

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 677 230**

51 Int. Cl.:

D21C 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.03.2015 PCT/FI2015/050212**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.10.2015 WO15150626**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.03.2015 E 15718249 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.05.2018 EP 3126569**

54 Título: **Método para manipular disolución de lavado gastada de un procedimiento de recuperación de lignina**

30 Prioridad:

03.04.2014 FI 20145323

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

31.07.2018

73 Titular/es:

**ANDRITZ OY (100.0%)
Tammasaarencatu 1
00180 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

MCKEOUGH, PATERSON

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 677 230 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 para manipular disolución de lavado gastada de un procedimiento de recuperación de lignina

5 **Campo técnico**

La lignina puede retirarse de lejía de formación de pasta alcalina gastada (lejía negra) primero acidificando la lejía y después separando el precipitado de lignina resultante. El material separado se lava habitualmente con el fin de obtener un producto sólido que se compone principalmente de lignina y que tiene un nivel de impureza razonablemente bajo. Habitualmente se emprende al menos una etapa de lavado en condiciones ácidas. El presente método se ocupa de la manipulación de la disolución de lavado gastada que está normalmente en forma de uno o más filtrados. El producto de lignina puede utilizarse como combustible, como material o como producto químico en una variedad de aplicaciones posibles.

15 **Técnica anterior**

El método aplicado más comúnmente para recuperar lignina razonablemente pura de lejía de formación de pasta alcalina gastada, comúnmente denominada lejía negra, implica las siguientes etapas:

- 20 1. Acidificación de la lejía hasta un pH normalmente en el intervalo de 9-10 (valor a 25 °C) usando un ácido tal como dióxido de carbono (CO₂) o ácido sulfúrico (H₂SO₄)
2. Separación de las partículas sólidas así precipitadas, por ejemplo, filtrando la suspensión
- 25 3. Lavado del material separado, habitualmente una torta de filtración, a pH bajo, normalmente de alrededor de pH 2 (valor a 25 °C), usando una disolución acuosa acidificada
4. Según se requiera, lavado adicional del material separado.

30 La lejía negra que queda después de la separación de los sólidos en la etapa 2, a menudo denominada lejía negra pobre en lignina, se recircula invariablemente a la planta de evaporación de la fábrica de pasta. La lejía negra pobre en lignina se concentra de este modo en la planta de evaporación y después se quema en la caldera de recuperación de la fábrica de pasta, conjuntamente con la lejía negra que no se ha sometido al procedimiento de recuperación de lignina. La denominada lejía verde se prepara disolviendo los compuestos inorgánicos que salen de la caldera como salino fundido. La lejía verde se somete a un tratamiento de caustificación, en el que el hidróxido de calcio (Ca(OH)₂), formado apagando cal viva (CaO), reacciona con carbonato de sodio (Na₂CO₃) para formar caliza (CaCO₃) e hidróxido de sodio (NaOH). El CaCO₃ se separa, se lava, se deshidrata y se convierte de nuevo en CaO en el horno de cal. La lejía, denominada lejía blanca, que permanece después de la separación de CaCO₃ contiene el/los producto(s) químico(s) de formación de pasta activo(s) y se lleva a la etapa de formación de pasta. En el caso de la formación de pasta kraft, los productos químicos activos son NaOH y sulfuro de sodio (Na₂S). La corriente de material de caliza separado se denomina lodo de cal. Por consiguiente, recirculando la lejía negra pobre en lignina a la planta de evaporación, se recuperan los productos químicos de formación de pasta gastados en la lejía pobre en lignina, mientras que la cantidad significativa del material orgánico que permanece aún en la lejía pobre en lignina se aprovecha como fuente de energía en la caldera de recuperación.

45 Las disoluciones de lavado gastadas producidas en las etapas 3 y 4 normalmente están en forma de uno o más filtrados. En otras palabras, se usa un filtro junto con las etapas de lavado. Cuando se lleva a cabo el lavado a contracorriente, se introduce medio de lavado recién preparado, normalmente agua o condensado de fábrica, en la última etapa de lavado mientras que la disolución de lavado gastada de la primera etapa de lavado es la única corriente de disolución de lavado gastada que sale del procedimiento.

50 Como la lejía negra pobre en lignina, la disolución de lavado gastada contiene tanto compuestos inorgánicos como orgánicos que se originan a partir de la lejía negra alimentada a la planta de recuperación de lignina. Además, la disolución de lavado gastada contiene compuestos derivados del ácido empleado en la(s) etapa(s) de lavado ácido. Normalmente, se emplea ácido sulfúrico (H₂SO₄) para este propósito, en cuyo caso la disolución de lavado gastada contiene una cantidad significativa de sulfato de sodio (Na₂SO₄), el sulfato que se ha derivado del ácido. En general, la disolución de lavado gastada contiene obviamente menos material disuelto que la lejía negra pobre en lignina.

60 Hay dos métodos conocidos para manipular la disolución de lavado gastada. El primero es simplemente la eliminación de la disolución como efluente de la fábrica de pasta. Este método se presenta, por ejemplo, en el documento de patente GB664811A. El segundo método, que comprensiblemente ha estado en vanguardia en los últimos años, sigue el método para la manipulación de la lejía negra pobre en lignina de la etapa 2. En otras palabras, la disolución de lavado gastada se recircula también a la corriente de lejía negra principal, normalmente a una ubicación en la planta de evaporación de la fábrica, aunque esta ubicación no es necesariamente la misma que para la lejía negra pobre en lignina de la etapa 2. Por ejemplo, según el método presentado en el artículo, Tomani, P., *et al.*, "Lignin removal from different black liquors", Proceedings of the 4th Nordic Wood Biorefinery Conference,

Helsinki, Finlandia, VTT Technology 53 report, 2012, págs. 227-238, tanto la lejía negra pobre en lignina (del tanque de filtrado 1 en la figura 1 del artículo) como la disolución de lavado gastada (del tanque de filtrado 2 en la figura 1 del artículo) se envían a la planta de evaporación, la primera a una ubicación tardía en la secuencia de evaporación, la segunda a una ubicación temprana en la secuencia. Obsérvese que en el mismo artículo se propone que, en algunos casos, la disolución de lavado gastada podría usarse para lavar la pasta no blanqueada o deslignificada con oxígeno, mientras que en el documento de patente US2008214796 se propone que la disolución de lavado gastada se emplee en la etapa donde se acidula el jabón de aceite de bogol. Estas son variaciones del método conocido de recircular la disolución de lavado gastada a la corriente de lejía negra principal; es decir, en estos casos, además, la disolución de lavado gastada termina con la lejía negra enviada a la planta de evaporación.

El coste de evaporar agua de la disolución de lavado gastada en la planta de evaporación es significativo. Además, el agua que va a evaporarse de la disolución de lavado gastada representa un aumento en la carga de evaporación total en comparación con la que había sido la carga antes de la aplicación del procedimiento de recuperación de lignina. Obsérvese que concentrar la lejía negra pobre en lignina en el evaporador no aumenta la carga del mismo modo. Aproximadamente necesita evaporarse la misma cantidad de agua de la lejía negra pobre en lignina que la que se había evaporado anteriormente de la lejía negra alimentada a la planta de recuperación de lignina. Por otro lado, el agua en la disolución de lavado gastada se deriva en gran medida del agua en la disolución de lavado recién preparada que se introduce específicamente para las necesidades del procedimiento de recuperación de lignina. En otras palabras, en ausencia de un procedimiento de recuperación de lignina, esta agua se aportaría al ciclo de recuperación química de la fábrica de pasta. La carga de evaporación sobrante que resulta del aporte de agua a la disolución de lavado recién preparada puede restringir la aplicación de un procedimiento de recuperación de lignina. Por ejemplo, si para comenzar, la planta de evaporación está funcionando a carga máxima, obviamente la aplicación de recuperación de lignina requiere la expansión simultánea de la planta de evaporación.

Otro aspecto perjudicial del método conocido de manipular la disolución de lavado gastada es que los costes y dificultades están en proporción directa a la cantidad de disolución de lavado recién preparada empleada en el procedimiento de lavado. La pureza del producto de lignina final depende naturalmente de la cantidad de disolución de lavado recién preparada introducida en el procedimiento de lavado. Así que, según se hacen más estrictas las demandas de la pureza del producto de lignina, los aspectos perjudiciales del método conocido de manipular la disolución de lavado gastada se vuelven más pronunciados.

A la luz de la técnica anterior, hay una clara necesidad de un método alternativo de manipular la disolución de lavado gastada, un método que (1) no incurra en los costes significativos asociados con evaporar agua de la disolución y (2) no conduzca a un aumento en la carga global en el evaporador.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un método que pueda cumplir esta necesidad.

Descripción de la invención

La presente invención, según se define en la reivindicación 1 actual, es un nuevo método para manipular la disolución de lavado gastada producida cuando se lava lignina que se ha precipitado y después separado de lejía de formación de pasta alcalina gastada, llevándose a cabo al menos una etapa de lavado en condiciones ácidas. Según el nuevo método, al menos parte de la disolución de lavado gastada se introduce en el ciclo de recuperación química en una ubicación después de la caldera de recuperación, pero antes de la etapa de lavado de pasta. De forma más precisa, la disolución de lavado gastada se introduce en una ubicación en aquella parte del ciclo que empieza en, e incluye, la etapa de disolución de salino fundido y termina en, e incluye, la etapa de formación de pasta. Para los presentes fines, se define que la etapa de formación de pasta finaliza inmediatamente aguas arriba de la primera operación de lavado de pasta, lo que puede llevarse a cabo, de hecho, en el mismo recipiente que la etapa de formación de pasta. La etapa de formación de pasta normalmente comprende un sistema de alimentación para material orgánico fibroso celulósico, tal como astillas de madera y al menos un recipiente de tratamiento, tal como un recipiente de cocción, en el que la lejía blanca se usa para producir pasta. Puede añadirse disolución de lavado gastada al material de alimentación en el sistema de alimentación y/o al recipiente de tratamiento antes de cualquier etapa de lavado.

El tratamiento con lejía verde comprende la separación de impurezas sólidas y lodos de decantación de la lejía verde, y el tratamiento de los lodos de decantación para la eliminación apropiada. Los lodos de decantación se lavan. La preparación de lejía blanca comprende el apagado y la caustificación de lejía verde a lejía blanca, la separación de cal sólida y lejía blanca entre sí, normalmente filtrando. El lodo de cal se lava y se deshidrata.

En realizaciones preferidas del nuevo método, se ajusta el aporte de otra agua y/o disolución acuosa al ciclo de recuperación química después de la caldera de recuperación de manera que, como consecuencia de la introducción de la disolución de lavado gastada, la cantidad de agua en la lejía blanca que va a la tubería de formación de pasta no se aumenta significativamente. En otras palabras, el agua añadida con la disolución de lavado gastada preferiblemente sustituye, en gran medida, el agua que de otro modo se aportaría al ciclo de recuperación junto con la preparación de lejía blanca. Por ejemplo, la disolución de lavado gastada se usa para sustituir (1) parte del agua y/o disolución acuosa empleada en la disolución del salino fundido de la caldera de recuperación y/o (2) parte del

agua y/o disolución acuosa, tal como condensado, usada para preparar una suspensión diluida de lodo de cal antes del lavado y la deshidratación finales del lodo de cal. En otras palabras, entre otras, dos ubicaciones preferidas para la adición de la disolución de lavado gastada son (1) el tanque de disolución de salino fundido y (2) la ubicación donde se diluye el lodo de cal no lavado. Obsérvese que, en el caso de adición al tanque de disolución de salino fundido, la disolución de lavado gastada puede añadirse por medio del lavador químico de gas de ventilación del tanque.

El presente método (añadir la disolución de lavado gastada al ciclo de recuperación química después de la caldera de recuperación) no se ha propuesto en la técnica anterior. Además, por varias razones, un experto en la técnica no consideraría el método obvio basado en la técnica anterior. A continuación, se dan tres de tales razones.

1. La práctica general en las fábricas de pasta es que las corrientes de residuos que contienen cantidades significativas de componentes de lejía negra se devuelven al ciclo de recuperación a través de la planta de evaporación y, por consiguiente, se queman con la corriente de lejía negra concentrada principal en la caldera de recuperación. No se ha puesto en práctica la introducción al ciclo después de la caldera de recuperación, por ejemplo, al recipiente de disolución de salino fundido, debido a, entre otras cosas, el comportamiento perjudicial de determinados compuestos orgánicos de la lejía negra en operaciones aguas abajo de la caldera de recuperación.

2. En términos generales, la introducción de disolución de residuos adicional al ciclo de recuperación después de la caldera de recuperación debe realizarse de tal modo que no se aumente la cantidad de agua en la lejía blanca que va a la etapa de formación de pasta. Por consiguiente, si la disolución de residuos sobrantes va a añadirse al recipiente de disolución de salino fundido, debe disminuirse primero la cantidad de agua o disolución acuosa que está añadiéndose actualmente al recipiente de disolución. En muchas fábricas de pasta esto será difícil (o incluso imposible) de lograr. En términos generales, no habrá obstáculos para sustituir parte del aporte de agua actual para diluir lodo de cal, siempre que (1) el nuevo aporte no deje impurezas perjudiciales en el lodo de cal que se alimenta al horno de cal y (2) el nuevo aporte no empeore significativamente la capacidad de filtración de la suspensión de lodo de cal diluida. En términos generales, las disoluciones que contienen componentes de lejía negra están descartadas en ambos casos. Por consiguiente, incluso si se permite la presencia de componentes de lejía negra en las corrientes de lejía verde y lejía blanca, basándose en la técnica anterior se consideraría poco probable que la disolución de residuos que contiene estos componentes pudiera aportarse sin aumentar la cantidad de agua en la corriente de lejía blanca.

3. Debido a que al menos una de las etapas de lavado se lleva a cabo en condiciones ácidas, la disolución de lavado gastada global tiene un pH bajo, normalmente de alrededor de 2. Presumiblemente, otro elemento disuasorio para añadir esta disolución ácida al ciclo después de la caldera de recuperación ha sido una suposición de que la disolución ácida consumiría después el álcali que está destinado para su uso como un producto químico de formación de pasta activo.

En la técnica anterior, no se ha prestado suficiente atención a (1) la composición detallada de la disolución de lavado gastada y (2) lo que esta composición significa para la manipulación subsiguiente de la disolución en modos diferentes de los modos conocidos previamente.

La disolución de lavado gastada contiene ciertamente compuestos que se originan a partir de la lejía negra, pero no contienen toda la variedad de los compuestos de lejía negra. De hecho, sorprendentemente, solo un grupo de compuestos orgánicos y solo una sal inorgánica están presentes en cantidades significativas en la disolución de lavado gastada.

El procedimiento de recuperación de lignina retira una parte significativa de la lignina contenida en la lejía negra alimentada al procedimiento de recuperación de lignina. El material sólido separado de la etapa 2 contiene una cantidad considerable de lejía negra pobre en lignina arrastrada como impureza. La función principal del procedimiento de lavado de lignina es retirar esta lejía negra arrastrada. Otra función es liberar el sodio aún unido a los compuestos orgánicos. Para este fin, se emplea ácido en al menos una etapa de lavado. La lejía negra pobre en lignina arrastrada todavía contiene lignina. Sin embargo, como resultado de la liberación de sodio durante la etapa de lavado ácido, casi la totalidad de esta lignina disuelta atrapada precipita durante el procedimiento de lavado y aumenta el rendimiento de lignina del procedimiento. El otro grupo principal de compuestos orgánicos en la lejía negra pobre en lignina arrastrada está compuesto por ácidos carboxílicos alifáticos. Los dos subgrupos principales de estos ácidos son (1) los denominados ácidos volátiles, tales como ácido fórmico y ácido acético, y (2) los hidroxiacidos, tales como ácido glicólico, ácido láctico, ácido hidroxibutanoico y ácido glucoisosacárico. En la lejía negra arrastrada, estos ácidos están en forma de sales, pero después se liberan en gran medida de sus sales en la etapa de lavado ácido. Los ácidos liberados permanecen en una forma disuelta en la disolución de lavado.

Excepto para el Na_2SO_4 , las principales sales inorgánicas en la lejía negra arrastrada reaccionan con ácido en la etapa de lavado ácido. Por ejemplo, la lejía negra de kraft pobre en lignina atrapada contiene sulfhidrato de sodio (NaHS), que reacciona liberando sulfuro de hidrógeno (H_2S), y tanto Na_2CO_3 como bicarbonato de sodio (NaHCO_3), que reaccionan liberando dióxido de carbono (CO_2). La sal formada en estas reacciones depende naturalmente del ácido empleado. El ácido preferido es H_2SO_4 , que reacciona con compuestos que contienen sodio para formar

Na₂SO₄.

Por consiguiente, cuando se usa el ácido preferido H₂SO₄, los únicos compuestos presentes en cantidades significativas en la disolución de lavado gastada son (1) Na₂SO₄ y (2) ácidos carboxílicos alifáticos. Las cantidades de los otros compuestos son mínimas. Estos otros compuestos pueden ignorarse cuando se valoran opciones de manipulación para la disolución de lavado gastada. Por consiguiente, aunque es cierto que una parte significativa de los compuestos disueltos en la disolución de lavado gastada se originan a partir de la lejía negra, la composición de la disolución de lavado gastada es muy diferente de la de la lejía negra diluida. Así que las restricciones aplicadas a la manipulación de disoluciones de residuos que contienen lejía negra, como tales, no son aplicables necesariamente a la disolución de lavado gastada. Obsérvese que no se ha presentado en la técnica anterior información explícita sobre los componentes principales de la disolución de lavado gastada.

Según la presente invención, la disolución de lavado gastada puede introducirse en el ciclo de recuperación después de la caldera de recuperación. Esto es inesperado basándose en la técnica anterior. Se incurre en costes, pero, normalmente, los costes son solo una fracción de los del método conocido. En el nuevo método, y con H₂SO₄ como el ácido de lavado preferido, el Na₂SO₄ en la disolución de lavado gastada se vuelve una carga muerta adicional en la tubería de preparación de lejías blancas y en la tubería de formación de pasta (mientras que la carga muerta aumentada en la tubería de evaporación es común tanto para el nuevo método como para el método conocido basado en recirculación al evaporador). Cuando entra en contacto con lejía alcalina, por ejemplo, lejía verde, los ácidos carboxílicos alifáticos reaccionan con el álcali modificando así sus sales ácidas. Obsérvese que, a pH 2, puede estar presente un pequeño exceso de H₂SO₄ en la disolución de lavado gastada. Sin embargo, la cantidad de álcali requerida para neutralizar tal exceso de H₂SO₄ es claramente menos de lo que se requiere para la neutralización de los ácidos carboxílicos alifáticos. Las sales de estos ácidos se añaden adicionalmente a la carga muerta en las tuberías de lejía blanca y formación de pasta.

Una de las características sorprendentes del nuevo método es que, a pesar de la adición de la disolución de lavado gastada ácida a una ubicación después de la caldera de recuperación, no hay diferencia medible entre el consumo neto de álcali comparado con los métodos de manipulación conocidos (al menos cuando se emplea un ácido mineral tal como H₂SO₄ en el procedimiento de lavado de lignina). La aplicación de un procedimiento de recuperación de lignina tiene una repercusión principal en el equilibrio de elementos en la fábrica de pasta. Por ejemplo, cuando el H₂SO₄ es el ácido empleado en el procedimiento de lavado de lignina, la adición de 1 mol de H₂SO₄ requiere, aproximadamente, que 1 mol de Na₂SO₄ se purgue del ciclo y que 2 moles de NaOH (o 1 mol de Na₂CO₃) se añadan como productos de reposición. El equilibrio es independiente de la ubicación en la que se añade el NaOH/Na₂CO₃. Por consiguiente, por ejemplo, el NaOH/Na₂CO₃ podría añadirse a la lejía negra pobre en lignina antes de que la lejía se recircule a la planta de evaporación o, en el caso del nuevo método, podría añadirse a la disolución de lavado gastada antes de que se introduzca la disolución en el ciclo después de la caldera de recuperación. La cantidad de producto de reposición de NaOH/Na₂CO₃ es más que suficiente para neutralizar la disolución de lavado gastada ácida. Análisis más detallados de los equilibrios de sodio-azufre de la fábrica de pasta para diversos casos, que cubren diferentes opciones de manipulación para la disolución de lavado gastada y diferentes ubicaciones para añadir NaOH/Na₂CO₃, confirman la conclusión anterior; concretamente, que el consumo de álcali neto es independiente en gran medida de si se aplica un método conocido o el nuevo método para manipular la disolución de lavado gastada.

En lo que se refiere a las repercusiones principales, la diferencia entre el método conocido basado en la recirculación al evaporador y el nuevo método puede resumirse, por consiguiente, como sigue. Comparado con el método conocido, el nuevo método aumenta la carga muerta en las tuberías de preparación de lejía blanca y formación de pasta, pero, siempre que la disolución de lavado gastada pueda aportarse sin aumentar significativamente la cantidad de agua en la lejía blanca, el nuevo método evita la necesidad de evaporar agua de la disolución de lavado gastada. Los costes asociados con la carga muerta aumentada en el nuevo método son normalmente solo una fracción de los costes asociados con la evaporación de agua en el método conocido. Además, en el nuevo método, los costes no resultan afectados relativamente por la cantidad de disolución de lavado recién preparada empleada en el procedimiento de recuperación de lignina. Si se duplica la cantidad de disolución de lavado recién preparada, los costes apenas cambiarán, en la mayoría de los casos. Esto está en fuerte contraste con el método conocido en el que duplicar la cantidad de disolución de lavado recién preparada conducirá, en el mejor de los casos, a una duplicación aproximada de los costes de manipulación. El mejor caso es aquel en el que la capacidad de la planta de evaporación existente es suficiente para manipular la disolución adicional de lavado gastada. Obviamente, los costes aumentarán incluso más acusadamente si la planta de evaporación tiene que expandirse.

Una característica esencial del presente nuevo método es que los compuestos que se originan a partir de la disolución de lavado gastada (Na₂SO₄ (cuando H₂SO₄ es el ácido de lavado) y las sales de ácidos carboxílicos alifáticos) no alteran, en ningún modo medible, las reacciones del procedimiento clave en la tubería de preparación de lejía blanca y en la tubería de formación de pasta. Su repercusión es predominantemente la de la carga muerta aumentada.

Tal como se analizó anteriormente, siempre que la disolución de lavado gastada (1) no deje impurezas perjudiciales

en el lodo de cal que se alimenta al horno de cal y (2) no empeore significativamente la capacidad de filtración de la suspensión de lodo de cal diluida, será posible reemplazar parte del agua empleada para diluir el lodo de cal no lavado con la disolución de lavado gastada. Las disoluciones de residuos que contienen lejía negra, como tales, no son adecuadas para aportarse de este modo. El uso de disoluciones que contienen la variedad completa de componentes de lejía negra de kraft tenderán a aumentar el contenido tanto de "sodio problemático" como de "azufre problemático" en el lodo de cal final enviado al horno. El "sodio problemático" es sodio que puede liberarse en zonas de temperatura alta del horno de cal y, por consiguiente, puede dar como resultado la formación de vapores de álcali. El "azufre problemático" es azufre en forma reducida (normalmente ion sulfuro o sulfhidrato) que sirve fácilmente como una fuente de emisión de gases de azufre reducidos del horno. Cuando se emplea el ácido de lavado preferido, H_2SO_4 , la disolución de lavado gastada contiene cantidades insignificantes tanto de "sodio problemático" como de "azufre problemático". El Na_2SO_4 no libera sodio ni azufre cuando se somete a temperaturas de combustión normales. Los ácidos carboxílicos alifáticos no contienen ni sodio ni azufre. Por consiguiente, cuando se emplea la disolución de lavado gastada como parte del medio para diluir lodo de cal, el contenido de impurezas problemáticas en el lodo de cal enviado al horno no resultará afectado de manera medible.

En términos generales, la capacidad de filtración de la suspensión de lodo de cal diluida sufrirá una repercusión negativa si la disolución de lavado gastada contiene partículas finas o si las partículas finas precipitan de la disolución de lavado gastada cuando se usa como parte del medio acuoso para diluir lodo de cal no lavado. De hecho, la disolución de lavado gastada no es problemática desde estos puntos de vista. En el procedimiento de precipitación y lavado de lignina global, el pH se disminuye desde un valor muy alto, de alrededor de 13,5, hasta un valor bajo, de alrededor de 2. La cantidad de álcali arrastrado en el lodo de cal no lavado es un orden de magnitud mayor que la requerida para neutralizar la disolución de lavado gastada. Por consiguiente, la disolución de lavado gastada se vuelve altamente alcalina cuando se mezcla con lodo de cal no lavado. El hecho de que, en el procedimiento de precipitación, el pH se haya disminuido desde un valor más alto significa que prácticamente todo el material disuelto en la disolución de lavado gastada ácida también es soluble en disolución alcalina. Por consiguiente, las partículas finas no precipitan de la disolución de lavado gastada en ningún grado medible cuando la disolución se mezcla con lodo de cal no lavado. La disolución de lavado gastada puede contener algunas partículas de lignina que han pasado a través de la tela filtrante durante la operación de lavado de lignina, pero estas partículas volverán a disolverse completamente en disolución altamente alcalina.

En conclusión, es altamente probable que, gracias a la composición particular de la disolución de lavado gastada, puedan disminuirse otro(s) aporte(s) de agua al ciclo de recuperación después de la caldera de recuperación, de manera que la cantidad de agua en la lejía blanca que va a la tubería de formación de pasta no se aumente significativamente. Entre otras, dos ubicaciones preferidas para la adición de la disolución de lavado gastada son (1) el recipiente de disolución de salino fundido y (2) la ubicación donde se diluye el lodo de cal no lavado.

En una realización de la invención, al menos parte de la fracción de ácido carboxílico alifático se recupera de la disolución de lavado gastada antes de que la disolución se introduzca en el ciclo de recuperación química de la fábrica.

El presente nuevo método se analiza adicionalmente con referencia a los dibujos de las figuras 1-3. La figura 1 representa un procedimiento de recuperación de lignina típico mientras que las figuras 2 y 3 destacan, cada una, una ubicación preferida para introducir disolución de lavado gastada al ciclo de recuperación según el nuevo método.

Los números y letras en la figura 1 se refieren a las siguientes corrientes y etapas de procesamiento:

1. Alimentar lejía negra
2. Dióxido de carbono
3. Suspensión de lignina primaria
4. Lejía negra pobre en lignina (filtrado de filtración de suspensión primaria)
5. Torta de filtración primaria
6. Ácido sulfúrico
7. Lavar filtrado de la segunda etapa de lavado (lavar por desplazamiento en el filtro)
8. Suspensión de lignina de la primera etapa de lavado (lavado ácido de resuspensión)
9. Disolución de lavado gastada (filtrado de filtración de suspensión de lignina de la primera etapa de lavado)
10. Agua y/o disolución acuosa (medio de lavado recién preparado)

11. Torta de filtración, compuesta esencialmente por lignina húmeda.

A. Reactor para acidificación de lejía negra

B. Filtro prensa

C. Reactor para etapa de lavado ácido de resuspensión

D. Filtro prensa.

En la figura 1 se representa un procedimiento típico de recuperación de lignina para aplicación en fábricas de pasta kraft. Una parte (1) de la corriente de lejía negra de la fábrica se acidifica con CO₂ (2) a pH 10 (valor a 25 °C) en un reactor (A) de acidificación con agitación. Se precipita la lignina, formando de este modo la suspensión (3) de lignina primaria que se filtra después usando un filtro prensa (B). El filtrado (4) de esta etapa, la denominada lejía negra pobre en lignina, se recircula a la planta de evaporación. La torta (5) de filtración primaria del filtro prensa (B) se lleva a un reactor (C) de tanque con agitación. El ácido sulfúrico (6) y el filtrado (7) de la segunda etapa de lavado se introducen también en este reactor (C) y la primera etapa de lavado (un lavado ácido de resuspensión) se realiza de este modo a un pH de alrededor de 2 (valor a 25 °C). La suspensión (8) de lignina formada en esta etapa se filtra usando un filtro prensa (D). El filtrado (9) formado en la filtración de la suspensión (8) de lignina es la disolución de lavado gastada del procedimiento de recuperación de lignina. La segunda etapa de lavado es un lavado por desplazamiento en el filtro (D). En esta etapa se emplea el medio (10) de lavado recién preparado, normalmente en forma de agua o condensado de fábrica, y el filtrado (7) así formado se recircula al reactor (C) de lavado con ácido. La materia seca de la torta (11) de filtración que sale del filtro prensa (D) está compuesta por lignina y algunas impurezas residuales.

Los números y letras en las figuras 2 y 3 hacen referencia a las siguientes corrientes y etapas de procesamiento:

9. Disolución de lavado gastada de la planta de recuperación de lignina

12. Salino fundido de la caldera de recuperación

13. Lavado débil (también conocido como lejía blanca débil)

14. Agua o disolución acuosa

15. Lejía verde sin procesar (sin filtrar)

16. Suspensión de lodos de decantación

17. Lejía verde filtrada

18. Lodos de decantación lavados y deshidratados

19. Agua de lavado

20. Filtrado a partir de lavado y deshidratación de lodos de decantación

21. Filtrado a partir de lavado y deshidratación de lodos de decantación

22. Cal viva

23. Suspensión de caliza y lejía blanca

24. Torta de filtración de lodo de cal

25. Agua de lavado

26. Lejía blanca

27. Agua y/o disolución acuosa de dilución (lavado)

28. Suspensión de lodo de cal diluida

29. Lodo de cal lavado y deshidratado

30. Agua de lavado

31. Lavado débil (también conocido como lejía blanca débil)

5 E. Tanque de disolución de salino fundido

F. Filtro para lejía verde

G. Filtro para suspensión de lodos de decantación

10

H. Tubería de apagado y caustificación

I. Filtro para suspensión de caliza y lejía blanca

15 J. Filtro para suspensión de caliza y lejía blanca débil

Una realización del presente nuevo método se representa en la figura 2. Más específicamente, la figura 2 es un diagrama simplificado de una planta para preparar lejía blanca a partir del salino fundido de la caldera de recuperación (horno de cal no mostrado), que muestra también una ubicación preferida para la introducción de la disolución de lavado gastada al ciclo de recuperación según el nuevo método. La corriente (9) de disolución de lavado gastada de la planta de recuperación de lignina se muestra como una línea doble para hacer énfasis. Los flujos mostrados como líneas individuales son los de un procedimiento de preparación de lejía blanca convencional. Se describe primero el procedimiento convencional. El salino fundido (12) de la caldera de recuperación (no mostrada) se lleva al tanque (E) de disolución en el que también se introducen lavado débil (13) y posiblemente agua o disolución acuosa (14) adicional. El salino fundido se disuelve formando lejía verde (15) sin procesar (sin filtrar) que se conduce después al filtro (F). La lejía verde (17) filtrada se conduce a la tubería (H) de apagado y caustificación mientras que la suspensión (16) de lodos de decantación va a un filtro (G). Los lodos de decantación (18) lavados y deshidratados dejan el procedimiento mientras que el filtrado de esta etapa se recircula como lejía verde (20) y/o como lavado débil (21) dependiendo de su calidad. En la tubería (H) de apagado y caustificación, la cal viva (22) se apaga primero en lejía verde, después de lo que la lejía verde se caustifica a través de reacciones con $\text{Ca}(\text{OH})_2$. La suspensión (23) de caliza y lejía blanca así formada se conduce a un filtro (I). El filtrado (26) de esta etapa es la lejía blanca que se emplea en la etapa de formación de pasta. Se añade agua y/o disolución acuosa (27), tal como condensado, para diluir la torta (24) de filtración de lodo de cal que deja el filtro (I), y la suspensión (28) de lodo de cal diluida se conduce a un filtro (J). El lodo de cal (29) lavado y deshidratado se envía al horno de cal para quemarse de nuevo mientras que el filtrado (31) de esta etapa constituye la mayor parte del lavado débil que se recircula al recipiente de disolución de salino fundido.

En la realización de la presente invención mostrada en la figura 2, la disolución (9) de lavado gastada de la planta de recuperación de lignina se introduce en el tanque (E) de disolución de salino fundido. Con el fin de mantener la cantidad de agua en la lejía blanca a aproximadamente el mismo nivel que anteriormente, la cantidad de agua y/o corriente de disolución acuosa que entra en el tanque de disolvente como la corriente 14 debe disminuirse de manera correspondiente. En muchas fábricas de pasta, la corriente 14 es relativamente pequeña (o incluso inexistente). Por consiguiente, en muchas fábricas de pasta, no es posible aplicar esta realización sin aumentar la cantidad de agua en la lejía blanca.

Otra realización del presente nuevo método se representa en la figura 3. De hecho, el procedimiento representado en la figura 3 se desvía del de la figura 2 solo en la ubicación diferente para aportar la disolución de lavado gastada. En la realización de la figura 3, la disolución (9) de lavado gastada de la planta de recuperación de lignina se usa para sustituir parte del agua y/o la disolución acuosa (27) usada para diluir el lodo de cal antes de su lavado y deshidratación finales. En otras palabras, junto con la adición de la disolución de lavado gastada, la cantidad de agua introducida en la corriente 27 se disminuye de manera que la cantidad total de agua de dilución permanece aproximadamente igual. Es probable que esta realización sea aplicable universalmente (el nuevo aporte en forma de disolución de lavado gastada no contribuye de manera medible al contenido de las impurezas problemáticas en la corriente de lodo de cal final ni tiene un efecto perjudicial significativo sobre la capacidad de filtración de la suspensión de lodo de cal diluida).

Ejemplo

Se aplica la tecnología de recuperación de lignina a una fábrica de pasta que produce 2000 t/d de pasta secada al aire (2000 tSA/d). Se alimenta el 20 % de la corriente de lejía negra total de la fábrica a la planta de recuperación de lignina. El contenido de sólidos secos de la lejía alimentada a la planta es del 30 %. La producción de lignina es de 140 t/d de materia seca. Dentro de la planta de recuperación de lignina, se lava en dos etapas la lignina precipitada y después separada de la lejía negra, en primer lugar, con una disolución acuosa ácida y después con condensado (el medio de lavado recién preparado). El H_2SO_4 es el compuesto ácido empleado en la primera etapa de lavado. Aproximadamente 620 t/d de disolución de lavado gastada salen de la planta de recuperación de lignina. Según una realización de la presente invención, se usa la disolución de lavado gastada para sustituir parte del agua y/o la

5 disolución acuosa empleada previamente para diluir lodo de cal antes del lavado y la deshidratación finales del lodo de cal. La cantidad de agua en la lejía blanca final utilizada en la etapa de formación de pasta está inalterada en gran medida. En esta fábrica de pasta, la cantidad total de agua y/o disolución acuosa empleada para diluir lodo de cal es de 6500 t/d, que es un orden de magnitud mayor que la cantidad de disolución de lavado gastada. Los componentes predominantes disueltos en la disolución de lavado gastada son Na_2SO_4 y ácidos carboxílicos alifáticos. El contenido de estos componentes en la disolución de lavado gastada es tal como sigue:

10 Na_2SO_4 : 6,9 % en peso
Ácidos carboxílicos alifáticos: 2,4 % en peso

15 La composición de la disolución de lavado gastada es tal que la disolución puede emplearse en la dilución de lodo de cal (1) sin afectar de manera medible al contenido de impurezas problemáticas en el lodo de cal final que va al horno de cal y (2) sin empeorar de manera medible la capacidad de filtración de la suspensión de lodo de cal diluida.

Las realizaciones de la presente invención no se limitan a las mencionadas o descritas en el presente documento.

REIVINDICACIONES

1. Un método para manipular una disolución (9) de lavado gastada producida en el lavado de lignina que se ha precipitado y después separado de lejía de formación de pasta alcalina gastada en una fábrica de pasta, método en el que la lignina separada se lava en al menos una etapa de lavado que se lleva a cabo en condiciones ácidas, en el que al menos parte de la disolución (9) de lavado gastada de la al menos una etapa de lavado se introduce en un ciclo de recuperación química de la fábrica de pasta en una ubicación en aquella parte del ciclo que incluye una etapa de disolución de salino fundido, un tratamiento con lejía verde, una preparación de lejía blanca y una etapa de formación de pasta que comprende un sistema de alimentación para material orgánico fibroso celulósico, tal como astillas de madera, y al menos un recipiente de tratamiento, tal como un recipiente de cocción, y finaliza inmediatamente aguas arriba de una primera operación de lavado de pasta.
5
2. Un método según la reivindicación 1, en el que el aporte de otra agua y/o disolución acuosa (14) al ciclo de recuperación química en aquella parte del ciclo que comienza en, e incluye, la etapa de disolución de salino fundido y termina en, e incluye, la etapa de formación de pasta, se ajusta de modo que el agua añadida con la disolución (9) de lavado gastada sustituye, en gran medida, al agua que de otro modo se aportaría al ciclo de recuperación junto con la preparación de lejía blanca, de modo que la cantidad de agua en la lejía blanca que va a la tubería de formación de pasta no está significativamente aumentada.
15
3. Un método según la reivindicación 1 o 2, en el que el ácido sulfúrico es el ácido empleado en al menos una etapa de lavado.
20
4. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la disolución (9) de lavado gastada se introduce como parte del medio acuoso usado para disolver el salino fundido (12) formado en la caldera de recuperación química.
25
5. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la disolución (9) de lavado gastada se introduce como parte del medio acuoso usado para preparar suspensión (28) de lodo de cal diluida antes del lavado y la deshidratación finales del lodo de cal.
30
6. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que al menos parte de la fracción de ácido carboxílico alifático disuelta en la disolución (9) de lavado gastada se recupera de la disolución antes de que la disolución se introduzca en el ciclo de recuperación química de la fábrica.
35

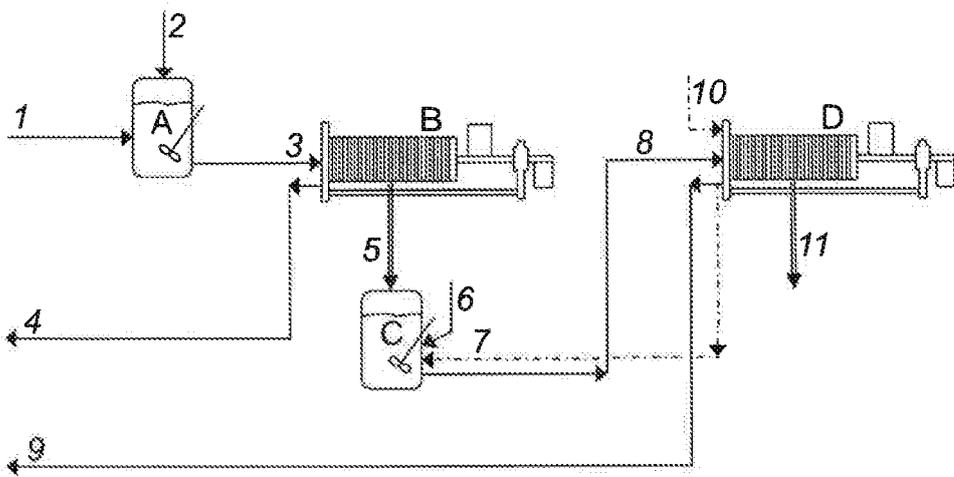


FIG. 1

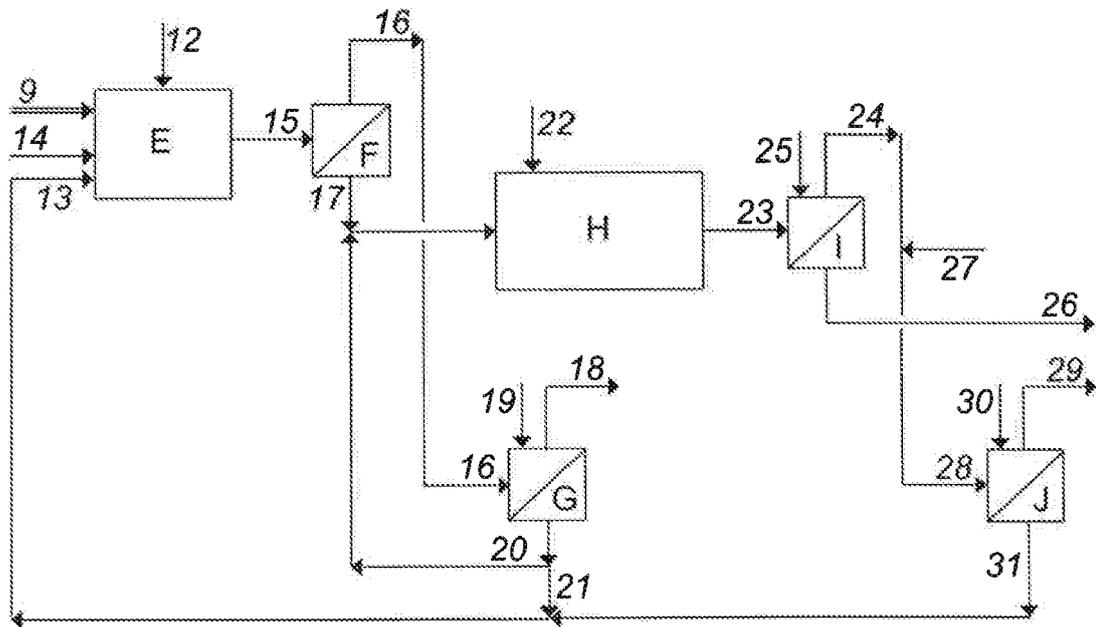


FIG. 2

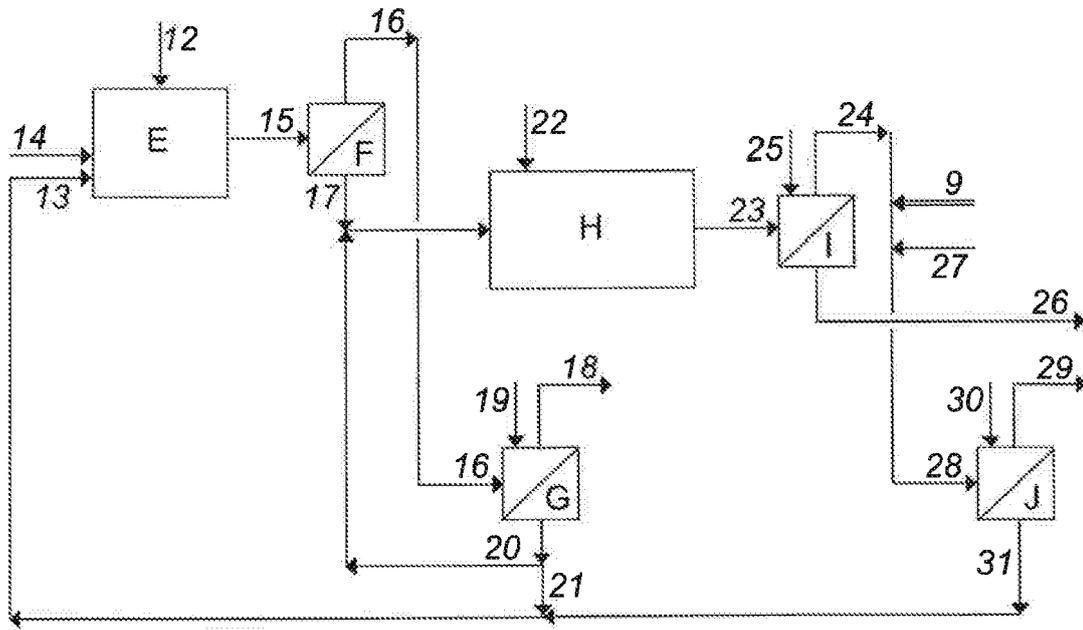


FIG. 3