

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **039578**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.02.11

(21) Номер заявки
202190020

(22) Дата подачи заявки
2019.06.12

(51) Int. Cl. **D21C 11/00** (2006.01)
D21C 7/00 (2006.01)
D21C 11/04 (2006.01)
D21C 11/10 (2006.01)

(54) СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ ЛИГНИНА ИЗ ЩЕЛОЧНОГО ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПОТОКА

(31) **A175/2018**

(32) **2018.06.15**

(33) **AT**

(43) **2021.04.30**

(86) **PCT/EP2019/065396**

(87) **WO 2019/238783 2019.12.19**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ПАПИРХОЛЬЦ АУСТРИА ГМБХ
(AT)

(56) **WO-A1-2012049375**
WO-A1-2009104995
US-A1-2016115281
WO-A1-2014116150
US-A1-2011297340
WO-A1-2008079072
WO-A1-2006031175
WO-A1-2016165023

(72) Изобретатель:
Кинбергер Марлене, Зибенхофер
Маттеус, Пихлер Томас Михаэль (AT)

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(57) В способе выделения лигнина из щелочного технологического потока, в особенности загущенного черного щелока, щелочной технологический поток непрерывно вводят в нижнюю область по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1), включающего две зоны реактора в концентрической компоновке, где уровень жидкости (10) щелочного технологического потока во внутреннем пространстве упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1) выбирают по существу на одном уровне с верхним краем (7) внутренней трубчатой зоны реактора (6), где со дна во внутреннюю трубчатую зону реактора (6) упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1) непрерывно вдувают CO₂-содержащий газ, где CO₂-содержащий газ поглощается щелочным технологическим потоком во внутренней зоне циркуляционного реактора (6), а отработавший газ отводят совместно с остаточными количествами CO₂ в верху упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1), где способ реализуют при давлении окружающей среды, в особенности при 1 атм, и где отводят загущенный черный щелок, характеризующийся пониженным уровнем содержания лигнина, совместно с осажденным лигнином, присутствующим в нем, опционально после отстаивания в основании упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1).

039578
B1

039578
B1

Настоящее изобретение относится к способу выделения лигнина из щелочного технологического потока.

Наряду с целлюлозой лигнин представляет собой основной продукт при производстве древесной волокнистой массы, и, кроме того, лигнин еще представляет собой второй по наиболее широкой распространенности биополимер, который существует во всем мире. Имеется большое количество возможных областей применения лигнина, таких как производство ванили или углеродных волокон, например, или даже областей применения, таких как использование в качестве материалов для замещения крахмала при производстве бумаги на бумагоделательной машине. Природосберегающее применение лигнина при производстве самых разнообразных веществ или в самых разнообразных способах в настоящее время представляет собой предмет высокоинтенсивной исследовательской деятельности во всем мире, но на сегодняшний день для лигнина, имеющего своим происхождением крафт-способ, не было обнаружено каких-либо доступных на коммерческих условиях лигниновых продуктов, а также экономически воплощаемых способов. Это обуславливается тем, что при использовании лигнина, который имеет своим происхождением крафт-способ, возникает широкий спектр затруднений, таких как характеристические запахи и окраска продукта, а также переменное качество лигнина, который получают, что может быть приписано различным сырьевым или исходным материалам, используемым для способа варки, а также различиям в переработке. В настоящее время лигнин используют исключительно при снабжении топливом вращающейся установки для химического рециклинга, а при его осаждении и очистке, таких как при использовании способа Lignoforce от компании NORAM Group, например, он может быть использован в качестве топлива в известковообжигательной печи, поскольку в данном случае ожидается сбережение CO₂ и повышенная производительность предприятия.

В литературе много раз описывались способы предшествующего уровня техники для выделения лигнина из щелочных технологических потоков таким образом как, например, из черного щелока, имеющего своим происхождением способ изготовления древесной волокнистой массы. Наиболее известными из данных способов являются те, которые известны под наименованием способа LignoBoost (торговая марка от компании Valmet Aktiebolag) и способа Lignoforce от компании NORAM Group, в которых в целях получения возможности экономичного функционирования используют синтезированный диоксид углерода под давлением для осаждения лигнина из щелочного технологического потока. Однако как способ LignoBoost, так и также способ Lignoforce, оба из которых широко используются, могут быть использованы только в непрерывном режиме в целях производства лигнина, характеризующегося разумно воспроизводимыми качествами, что может ухудшить как издержки на оборудование, так и производительность по лигнину. Таким образом, велся поиск и других способов, которые, с одной стороны, могут обеспечить производство или извлечение лигнина, характеризующегося согласованным качеством, из щелочного технологического потока, а, с другой стороны, могут обеспечить сохранение издержек на оборудование, а также затрат на энергию по возможности на наиболее низком уровне.

Один дополнительный недостаток известных способов предшествующего уровня техники заключается не только в их непрерывном режиме функционирования, но, прежде всего, в проблеме вспенивания в реакторе, что имеет место при вдувании газа, где данное вспенивание можно держать под контролем только в результате эксплуатации реактора при увеличенном давлении таким образом, чтобы не ухудшить функционирование способа.

В публикации US 9139606 B2 уже раскрывается непрерывный способ осаждения лигнина из черного щелока, при котором черный щелок дополняют подкисляющим агентом в работающем под давлением проточном реакторе непрерывного действия при времени пребывания, составляющем менее чем 300 с. После резкого сбрасывания давления лигнин высаживается из черного щелока, который был дополнен кислотой. Недостаток, связанный с данным способом, заключается в использовании работающего под давлением реактора, что не является выгодным как с энергетической точки зрения, так также и с точки зрения удобства в обращении при промышленном использовании.

Поэтому, подводя итог вышесказанному, можно сказать, что в числе множества уже известных способов каждому способу, который функционирует при давлении окружающей среды, к сожалению свойственна основная проблема, заключающаяся в необходимости иметь дело с пеной, которая образуется в реакторе во время превращения, и каждый способ, который делает возможным непрерывное осаждение лигнина из щелочных технологических текучих сред, должен эксплуатироваться при повышенных давлениях или при использовании перепадов давления. Едва ли стоит упоминать, что должно быть ясно, что в литературе были описаны и другие способы осаждения лигнина, например при использовании ионообменников, но ни один из них не может быть описан в качестве в особенности экономичного.

Таким образом, имеется потребность в предложении дополнительного усовершенствования известных способов осаждения лигнина из щелочного технологического потока, при использовании которого возможным, с одной стороны, является предложение протокола способа, который является по возможности наиболее простым как в отношении стадий способа, так также и в отношении издержек на оборудование, который, кроме того, требует для себя мало энергии и который может функционировать в непрерывном режиме при давлении окружающей среды.

В целях преодоления данной проблемы способ, соответствующий изобретению, в частности, харак-

теризуется тем, что щелочной технологический поток непрерывно вводят в нижнюю область по меньшей мере одного циркуляционного реактора, включающего две зоны реактора в концентрической компоновке, тем, что уровень жидкости щелочного технологического потока во внутреннем пространстве по меньшей мере одного циркуляционного реактора выбирают по существу на одном уровне с верхним краем по меньшей мере одной внутренней трубчатой зоны реактора, тем, что с нижней части в упомянутую по меньшей мере одну внутреннюю трубчатую зону реактора упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора непрерывно вдувают CO_2 -содержащий газ, тем, что CO_2 -содержащий газ поглощается щелочным технологическим потоком в упомянутой по меньшей мере одной внутренней зоне циркуляционного реактора, а отработавший газ отводят совместно с остаточными количествами CO_2 в верхней части упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора, тем, что способ реализуют при давлении окружающей среды, и тем, что отводят загущенный черный шлоке, характеризующийся пониженным уровнем содержания лигнина, совместно с осажденным лигнином, присутствующим в нем, опционально - после отстаивания в основании упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора. В дополнение к выбранному варианту введения технологических потоков, а именно таким образом, чтобы щелочной технологический поток непрерывно вводился бы в нижнюю область циркуляционного реактора, включающего упомянутые по меньшей мере две зоны реактора в концентрической компоновке, и в то же самое время CO_2 -содержащий газ непрерывно вдувался бы со дна по существу исключительно по меньшей мере в одну внутреннюю трубчатую зону реактора циркуляционного реактора, это означает то, что способ может функционировать таким образом, чтобы CO_2 -содержащий газ, в частности CO_2 CO_2 -содержащего газа, последовательно поглощался бы в щелочном технологическом шлоке, и, таким образом, его значение pH падало бы, в результате чего после падения ниже порогового значения pH для осаждения лигнина, которое находится в диапазоне от приблизительно 8 до 13, в частности соответствует значению pH в диапазоне приблизительно от 9 до 11, при комнатной температуре 25°C , лигнин осаждался бы из щелочного технологического шлока. CO_2 , который по существу исключительно вдувается в упомянутую по меньшей мере одну внутреннюю зону реактора, поднимается снизу вверх в данной зоне реактора в направлении выпускного отверстия для газа, что тем самым перемещает загущенный черный шлоке, в который данный газ вдувается снизу вверх, и поэтому образует циркулирующее течение черного шлока, который был введен при отсутствии потребности в обеспечении наличия перекачивающего оборудования для этого. Как это ни удивительно, при использовании данного протокола способа, несмотря на осуществление способа при нормальном давлении, серьезное пенообразование, которое обычно имеет место в относящихся к данному типу способах выделения лигнина из щелочных технологических потоков, может быть почти что полностью подавлено. При использовании выбранного протокола способа и при использовании циркуляционного реактора поглощение CO_2 имеет место главным образом во внутренней трубчатой зоне реактора, и отстаивание лигнина впоследствии имеет место главным образом во внешней кольцевой зоне реактора циркуляционного реактора, в частности вследствие медленной циркуляции, что обуславливается нормальным давлением внутри реактора. Это означает то, что вспенивание может быть подавлено в особенности эффективным образом в том смысле, что конструкцию реактора выбирают таким образом, чтобы верхний край внутренней трубчатой зоны реактора не превышал бы уровень жидкости в циркуляционном реакторе, и поток жидкости мог бы просто перетекать во внешнюю зону реактора. В протоколе способа, относящегося к данному типу, или при использовании конструкции реактора, относящейся к данному типу, пена, которая образуется во время поглощения CO_2 , незамедлительно разрушается опять после ее образования вследствие разделения между жидкой фазой, содержащей твердое вещество, и жидкой фазой, содержащей CO_2 , на верхнем краю внутренней трубчатой зоны реактора таким образом, что пенообразование во время осаждения лигнина во внешней кольцевой области циркуляционного реактора больше уже не может оказывать неблагоприятного воздействия.

Управление способом, соответствующим изобретению, не зависит от выбранного количества внутренних трубчатых зон реактора; могут быть предусмотрены только одна внутренняя трубчатая зона реактора или фактически их множество, в зависимости от размера и желательной пропускной способности циркуляционного реактора.

Кроме того, вследствие либо непосредственного отстаивания лигнина, осажденного во внешней кольцевой зоне реактора циркуляционного реактора, в циркуляционном реакторе, в случае чего основание циркуляционного реактора, в частности, является конусообразным, либо фактически выгрузки лигнина совместно с щелочным технологическим потоком, характеризующимся пониженным уровнем содержания лигнина, из реактора, возможным является предложение способа осаждения лигнина, который осуществляют непрерывно в устройстве, в котором оборудование является упрощенным, и в котором, кроме того, не требуется наличие каких-либо движущихся деталей, таких как перемешивающие приспособления и тому подобное, в целях осуществления способа.

В контексте настоящего изобретения термин "циркуляционный реактор" должен пониматься в качестве обозначения реактора, который имеет по существу цилиндрический профиль, во внутреннем пространстве которого цилиндрическую зону реактора компонуют при окончании ее верхнего края ниже верхнего края цилиндра, и которая выходит из кольцевого зазора для управления циркуляцией материа-

ла. В принципе, реактор, относящийся к данному типу, функционирует на основании принципа эрлифтного насоса и эрлифтного реактора или комбинации из данных двух устройств, где во внутреннем пространстве циркуляционного реактора не предусматривается наличие каких-либо движущихся деталей. В настоящем документе охватываются фитинги, такие как датчики, устройства для управления и контроля, а также возможность снабжения реактора двойной оболочкой или только одной оболочкой, и это не оказывает воздействия на протокол способа. В заключение, циркуляционный реактор может функционировать в качестве реактора, включающего внутреннюю циркуляцию, а также внешнюю циркуляцию, в котором впускные стороны газа и щелочного технологического потока просто являются обращенными. На протокол непрерывного способа и результаты, которые могут быть получены исходя из него, также не будет оказывать неблагоприятного воздействия варьирование оборудования, относящегося к данному типу.

Вследствие функционирования способа таким образом, чтобы щелочной технологический поток формировал бы циркулирующее течение в циркуляционном реакторе, и вследствие задания скорости циркуляции во внутреннем пространстве реактора при использовании поступающего количества использованного щелочного технологического потока количество щелочного технологического потока, доступное для реакции при расчете на единицу времени, также может быть задано таким образом, чтобы могли бы быть выдержаны согласованные технологические условия, и, таким образом, также могли бы быть получены согласованные качества продукта. В данном отношении во внутренней трубчатой зоне реактора получают подкисление щелочного технологического потока в результате поглощения CO_2 , что ввели в технологический поток, и превращения основных компонентов в компоненты, характеризующиеся кислотной реакцией. Вследствие подъема снизу вверх CO_2 -содержащего газа во внутреннем пространстве внутренней трубчатой зоны реактора циркуляционного реактора щелочной технологический поток принудительно находится в состоянии движения и перетекает через верхнюю кромку внутренней трубчатой зоны реактора во внешнюю кольцевую зону реактора циркуляционного реактора. В данной области, которая является по существу свободной от подъема CO_2 , формируется плавное, предпочтительно ламинарное течение щелочного технологического щелока или технологического потока, которые теперь вследствие уменьшенного значения pH и получающегося в результате превышения произведения растворимости лигнина содержат осажденный лигнин, подаются в направлении выпускного отверстия, предусмотренного в основании по меньшей мере одного циркуляционного реактора или получают возможность претерпевать осаждение. При использовании данной циркуляции щелочного технологического потока, который вступает в контакт с CO_2 только во внутренней области циркуляционной установки, после этого, с одной стороны, подавляется пенообразование в нем, технологический поток подкисляется, и в частности время пребывания технологического потока, которое находится в зависимости только от входящего потока, может быть выбрано достаточно продолжительным для стимулирования точного осаждения лигнина, в частности характеризующегося желательным качеством лигнина, из щелочного технологического потока. Кроме того, при использовании данного протокола способа и специальной конструкции реактора как технологический поток, так и время пребывания CO_2 могут быть подвергнуты управлению или контролю в результате регулирования высоты внутренней трубчатой зоны реактора.

Кроме того, вследствие управления способом таким образом, чтобы он был бы осуществлен при давлении окружающей среды, в частности при 1 атм, это дополнительно упрощает оборудование системы реактора. Кроме того, в результате осуществления способа при нормальном давлении, то есть при одной атмосфере, значительно улучшается энергетический баланс способа в сопоставлении с обычными способами.

Вследствие управления способом таким образом, чтобы проводить управление или контроль в отношении скорости поглощения CO_2 в загущенном черном щелоке при использовании концентрации CO_2 в CO_2 -содержащем газе, значение pH щелочного технологического потока или загущенного черного щелока может упасть с любой скоростью в зависимости от количества или концентрации CO_2 при добавлении последнего. Скорость, с которой падает значение pH в данном случае, прямо пропорциональна количеству CO_2 , которое добавляют. При использовании протокола способа, относящегося к данному типу, возможными являются управление или контроль скорости осаждения лигнина из щелочного технологического потока, а именно вследствие прямой пропорциональности перенасыщения раствора по CO_2 и роста частиц осажденного лигнина, в результате чего также может быть оказано воздействие на качество и свойства продукта в виде осажденного лигнина. Кроме того, вследствие увеличения скорости циркуляции при использовании большего количества газа, который присутствует, отстаивание частиц лигнина, образованных в циркуляционном реакторе, становится более затруднительным таким образом, что это, например, может быть выгружено из реактора при использовании технологического потока и может получить возможность претерпевать осаждение и отделение в отдельном отстойном реакторе. Например, при малом избыточном количестве CO_2 и замедлении, таким образом, циркулирующего течения в циркуляционном реакторе уже имеет место агломерирование лигниновых частиц, и осаждаются увеличенные количества или, в частности, укрупненные лигниновые частицы. Вследствие низкой скорости циркуляции в циркуляционном реакторе сдвиговые усилия в направленном сверху вниз потоке во внешней из концентрически скомпонованных зон реактора являются чрезвычайно маленькими таким образом, что

лигниновые агломераты, которые образуются, также не разрушаются снова, что составляет дополнительное преимущество в сопоставлении с протоколом способа, соответствующим предшествующему уровню техники, вследствие возможности при использовании протокола способа, относящегося к данному типу, обойтись без стадии созревания для лигниновых частиц, которые образуются, которая вплоть до настоящего времени всегда была необходимой. Ради полноты следует отметить, существенное воздействие на осаждение лигнина оказывают не только диоксид углерода или его концентрация, но данное осаждение также является и зависящим от температуры. Таким образом, при более высоких температурах получают лигнин, отфильтровывание которого является легким, а при более низких температурах получают продукт, отфильтровывание которого является трудным.

Поскольку в одном дополнительном варианте осуществления изобретения в циркуляционный реактор вводят CO_2 в разбавленном состоянии в целях уменьшения значения pH, в частности отработавший газ из CO_2 -производящих установок, таких как, например, известковообжигательная печь, с одной стороны, возможным является отправление отработавших газов, присутствующих в установке, на рецикл подходящим для использования образом, а, с другой стороны, добавление CO_2 в разбавленном состоянии означает падение скорости поглощения в щелочном технологическом потоке, в результате чего может быть получено более точное осаждение желательного качества лигнина. Кроме того, использование отработавшего газа, имеющего своим происхождением данную установку, приводит к получению уменьшенного или меньшего углеродного следа от установки, что является не только выгодным по экологическим причинам, но также и может значительно уменьшить производственные издержки и производственную себестоимость для лигнина. Едва ли стоит упоминать, что CO_2 , который содержится в отработавшем газе из циркуляционного реактора, можно отправлять на рецикл, например, обратно в известковообжигательную печь.

Выражение " CO_2 в разбавленном состоянии", в частности отработавший газ из установок, производящих CO_2 , в соответствии с использованием в контексте настоящего изобретения должно пониматься в качестве обозначения отсутствия конкретного упоминания дополнительных компонентов, которые обычно присутствуют в отработавшем газе, таких как SO_2 , CO, NO_x , O_2 и N_2 , но возможности их включения в способ при отсутствии предварительной очистки отработавшего газа и неухудшение ими протокола непрерывного способа, а также целевых результатов.

В соответствии с одним дополнительным вариантом осуществления изобретения способ осуществляют при температуре в диапазоне между 30 и 80°C, в частности между 65 и 75°C. Вследствие выбора температур таким образом, чтобы они находились бы в диапазоне между 30 и 80°C, предпочтительно между 65 и 75°C, выбирают мягкие технологические условия, что вследствие формирования крупных агломератов или хлопьев обеспечивает возможность легкого удаления из реактора лигнина, который образуется. В частности, при выборе предпочтительной температуры таким образом, чтобы она находилась бы в диапазоне, соответствующем не более чем 75°C, лигнин может осаждаться ниже его температуры стеклования, и в то же самое время может быть избегнуто образование дополнительной третьей фазы, что имело бы место при необходимости осаждения лигнина выше температуры стеклования. Предпочтительно после этого способ осуществляют при использовании контроля температуры или при непрерывном отслеживании температуры в целях оптимизирования качества осажденного лигнина. В данном отношении в особенности требуется контроль температуры, поскольку температуры отработавших газов, которые вводятся, обычно являются значительно большими, чем желательная максимальная температура в 80°C. В данном отношении контроль температуры может быть осуществлен при использовании любых известных устройств, таких как теплообменники, температурно-регулируемые реакционные емкости, охладители и тому подобное.

При осуществлении в дополнительном варианте осуществления изобретения, способа таким образом, чтобы качество осаждаемого лигнина было бы подстроено в результате регулирования значения pH под воздействием CO_2 в качестве единственного подкисляющего агента с доведением до значений в диапазоне между 13 и 8, предпочтительно между 11 и 9, это означает возможность оказания воздействия на качество лигнина, осажденного из щелочного технологического потока. Как известно на современном уровне техники, молярная масса лигнина, а также функциональные группы, присутствующие в лигнине, варьируются в зависимости от значения pH. Таким образом, при относительно высоких значениях pH получают лигнин, характеризующийся большой молярной массой, в то время как по мере падения значения pH молярная масса падает все больше и больше. В зависимости от количества CO_2 в качестве данного подкисляющего агента в щелочном технологическом потоке скорее значение pH технологического потока может быть конкретно подстроено, и, таким образом, также может быть подстроено и желательное качество лигнина. Таким образом, при использовании CO_2 в значительно разбавленном состоянии может быть осажден лигнин, характеризующийся большой молярной массой, в то время как при сквозном прохождении больших количеств CO_2 молярная масса лигнина существенно уменьшается. В дополнение к варьированию по молярной массе, как это упоминалось, также варьируются и функциональные группы, присутствующие на лигнине, в результате чего при использовании протокола способа, относящегося к данному типу, из щелочного технологического потока, в частности из загущенного черного щелока, может быть осажден действительно индивидуализированный лигнин. Кроме того, в соответст-

вии с ясным следованием из вышеизложенного фракционированное осаждение лигнина может быть проведено в одном и том же циркуляционном реакторе, и, таким образом, в частности, при наличии потребности только в маленьких количествах лигнина, характеризующегося конкретным качеством, данное качество может быть получено в результате регулирования значения pH при использовании количества CO_2 , подаваемого через щелочной технологический поток.

В данном контексте необходимо отметить, что в отношении реактора можно проводить управление или контроль не только при использовании количества CO_2 , которое перепускают через него, но также и при использовании количества маточного щелока, который вводят, то есть загущенного черного щелока, который добавляют.

В частности, при необходимости осаждения из щелочного технологического потока различных лигниновых фракций в одном дополнительном варианте осуществления изобретения способ осуществляют таким образом, чтобы в последовательности в каскаде было бы скомпоновано множество циркуляционных реакторов, где технологический поток, который отводят из основания циркуляционного реактора, который komponуют соответственно выше по ходу технологического потока и который характеризуются, по меньшей мере, частично пониженным уровнем содержания лигнина, в частности загущенный черный щелок, перепускают в циркуляционный реактор, расположенный соответственно непосредственно ниже по ходу технологического потока, и где падение значения pH выдерживают в последовательных циркуляционных реакторах каскада от положения выше по ходу технологического потока до положения ниже по ходу технологического потока. При использовании компоновки или протокола способа, относящихся к данному типу, является возможным фракционированное осаждение лигнина при использовании постадийного уменьшения значения pH от циркуляционных реакторов, расположенных выше по ходу технологического потока, до циркуляционного реактора, расположенного соответственно непосредственно ниже по ходу технологического потока. Данным образом в протоколе непрерывного способа для реактора из щелочного технологического потока могут быть получены различные качества лигнина.

В результате постадийного осуществления способа данным образом в одном дополнительном варианте осуществления изобретения падение значения pH подстраивают при использовании концентрации CO_2 в CO_2 -содержащем газе, где наименьшую концентрацию CO_2 подают в циркуляционный реактор, который располагается выше всего по ходу технологического потока. Либо регулирование концентрации CO_2 в CO_2 -содержащем газе в данном отношении может быть осуществлено таким образом, чтобы отработавший газ от производства древесной волокнистой массы, например, подавался бы в каждый из циркуляционных реакторов в каскаде при обращении внимания на то, чтобы концентрация CO_2 последовательно увеличивалась бы, либо подают смесь из отработавшего газа и свежего газа, в результате чего может быть получено еще более точное регулирование концентрации CO_2 и, таким образом, более индивидуализированное осаждение соответственно желательного качества лигнина.

В целях получения в особенности полного разделения осажденного лигнина, и в частности предотвращения циркуляции осажденного лигнина по возможности в наибольшей степени в соответствии с одним дополнительным вариантом осуществления изобретения, способ осуществляют таким образом, чтобы отстаивание осажденного лигнина было бы проведено в отдельном, в частности характеризующемся коническим профилем, отстойном резервуаре. Отстоявшийся лигнин может быть отобран из отстойного резервуара, в частности из основания резервуара, и отправлен на рецикл либо после очистки, либо непосредственно.

Теперь изобретение будет описано более подробно при использовании одного примера варианта осуществления, протокол способа которого демонстрируется при использовании схематического изображения устройства, требуемого для осуществления способа, как демонстрируется на чертеже.

На чертеже показано схематическое изображение циркуляционного реактора непрерывного действия совместно с прилагающимся отстойным резервуаром, который может быть использован для осаждения лигнина из щелочного технологического потока.

Черный щелок от упаривания подают в область основания 2 циркуляционного реактора 1 через магистраль 3. Загущенный черный щелок, который подают в циркуляционный реактор 1 через магистраль 3, характеризуется уровнем содержания сухого вещества в диапазоне приблизительно от 20 до 40 мас.% в данном случае и имеет своим происхождением производство целлюлозы. В целях получения возможности управления или контроля в отношении притока загущенного черного щелока на запитывающей магистрали 3 также предусматривается контрольный или регулирующий клапан 4. Температура загущенного черного щелока, который подают в область основания 2 циркуляционного реактора 1, находится в диапазоне между 55 и 80°C в данном случае, и он является отрегулированным по температуре до его подачи. Обычно загущенный черный щелок вводят в реактор при температуре, при которой он покидает выпарную установку. Как это должно быть отмеченным в данном случае, для превращения при использовании диоксида углерода, в частности осаждения лигнина при использовании CO_2 , чем более высокой будет температура загущенного черного щелока и, таким образом, температура способа, осуществляемого в циркуляционном реакторе 1, тем быстрее будет абсорбироваться CO_2 загущенным черным щелоком.

CO_2 также подают в область основания 2 циркуляционного реактора 1 через магистраль 5. После этого в данном отношении магистраль 5 производит выгрузку во внутреннее пространство реактора 1

таким образом, что она по существу осуществляет выгрузку на нижнем краю внутренней трубчатой зоны реактора 6. Таким образом, то есть при использовании магистрали 5 для введения CO_2 при выгрузке в нижней области внутренней трубчатой зоны реактора 6 циркуляционного реактора 1, это обеспечивает по существу введение CO_2 только в данную область, например при использовании ситчатого днища, фритты или регулирующего клапана, и при использовании CO_2 , что вводят, с одной стороны, начинается превращение загущенного черного щелока под воздействием CO_2 , а, с другой стороны, начинается циркулирующее движение в циркуляционном реакторе 1. Это имеет место вследствие подъема CO_2 во внутреннем пространстве трубчатой зоны реактора 6 и захвата черного щелока газом по мере подъема последнего, и впоследствии после достижения верхнего края 7 внутренней трубчатой зоны реактора 6 перетекания через данный верхний край 7 во внешнюю кольцевую область 8 циркуляционного реактора 1 и, таким образом, инициирования циркуляции материала. Вследствие осуществления способа, то есть превращения щелочного технологического потока или загущенного черного щелока, под воздействием CO_2 при нормальном давлении степень превращения или скорость подкисления загущенного черного щелока под воздействием CO_2 зависит, с одной стороны, от температуры загущенного черного щелока, который вводят, и газа, который вводят, а, с другой стороны, от времени пребывания CO_2 во внутреннем пространстве циркуляционного реактора 1, в частности во внутреннем пространстве внутренней трубчатой зоны реактора 6.

При функционировании циркуляционного реактора 1 при нормальном давлении высота или длина внутренней трубчатой зоны реактора 6 являются прямо пропорциональными времени пребывания CO_2 внутри данной зоны и, таким образом, периоду, который является доступным для CO_2 при осуществлении превращения для загущенного черного щелока. Чем более продолжительным будет данный период превращения, тем меньшим будет значение рН для загущенного черного щелока, и данные управление или контроль в отношении значения рН, кроме того, означают возможность оказания воздействия на качество осажденного лигнина. При выборе внутренней трубчатой зоны реактора 6, достаточно высокой или длинной, может иметь место максимальное поглощение CO_2 внутри данной зоны реактора 6 таким образом, что отработавший газ, который покидает верхний край 7 внутренней зоны реактора 6, по существу не содержит больше CO_2 . Вследствие использования высоты внутренней трубчатой зоны реактора 6 в качестве элемента управления или контроля, следовательно, важно знать высоту объема жидкости внутри циркуляционного реактора 1, поскольку высота объема жидкости в реакторе, то есть то, насколько много жидкости будет введено до начала реакции или соотношение относительно скорости источка введенного загущенного черного щелока, будут осуществлять управление или контроль в отношении протокола способа, а в частности будут осуществлять управление уровнями в реакторе. Как демонстрируется в качестве необязательного элемента на чертеже, уровни могут управляться в данном случае в результате измерения уровня жидкости 10 во внутреннем пространстве циркуляционного реактора 1 при использовании датчика управления или контроля в отношении уровня 9 таким образом, чтобы при достижении уровнем жидкости 10 предварительно определенного максимального значения подающий клапан 4 для подачи большего количества свежего загущенного черного щелока был бы закрыт, а избыточный уровень загущенного черного щелока был бы отправлен на рецикл через байпасную магистраль 11 в подающую магистраль 3 для загущенного черного щелока. При использовании данного устройства управления или контроля в отношении уровня уровень во внутреннем пространстве циркуляционного реактора 1 всегда выдерживают постоянным, и, таким образом, получают конкретное постоянно согласованное превращение введенного загущенного черного щелока под воздействием CO_2 , и, таким образом, для осажденного лигнина получают согласованное качество продукта.

Осажденный лигнин совместно с загущенным черным щелоком, характеризующимся пониженным уровнем содержания лигнина, отводят из основания циркуляционного реактора 1 через магистраль 12, и на схематическом изображении 1 согласно чертежу переводят в отстойный резервуар 13, в котором лигнин получает возможность претерпевать осаждение. Осажденный лигнин отбирают из отстойного резервуара в позиции 15, и жидкий супернатант будет, например, подан для дополнительной обработки через магистраль 14. Обогащенный по лигнину шлам, который отбирают из отстойного резервуара 13 через магистраль 15, будет подвергаться дополнительной очистке, и лигнин будет подаваться на конечное использование. Ясно, что вместо протокола способа, продемонстрированного на чертеже, возможной является разработка реактора в виде циркуляционного реактора 1, имеющего коническое основание для обеспечения, например, отстаивания лигнина там в целях отвода остаточного загущенного черного щелока, характеризующегося пониженным уровнем содержания лигнина, в верхней области реактора, приблизительно на высоте, на которой вводят черный щелок для подачи его в дополнительный циркуляционный реактор и для осуществления способа в рамках каскада, где при использовании все более сильно подкисления загущенного черного щелока каждый раз могут быть осаждены другие качества лигнина.

В заключение, в целях получения возможности еще более точных управления или контроля в отношении качества осажденного лигнина способ может быть осуществлен в циркуляционном реакторе 1 в результате отслеживания значения рН. С данной целью во внешней зоне реактора 8 проводят непрерывное измерение значения рН в позиции 16, и при демонстрации в результате измерения значения рН чрезмерно низкого значения рН для осаждаемого желательного качества лигнина открывают клапан 17, пре-

дусмотренный на магистрали выгрузки 12, в целях по возможности наиболее быстрого отбора потока продукта по возможности в наибольшей степени. В то же самое время, например, подача CO_2 могла быть прекращена. В случае, с одной стороны, все еще чрезмерно высокого значения рН во внутреннем пространстве реактора 1 после достижения для CO_2 верха внутренней трубчатой зоны реактора 6 для получения желательного качества лигнина клапан 17 в магистрали выгрузки 12 может быть подстроен таким образом, чтобы была бы предотвращена дополнительная выгрузка черного щелока, характеризующегося пониженным уровнем содержания лигнина и имеющего своим происхождением циркуляционный реактор 1, и циркуляция была бы продолжена в результате вдувания CO_2 вплоть до получения желательного значения рН. Как это едва ли должно быть упомянутым, в данном случае клапан 4 в магистрали подачи для загущенного черного щелока должен быть закрыт, поскольку в противном случае во внутреннем пространстве циркуляционного реактора 1 будет присутствовать избыточное количество загущенного черного щелока.

При осуществлении способа, соответствующего изобретению, в каскаде из циркуляционных реакторов 1 значение рН в отдельных циркуляционных реакторах 1 может быть конкретно подстроено при использовании протокола способа, описанного выше, и, таким образом, в каждом отдельном циркуляционном реакторе 1 может быть осаждено конкретное качество лигнина. Как это известно на современном уровне техники, лигнин, характеризующийся высокой молярной массой, осаждается при относительно высоких значениях рН, в то время как лигнин, характеризующийся низкой молярной массой, осаждается при меньших значениях рН.

Как это можно сказать, подводя итог вышесказанному, поэтому представляется то, что при использовании протокола способа, соответствующего изобретению, возможными являются, во-первых, управление или контроль в отношении поглощения CO_2 при использовании высоты внутренней трубчатой зоны реактора 6, во-вторых, управление или контроль в отношении скорости поглощения CO_2 при использовании температуры, которая превалирует внутри циркуляционного реактора 1, где при температурах, составляющих более чем 80°C , температура стеклования лигнина уже была превышена, и качество продукта будет ухудшаться. Предпочтительно после этого проводят осаждение при температурах в диапазоне между 65 и 75°C . Возможными являются, в-третьих, управление или контроль в отношении способа в результате контроля уровня, возможными являются, в-четвертых, управление или контроль в отношении способа в результате управления или контроля в отношении значения рН, и возможным является, в-пятых, конфигурирование способа в виде каскада из множества циркуляционных реакторов 1, в результате чего может быть получено фракционированное осаждение лигнина из щелочного технологического потока, в частности загущенного черного щелока; после этого данный лигнин может быть подан для очень конкретных вариантов использования. В порядке одного примера по завершении его осаждения лигнин может быть окислен, в результате чего может быть получен нерастворимый в воде или концентрированный нерастворимый в воде лигнин. Тем же самым образом способ может быть осуществлен при использовании ионообменника таким образом, чтобы лигнин мог бы быть известным образом отправлен на рецикл в известковообжигательную печь в качестве топлива.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ выделения лигнина из щелочного технологического потока, в частности загущенного черного щелока, отличающийся тем, что щелочной технологический поток непрерывно вводят в нижнюю область по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1), включающего две зоны реактора в концентрической компоновке, тем, что уровень жидкости (10) щелочного технологического потока во внутреннем пространстве упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1) выбирают по существу на одном уровне с верхним краем (7) по меньшей мере одной внутренней трубчатой зоны реактора (6), тем, что с нижней части в упомянутую по меньшей мере одну внутреннюю трубчатую зону реактора (6) упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1) непрерывно вдувают CO_2 -содержащий газ, тем, что CO_2 -содержащий газ поглощается щелочным технологическим потоком в упомянутой по меньшей мере одной внутренней зоне циркуляционного реактора (6), а отработавший газ отводится совместно с остаточными количествами CO_2 в верхней части упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1), тем, что способ осуществляют при давлении окружающей среды, в частности при 1 атм, и тем, что отводят загущенный черный щелок, характеризующийся пониженным уровнем содержания лигнина, совместно с осажденным лигнином, присутствующим в нем, опционально после отстаивания в основании упомянутого по меньшей мере одного циркуляционного реактора (1).

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что время пребывания CO_2 в циркуляционном реакторе (1) определяется высотой внутренней трубчатой зоны реактора (6).

3. Способ по одному из пп.1 или 2, отличающийся тем, что осуществляют управление или контроль скорости поглощения CO_2 в загущенном черном щелоке посредством концентрации CO_2 в CO_2 -содержащем газе.

4. Способ по одному из пп.1-3, отличающийся тем, что в циркуляционный реактор (1) вводят CO_2 в

разбавленном состоянии, в частности отработавший газ из CO_2 -производящих установок, таких как, например, известковообжигательная печь.

5. Способ по одному из пп.1-4, отличающийся тем, что способ осуществляют при температуре в диапазоне между 30 и 80°C, в частности между 65 и 75°C.

6. Способ по одному из пп.1-5, отличающийся тем, что осуществляют управление или контроль качества осаждаемого лигнина, подвергают посредством регулирования значения pH под воздействием CO_2 в качестве подкисляющего агента с доведением до значений в диапазоне между 13 и 8, в частности от 11 до 9.

7. Способ по одному из пп.1-6, отличающийся тем, что множество циркуляционных реакторов (1) компонуют в последовательности в каскаде, тем, что загущенный черный щелок, который отводят в основании (2) циркуляционного реактора (1), который компонуют соответственно выше по ходу технологического потока и который характеризуется, по меньшей мере, частично пониженным уровнем содержания лигнина, перепускают в циркуляционный реактор (1), расположенный соответственно непосредственно ниже по ходу технологического потока, и тем, что падение значения pH выдерживают в последовательных циркуляционных реакторах (1) каскада от положения выше по ходу технологического потока до положения ниже по ходу технологического потока.

8. Способ по п.7, отличающийся тем, что падение значения pH регулируют посредством концентрации CO_2 в CO_2 -содержащем газе, причем наименьшую концентрацию CO_2 подают в циркуляционный реактор, который располагается выше всего по ходу технологического потока.

9. Способ по одному из пп.1-8, отличающийся тем, что отстаивание осажденного лигнина проводят в отдельном, в частности конусообразном отстойном резервуаре.

