

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 663 027**

51 Int. Cl.:

C07G 1/00 (2011.01)

D21C 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.08.2014 PCT/FI2014/050614**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.02.2015 WO15025076**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.08.2014 E 14755104 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.12.2017 EP 3036247**

54 Título: **Método y sistema para el tratamiento de la lignina**

30 Prioridad:

19.08.2013 FI 20135842

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

10.04.2018

73 Titular/es:

VALMET TECHNOLOGIES OY (100.0%)

**Keilasatama 5
02150 Espoo, FI**

72 Inventor/es:

HILJANEN, SEPPO

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 663 027 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 el tratamiento de la lignina

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un sistema y un método para separar la lignina de un medio líquido que contiene lignina, tal como un licor negro de molino de pulpa, y al tratamiento de la lignina separada según las reivindicaciones independientes que se presentan a continuación. La invención también se refiere a un producto que contiene carbón obtenible por el método de la invención y a un uso del producto que contiene carbón.

Antecedentes de la invención

10 Se conoce previamente la extracción de la lignina, un componente de la madera, del licor negro del molino de pulpa. La lignina se puede utilizar como combustible. Sin embargo, el beneficio de la lignina separada como combustible es bajo en comparación con el uso directo del licor negro como combustible en la caldera de recuperación de sosa. Así, el valor de la lignina separada se correlaciona a su valor como combustible, y así la rentabilidad del proceso de separación de la lignina u otro proceso en cascada hacia abajo por lo general no es suficiente para las inversiones.

15 El procedimiento conocido para la separación de la lignina del licor negro del molino de pulpa incluye las siguientes etapas en secuencia:

- precipitación de la lignina por medio de una primera etapa de precipitación del licor negro del molino de pulpa donde el pH del licor negro se reduce mediante la adición de un agente reductor de pH, preferiblemente CO₂
- seguido de una primera etapa de deshidratación, formando una primera torta de filtro,
- 20 ○ suspensión de la primera torta de filtro en una segunda etapa de precipitación usando un segundo ácido o mezcla de ácidos, en donde se obtiene una suspensión de lignina,
- deshidratación de la suspensión de lignina en una segunda etapa de deshidratación para formar una segunda torta de filtro,
- 25 ○ lavado de la segunda torta de filtro mediante la adición de un líquido de lavado a esta etapa de lavado, y
- deshidratación de la segunda torta de filtro lavada para la obtención de un producto de lignina, dicha deshidratación se hace típicamente en la última etapa del aparato de lavado.

Típicamente, el proceso anteriormente descrito está conectado a las operaciones de recuperación que reciben el licor negro desde un digestor del molino de pulpa.

30 El método se conoce por ejemplo por la patente europea EP 1797236 B1 y la solicitud de patente de Estados Unidos US 2010/0325947 A1.

En el momento de presentación de esta solicitud, el proceso descrito anteriormente para la separación de la lignina se vende bajo la marca registrada LignoBoost™. El proceso LignoBoost produce un producto de lignina que puede ser utilizado como combustible.

35 En Bioresource Technology 110 (2012) 715-718 se describe un método para la producción de combustible sólido por carbonización hidrotermal del licor negro de la lignina.

Compendio de la invención

Es un objetivo de la presente invención presentar un nuevo procedimiento utilizando lignina obtenida a partir de material vegetal para convertirla en productos más refinados.

40 El objetivo de la invención es proporcionar un método y un sistema para separar la lignina de un medio líquido que contiene lignina, especialmente licores agotados resultantes del fraccionamiento de biomasa, tales como el licor negro de molino de pulpa, y el procesamiento posterior de la lignina separada en conexión con el molino de pulpa para que el proceso sea rentable.

Es especialmente un objetivo de la presente invención proporcionar un método y un sistema que aumente el valor de la lignina y de esta forma se pueda utilizar también la lignina en otras soluciones como combustible.

Un objetivo adicional es la recuperación de carbón a partir de medios líquidos que contienen lignina por un método que tenga alta eficiencia de carbón.

- 5 Un objetivo adicional es proporcionar un método que pueda ser integrado en el proceso de pulpeo de kraft (sulfato) en un molino de pulpa químico.

A fin de lograr entre otros los objetivos presentados anteriormente, la invención se caracteriza por lo que se presenta en las partes caracterizadoras de las reivindicaciones independientes adjuntas.

- 10 Las formas de realización y ventajas mencionadas en este texto se refieren, en su caso, tanto al sistema como al método según la invención, a pesar de que no siempre se mencione específicamente.

En el método, la lignina se precipita a partir de un medio líquido que contiene lignina y posteriormente se somete a un proceso de carbonización hidrotermal en estado húmedo, del cual se recupera material que contiene carbón (material rico en carbón) derivado de la lignina como resultado de la carbonización.

- 15 El material carbonizado (material que contiene carbón) es el resultado del proceso de carbonización hidrotermal (HTC), que puede realizarse con la lignina que existe en la suspensión en el proceso de HTC. Este material que contiene carbón, al que se convierte la lignina en este proceso, puede ser descrito como "carbón de HTC". Durante el proceso de HTC el contenido de carbón del material aumenta en comparación con la materia prima de lignina original. El método se caracteriza por su alta eficiencia de carbón. No se requiere ningún secado de la lignina para hacer el producto que contiene carbón, ya que el proceso de HTC se lleva a cabo cuando la materia prima está en suspensión, y el resultado es una suspensión del material que contiene carbón.

- 20 La lignina precipitada puede contener también otros componentes orgánicos procedentes de la biomasa. Estos componentes también se convierten en el carbón de HTC en el proceso de HTC junto con la lignina.

- 25 La composición del medio líquido de lignina y la forma de la lignina en el mismo depende del proceso anterior y sus condiciones cuando la lignina ha entrado en este medio líquido. El medio líquido es preferiblemente un medio acuoso, donde la lignina puede existir como solución, dispersión coloidal o suspensión. Por ejemplo se sabe que la lignina se disuelve o dispersa en el licor negro en forma coloidal, en función del pH del licor negro y el peso molecular de la lignina. La dispersión coloidal está estabilizada por grupos fenólicos y de ácido carboxílico cargados en la lignina (Marton, J., On the Structure of kraft lignin, Tappi, 47 (11), 713-719 (1964). En la precipitación de la lignina del medio líquido, se crea una lignina con un aumento del tamaño de partícula tal que se puede separar del medio líquido por métodos físicos, especialmente por filtración.

- 30 El método es adecuado especialmente para la conversión de la lignina del licor gastado de un método de fraccionamiento de biomasa al producto rico en carbón. El método de fraccionamiento de la biomasa es un método en el que la lignina se separa del resto de la biomasa y que produce el licor residual que contiene lignina. El método de fraccionamiento es especialmente un proceso en el que la lignina se separa de la celulosa en un proceso que puede ser llamado deslignificación, y puede ser un proceso de deslignificación de sulfito, soda, o kraft (sulfato). Por lo tanto, el licor gastado puede ser, por ejemplo licor negro de la cocción de kraft.

- 35 La lignina separada en un estado húmedo, que puede ser por ejemplo una suspensión acuosa de lignina, se alimenta al proceso de HTC. La lignina para el proceso de HTC se obtiene en el proceso de separación de la lignina de un medio líquido que contiene lignina. Este proceso de separación comprende la precipitación de la lignina. La lignina precipitada en una suspensión acuosa se carboniza en el proceso de HTC a una suspensión acuosa de material que contiene carbón.

Cualquier método de separación adecuado para separar la lignina a partir del licor gastado puede ser utilizado. Si el licor gastado es alcalino, la lignina se puede separar a través de la precipitación mediante la reducción del pH.

- 40 Un método típico según la invención para la separación de la lignina de un medio líquido alcalino que contiene lignina, tal como el licor negro de molino de pulpa, y el tratamiento de la lignina separada comprende al menos las siguientes etapas:

una etapa de precipitación, en donde el agente reductor del pH se añade al medio líquido alcalino que contiene lignina para precipitar la lignina,

- 50
 - seguido de una primera etapa de separación, en donde la lignina precipitada se separa a partir de la fase líquida restante de la suspensión que contiene lignina,

- 5
- una etapa de suspensión, en donde la lignina precipitada y separada se suspende o disuelve para la obtención de una suspensión de lignina,
 - una etapa de carbonización hidrotermal, en donde la suspensión de lignina es tratada para la obtención de una pasta de material que contiene carbón (carbón de HTC) como un producto, y
 - una segunda etapa de separación, en donde el material que contiene carbón (carbón de HTC) se separa de la pasta.

Un sistema típico según la invención comprende

- 10
- una unidad de precipitación para la precipitación de la lignina desde el medio líquido que contiene lignina,
 - una primera unidad de separación, especialmente una unidad de filtración, para la separación de la lignina precipitada de la fase líquida remanente del medio líquido que contiene lignina,
 - una unidad de suspensión para la suspensión de la lignina precipitada y separada,
 - un reactor de carbonización hidrotermal (reactor de HTC), y
- 15
- una segunda unidad de separación para separar el material que contiene carbón (carbón de HTC) de la suspensión del material que contiene carbón obtenida en la carbonización hidrotermal.

La presente invención también proporciona un producto que contiene carbón obtenible por el método según la invención, y un uso del producto que contiene carbón para la sustitución del carbón fósil como materia prima, por ejemplo, en la producción de neumáticos o acero o como materia prima en la producción de carbón activo.

20 Se pretende a lo largo de la presente descripción que la expresión "medio líquido que contiene lignina" sea cualquier líquido, que contenga lignina en forma disuelta o dispersa, especialmente cualquier licor gastado de un proceso de fraccionamiento de biomasa. Este líquido puede ser un licor de proceso que contiene lignina como resultado del fraccionamiento de biomasa en un molino de pulpa química. El origen de la lignina es madera u otra biomasa tal como paja que ha sido digerida en el molino de pulpa en un proceso llamado de cocción para preparar la pulpa

25 química. La composición del licor de cocción gastado depende del método de cocción. El licor gastado de cocción de kraft (sulfato) que se obtiene después de la separación de la pulpa se llama licor negro y contiene disueltos y dispersos material de madera orgánico y compuestos alcalinos residuales. En la siguiente descripción, el método se describe principalmente con referencia al licor negro. El método se puede aplicar a todos los líquidos anteriormente mencionados que contienen lignina.

30 La presente invención se basa en el aumento del valor de la lignina mediante la combinación de un proceso de separación de la lignina y un proceso de carbonización hidrotermal (HTC).

Por ejemplo, en la separación inicial de la lignina, la lignina se separa de una lignina que contiene el medio líquido, tal como un licor negro de molino de pulpa, disminuyendo el pH del medio líquido hasta un punto donde la lignina precipita. La carbonización hidrotermal a su vez se basa en la carbonización de la materia orgánica a una

35 temperatura elevada y a una presión elevada en una fase acuosa. Por lo tanto, el objetivo del método de la invención es producir un producto que contiene carbón, carbón técnico, que pueda sustituir a los productos de carbón convencionales a partir de fuentes fósiles, a partir de la lignina separada del medio líquido que contiene lignina.

Por lo tanto, un método según la invención comprende una etapa de precipitación, en donde el agente reductor del pH se añade al medio líquido que contiene lignina para precipitar la lignina. El agente reductor de pH es preferiblemente dióxido de carbono, que por lo general está fácilmente disponible a bajo costo. La precipitación puede llevarse a cabo en cualquier reactor de precipitación adecuado.

40

Cualquier otro agente que disminuye el pH de la suspensión que contiene lignina se puede utilizar en lugar del dióxido de carbono. El pH puede ser rebajado por ejemplo mediante la adición de un ácido o una mezcla de ácidos.

45 El pH del medio líquido que contiene lignina se reduce por el agente reductor del pH a un rango que todavía es alcalino, pero lo suficientemente bajo para la precipitación de la lignina, por lo general de 9,5 – 10,5.

El pH al que el pH del medio líquido se reduce se puede utilizar para controlar el tamaño de partícula de la lignina precipitada, que a su vez puede ser utilizado para influir en el tamaño de partícula del producto después del proceso de HTC (carbón de HTC).

5 Después de la etapa de precipitación, la lignina precipitada se separa de la fase líquida restante del medio líquido que contiene lignina en una primera etapa de separación, mientras se forma una torta de lignina con alto contenido de lignina. La separación puede llevarse a cabo por cualquier medio para la deshidratación. Preferiblemente, la separación se realiza mediante el uso de centrifugación, un aparato de filtro de prensa, un filtro de banda, un filtro rotatorio, tal como un filtro de tambor, o un tanque de sedimentación, o equipo similar. Según una forma de realización preferida de la invención, la primera etapa de separación se lleva a cabo en un aparato de filtro de prensa.

10 Según una forma de realización de la invención, el medio líquido que contiene lignina es licor negro extraído del sistema de recuperación de licor negro del molino de pulpa, y el filtrado de la primera etapa de separación se recircula al sistema de recuperación de licor negro del molino de pulpa. El licor negro para la precipitación de la lignina puede tomarse en cualquier punto entre el digestor y la caldera de recuperación. Se toma preferiblemente desde la etapa de la evaporación del licor negro, en un punto en el que aún no ha alcanzado la concentración final adecuada para la combustión en la caldera de recuperación, y después de la separación de la lignina se devuelve el líquido restante a la etapa de evaporación.

15 Según una forma de realización de la invención, la lignina obtenida en la primera etapa de separación, especialmente en la forma de la torta de lignina, se suspende en agua o agua de circulación en un estado de disolución/suspensión, en el que se obtiene una suspensión de lignina. La suspensión se puede realizar en cualquier depósito adecuado.

20 El ácido puede ser añadido al agua que se utiliza en la etapa de suspensión, para ajustar el pH. También se pueden añadir otras sustancias tales como catalizadores o sustancias que modifican las propiedades del material que contiene carbón.

25 En una forma de realización preferida, el agua de circulación se utiliza en la etapa de suspensión de la lignina. El agua de circulación es preferentemente agua remanente después de la etapa de HTC, después de la separación del material que contiene carbón (carbón de HTC) de la suspensión del material que contiene carbón.

30 En una forma de realización preferida de la invención, la carbonización hidrotermal se dispone después de la primera separación y de la etapa de suspensión del proceso de separación de la lignina, ya que en la etapa de suspensión, la concentración de la lignina en la suspensión de lignina puede ajustarse lo suficientemente alta para la subsiguiente carbonización hidrotermal. Según una forma de realización de la invención, la suspensión de lignina se calienta a una temperatura de aproximadamente 150 a 250° C a una presión de aproximadamente 20 a 40 bar en la etapa de carbonización hidrotermal para la obtención de la suspensión del material que contiene carbón. Típicamente, la etapa de HTC comprende al menos un reactor de HTC, en el que la reacción de HTC se lleva a cabo, y en el que la temperatura y la presión del reactor se pueden controlar y ajustar. En una forma de realización típica de la invención, la suspensión de lignina se mantiene en el reactor de HTC durante al menos una hora a fin de que una parte importante de la lignina y otra materia orgánica presente en la suspensión se convierta en un material que contiene carbón de calidad uniforme. El tiempo de reacción en el reactor de HTC puede así ser, por ejemplo, de aproximadamente 10 horas. Un tiempo de reacción óptimo es de 2 a 4 horas. La reacción de HTC es exotérmica. Se necesitan aproximadamente 2 toneladas de lignina para producir aproximadamente 1,5 toneladas de material que contiene carbón, donde el contenido de carbón se enriquece como un producto final. El material liberado de la lignina durante esta conversión es principalmente agua. Se pueden utilizar catalizadores en la reacción de HTC.

35 La composición del producto de material que contiene carbón (carbón de HTC) obtenido como un producto por el procedimiento según la invención, depende de las condiciones del proceso de la etapa de HTC.

40 Todavía según una forma de realización, el pH de la lignina separada en un estado húmedo alimentada al proceso de HTC se ajusta para controlar el tamaño de partícula del carbón de HTC. El pH de la lignina en un estado húmedo, por ejemplo como una suspensión de lignina, se ajusta por encima de 7, preferiblemente por encima de 8 antes de la etapa de HTC.

45 En una forma de realización de la invención, la etapa de HTC también comprende al menos una unidad de precalentamiento antes del reactor de HTC y/o una unidad de refrigeración después del reactor de HTC. La suspensión de lignina se puede precalentar a cerca de la temperatura del proceso antes de transportar la suspensión de lignina al reactor de carbonización hidrotermal. El precalentamiento puede llevarse a cabo mediante el uso de al menos un intercambiador de calor o un calentador de vapor o una combinación de los mismos.

Después de la reacción de HTC, la sobrepresión se alivia y la suspensión de material que contiene carbón se descarga del reactor de HTC.

Después de la etapa de carbonización hidrotermal, el método según la invención comprende una segunda etapa de separación, en donde el material que contiene carbón se separa de la suspensión del material que contiene carbón formado en la reacción de HTC. La separación puede llevarse a cabo por cualquier medio para la deshidratación. Según una forma de realización preferida de la invención, la segunda etapa de separación se lleva a cabo en un aparato de filtro de prensa. La suspensión caliente procedente del reactor de HTC es conducida preferentemente a través de un intercambiador de calor, que se utiliza para el precalentamiento de la suspensión de lignina antes del reactor y al mismo tiempo para enfriar la suspensión caliente, y finalmente se conduce a través de un enfriador.

La segunda etapa de separación produce material que contiene carbón como el producto final y un filtrado. En una forma de realización típica de la invención, el filtrado de la segunda etapa de separación se recircula de nuevo a la etapa de suspensión y/o a un flujo del medio que contiene lignina del molino de pulpa, preferiblemente antes de la etapa de evaporación. El sodio se libera durante la reacción de HTC desde la lignina y volverá al medio que contiene la lignina.

El sistema según la invención también comprende tubos de conexión, bombas, válvulas, medios de control y medios de ajuste requeridos, que son necesarios para el funcionamiento del sistema.

En una forma de realización preferida de la invención, el sistema de la invención está integrado en una parte del sistema de separación de la lignina del molino de pulpa. En una forma de realización de la invención, parte del flujo de licor gastado, especialmente el flujo de licor negro, que se suministra a la caldera de recuperación se usa para la precipitación de la lignina. Al menos una parte o la totalidad de la lignina precipitada se alimenta al reactor de HTC para la obtención del producto que contiene carbón. Por lo tanto, la planta de HTC que produce el producto que contiene carbón puede ser integrada en un molino de pulpa química para producir el material que contiene carbón como un subproducto del proceso químico de pulpeo.

Un producto de carbón obtenido por el método según la invención se puede utilizar por ejemplo para la sustitución del carbón originado de fuente fósil. Un producto de carbón obtenido por el método según la invención se puede utilizar por ejemplo como materia prima para la producción de neumáticos. El producto de carbón obtenido por el método según la invención también se puede utilizar como materia prima para la producción de acero, y para la producción de carbón para electrodos. El producto también se puede utilizar como materia prima en la producción de carbón activo.

30 Descripción de los dibujos

La invención se describirá en más detalle con referencia a los dibujos adjuntos, en los cuales

La Figura 1 muestra un diagrama de flujo del proceso según una forma de realización de la invención, y

La Figura 2 muestra un diagrama de flujo detallado del proceso de la etapa de carbonización hidrotermal según una forma de realización de la invención.

35 Descripción detallada de la invención

Aunque el siguiente ejemplo se refiere principalmente al tratamiento del licor negro que es una parte del ciclo químico de un molino de pulpa kraft, los detalles del ejemplo también se pueden aplicar al procesamiento de otros licores gastados de pulpeo químico.

La Figura 1 muestra un diagrama de flujo del proceso, en donde el medio líquido que contiene la lignina 10 se alimenta a un proceso de tratamiento y separación de la lignina según la invención para la obtención de un material que contiene carbón 60 como producto final (producto que contiene el carbón). El medio líquido que contiene la lignina es preferiblemente el licor negro concentrado, el licor gastado de un proceso de cocción que ya ha pasado por varias etapas de evaporación en su curso a una caldera de recuperación donde será quemado. La flecha vertical de abajo hacia arriba en el lado izquierdo de la figura representa el flujo de licor negro desde un digestor a la caldera de recuperación y las etapas de evaporación sucesivas, donde el contenido de sólidos secos del licor negro que aumenta está representado por cuadrados. Las etapas de evaporación pueden ser una serie de evaporadores que se utilizan normalmente para la concentración de licor negro antes de la caldera de recuperación.

El licor negro para la precipitación se toma del flujo cuando todavía no ha alcanzado el contenido final de sólidos secos cuando se quema en la caldera. El licor negro se lleva a la precipitación con un contenido de sólidos secos de aproximadamente 30 - 45%.

Sin embargo, se entiende que el licor negro que contiene lignina se puede tomar en cualquier punto entre el digestor y la caldera de recuperación.

5 El proceso comprende una etapa de precipitación 1, en donde la lignina se precipita del medio líquido que contiene la lignina 10 mediante la adición de un agente A para bajar el pH, seguido de una primera etapa de separación 2, en donde la lignina precipitada se separa como una torta de lignina 30 de la fase líquida remanente del medio líquido que contiene la lignina 20 con pH rebajado. La torta de lignina 30 se suspende en una fase de suspensión 3 usando agua, en donde se obtiene una suspensión de lignina 40. Se pueden añadir las sustancias adicionales B, tales como el ácido para ajustar el pH para la etapa de HTC. Por ejemplo, se puede añadir ácido sulfúrico. La suspensión de lignina 40 se trata en una etapa 4 de carbonización hidrotermal (HTC), en donde se obtiene la suspensión del material que contiene carbón 50, y el producto que contiene carbón 60 (carbón de HTC) se separa de la suspensión en una segunda etapa de separación 5. Un filtrado 70 de la segunda etapa de separación se hace circular a la etapa de suspensión 3 para ser utilizado como el agua de suspensión y/o a un flujo del medio líquido que contiene lignina 10 procedente del digestor. El filtrado se hace circular preferentemente a la corriente de licor negro diluido antes de las etapas de evaporación. Es posible utilizar una parte del filtrado para la etapa de suspensión 3 y circular parte del filtrado al flujo de licor negro, como se muestra en la Figura 1. El sodio se separa de la lignina en el proceso de HTC, y se devuelve de nuevo al licor negro con el filtrado.

El producto que contiene carbón 60 puede ser lavado después de la separación del filtrado 70 y secado.

La carbonización hidrotermal funciona en una amplia variedad de proporciones de líquido/sólido de la suspensión de lignina.

20 La Figura 1 también muestra la circulación de licor negro desde la primera etapa de separación 2 de vuelta al flujo de licor negro en las etapas de evaporación.

25 Antes de la etapa de HTC 4, el pH de la suspensión de lignina se ajusta preferiblemente para controlar el tamaño de partícula del producto que contiene carbón 60. Es de particular importancia ajustar el valor del pH de la suspensión de lignina para suprimir la formación de partículas demasiado gruesas, lo que es debido a la polimerización de lignina durante HTC por el efecto de los iones H^+ . Por lo tanto, el pH de la suspensión se ajusta preferiblemente para que sea superior a 7, más preferiblemente por encima de 8. Además, es ventajoso que el pH durante el proceso de HTC esté entre 7 y 11, preferiblemente entre 8 y 10. El pH de la suspensión de lignina 40 se ajusta preferiblemente de modo que esté dentro de estos intervalos durante la etapa de HTC 4.

30 El tamaño de partícula del producto que contiene carbón puede estar influenciado por el ajuste de la concentración de iones H^+ en la suspensión de lignina que se somete a la HTC. Al reducir la concentración de iones H^+ de la suspensión de lignina el tamaño de partícula del producto se puede reducir. Por lo tanto, la elección del pH para la HTC es dependiente del tamaño de partícula deseado. El tamaño de partícula puede expresarse, por ejemplo, por el valor de D90 de la distribución del tamaño de partícula.

35 El pH se puede ajustar a un intervalo adecuado para la HTC con ácido (sustancia adicional B) añadido en la etapa de suspensión. Sin embargo, ácidos o bases se pueden utilizar para el ajuste del pH, dependiendo del pH inicial de la suspensión y el valor del pH diana.

40 La Figura 2 es un diagrama de flujo detallado del proceso de una etapa de carbonización hidrotermal 4 según una forma de realización de la invención. La etapa de HTC puede comprender un primer intercambiador de calor 6 y un calentador de vapor 7, a través del cual se transporta una suspensión de lignina desde la etapa de suspensión 3 antes de alimentarla a un reactor de HTC 8. De este modo, la suspensión de lignina 40 puede ser precalentada a la temperatura requerida antes de la carbonización hidrotermal. Al menos un enfriador 9 puede estar dispuesto después del reactor de HTC 8 para enfriar la suspensión del material que contiene carbón 50. La suspensión 50 del reactor de HTC 8 se transporta a través del intercambiador de calor 6 antes del enfriador 9, en donde el calor de la suspensión del material que contiene carbón se puede utilizar en el precalentamiento de la suspensión de lignina.

45 El producto que contiene carbón se puede secar para eliminar el líquido remanente, por ejemplo, por evaporación del líquido remanente.

Como puede verse en la descripción anterior, el proceso de producir material que contiene carbón puede ser bien integrado en el tratamiento del licor negro en un molino de pulpa química.

REIVINDICACIONES

1. Un método para separar lignina de un medio líquido que contiene lignina, tal como el líquido de un proceso de conversión de biomasa, por ejemplo, el licor negro del molino de pulpa, y para el tratamiento de la lignina separada, en donde el método comprende:
- 5 - precipitar la lignina a partir del medio líquido que contiene lignina
- someter después la lignina a un proceso de carbonización hidrotermal, en un estado húmedo, y
- recuperar el material que contiene carbón derivado de la lignina como resultado de la carbonización después del proceso de carbonización hidrotermal, además el método comprende:
- 10 - controlar el tamaño de partícula del material que contiene el carbón mediante el ajuste del valor del pH de la lignina en estado húmedo antes del proceso de carbonización hidrotermal a un valor por encima de 7, preferiblemente por encima de 8.
2. El método según la reivindicación 1, caracterizado por que la lignina se somete a la carbonización hidrotermal en una suspensión.
3. El método según la reivindicación 2, caracterizado por que la lignina se somete a la carbonización hidrotermal en la suspensión a un valor de pH entre 8 y 10.
- 15 4. El método según la reivindicación 2 o 3, caracterizado porque la lignina precipitada se suspende en un líquido, y la suspensión se somete al proceso de carbonización hidrotermal.
5. El método según la reivindicación 4, caracterizado por que comprende al menos las siguientes etapas:
- 20 - una etapa de precipitación, en donde un agente de disminución del pH se añade al medio líquido que contiene lignina para precipitar lignina,
- seguido de una primera etapa de separación, en donde la lignina precipitada se separa de la fase líquida remanente del medio líquido que contiene lignina,
- una etapa de suspensión, en donde la lignina precipitada y la lignina separada se suspenden para la obtención de una suspensión de lignina,
- 25 - una etapa de carbonización hidrotermal, en donde la suspensión de lignina es tratada para la obtención de una suspensión de material que contiene carbón, y
- una segunda etapa de separación, en donde el material que contiene carbón se separa de la suspensión.
6. El método según la reivindicación 4 o 5, caracterizado por que la lignina precipitada y separada se suspende en el líquido obtenido en la separación del material que contiene carbón después de la carbonización hidrotermal, tal como por filtración de la suspensión del material que contiene carbón.
- 30 7. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la etapa de carbonización hidrotermal comprende calentar la lignina en un estado húmedo, tal como en suspensión, a una temperatura de 150 a 250° C.
8. El método según la reivindicación 7, caracterizado por que en la etapa de carbonización hidrotermal la lignina se calienta a una presión de 20 a 40 bar.
- 35 9. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la lignina en estado húmedo, tal como en suspensión, se precalienta antes de transportar la suspensión de lignina a la etapa de carbonización hidrotermal.
10. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el líquido obtenido después de la separación del material que contiene carbón después del proceso de carbonización hidrotermal se hace circular a la suspensión de lignina precipitada antes del proceso de carbonización hidrotermal y/o al medio líquido que contiene la lignina.
- 40 11. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el agente de disminución del pH es dióxido de carbono.

12. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el medio líquido que contiene la lignina es licor negro.
13. Un sistema para separar la lignina de un medio líquido que contiene lignina, tal como el licor negro de un molino de pulpa, y tratar la lignina separada, caracterizado por que el sistema comprende
- 5 - una unidad de precipitación para precipitar lignina del medio líquido que contiene lignina,
- una primera unidad de separación para separar la lignina precipitada de la fase líquida remanente del medio líquido que contiene la lignina precipitada,
- una unidad de suspensión y ajuste del pH para suspender la lignina precipitada y separada y ajustar su pH por encima de 7,
- 10 - un reactor de carbonización hidrotermal, y
- una segunda unidad de separación para separar un material que contiene carbón de una suspensión de material que contiene carbón obtenida en la etapa de carbonización hidrotermal.
14. El sistema según la reivindicación 13, caracterizado por que comprende además al menos una unidad de precalentamiento antes del reactor de carbonización hidrotermal.
- 15 15. El sistema según la reivindicación 13 o 14, caracterizado por que comprende además al menos una unidad de refrigeración después del reactor de carbonización hidrotermal.
16. Un producto que contiene carbón obtenible por un método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 12.
- 20 17. El uso de un producto que contiene carbón según la reivindicación 16, como materia prima para la producción de neumáticos, acero, electrodos de carbón o carbón activo.

A la caldera de
recuperación

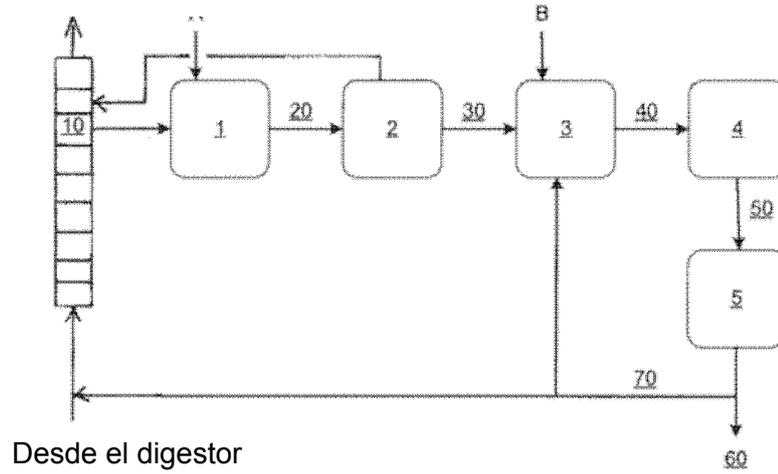


Fig. 1

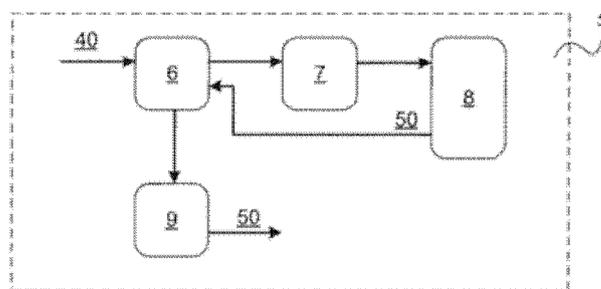


Fig. 2