13b

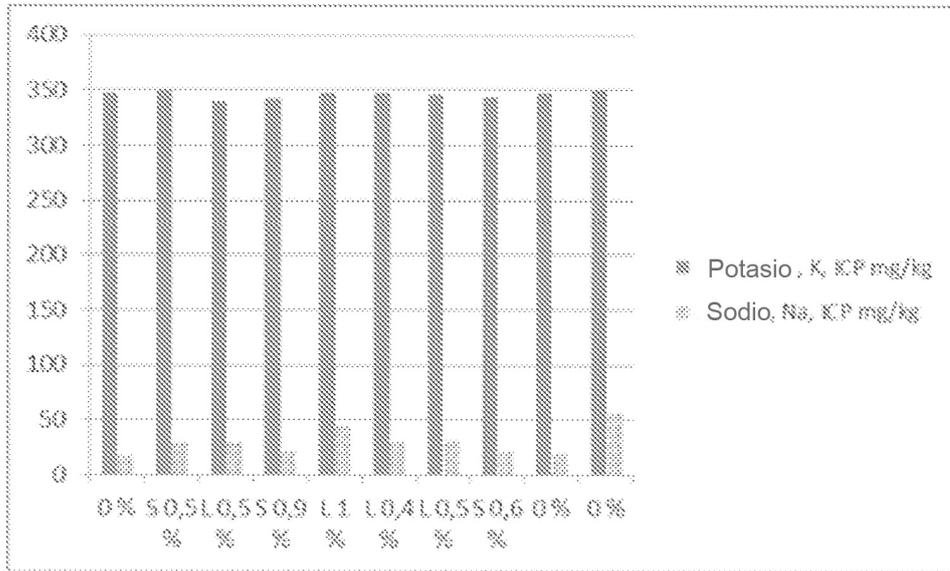


Fig. 14