

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 746 125**

51 Int. Cl.:

B01D 61/42 (2006.01)

B01D 35/06 (2006.01)

C07G 1/00 (2011.01)

C08L 9/00 (2006.01)

D21C 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.09.2015 PCT/IB2015/057478**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.04.2016 WO16051351**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.09.2015 E 15845606 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2019 EP 3200902**

54 Título: **Un método para purificar lignina sometiendo una suspensión que comprende lignina a un campo eléctrico**

30 Prioridad:

03.10.2014 SE 1451174

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

04.03.2020

73 Titular/es:

STORA ENSO OYJ (100.0%)

Kanavaranta 1

00101 Helsinki, FI

72 Inventor/es:

HEISKANEN, ISTO;

BACKFOLK, KAJ;

GAIDELIS, VALENTAS y

SIDARAVICIUS, JONAS

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 746 125 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

Un método para purificar lignina sometiendo una suspensión que comprende lignina a un campo eléctrico

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere un proceso para retirar azufre, usando deshidratación, de una suspensión que comprende lignina.

10 Antecedentes

La lignina de biomásas forestales o material lignocelulósico se puede recuperar y usar como una materia prima valiosa para su posterior conversión, modificación o se puede usar tal como se obtiene en la forma nativa. El primer problema es retirar la lignina del material lignocelulósico. En el proceso de pulpa kraft, la lignina se puede retirar del licor negro. El proceso comercial LignoBoost ha demostrado ser eficaz para producir una lignina purificada. Sin embargo, este producto todavía contiene cenizas (compuestos inorgánicos), iones y material orgánico que pueden ser perjudiciales para el producto intermedio o final. Por ejemplo, el contenido de cenizas y el contenido de hemicelulosa en la lignina para la producción de fibra de carbono deberían ser lo más bajos posible.

La solución comercial para retirar y producir lignina purificada del proceso de pulpa kraft, también conocido como el método Ligno-Boost, que se desvela en el documento US2008047674A (Lignina de Licor Negro). Esta publicación desvela un método para separar la lignina del licor negro que comprende etapas de precipitación con ácido, deshidratación, suspensión, ajuste de pH y lavado por desplazamiento y con deshidratación final.

Una versión modificada se desvela en el documento US2008051566A (Lignina a partir de una lignina que contiene precipitación de líquido/suspensión de lignina usando pequeñas cantidades de ácido) que además contiene una etapa de adición de compuestos de sulfato o iones sulfato. Otras publicaciones demuestran diferentes variaciones de la precipitación de la lignina tal como en el documento WO10143997A1 (METHOD FOR PRECIPITATING LIGNIN FROM BLACK LIQUOR BY UTILIZING WASTE GASES), el documento WO12177198A1 (METHOD FOR LIGNIN SEPARATION FROM BLACK LIQUOR COMPRISING MULTIPLE ACIDIFICATION STEPS) y el documento US2010041879A (METHOD FOR RECOVERING A LOW SODIUM CONTENT LIGNIN FUEL FROM BLACK LIQUOR).

La retirada de lignina del licor negro se puede llevar a cabo con varios métodos, mientras que el enfoque más común es neutralizar y precipitar la lignina en combinación con las etapas de lavado y deshidratación. La repetición de las etapas puede reducir la cantidad de cenizas, iones y hemicelulosa, pero pequeñas cantidades estarán presentes y probablemente unidas químicamente a la matriz de lignina. El lavado repetido también disminuye el rendimiento, aumentando de ese modo los costes. En particular, una lignina con bajo contenido de azufre es de gran interés pero difícil de obtener a partir de un licor negro hecho con el proceso de pulpa kraft.

El documento CN103709414A además desvela un método para preparar moléculas de lignina alcalina líquida monodispersa y sus aplicaciones mediante el cual se usa lignina soluble en álcali, dióxido de silicio Shen, impureza de óxido de calcio, purificación por nanofiltración, tecnología de craqueo catalítico, enriquecido en ósmosis inversa, para producir moléculas de lignina alcalina líquida.

Además, el documento WO2012156880 se refiere a un proceso para purificación, tal como agotamiento de sal/ion y/o o agotamiento de azúcar libre, preferentemente usando deshidratación, de una suspensión que comprende celulosa, tal como celulosa microfibrilada, sometiendo la suspensión a un campo eléctrico.

Prabhu A.M. *et al.*, Proceedings of the 7th International Symposium on Fresh Water from the Sea, 2, 1980, páginas 425-431, documentos WO2013/003941, WO91/02700, CN 103100304, US4584057, y Serdobol'skii, E.N. *et al.*, IZVESTIYA SIBIRSKOGO OTDELENIYA AKADEMII NAUK SSSR, SERIYA KHIMICHESKIKH NAUK, 5, 1986, páginas 136-139 desvelan métodos para purificar la lignina.

Todavía hay un problema técnico que consiste en retirar las cenizas e iones, y especialmente el azufre, de la lignina obtenida de un proceso de licor negro o un proceso similar o una corriente secundaria. La acidificación y la posterior etapa de lavado y deshidratación, aunque se repiten en una o varias secuencias, no son lo suficientemente eficaces para retirar la última porción de cenizas e iones, que es necesaria para producir una lignina purificada de alta calidad. Para una lignina de alta calidad, el contenido de cenizas debería ser < 1,0 % y más preferentemente < 0,5 % cuando se determina a 525 °C.

Otro requisito es que el proceso debería estar libre de disolventes, aunque la aplicación de la invención no se limita a esto. Otro requisito previo es un bajo coste escalable e integrable y una solución que se puede llevar a cabo en modo discontinuo o continuo de manera rentable.

Por lo tanto, existe la necesidad de un proceso mejorado para la purificación, tal como agotamiento de sal/ion, y/o reducción de cenizas, y/o retirada de azufre, y/o agotamiento de azúcar libre (incluyendo carbohidratos, azúcares poliméricos) y/o agotamiento de VOC, o fraccionamiento, preferentemente usando deshidratación, de una suspensión

que comprende lignina.

Sumario de la invención

5 La presente invención resuelve uno más de los problemas mencionados anteriormente, al proporcionar, de acuerdo con un primer aspecto, un proceso para retirar azufre, usando deshidratación, de una suspensión que comprende lignina, en donde el proceso comprende las siguientes etapas:

- 10 a) proporcionar una suspensión que comprende lignina,
- b) someter la suspensión a un campo eléctrico que induce el flujo del líquido y las moléculas, especies o componentes polares del mismo, tales como iones, de la suspensión, opcionalmente combinados con una fuerza de presión y/o una fuerza de succión,
- c) separar el líquido de la lignina, obteniendo de ese modo una lignina purificada o fraccionada agotada líquida, opcionalmente en forma de suspensión.

15 La presente invención también proporciona, de acuerdo con un segundo aspecto, una lignina, deshidratada de acuerdo con el proceso de acuerdo con el primer aspecto.

20 La presente invención también proporciona, de acuerdo con un tercer aspecto, una lignina, que se puede obtener mediante el proceso de acuerdo con el primer aspecto.

25 La presente invención también proporciona, de acuerdo con un cuarto aspecto, el uso de una lignina, de acuerdo con el segundo o tercer aspecto, para la producción de calor, vanilina, etil vanilina, difenoles, como material de alimentación química, en fibras de carbono, carbono activado, en fibras o películas conductoras, en compuestos farmacéuticos, materiales compuestos, componentes electrónicos, alimento, lignina carbonizada, adhesivos, espumas o agentes formadores de complejos, o como un material en síntesis química.

30 Es preferente usar un campo eléctrico con una tensión de 10-200 V, preferentemente 10-200 V. El aumento de la tensión por lo general aumenta la tasa de extracción de agua. El valor óptimo se produce cuando la intensidad de corriente del campo eléctrico generado y el gradiente de tensión están a niveles máximos permisibles.

35 A la suspensión también se le puede aplicar presión, ultrasonidos, disolventes, mezcla y/o calor con el fin de mejorar la retirada de azufre de la suspensión, preferentemente cuando se usa deshidratación. La presión se puede aplicar después de haber aplicado el campo eléctrico y haber comenzado la deshidratación de la suspensión. Esto se debe a que puede ser preferente a aumentar el contenido seco de la suspensión antes de aplicar presión. Otra posibilidad es tener que hacer deshidratación débil en campo E (campo eléctrico) de forma simultánea a la aplicación de presión mecánica. Sin embargo, por supuesto depende del contenido seco de la suspensión que se va a tratar.

Descripción detallada de la invención

40 A lo largo de la presente descripción se pretende que la expresión "lignina" incluya cualquier lignina que se pueda usar en el proceso de acuerdo con el primer aspecto. La lignina puede ser lignina de madera triturada, lignina tratada con disolvente orgánico, sulfito de lignina, lignina alcalina, lignina de explosión con vapor, lignina hidrolizada con ácido, de diversos materiales lignocelulósicos. Preferentemente la lignina es una lignina alcalina. Por ejemplo puede ser una lignina Kraft. Además de la lignina kraft, con dicho método se pueden purificar otros tipos de lignina tales como lignina nativa, dioxano lignina o lignina liberada por vía enzimática. La lignina se puede tener preferentemente usando el proceso que se desvelan el documento EP 1794363. No se limita a la lignina kraft o suspensiones de licor que comprenden lignina, pero por supuesto puede incluir lignosulfonatos (obtenidos a partir de lignina kraft, Soda AQ y un pulpeado con sulfito), fracción de lignina obtenida con procesos a base de líquido iónico o disolvente, fracciones de lignina modificadas por vía química, lignina activada por vía química, lignina tratada por vía enzimática, etc.

55 A lo largo de la presente descripción se pretende que la expresión "azúcar libre" incluya no sólo azúcares en formas monoméricas sino también polímeros más pequeños tales como monómeros de azúcar polimérico. También incluye carbohidratos libres. También incluye partículas celulósicas de tamaño nanoscópico.

Sin desear quedar ligado a ninguna teoría, se cree que esta purificación aumenta la reactividad de la lignina. También es probable, que parte de la lignina experimente oxidación durante el tratamiento con EO.

60 Las realizaciones preferentes del primer aspecto de la invención son evidentes a partir de las reivindicaciones dependientes y la materia objeto de las mismas además se presenta a continuación.

De acuerdo con una realización preferente adicional de la presente invención el proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención también comprende las siguientes etapas:

- 65 d) añadir un líquido de lavado, tal como un disolvente orgánico o agua o una combinación de los mismos, y/o un agente para controlar el pH, tal como CO₂, a la suspensión agotada líquida o durante la deshidratación,

- e) someter la suspensión de la Etapa d) a un campo eléctrico que induce el flujo del líquido de lavado de la suspensión, que preferentemente implica un aumento relativamente rápido de la corriente,
- f) separar el líquido de lavado de la suspensión, obteniendo de ese modo una lignina purificada, y
- g) opcionalmente repetir las Etapas d) - f), preferentemente al menos 3 veces.

De acuerdo con una realización preferente adicional el proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención, la deshidratación se lleva a cabo mediante electro-ósmosis, preferentemente una electro-ósmosis soportada por presión (EO).

De acuerdo con una realización preferente adicional el proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención se usa un campo eléctrico con una tensión de 10-200 V, preferentemente 10-100 V, de modo que dicha tensión puede ser CA o CC, o una combinación de ambos (de forma alterna).

De acuerdo con una realización preferente adicional del proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención también se aplica separación inducida por presión y/o succión y/o ultrasonidos y/o magnética con el fin de deshidratar la suspensión.

De acuerdo con una realización preferente adicional del proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención la presión se aplica después de haber aplicado el campo eléctrico y haber comenzado la deshidratación.

De acuerdo con una realización preferente adicional del proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención la presión es una presión mecánica.

De acuerdo con una realización preferente adicional del proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención el contenido seco de la suspensión que comprende lignina, antes de la deshidratación, y/o agotamiento de sal/ion, es aproximadamente un 1-50 % en peso.

De acuerdo con una realización preferente adicional del proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención la temperatura de la suspensión durante la deshidratación es superior a 30 °C e inferior a 140 °C, preferentemente superior a 30 °C inferior a 100 °C.

De acuerdo con una realización preferente adicional del proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención de suspensión comprende nanopartículas, absorbentes, sal, azúcares libres y/o tensioactivos que se estimulan con el campo eléctrico.

De acuerdo con una realización preferente adicional del proceso de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención el líquido de lavado es agua y/o un disolvente orgánico, o una combinación de los mismos.

De acuerdo con una realización preferente adicional de la presente invención el proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención va seguido por, o precedido por, un cambio de contraíón y/o una o más etapas de lavado, tal como etapas de lavado con ácido o agentes alcalinos, y/o una etapa de filtración, tal como una etapa de ultrafiltración, y/o una etapa de fraccionamiento.

Se puede decir que la deshidratación se lleva a cabo mediante el uso de electro-ósmosis. El flujo electro-osmótico a menudo se abrevia como EOF que es sinónimo de electro-ósmosis o electro-endo-ósmosis. FFF (fraccionamiento de flujo de campo) también es un modo adicional de proceso de fraccionamiento o purificación en el que se puede usar el campo eléctrico. La electro-ósmosis es el movimiento de especies o moléculas polarizables y líquido, tal como agua, inducido por un potencial o campo eléctrico aplicados a través de un material poroso, tubo capilar, membrana, alambre, microcanal, o cualquier otro conducto de fluido. La tensión generada por el campo eléctrico está preferentemente entre 10-200 V, lo más preferentemente entre 10-100 V.

La presión puede, como se ha presentado anteriormente, ser una presión mecánica que se va a aplicar en cualquier modo posible. Tan es posible combinar el tratamiento con el campo eléctrico con otro tipo de tratamientos con el fin de aumentar la deshidratación y para, por ejemplo, optimizar la purificación o fraccionamiento o para controlar, por ejemplo, la coagulación o tasa de contaminación. Los ejemplos de otros tratamientos además del aumento de presión son sistemas basados en acústica y vacío.

El uso del campo eléctrico que se ha presentado en el primer aspecto de la invención, además también reduce el número de bacterias ya que sus paredes celulares explotarán. El proceso de primer aspecto, a medida que retira iones, también retira iones y agua también para los microbios. Esto significa que esta retirada de iones y retirada de agua matara/tendrá efecto antimicrobiano.

De acuerdo con una realización preferente adicional de la presente invención el proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención puede ir seguido por una o más etapas de modificación, tal como un cambio de contraíón como se presenta a continuación.

Como se ha presentado anteriormente el método de acuerdo con el primer aspecto como se presenta en la presente solicitud puede implicar como se ha presentado anteriormente electro-ósmosis o electroforesis para retirar iones de la línea dispersa, de acuerdo con un proceso similar que se desvela en la publicación WO2012156880A1 (PROCESS FOR TREATING MICROFIBRILLATED CELLULOSE AND MICROFIBRILLATED CELLULOSE TREATED ACCORDING TO THE PROCESS). Se ha mostrado que el uso de un campo eléctrico, en combinación con las condiciones del proceso que se desvela, mejorará fuertemente la purificación de la lignina. Esta deshidratación también puede implicar además la estimulación de otras fuentes externas tal como mecánica, presión óptica o campo magnético. Un ejemplo es un tratamiento con ultrasonidos. La purificación también puede seguirse por uno cualquiera o una combinación de los mismos de los métodos que se mencionan a continuación para secar además el material.

El proceso como se presenta en el primer aspecto de la presente invención puede comprender por lo tanto las siguientes etapas:

Preparación de dispersión de lignina. La lignina se puede usar tal como se recibe, es decir, si estuviera húmeda, o a continuación dispersa en cualquier disolvente o mezcla de lignina tal como etanol, agua. Es preferente el uso de un disolvente de base acuosa. La dispersión de lignina también puede contener un aditivo tal como tensioactivos u otros agentes de dispersión. La lignina también se puede alcalinizar, tratar con enzimas u oxidar con medios eléctricos antes de su deshidratación y purificación.

El pH se puede ajustar con el fin de hacer que el proceso sea más eficaz aunque el valor de pH que se tiene como objeto depende del material de partida. El pH se puede ajustar con bases (NaOH, KOH, etc.) o ácidos (H₂SO₄, HCl, etc.) o con gases.

La temperatura se puede ajustar de acuerdo con las propiedades del proceso y del producto con el fin de controlar la solubilidad y la viscosidad de la suspensión. La temperatura también se puede variar dentro de la etapa de deshidratación y purificación.

La suspensión de lignina (suspensión) se puede colocar entre dos electrodos tras lo cual se aplica una tensión entre los electrodos. Es preferente el uso de un campo eléctrico con una tensión de 10 – 200 V (lo más preferente 10 – 100 V). El aumento de la tensión por lo general aumenta la tasa de retirada de agua o líquido.

A la suspensión de lignina también se le puede aplicar presión y/o calor con el fin de mejorar adicionalmente la purificación. La presión se puede aplicar después de haber aplicado el campo eléctrico y haber comenzado la deshidratación de la suspensión. Esto se debe a que puede ser preferente aumentar el contenido seco de la suspensión antes de aplicar presión. Otra posibilidad es tener una deshidratación débil en campo E de forma simultánea a medida que se aplica la presión mecánica. Sin embargo, depende por supuesto del contenido seco de la suspensión que se va a tratar.

De forma simultánea el lavado de la suspensión se puede llevar a cabo añadiendo agua limpia (limpia) o líquido (por ejemplo, agua y/o disolvente) a las suspensiones deshidratadas durante la etapa de deshidratación y purificación. La etapa de deshidratación y purificación se puede llevar a cabo en una o varias etapas.

Una solución adicional para mejorar la lignina es la filtración usando ultrafiltración. Esto se usa en el proceso Lignoboost™ que se ha presentado anteriormente.

El campo de aplicación de productos purificados de ese tipo como se presenta en el segundo y tercer aspectos de la invención puede ser en forma de productos finales o productos intermedios, de los cuales los últimos se convierten adicionalmente. Los ejemplos de productos de lignina de alta pureza o lignina mejoradas son fibras de carbono, carbón activado, adhesivos, aditivos funcionales en alimentos o agentes farmacéuticos, agentes formadores de complejos, combustible. La lignina también se puede usar para preparar vanilina, etil vanilina, y difenoles. Además se puede usar para preparar poliuretano o se puede usar como componentes básicos poliméricos. La lignina monomérica también tiene una gran diversidad de aplicaciones tanto como componentes en combustibles o como un fenol como reacciona sobre catalizadores en condiciones apropiadas. Otros ejemplos de la lignina monomérica convertida son, por ejemplo, benceno, tolueno y xileno cuando se preparan a partir de gas de síntesis [Integrated Forest Biorefineries. Challenges and opportunities, Lew P. Christopher, RSC Publishing, 2013].

Aunque la presencia de azufre puede ser ventajosa en algunas aplicaciones, tal como en combustibles, porque reduce los riesgos de corrosión causada por cloruros combinados con potasio, se ha producido un interés en encontrar un método que pueda reducir dicho azufre de la lignina y el presente método aborda esta cuestión.

La lignina del segundo y tercer aspectos también se puede purificar y a continuación deshidratar, prensar y sedimentar con el fin de crear un biocombustible. La lignina kraft también se puede usar como un sedimento.

Para que una lignina se puede usar en fibras de carbono es importante que tenga una pureza elevada que se puede mantener mediante procesos de fraccionamiento y de intercambio de disolvente, amplio lavado con ácido, o mediante el uso de filtración en membrana antes de su precipitación.

La lignina también tendrá beneficios si se purifica cuando se usa como un co-reactivo en resinas de fenol-formaldehído

y en materiales tales como poliuretanos, poliésteres y resinas epoxi. La lignina como un componente poliol en poliuretanos se conoce desde hace mucho tiempo, pero también ha reconocido que la reactividad en una aplicación de este tipo es importante. Las publicaciones además desvelan que la purificación para aplicaciones de ese tipo es de una importancia enorme. También es de interés el uso de lignina polimerizar.

El proceso (método) de acuerdo con el primer aspecto de la invención se puede llevar a cabo de forma discontinua o de forma continua.

El método de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención se puede usar para lignina obtenida a partir de licor negro tomado a partir del proceso de pulpeado kraft, que es preferente. La lignina que se va a usar en el método de acuerdo con el primer aspecto de la presente solicitud se puede usar como tal o como un compuesto intermedio o producto final obtenido a partir de un proceso de purificación tal como el proceso Lignoboost™. La lignina kraft se puede preparar a partir de diferentes materiales sin procesar algo que es evidente para la persona con experiencia en la materia.

Por lo tanto la presente invención proporciona un método para purificar lignina y para crear un producto de la misma. La lignina obtenida a partir del proceso de pulpeado kraft y/o biorrefinería contiene normalmente cenizas, sales y materiales orgánicos que son difíciles de retirar con un lavado con ácido normal.

Las características preferentes de cada aspecto de la invención son como para cada uno de los otros aspectos *mutatis mutandis*. Los documentos de la técnica anterior que se mencionan en el presente documentos incorporan en el alcance más amplio permitido por la ley. La invención se describe además en los siguientes ejemplos, junto con las figuras adjuntas, cuya única finalidad es ilustrar la invención y no se pretende en modo alguno que limiten el alcance de la invención.

Figuras

La Figura 1 desvela los resultados del experimento 1.

La Figura 2 desvela el filtro del ánodo (izquierda) y el lado del ánodo de las tortas (derecha) en el experimento 1.

La Figura 3 desvela el filtro de cátodo (izquierda) y el lado del cátodo de las tortas (derecha) en el experimento 1.

La Figura 4 desvela los resultados del experimento 2.

La Figura 5 desvela el filtro del ánodo (izquierda) y el lado del ánodo de las tortas (derecha) en el experimento 2.

La Figura 6 desvela el lado del cátodo de la torta en el experimento 2.

La Figura 7 desvela los resultados del experimento 3.

La Figura 8 desvela el filtro del ánodo (izquierda) y el lado del ánodo de las tortas (derecha) en el experimento 3.

La Figura 9 desvela el filtro de cátodo (izquierda) y el lado del cátodo de las tortas (derecha) en el experimento 3.

La Figura 10 desvela la celda del ejemplo 1.

La Figura 11 desvela un esquema de configuración (izquierda) y placa de cátodo con agujeros. En el ejemplo 1 se usó una dispersión de MFC en lugar de una dispersión de lignina.

Ejemplos

La lignina se obtuvo a partir de un tipo de proceso LignoBoost™ y contenía aproximadamente un 1,04 % de ceniza cuando se determina a 550 °C.

Experimento 1

La lignina seca empolvó se tituló en un mortero y 30 g del polvo se mezclaron con 30 ml de agua destilada. Después de agitación suave se convirtió en una sustancia líquida. 20 g de esta mezcla se colocaron en la celda de deshidratación, y la presión fue 650 Pa. En la parte inferior se usó papel de filtro. Durante los primeros 5 min., se monitorizar o la deshidratación libre, y no apareció agua. A los 5 min., se aplicó una tensión momentánea de 97 V, y solamente haría presente un flujo de agua muy lento. La corriente era fuerte al principio, pero disminuyó fuertemente después de aproximadamente 3 min. A los 12,5 min., se añadieron 20 ml de agua sobre el ánodo, esto fue seguido por un aumento brusco de la corriente eléctrica y un flujo de agua muy rápido. La última agua se añadió tres veces más, el flujo era muy rápido después de cada adición. Los resultados se presentan en la Fig. 1. A los 20 min., el vapor de agua y energía a través del cátodo. El experimento terminó después de 22,5 min.; la muestra del agua recogida se tomó. La masa de la torta fue de 16,2 g, la torta tenía grietas grandes (Fig. 2, 3) y era dura en el lado del cátodo. La presencia de las grietas en la torta fue la causa de un flujo de agua muy rápido después de la adición.

Experimento 2

La mezcla a 3:5 de la lignina en polvo y agua se preparó del mismo modo que en el experimento 1. Para evitar la formación de grietas en experimento terminó poco después de que la corriente disminuyera hasta un valor bajo. No se añadió agua. Solamente se recogió una pequeña cantidad de agua. La torta era blanda en el lado del ánodo pero dura con grietas en el lado del cátodo. La masa de la torta fue aproximadamente 19 g.

Experimento 3

Se usó la misma mezcla que en el experimento 2. Experimentó fue similar al experimento previo, pero la tensión se aplicó antes y el excremento duró más tiempo. La Fig. 7 muestra que el flujo de agua terminó después de aproximadamente 6 min.; de nuevo contenido del agua recogida de trabajo. Las aguas recogidas en este experimento y el experimento 2 se mezclaron en conjunto para formar una muestra. La masa de la torta fue aproximadamente 17 g. El lado del ánodo de la torta era líquido, pero la corteza sólida se formó en el lado del cátodo. La torta no tenía grietas y no era transparente porque, en el experimento 3 tenía grietas.

Tabla 1. Se usó la configuración de la Fig 11

Muestra	Contenido de sólidos secos, DS (%)	Contenido de ceniza a 550 °C (% en DS)	Contenido de ceniza a 925 °C (% en DS)
Lignina de referencia	63,0	1,04	0,96
Exp. 1	66,2	0,15	0,12
Exp. 2	55,8	0,30	0,29
Exp. 3	59,3	0,20	0,19

Ejemplo 1

Se diseñó una celda para su uso en el proceso de acuerdo con el primer aspecto de la invención y se explica en la Fig. 10 (véase la bibliografía [1, 2]).

Antes de realizar un experimento la cámara (cámara) 1 se tuvo que llenar con el material que se iba a investigar, y las cámaras (cámaras) 4 y 5 se llenaron con agua. Durante el experimento del agua se dejó fluir en una de las cámaras (cámaras) 4 o 5 y se recogió para su análisis. O el agua perdida se pudo rellenar añadiendo el en cualquiera de las cámaras, de acuerdo con la planificación y los resultados del experimento.

Durante un experimento los iones libres se extrajeron mediante el campo eléctrico o en las cámaras de cátodo o del ánodo y se podría alejar mediante el flujo de agua. Las posibles reacciones de los productos de los electrodos también se podrían desplazar con agua y no contaminarían el material investigado.

mayo se inicia la formación de corteza como en el caso de la lignina en polvo se puede evitar manteniendo la temperatura lo suficientemente baja como para que se produzca un flujo de agua suficiente en las cámaras de electrodo.

Los ensayos se llevaron a cabo de modo que la celda que se desvela en la Fig. 10 se comparó con la configuración que se proporciona en la Fig. 11.

La celda de la Fig. 10 proporcionó los siguientes resultados:

- a. cationes monovalentes, divalentes, multivalentes, y aniones retirados
- b. mayor cambio en el contenido de s

La configuración de la Fig. 11 proporcionó los siguientes resultados:

- c. deshidratación en un lado (normalmente se retiran los cationes monovalentes, divalentes y/o multivalentes)
- d. sin cambio principal en el contenido de S

Una estimación llevada a cabo con respecto a la reducción de azufre (S) se resume a continuación:

- lignina de referencia - aproximadamente un 0,24 % de S
- lignina lavada – aproximadamente un 0,012 % de S

⇒ una reducción de aproximadamente un 95 % (con el método de la Fig. 11 la reducción fue de aproximadamente un 0 %)

En la Tabla 2 y 3 se proporcionan resultados a partir del dispositivo de la Fig. 10 y del dispositivo de la Fig. 11 respectivamente.

Tabla 2 - dispositivo de la Fig. 10. Retirada de ceniza.

Muestra	Contenido de sólidos secos, DS (%)	Contenido de ceniza a 550 °C (% en DS)	Contenido de ceniza a 925 °C (% en DS)
Lignina en polvo original	83,3	1,11	Sin datos
Lignina en polvo Exp. LP14	67,3	0,11	Sin datos

Tabla 3 - dispositivo de la Fig. 11. Retirada de ceniza. Los números también aparecen en la Tabla 1.

Muestra	Contenido de sólidos secos, DS (%)	Contenido de ceniza a 550 °C (% en DS)	Contenido de ceniza a 925 °C (% en DS)
Lignina de referencia	63,0	1,04	0,96
Exp. 1	66,2	0,15	0,12
Exp. 2	55,8	0,30	0,29
Exp. 3	59,3	0,20	0,19

5 En la Tabla 4 se proporcionan elementos específicos:

Tabla 4. Elementos.

Elementos** mg/kg, sobre una base seca para ceniza	Configuración de la Fig 11. Lavado con la configuración de la Fig.10			
Límite de cuantificación (LOQ)	Teórico, basándose en el 0,5 %	mg/kg en DS	56	6
Na	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	2480	130
Mg	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	20*	0*
Al	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	170	50
Si	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	260	170
P	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	10*	0*
S	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	2380	120
K	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	1110	70
Ca	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	80	10
Ti	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	0*	0*
Mn	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	30*	10
Fe	Calculado, EDXA del residuo de TGA	mg/kg en DS	70	40

**) Los valores corresponden solamente a los elementos (o fracción elemental) que no se volatilizan durante la combustión a 550 °C.

Los valores por debajo del LOQ están marcados con *

79374-0 6.

2. G. Gözke, C. Posten. Electrofiltration of Biopolymers. Food Eng Rev (2010) 2:131-146. DOI 10.1007/s12393-010-9016-2.

- 5 En vista de la descripción detallada de la presente intervención mencionada anteriormente, otras modificaciones y variaciones llegaran a ser evidentes para las personas con experiencia en la materia. El alcance de la invención se define en las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para retirar azufre, usando deshidratación, de una suspensión que comprende una lignina, en donde el proceso comprende las siguientes etapas:
5
a) proporcionar una suspensión que comprende lignina,
b) someter la suspensión a un campo eléctrico que induce el flujo del líquido y las moléculas, especies o componentes polares del mismo, tales como iones, de la suspensión, opcionalmente combinados con una fuerza de presión y/o una fuerza de succión,
10 c) separar el líquido de la lignina, obteniendo de ese modo una lignina purificada agotada líquida, opcionalmente en forma de suspensión.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 que también comprende las siguientes etapas:
15 d) añadir un líquido de lavado, tal como un disolvente orgánico o agua o una combinación de los mismos, y/o un agente para controlar el pH, tal como CO₂, a la suspensión agotada líquida o durante la deshidratación,
e) someter la suspensión de la Etapa d) a un campo eléctrico que induce el flujo del líquido de lavado de la suspensión,
20 f) separar el líquido de lavado de la suspensión, obteniendo de ese modo una lignina purificada, y
g) opcionalmente repetir las Etapas d) - f), preferentemente al menos 3 veces.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 caracterizado por que la deshidratación se realiza mediante electro-ósmosis.
- 25 4. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que se usa un campo eléctrico con una tensión de 10-200 V, preferentemente 10-100 V, de modo que dicha tensión puede ser CA o CC o una combinación de ambas.
- 30 5. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que también se aplica separación inducida por presión y/o succión y/o ultrasonidos y/o campo magnético con el fin de deshidratar la suspensión.
6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5 caracterizado por que la presión se aplica después de haberse aplicado el campo eléctrico y de haber comenzado la deshidratación.
- 35 7. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5-6 caracterizado por que la presión es una presión mecánica.
8. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que el contenido seco de la suspensión que comprende lignina, antes de la deshidratación, es de un 1-50 % en peso.
- 40 9. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que la temperatura de la suspensión durante la deshidratación es superior a 30 °C e inferior a 140 °C, preferentemente superior a 30 °C e inferior a 100 °C.
- 45 10. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde el líquido de lavado es agua y/o un disolvente orgánico, o una combinación de los mismos.
- 50 11. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes seguido por, o precedido por, un cambio de contraíón y/o una o más etapas de lavado, tales como etapas de lavado ácidas o alcalinas, y/o una etapa de filtración, tal como una etapa de ultrafiltración, y/o una etapa de fraccionamiento.

Fig 1.

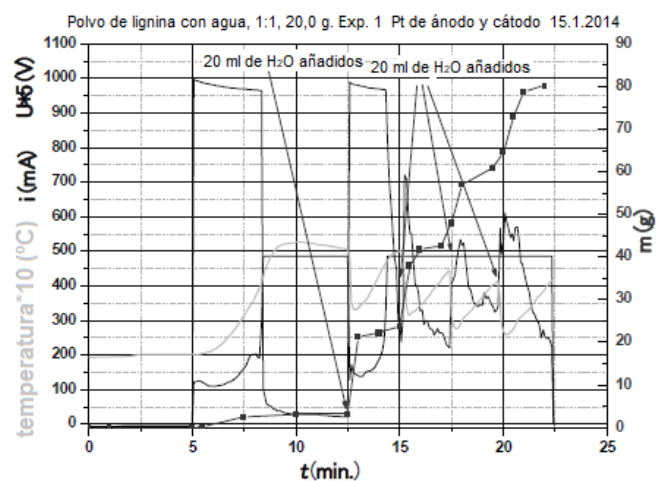


Fig. 1. Los resultados del Experimento 1.

Fig 2.

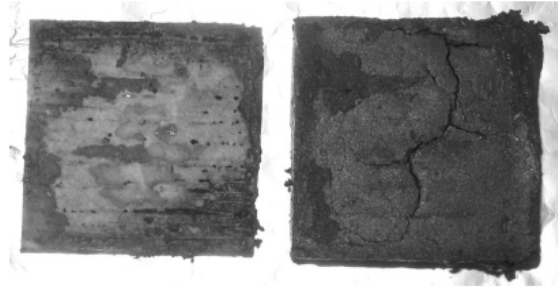


Fig. 2. El filtro del ánodo (izquierda) y el lado del ánodo de las tortas (derecha) en el Experimento 1.

Fig 3.

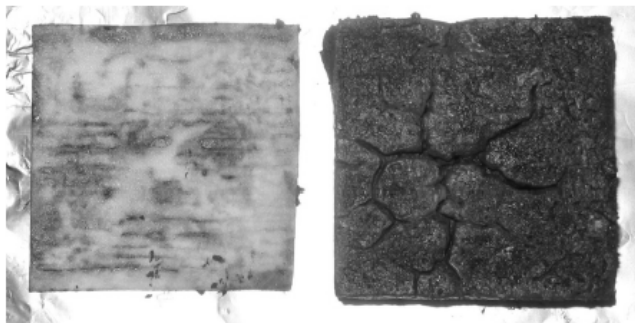


Fig. 3. El filtro del cátodo (izquierda) y el lado del cátodo de las tortas (derecha) en el Experimento 1.

Fig 4.

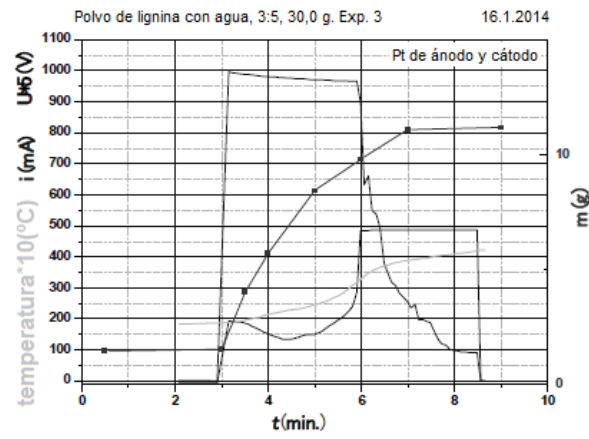


Fig. 4. Los resultados del Experimento 2.

Fig 5.

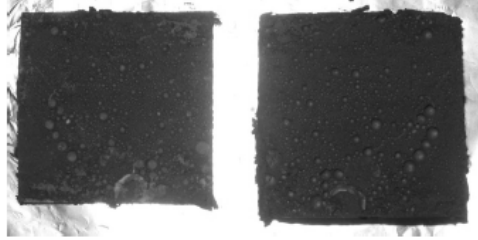


Fig. 5. El filtro del ánodo (izquierda) y el lado del ánodo de las tortas (derecha) en el Experimento 2.

Fig 6.



Fig. 6. El lado del cátodo de la torta en el Experimento 2.

Fig 7.

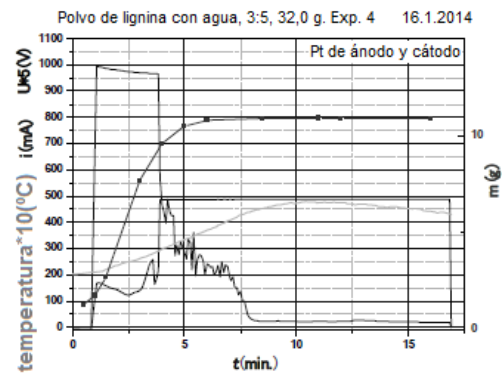


Fig. 7. Los resultados del Experimento 3.

Fig 8.

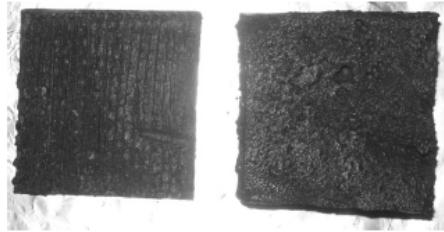


Fig. 8. El filtro del ánodo (izquierda) y el lado del ánodo de las tortas (derecha) en el Experimento 3.

Fig 9.

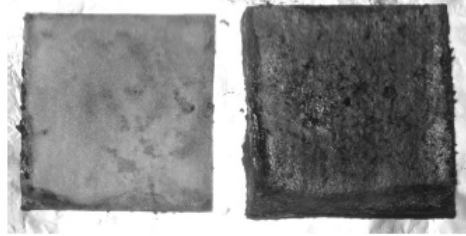


Fig. 9. El filtro del cátodo (izquierda) y el lado del cátodo de las tortas (derecha) en el Experimento 3.

Fig 10.

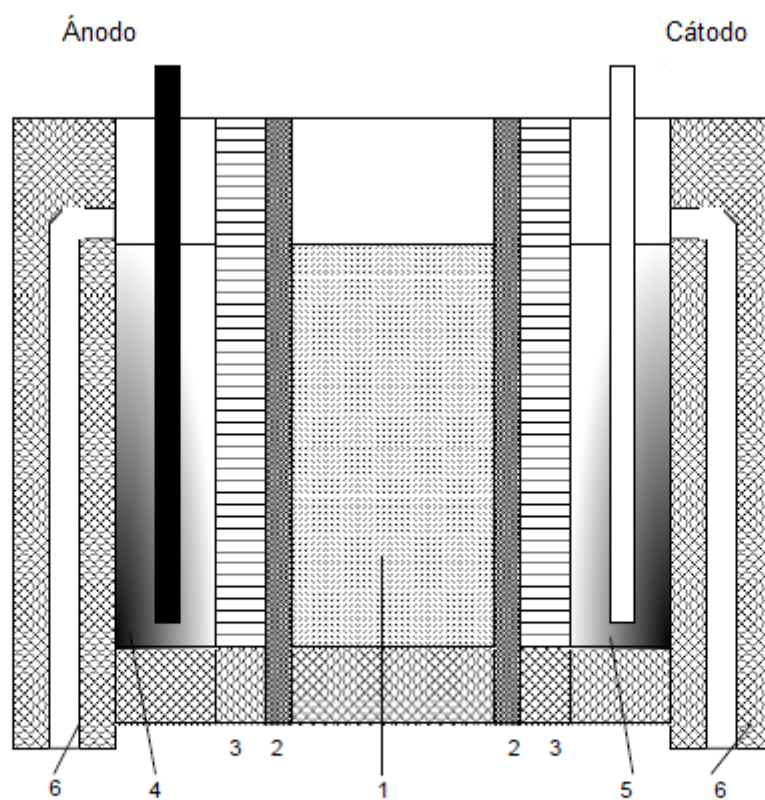


Fig. 10. 1 - la cámara de muestra (cámara), 2 - membranas, 3 - placas perforadas, 4 cámara de ánodo (cámara), 5 cámara de cátodo (cámara), 6 - lados con salidas de agua.

Fig 11.

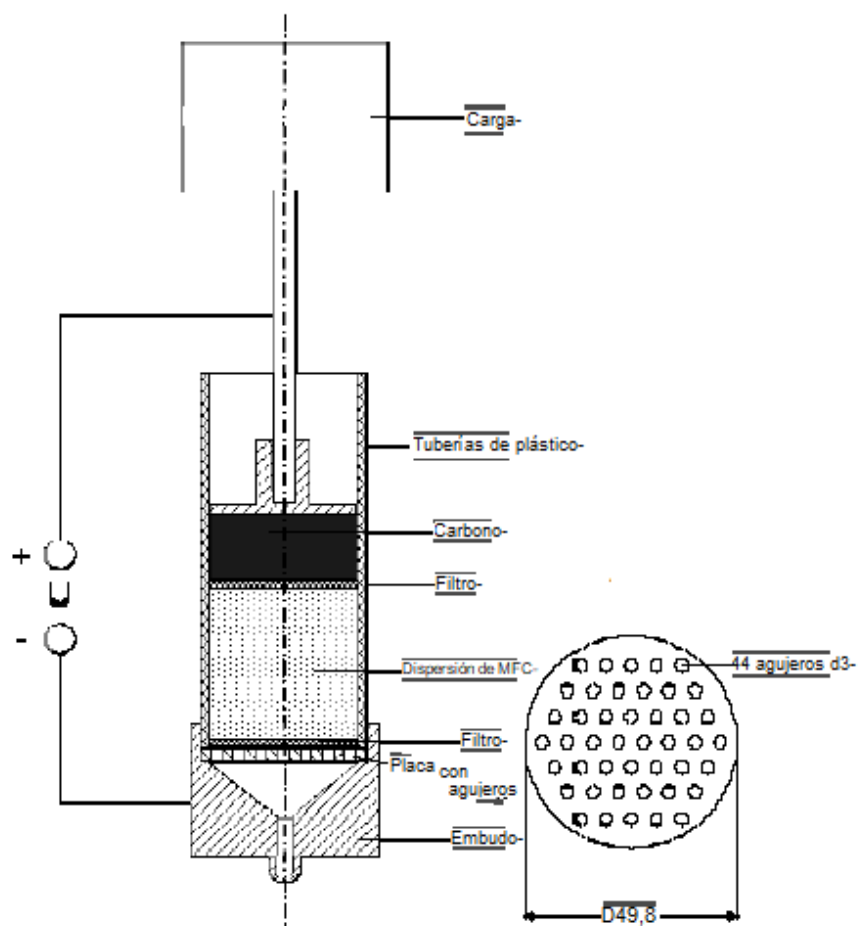


Figura 11. Un esquema de configuración de deshidratación (izquierda) y una placa de cátodo con agujeros. En el Ejemplo 1, en lugar de una dispersión de MFC, se usó una dispersión de lignina.