

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 658 970**

51 Int. Cl.:

C07G 1/00

(2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.08.2013 PCT/FI2013/050817**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.02.2014 WO14029918**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.08.2013 E 13759800 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.11.2017 EP 2888272**

54 Título: **Procedimiento para recuperar lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado**

30 Prioridad:

24.08.2012 FI 20125880

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

13.03.2018

73 Titular/es:

**UPM-KYMMENE CORPORATION (100.0%)
Alvar Aallon katu 1
00100 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**VALKONEN, SANNA;
OINONEN, KATI;
KOITTO, JUHA-PEKKA y
LEPPÄNEN, JENNI**

74 Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 658 970 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para recuperar lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado

5 SECTOR DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento para recuperar lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado, a la lignina obtenida con el procedimiento, y a las utilizaciones de la misma.

10 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

La lignina es un polímero natural, que se puede extraer, por ejemplo, de la madera. Como la lignina es un biopolímero natural, se ha investigado su utilización como componente, por ejemplo, en colas, en lugar de materiales sintéticos para encontrar aplicaciones más respetuosas con el medio ambiente.

15 La lignina se puede separar, por ejemplo, a partir de madera, por ejemplo, durante un procedimiento de cocción durante el cual la lignina se deslignifica y se disuelve a partir de la matriz de la madera en un licor de cocción. Se pueden utilizar diferentes procedimientos para recuperar la lignina del licor de cocción. Por ejemplo, la lignina puede precipitarse a partir del licor de cocción utilizando un reactivo ácido, tal como CO₂ o ácido sulfúrico, después de lo cual la lignina precipitada puede separarse, por ejemplo, mediante filtración. Se ha intentado también fraccionar la lignina, según el peso molecular de la misma, para recuperar lignina con propiedades específicas para su utilización en aplicaciones específicas. Por ejemplo, se han utilizado la ultrafiltración, la nanofiltración y la precipitación secuencial para fraccionar la lignina.

25 La lignina se puede precipitar a partir de licor negro mediante la disminución del pH, por ejemplo, de 13-14 a 8-9. Sin embargo, la lignina de bajo peso molecular no precipita a dichos valores de pH, sino que permanece en el licor madre. Cuando la lignina precipitada se separa del licor restante, la lignina de bajo peso molecular terminará en un filtrado residual con productos químicos de la cocción e impurezas. Habitualmente, el filtrado residual se hace circular a una planta de evaporación y se quema para recuperar los productos químicos de la cocción.

30 La lignina de bajo peso molecular puede recuperarse, por ejemplo, a partir de lignina Kraft, mediante ultrafiltración. Sin embargo, los inconvenientes del procedimiento de ultrafiltración son un rendimiento bastante bajo y un procedimiento costoso.

35 Por lo tanto, los inventores de la presente invención han reconocido la necesidad de un procedimiento eficaz para recuperar también lignina de bajo peso molecular a partir de licor negro.

40 El documento EP 2130802 A1 da a conocer un procedimiento de eliminación de licor negro para flocular y separar la lignina, a partir de un licor negro sin sulfuros que se descarga desde una etapa de digestión de pasta, en el que se añade un ácido mineral y, si es necesario, agua de dilución al licor negro para controlar su pH de 1 a 7, y posteriormente se añade un floculante al licor negro para flocular y descargar la lignina.

45 Toledano A. y otros, en "Comparative study of lignin fractionation by ultrafiltration and selective precipitation", Chemical Engineering Journal, vol. 157, No. 1, 15 de febrero de 2010, páginas 93-99, dan a conocer dos procedimientos diferentes para fraccionar la lignina resultante a partir del licor negro del procedimiento de fabricación de pasta de *Miscanthus sinensis*.

50 El documento EP 0829524 A1 da a conocer un procedimiento para preparar una composición colorante mejorada que comprende combinar una torta de colorante y un dispersante de lignina, en el que el procedimiento comprende someter el dispersante de lignina a un tratamiento para eliminar la parte del mismo que tiene un peso molecular de menos de 3.000, antes de combinarse con la torta de colorante.

55 El documento WO 86/07070 A1 da a conocer un procedimiento para producir poliuretanos, polimerizando isocianato polimérico, polioliol y lignina Kraft o algún otro tipo de lignina técnica, en el que la lignina utilizada se ha liberado sustancialmente de fracciones de alto peso molecular por algún procedimiento adecuado para este propósito.

60 Alriols M. G. y otros, en "Combined organosolv and ultrafiltration lignocellulosic biorefinery process", Chemical Engineering Journal, vol. 157, No. 1, 15 de febrero de 2010, páginas 113-120, dan a conocer que una materia prima lignocelulósica no leñosa se fraccionó mediante un procedimiento de biorrefinería para obtener celulosa, fracciones de lignina de diferentes pesos moleculares y un licor enriquecido en hemicelulosa siguiendo criterios económica y ambientalmente sostenibles.

65 Antonsson y otros "Low Mw-lignin fractions together with vegetable oils as available oligomers for novel papercoating applications as hydrophobic barrier", Industrial Crops and Products, volumen 27, No. 1, 28 de noviembre de 2007, páginas 98-103, dan a conocer la eliminación de una fracción de lignina de bajo peso molecular a través de

nanofiltración de flujo transversal del licor negro de la fabricación de pasta Kraft, disminuyendo de este modo la carga orgánica en las calderas de recuperación.

5 Mussatto y otros, en " Lignin recovery from brewer's spent grain black liquor", Carbohydrate Polymers, vol. 70, no. 2, 16 de agosto de 2007, páginas 218-223, describen la precipitación de lignina por acidificación de un licor negro producido por digestión con sosa del grano de deshecho de la cervecería.

PROPÓSITO DE LA INVENCION

10 El propósito de la presente invención es dar a conocer un nuevo tipo de procedimiento para recuperar lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado, que se obtiene a partir de un procedimiento en el que se procesa licor negro, y para proporcionar lignina de bajo peso molecular para diferentes aplicaciones.

CARACTERÍSTICAS

15 El procedimiento, según la presente invención, se caracteriza por lo que se presenta en la reivindicación 1.

DESCRIPCIÓN BREVE DE LOS DIBUJOS

20 El dibujo adjunto, que se incluye para proporcionar una comprensión adicional de la presente invención y constituye una parte de la presente memoria descriptiva, ilustra una realización de la presente invención y, junto con la descripción, ayuda a explicar los principios de la presente invención. En el dibujo:

25 La figura 1 es una ilustración de un diagrama de flujo de un procedimiento, según una realización de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

30 La presente invención se refiere a un procedimiento para recuperar lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado, en el que la lignina de bajo peso molecular comprende moléculas de lignina que tienen un peso molecular de 3.000 g/mol o inferior, y en el que el filtrado se obtiene a partir de un procedimiento en el que la lignina precipita a partir de licor negro y el precipitado formado se separa del mismo mediante filtración, dando como resultado que se produzca el filtrado que comprende lignina de bajo peso molecular, y en el que el procedimiento comprende las siguientes etapas:

- 35
- a) ajustar el pH del filtrado a un valor de 3-4 para precipitar lignina en el filtrado;
 - b) separar la lignina precipitada del filtrado;
 - c) resuspender la lignina separada hasta que el contenido de sólidos secos de la suspensión sea del 25-40% en peso y ajustar del pH de la suspensión a un valor de 2-3;
 - 40 d) lavar la suspensión; y
 - e) separar la lignina de la suspensión.

45 El filtrado a tratar mediante el procedimiento, según la presente invención, se recibe o se origina a partir de un procedimiento en el que la lignina se separa o se recupera a partir de licor negro. El licor negro es una solución acuosa alcalina de residuos de lignina, hemicelulosa y productos químicos inorgánicos que se pueden recibir, por ejemplo, desde un procedimiento de fabricación de pasta Kraft o desde un procedimiento a la sosa. El licor negro comprende componentes que provienen de diferentes especies de madera de conífera y madera de leñosa en diversas proporciones. La lignina se puede separar del licor negro mediante diferentes técnicas, entre las que se incluyen, por ejemplo, precipitación y filtración. La lignina se precipita habitualmente a partir del licor negro disminuyendo el pH del licor negro, por ejemplo, de 13-14 a, por ejemplo, 8-9 utilizando un reactivo ácido, tal como CO₂, mediante el que precipita la parte principal de la lignina en el licor negro. La lignina precipitada se separa posteriormente dando como resultado la formación de tortas de lignina y un filtrado. Sin embargo, la lignina de bajo peso molecular no precipita habitualmente a estos valores de pH. La lignina de bajo peso molecular terminará, de este modo, en el filtrado junto con, por ejemplo, los productos químicos de la cocción e impurezas. Por lo general, este filtrado de desecho recibido a partir del procedimiento de precipitación de lignina se hace circular a una planta de evaporación y se quema para recuperar los productos químicos de cocción.

55

60 Sorprendentemente, los inventores de la presente invención han descubierto que es posible recuperar la lignina de bajo peso molecular a partir de licor negro mediante el procedimiento, según la presente invención. Mediante el procedimiento, según la presente invención, ventajosamente, es posible recuperar, a partir de licor negro, una fracción separada de lignina de bajo peso molecular que tiene propiedades valiosas para aplicaciones adicionales. De este modo, el filtrado a tratar mediante el procedimiento, según la presente invención, incluye moléculas de lignina de bajo peso molecular dado que, como mínimo, la mayor parte de la lignina de alto peso molecular presente en el licor negro ya se ha separado del licor negro en una etapa anterior.

65

- 5 La lignina de bajo peso molecular comprende moléculas de lignina de bajo peso molecular. La lignina de bajo peso molecular comprende moléculas de lignina que tienen un peso molecular de 3.000 g/mol o inferior. Este tipo de molécula de lignina incluye 1-15 unidades de fenilpropano. El fenilpropano puede comprender grupos OH y/o OME unidos al mismo. Las unidades de fenilpropano se reticulán entre sí a través de enlaces éter. Un fenilpropano comprende nueve átomos de carbono.
- 10 En una realización de la presente invención, el contenido de lignina es del 5-25% en peso, preferentemente, del 10-20% en peso y, más preferentemente, del 14-16% en peso de sólidos secos en el filtrado a tratar de acuerdo con el procedimiento, según la presente invención.
- 15 En una realización de la presente invención, el pH del filtrado se ajusta en la etapa a) utilizando un agente acidificante. En una realización de la presente invención, la concentración del agente acidificante es del 30-60% en peso, preferentemente, del 45-55% en peso y, más preferentemente, del 50% en peso, aproximadamente. La utilización de una concentración elevada del agente acidificante tiene la ventaja de que se puede evitar la dilución innecesaria del filtrado en la etapa a). En una realización de la presente invención, el pH del filtrado se ajusta en la etapa a) mediante la adición al filtrado de ácido sulfúrico (H₂SO₄) y/o sesquisulfato sódico (Na₂H(SO₄)₂).
- 20 En una realización de la presente invención, la etapa a) comprende ajustar la temperatura del filtrado a 50-70°C.
- 25 En una realización de la presente invención, la etapa a) comprende la adición de agente antiespumante al filtrado. El agente antiespumante se puede utilizar para ayudar en la precipitación de lignina en la etapa a). Solo a modo de ejemplo, se puede mencionar que se puede utilizar un agente antiespumante basado en silicio. En una realización de la presente invención, el agente antiespumante se selecciona de un grupo que comprende emulsiones basadas en aceite y agua, aceites, ceras y glicoles. Se pueden mencionar como ejemplos de agentes antiespumantes que pueden utilizarse en el procedimiento, según la presente invención, alcoholes grasos de cadena larga, jabones o ésteres de ácidos grasos, polietilenglicol y polipropilenglicol.
- 30 En una realización de la presente invención, la etapa b) comprende la separación de la lignina precipitada del filtrado mediante un filtro de vacío o un filtro de presión después de un tiempo de retardo de 5-15 horas. Por la expresión "tiempo de retardo" debe entenderse en la presente memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario, el tiempo en el que se permite que la lignina precipite en el filtrado a un pH de 3-4 antes de separarse del filtrado.
- 35 En una realización de la presente invención, la etapa b) comprende permitir que la lignina precipitada sedimente y, posteriormente, eliminar por sifonación el exceso de filtrado.
- 40 En una realización de la presente invención, la etapa c) comprende la resuspensión de la lignina separada a una temperatura de 50-70°C.
- 45 En una realización de la presente invención, la etapa c) comprende, preferentemente, la resuspensión de la lignina separada hasta que el contenido de sólidos secos de la suspensión sea inferior al 30% en peso.
- 50 En una realización de la presente invención, la etapa c) comprende ajustar el pH de la suspensión añadiendo un agente acidificante a la suspensión. En una realización de la presente invención, la etapa c) comprende ajustar el pH de la suspensión añadiendo ácido sulfúrico a la suspensión. En una realización de la presente invención, la etapa c) comprende, preferentemente, ajustar el pH de la suspensión a un valor de 2,3-2,5 y, más preferentemente, a un valor de 2,5, aproximadamente.
- 55 En una realización de la presente invención, la etapa c) comprende mezclar la suspensión formada durante 15 minutos-5 horas, preferentemente 15 minutos-2 horas, a una temperatura de 50-70°C.
- 60 Como resultado de la disminución del pH de la suspensión en la etapa c), se disuelve la materia inorgánica de la lignina y se purifica la lignina.
- 65 En una realización de la presente invención, la etapa d) de lavado de la suspensión comprende diluir la suspensión con agua hasta que el contenido de sólidos secos de la suspensión sea inferior al 20% en peso, preferentemente, inferior al 10% en peso y, más preferentemente, al 5% en peso y mezclar la suspensión durante 0,5-5 horas, preferentemente, durante 0,5-2 horas. En una realización de la presente invención, la etapa d) se lleva a cabo a una temperatura de 20-70°C.
- El lavado de la suspensión en la etapa d) mejora la eliminación de la materia inorgánica de la lignina al agua de lavado.
- En una realización de la presente invención, la etapa e) de separación de lignina de la suspensión comprende permitir que la lignina sedimente y posteriormente eliminar por sifonación el exceso de líquido. En una realización de la presente invención, la etapa e) comprende permitir que la lignina sedimente durante 2-24 horas, preferentemente durante 2-16 horas.

En una realización de la presente invención, el procedimiento comprende adicionalmente la etapa f) de secado de la lignina separada de la suspensión.

5 En una realización de la presente invención, el procedimiento comprende adicionalmente la etapa g) de moler la lignina seca.

10 Sorprendentemente, los inventores de la presente invención han descubierto que, mediante el procedimiento según la presente invención, era posible recuperar lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado residual formado en el procedimiento en el que precipita lignina, especialmente lignina de alto peso molecular, y se separa del licor negro. De forma ventajosa, la lignina de bajo peso molecular, que es reactiva y tiene propiedades valiosas, se puede recuperar en lugar de terminar, por ejemplo, en una planta de evaporación donde sería quemada. El procedimiento, según la presente invención, da como resultado que se forme ventajosamente una fracción de lignina reactiva para utilización posterior.

15 La presente invención se refiere, además, a la lignina que puede obtenerse mediante el procedimiento, según la presente invención.

20 La presente invención se refiere, además, a la utilización de la lignina para la preparación de una composición aglutinante o una composición adhesiva. La lignina recuperada también puede utilizarse para la preparación de diversas modificaciones de lignina o lignina funcionalizada.

25 La lignina de bajo peso molecular recuperada del filtrado, que se origina en un procedimiento en el que precipita la lignina y se separa del líquido negro, mediante el procedimiento, según la presente invención, se puede utilizar junto con, por ejemplo, una sustancia o sustancias polimerizables, un agente de reticulación y un catalizador para producir una composición aglutinante. La composición aglutinante producida puede utilizarse como tal o como parte de una composición adhesiva junto con uno o más componentes adhesivos seleccionados de un grupo que comprende otros aglutinantes, extendedores, aditivos, catalizadores y cargas.

30 La composición aglutinante y/o la composición adhesiva se pueden utilizar para aplicaciones de encolado. Por ejemplo, una estructura compuesta en capas puede estar formada por dos o más capas que incluyen, como mínimo, una capa de chapa de madera, en la que las capas están dispuestas una sobre la otra y combinadas mediante encolado con la composición aglutinante y/o la composición adhesiva. En la presente memoria descriptiva, a menos que se indique lo contrario, la expresión "chapa de madera" se utiliza para referirse a una chapa, que puede formarse de cualquier material, por ejemplo, material basado en madera, material de fibra, material compuesto o similar. En este contexto, el grosor de la chapa de madera puede variarse. Por lo general, el grosor de la chapa de madera es inferior a 3 mm.

40 La estructura compuesta en capas se puede seleccionar de un grupo que comprende un producto de panel de madera, un producto de madera contrachapada, un producto compuesto y un producto de panel prensado. La estructura compuesta en capas puede estar formada por varias capas, preferentemente capas de chapa de madera, en las que las capas se colocan una encima de la otra y se encolan entre sí. La estructura compuesta estratificada también puede estar formada por varias capas de papel o estera de fibras.

45 La composición adhesiva formada se puede utilizar para pegar un producto de madera. El producto de madera se puede seleccionar de un grupo que comprende una tabla de madera, una chapa de madera y una barra de madera.

50 Las realizaciones de la presente invención descritas anteriormente se pueden utilizar en cualquier combinación entre sí. Varias de las realizaciones se pueden combinar juntas para formar una realización adicional de la presente invención. Un procedimiento, una lignina o una utilización, a los que se refiere la presente invención, puede comprender, como mínimo, una de las realizaciones de la presente invención descritas anteriormente.

55 Una ventaja de la presente invención es que la lignina que tiene un bajo peso molecular puede recuperarse de un filtrado, que se forma en un procedimiento en el que la lignina se precipita y se separa del licor negro y que habitualmente termina como residuo en, por ejemplo, una planta de evaporación.

Una ventaja de la presente invención es que una fracción de lignina de bajo peso molecular, que es más reactiva que la lignina de alto peso molecular, puede recuperarse para una utilización posterior. Se puede utilizar lignina más reactiva, de bajo peso molecular, por ejemplo, en síntesis química, en la que se necesita más reactividad.

60 Una ventaja de la lignina de bajo peso molecular separada y recuperada mediante el procedimiento, según la presente invención, es que es más soluble y compatible con otras matrices que la lignina estándar precipitada habitualmente a partir de, por ejemplo, licores de cocción.

EJEMPLOS

Ahora se hará referencia en detalle a las realizaciones de la presente invención, un ejemplo de la misma se ilustra en el dibujo adjunto.

5 La siguiente descripción describe algunas formas de realización de la presente invención en un detalle tal que un experto en la materia puede utilizar la presente invención basándose en la divulgación. No todas las etapas de las realizaciones se discuten en detalle, ya que muchas de las etapas serán obvios para el experto en la materia, basándose en la presente memoria descriptiva.

10 La figura 1 ilustra un procedimiento, según una realización de la presente invención, para recuperar lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado.

15 El filtrado a tratar mediante el procedimiento, según la presente invención, es un filtrado obtenido a partir de un procedimiento en el que la lignina se precipita y se separa del licor negro. Es decir, la parte principal de la lignina en el licor negro se recupera mediante un primer procedimiento de precipitación que da como resultado tortas de lignina de lignina de alto peso molecular y se forma un filtrado que comprende lignina de bajo peso molecular. El filtrado puede pretratarse, si es necesario, antes de someterse a las etapas del procedimiento de la presente invención, por ejemplo, el sulfuro de hidrógeno puede eliminarse por aireación del filtrado antes de ajustar el pH del filtrado.

20 Después de diversas preparaciones, la etapa a) se lleva a cabo ajustando el pH del filtrado a un valor de 3-4. La etapa a) se lleva a cabo a una temperatura de 50-70°C. El agente antiespumante se puede añadir al filtrado para facilitar el ajuste del pH y la mezcla. Como resultado del ajuste del pH del filtrado, la lignina precipita.

25 Después de la etapa a), se lleva a cabo la etapa b) separando la lignina precipitada del filtrado. La etapa b) puede llevarse a cabo de maneras alternativas, es decir, bi) o bii). La etapa bi) comprende dejar que el filtrado tratado de acuerdo con la etapa a), repose durante 5-20 horas, preferentemente 16 horas, después de lo cual la lignina precipitada se filtra utilizando un filtro de vacío o un filtro a presión. El tiempo de retardo anterior permite la formación de partículas de lignina que son adecuadas para filtrarse desde el filtrado. La etapa bii) comprende dejar que la lignina precipitada sedimente y posteriormente se elimina mediante sifonación el exceso de filtrado.

30 Como resultado de la etapa b), es decir, la etapa bi) o la etapa bii), se forman tortas de lignina. Estas tortas de lignina separadas se vuelven a suspender en la etapa c) a una temperatura de 50-70°C hasta que el contenido de sólidos secos de la suspensión sea del 25-40% en peso. Además, el pH de la suspensión se ajusta a un valor de 2-3, por ejemplo, 2,5. La suspensión se mezcla durante 15 minutos-5 horas a la temperatura anterior, después de lo cual la suspensión se diluye con agua que tiene una temperatura de 20-70°C (etapa d)) y la suspensión se mezcla vigorosamente durante 0,5-5 horas.

35 Después de lavar la suspensión en la etapa d), la lignina se separa de la suspensión en la etapa e) permitiendo que la lignina sedimente durante 2-16 horas y posteriormente se elimina mediante sifonación el exceso de agua de lavado.

40 El rendimiento de lignina de bajo peso molecular obtenido es, aproximadamente, del 30-40% en peso. La lignina separada puede secarse adicionalmente, por ejemplo, a 60°C y molerse a un tamaño de partícula deseado.

45 **EJEMPLO 1 - Recuperación de lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado**

En este ejemplo, la lignina se recuperó según la realización presentada en la figura 1.

50 El filtrado del que debía separarse la lignina de bajo peso molecular se obtuvo a partir de un procedimiento en el que precipitó lignina de alto peso molecular y se separó del licor negro, y en el que la lignina de peso molecular menor acaba en un filtrado resultante. El contenido de lignina residual del filtrado era, aproximadamente, del 14% en peso de materia seca. El contenido de lignina se determinó midiendo la absorbancia de una muestra mezclada con álcali con un espectrómetro UV-Vis a 280 nm y comparando el valor obtenido con un patrón. El filtrado comprendía moléculas de lignina, cada una de las cuales tenía un peso molecular de 3.000 g/mol o inferior. El peso molecular se determinó por cromatografía de exclusión por tamaños (Dionex).

55 Este tipo de lignina precipitó mediante el ajuste del pH del filtrado a 3-4, mediante la adición de ácido sulfúrico al filtrado. La concentración del ácido sulfúrico fue del 50% en peso. Mediante la utilización de una concentración tan elevada, se evitó la dilución innecesaria del filtrado. El agente antiespumante también se añadió al filtrado. La precipitación de la lignina en el filtrado tuvo lugar a una temperatura de entre 50 y 70°C.

60 Después de un tiempo de retardo de, aproximadamente, 16 horas, se separó la lignina precipitada del filtrado mediante filtración al vacío. Formas alternativas para separar la lignina precipitada del filtrado incluyen la utilización de un filtro a presión, la sifonación del exceso de filtrado después de que se haya permitido a la lignina precipitada

65

sedimentar o la lignina precipitada puede eliminarse del fondo de la base de sedimentación mediante un husillo transportador.

5 Las tortas de lignina separadas se resuspendieron a una temperatura de 50-70°C, de modo que el contenido de sólidos secos de la suspensión fue de, aproximadamente, el 30% en peso. El pH de la suspensión se ajustó a, aproximadamente, 2,5 añadiendo ácido sulfúrico al 25%. La suspensión con el pH ajustado se mezcló durante, aproximadamente, 1 hora a una temperatura de 50-70°C.

10 A continuación, el contenido de sólidos secos de la suspensión se ajustó al 5% en peso añadiendo agua de lavado y la suspensión se mezcló enérgicamente durante 30 minutos, aproximadamente, después de lo cual se dejó sedimentar la lignina durante 14 horas. Posteriormente, se eliminó mediante sifonación el exceso de agua de lavado.

El rendimiento de lignina de bajo peso molecular recuperada mediante el procedimiento fue del 39% en peso.

15 Las tortas de lignina formadas se secaron a una temperatura de 60°C y se molieron hasta un tamaño de partícula deseado.

EJEMPLO 2 - Utilización de la lignina de bajo peso molecular recuperada en la producción de una composición aglutinante

20 En este ejemplo, se preparó una composición aglutinante utilizando la lignina recuperada, según el ejemplo 1. Se utilizaron los siguientes componentes y cantidades de los mismos:

	concentración	cantidad (g)
agua		179
NaOH-I	50%	102
Fracción de lignina HMW	97%	146
Fracción de lignina LMW	97%	72
fenol (sustancia polimerizable)	90%	123
formaldehído (agente de reticulación)	40%	370
NaOH-II	50%	51

25 La fracción de lignina HMW (fracción de lignina de alto peso molecular) se obtuvo a partir de licor negro como resultado de un procedimiento ordinario de precipitación de lignina, tal como se ha descrito anteriormente, que da como resultado tortas de lignina que comprenden lignina de alto peso molecular y que produce un filtrado que comprende lignina de bajo peso molecular. La fracción de lignina LMW (fracción de lignina de bajo peso molecular) comprendía lignina recuperada, según el ejemplo 1.

30 En primer lugar, se mezclaron agua, la primera parte de NaOH (NaOH-I) y lignina HMW con calentamiento, de manera que se formó una dispersión. A continuación, la temperatura se ajustó a 50°C, se añadió el fenol y posteriormente se añadió el formaldehído de forma escalonada durante un período de una hora. La temperatura se mantuvo por debajo de 75°C. Después de que se hubiera añadido el formaldehído, se añadió la segunda parte de NaOH (NaOH-II). Después de la adición de NaOH-II, la composición se procesó a 75°C hasta que la viscosidad de la composición fue de 100 cP. Posteriormente, se añadió lignina LMW a la composición. El procesado continuó a la temperatura de 75°C hasta que la viscosidad de la composición formada fue de, aproximadamente, 305 cP. Posteriormente la composición se enfrió dando como resultado una viscosidad final de 350 cP. La viscosidad se midió a una temperatura de 25°C.

40 En este ejemplo, se utilizan fenol y formaldehído como ejemplos de sustancia polimerizable y agente de reticulación, respectivamente. Sin embargo, se puede utilizar igualmente bien cualquier otra sustancia polimerizable o agente de reticulación en el procedimiento de producción de la composición aglutinante. La sustancia polimerizable se puede seleccionar, por ejemplo, de un grupo que comprende fenol, cresol, resorcinol y combinaciones de los mismos, hidroxifenoles de base biológica y sus derivados, lignina y taninos. El agente de reticulación se puede seleccionar, por ejemplo, de un grupo que comprende un aldehído, un derivado de un aldehído, un compuesto que forma aldehído y combinaciones de los mismos. El agente de reticulación se puede seleccionar, por ejemplo, de un grupo que comprende formaldehído, hexametilentetramina, paraformaldehído, trioxano, aldehído aromático, glioxal, alcohol furfúrico, caprolactama, compuestos de glicol y cualquier combinación de los mismos. El aldehído aromático puede ser furfuraldehído.

EJEMPLO 3-Preparación de una composición adhesiva

55 En este ejemplo, se utilizó la composición aglutinante producida en el ejemplo 2 para la producción de una composición adhesiva. La composición aglutinante se mezcló con extendedores, cargas, catalizadores, aditivos, como ejemplos de los cuales se pueden mencionar, por ejemplo, almidón, serrín y endurecedor (por ejemplo, taninos o carbonatos), formando de este modo la composición adhesiva.

Resulta obvio para un experto en la materia que, con el avance de la tecnología, la idea básica de la presente invención puede implementarse de diversas maneras. La presente invención y sus realizaciones, por lo tanto, no están limitadas a los ejemplos descritos anteriormente; en su lugar, pueden variar dentro del alcance de las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para recuperar lignina de bajo peso molecular a partir de un filtrado, en el que la lignina de bajo peso molecular comprende moléculas de lignina que tienen un peso molecular de 3.000 g/mol o inferior, **caracterizado por que** el filtrado se obtiene a partir de un proceso en el que la lignina se precipita a partir de licor negro y el precipitado formado se separa del mismo mediante filtración, dando como resultado que se produzca el filtrado que comprende lignina de bajo peso molecular, **y por que** el procedimiento comprende las siguientes etapas:
- 10 a) ajustar el pH del filtrado a un valor de 3-4 para precipitar la lignina en el filtrado;
 b) separar la lignina precipitada del filtrado;
 c) resuspender la lignina separada hasta que el contenido de sólidos secos de la suspensión sea del 25-40% en peso y ajustar el pH de la suspensión a un valor de 2-3;
 15 d) lavar la suspensión; y
 e) separar la lignina de la suspensión.
2. Procedimiento, según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la etapa a) comprende ajustar el pH del filtrado mediante la utilización de un agente acidificante.
- 20 3. Procedimiento, según la reivindicación 2, **caracterizado por que** la concentración del agente acidificante es del 30-60% en peso, preferentemente, del 45-55% en peso y, más preferentemente, del 50% en peso.
- 25 4. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, **caracterizado por que** el pH del filtrado se ajusta en la etapa a) añadiendo ácido sulfúrico y/o sesquisulfato de sodio al filtrado.
5. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, **caracterizado por que** la etapa a) comprende ajustar la temperatura del filtrado a 50-70°C.
- 30 6. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** la etapa a) comprende añadir agente antiespumante al filtrado.
7. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** la etapa b) comprende separar la lignina precipitada del filtrado mediante un filtro de vacío o un filtro de presión, después de un tiempo de retardo de 5-15 horas.
- 35 8. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, **caracterizado por que** la etapa b) comprende permitir que la lignina precipitada sedimente y, posteriormente, eliminar mediante sifonación el exceso de filtrado.
- 40 9. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, **caracterizado por que** la etapa c) comprende resuspender la lignina separada a una temperatura de 50-70°C.
- 45 10. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-9, **caracterizado por que** la etapa d) de lavado de la suspensión comprende diluir la suspensión con agua hasta que el contenido de sólidos secos de la suspensión esté por debajo del 20% en peso, preferentemente, por debajo del 10% en peso y, más preferentemente, del 5% en peso, aproximadamente, y mezclar la suspensión durante 0,5-5 horas, preferentemente 0,5-2 horas.
- 50 11. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1-10, **caracterizado por que** la etapa e) de separación de la lignina de la suspensión comprende permitir que la lignina sedimente y posteriormente eliminar mediante sifonación el exceso de líquido.
12. Procedimiento, según la reivindicación 11, **caracterizado por que** el procedimiento comprende, además, la etapa f) de secado de la lignina separada de la suspensión.
- 55 13. Procedimiento, según la reivindicación 12, **caracterizado por que** el procedimiento comprende, además, la etapa g) de moler la lignina seca.

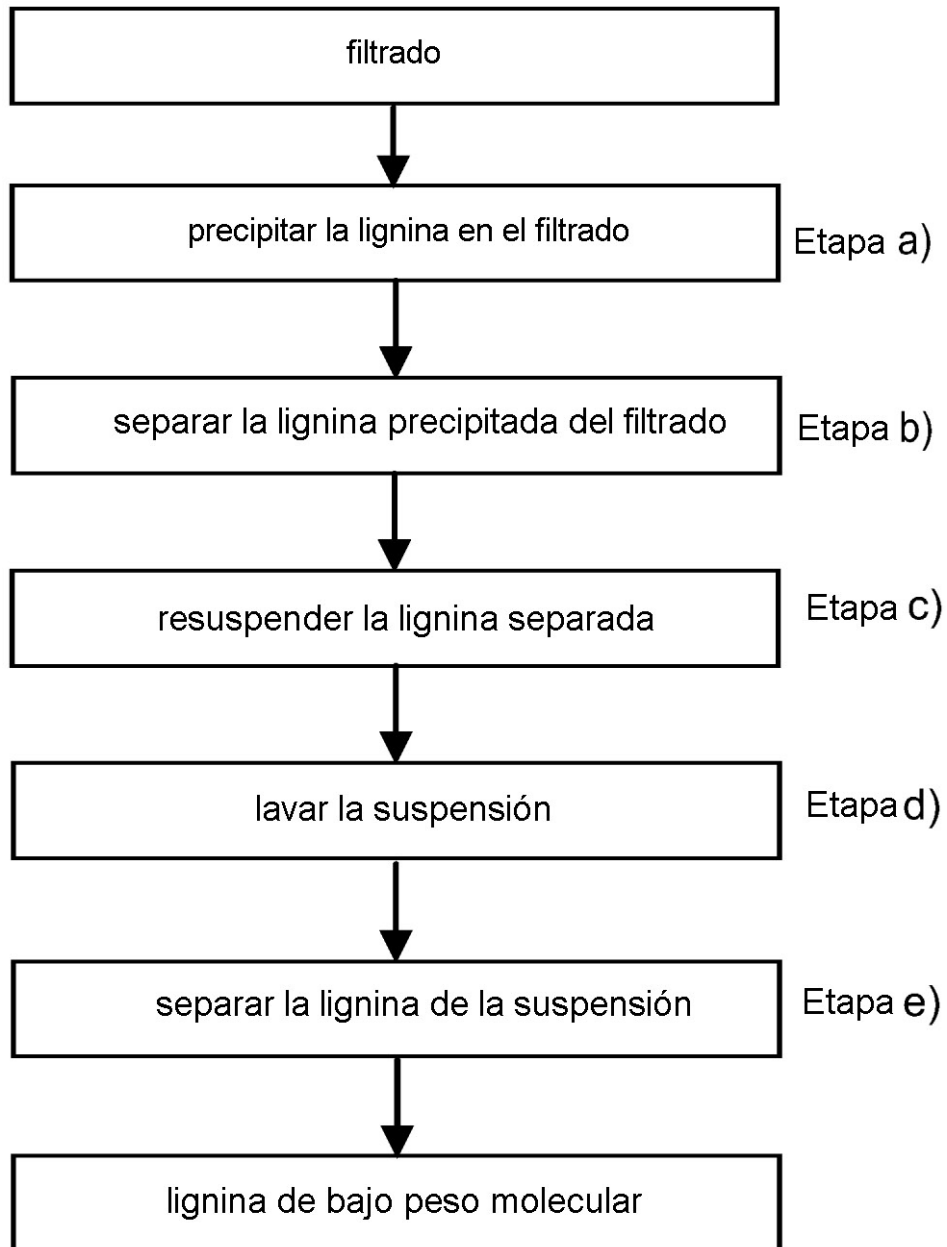


Fig. 1