(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第4741797号
(P4741797)
(45)発行日　平成23年8月10日(2011.8.10)　(24)登録日　平成23年5月13日(2011.5.13)

(51)Int.Cl.　F I
*D21C 3/24 (2006.01)*　D21C 3/24

請求項の数 10　(全 9 頁)

| | | | |
|---|---|---|---|
| (21)出願番号 | 特願2003-562381 (P2003-562381) | (73)特許権者 | 591014190 |
| (86)(22)出願日 | 平成15年1月17日 (2003.1.17) | | メッツオ　ファイバー　カルルスタード　アクチボラグ |
| (65)公表番号 | 特表2005-515319 (P2005-515319A) | | スウエーデン国．エス－６５１　１５・カルルスタード．ピー．オー．ボツクス．１０３３ |
| (43)公表日 | 平成17年5月26日 (2005.5.26) | | |
| (86)国際出願番号 | PCT/SE2003/000066 | | |
| (87)国際公開番号 | WO2003/062524 | | |
| (87)国際公開日 | 平成15年7月31日 (2003.7.31) | (74)代理人 | 100064388 |
| 審査請求日 | 平成17年12月8日 (2005.12.8) | | 弁理士　浜野　孝雄 |
| (31)優先権主張番号 | 0200189-9 | (74)代理人 | 100088236 |
| (32)優先日 | 平成14年1月24日 (2002.1.24) | | 弁理士　平井　輝一 |
| (33)優先権主張国 | スウェーデン(SE) | (72)発明者 | リンドストローム，マイケル |
| | | | スウエーデン国　エス－１１４　５９　ストックホルム，ベルトガタン　６ |

最終頁に続く

(54)【発明の名称】セルロースパルプの製造方法及びその方法を実施する装置。

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

生材料であるカット木材チップが連続して高くなる温度で幾つかのステージで処理され、少なくとも一つのステージで、蒸解ステージにおける脱リグニン状態から抽出された黒液からなる少なくとも一つの含浸液中の生材料が少なくとも一つの蒸解液であるアルカリ蒸解液により蒸解が第一含浸温度で処理され、次いで、１５０±２０℃の範囲内にある第二蒸解温度で処理されて、生材料が幾つかの脱リグニンステージを受ける、セルロースパルプの製造方法において、

複数の脱リグニンステージの一つの間に、蒸解液の少なくとも一留分が、最初の脱リグニンステージの前に生材料に添加される予備蒸発させた含浸ステージより抽出された黒液によって構成され、蒸解ステージの前に添加される含浸ステージより抽出された予備蒸発させた黒液が、含浸及びその後に減圧される黒液において得ることができる、乾燥物質（ＴＳ）の含有量よりも少なくとも１０％高い乾燥物質（ＴＳ）の含有量を有すること、

を特徴とする方法。

【請求項２】

蒸解ステージの前に添加される黒液が、３０％を超える乾燥物質（ＴＳ）を含有することを特徴とする請求項１に記載の方法。

【請求項３】

蒸解ステージの前に添加される黒液が、４０％を超える乾燥物質（ＴＳ）を含有することを特徴とする請求項２に記載の方法。

【請求項４】
蒸解ステージの前に添加される黒液が、５０％を超える乾燥物質（ＴＳ）を含有することを特徴とする請求項２に記載の方法。
【請求項５】
予備蒸発させた黒液は、それが適切な脱リグニンステージにおいて蒸解される前のセルロース材料に添加される前に、別の処理液と混合されることを特徴とする請求項１に記載の方法。
【請求項６】
含浸または蒸解ステージにより得られた黒液が、先ず少なくとも一つの減圧タンクにおいて、０．５ｂａｒの過剰圧力を超えない圧力まで減圧され、その後、減圧された黒液が、少なくとも一つの主蒸発ステップにおいて蒸発され、黒液が黒液から揮発性物質を取り除く間、加熱され、蒸発ステージ後に得られる黒液における、乾燥材料の含有量を高くすることを特徴とする請求項１～５のいずれか一項に記載の方法。
【請求項７】
関連した主蒸発ステップが、黒液の回収プラントの一部であり、黒液が含浸または蒸解ステージに戻す前に、黒液中の乾燥材料の含有量を増すため、使用される複数の主蒸発ステージが、幾つかの蒸発ステージを持った蒸発ラインにおける複数の第一ステージによって構成され、複数の主ステージから、複数の主蒸発ステージにおいて処理された黒液の全量から予備蒸発させた黒液の一部が、含浸または蒸解ステージへ戻すために取り除かれ、さらに、この主蒸発ステージから、緑液を与えるために後続ステージで混合される溶融物を得ることを経由して、アルカリを回収するためのソーダ回収炉中において後に燃焼される高度に蒸発された黒液が最終的に得られること、を特徴とする請求項６に記載の方法。
【請求項８】
主蒸発ステージが、含浸または蒸解ステージに戻される一定量の黒液を蒸発させるだけの、特別に専用の蒸発ステージによって構成されることを特徴とする請求項６に記載の方法。
【請求項９】
予備蒸発させた黒液が、蒸解液に添加され、この予備蒸発させた黒液が、蒸解ステージの最初の脱リグニンステージの少なくとも一部の間中に存在することを特徴とする請求項１～８のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１０】
予備蒸発させた黒液が、蒸解液に添加され、この予備蒸発させた黒液が、蒸解ステージの脱リグニンステージ全体の５０％以上の間中に存在することを特徴とする請求項９に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、請求項１の前文に関するセルロースパルプの製造方法に関するものである。
【背景技術】
【０００２】
蒸解技術が、数十年間に重要な発展をしている。1960年代と1970年代の間に、白液を含む蒸解用の全ての液体を本質的に、予備処理ステージにおいてバッチ（batch）で添加している。連続蒸解器における蒸解は、蒸解器を通って降下する同じ液体において行い、そして液体が抽出される。比較的高レベルのアルカリが、蒸解ステージの開始時に確立され、充分なアルカリ度が完全な蒸解ステージを通して維持されるようになる。蒸解ステージの始めで高レベルのアルカリは、パルプの品質に対して不利であり、これは幾つかの変形例をシステムに提案している。これらの変形例は、MCC（改良連続蒸解（modified continuous cooking））、蒸解器を通して同じ蒸解温度を利用したITC（定温蒸解（isothermal cooking））、及びEMCC（拡張改良蒸解（extended modified cooking））のような技術を含んでいる。

【０００３】
その後、1980年代中、蒸解ステージで使用される液体が再導入されて含浸液の一部を構成する、黒液含浸をバッチ式蒸解（batchwise cooking）と連続蒸解の両方に関して発展させている。この場合、白液が含浸の最後または蒸解ステージの最初に、バッチ式で加えられ得る。この使用済みの液体、すなわち蒸解ステージから抽出された黒液が、この場合、比較的高い残留アルカリ含有量を有し、この抽出された黒液を再導入して含浸する。ここで殆んどの残留アルカリは、使用済みの含浸液を抽出の次の回収（蒸気及びソーダ回収炉による濃縮）のために送る前に、消費される。この技術は、低レベルのアルカリを蒸解ステージの最初で確立できる。
【０００４】
幾つかの解決手段が知られており、それには黒液が蒸解前の含浸ゾーンに含浸液として使用されている。システムが入力に黒液を有する米国特許明細書US 5,080,755に示されている。変形例が、米国特許明細書US 5,053,108に示されており、そこでは蒸解器から抽出された黒液が、高圧層へ再循環され、そこで蒸解器への移送循環の際に処理液体の大部分を形成している。更に発展した変形例が欧州特許明細書EP 477059に示されており、黒液を含浸した木片が、白液の主要な添加の前に蒸解温度に上昇される。それらは、パルプの品質を改善し、同時に蒸解後に洗浄されるパルプにおいて、高度な脱リグニンを維持することを目的に、多くの異なる提案が考えられている。
【０００５】
LO-SOLIDSで表わされる別の蒸解技術のAndritz-Ahlstromによる売買が、1990年代の間に始まっている。これは高度な有機材料を含んだ蒸者液の連続抽出と、それとの低レベルの溶解有機材料（DOM/溶解有機材料）を有する新たな或いは処理された蒸解液による交換を含んでいる。しかし、このシステムは、蒸解プロセスがしばしば収量を低下させ得ることになり、それは抽出有機材料が、炭水化物、リグニンのような、主にヘミセルロースも含むことによって生じる。
【０００６】
蒸解ステージを、収量とパルプ品質の両方に関して、改良する別の方法は、ポリスルフィド、AQまたは溶解キシランの添加である。
【０００７】
蒸解中に収量はかなり重要であり、一日当たり1,500トンの生産量がある普通サイズの製造設備は、700 USD/ADTのパルプ価格と伴に15トンの生産量の増加があり得、それが一日当たり10,500 USDの収入の増加をもたらす。
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００８】
蒸解技術、特に連続蒸解に使用される技術を発展させるため、二つの普及技術が現在利用可能である。“LO-SOLIDS”として知られている技術と、“COMPACT COOKING”として知られているKvaerner Pulping ABによって発展した技術がある。最高の液体／木材の割合は、蒸解ステージの最初でCOMPACT COOKINGの最中に、非常に高レベルの黒液を蒸解液に入れることで、確定される。
【０００９】
驚くべきことに、もし黒液を蒸解液に入れると、非常に有利な脱リグニンが蒸解ステージ中に確定される。これはLO-SOLIDS技術の要旨と非常に対照的である。すなわち、LO-SOLIDS技術では、高レベルの溶解有機材料を含んだ蒸解液は抽出されないで、低レベルの溶解有機材料を含んだ蒸解液と交換されている。
【００１０】
問題はまた逆に：別の添加液体、白液などのレベルを量と濃度に関して、維持すると同時に、溶解有機材料の留分を増やすことが望ましい。特に脱リグニンに有利な影響を及ぼし且つ一定に収量を増加させる、有機材料で、蒸解液を濃縮することが望ましい。

【００１１】
蒸解液に対して関連するタイプの有利なサプリメントは、既にパルプミルに利用可能であるが、それは回収前の蒸発ステージで入れられる。特に蒸発した黒液が蒸解ステージに有利な効果を有することを、まだ誰も気付いていないが、一部が蒸発した黒液を蒸発ステージから蒸解ステージへ戻す必要があることは知られている。
【課題を解決するための手段】
【００１２】
本発明の主な目的は、脱リグニンを促進させることによって、蒸解ステージにおける選択性を増すことである。それによって、改善されたパルプ品質（粘性／パルプ強度）と高い収量を同程度の脱リグニン（カッパ値の減少）で達成するか、または高度な脱リグニンを同じパルプ強度と収量で達成する。
【００１３】
本発明は、蒸解ステージ中に、$OH^-$と $HS^-$イオンを正増加（positive increase）させることもでき、既知の方法で、製造されるセルロースパルプに関する選択性と漂白性を良好にする。
【００１４】
別の目的は、以下の利点の少なくとも一つに関して、蒸解ステージ中における改善された脱リグニン効果の交換である。その利点は、
より小さな連続蒸解器、任意の製造量に関して安価なシステム（停止時間が短い）；
バッチ式蒸解と連続蒸解の両方に関して製造容量の増加；
蒸解化学製品（アルカリ）の必要性を減らし、製造コストを下げること；
である。
【００１５】
本発明は、逆転頂部セパレーター付きと、下方供出頂部セパレーター付きと、頂部セパレーターのないタイプの蒸気相蒸解器と流体蒸解器の両方に使用することができ；それは亜硫酸塩法と硫酸塩法の両方を利用したセルロースパルプの製造中に、使用できる。同じ方法で、落葉樹、針葉樹、一年生植物（バガス等）などが、セルロースの源を構成できる。本発明はバッチ法蒸解を利用でき、チップを容器の中に供給し、そこで様々な含浸液と蒸解液による一連の処理が、次に容器に止まったままのチップに対して行われる。
【００１６】
また本発明は、連続蒸解器にも利用でき、そこでは予備蒸発させた黒液が、蒸解ステージ中にチップと共に上流または下流に流れる蒸解液に、蒸解ステージの最初、最中、または最後で加えられる。
【発明を実施するための最良の形態】
【００１７】
図１は蒸解化学製品に関連した回収部を具備した蒸解システムを概略的に示している。チップは、チップ処理システム１（Ｃｈｉｐ）において最初に取り扱われ、そこで好ましくはチップが、空気を排出し、チップの第一の暖めのために蒸気と共に基本的に作られ得る。処理液を第一の添加がここで行われ、チップが混合されて、チップ／液体混合物になる。
【実施例１】
【００１８】
次の蒸解ステージから抽出された黒液ＢＬ１が、続く含浸ステージ（ＢＬ－ｌｍｐ）で加えられる。黒液をチップと共に、含浸ステージの開始時に加えることができ、それがチップを伴なって、下流処理として知られ、その後に黒液が含浸容器から抽出される黒液ＢＬ２は通常、約5～20g/lの比較的低レベルのアルカリを有し、黒液を、サイクロン／減圧容器ＦＬにおいて圧力を下げた後、回収のために送ることができる。圧力は通常、0.5barの過剰圧力超えない圧力レベルに、しばしば本質的に気圧と同じ圧力に下げられる。蒸解プロセスが、圧力を上げて、通常は蒸解器において5～25barの過剰圧力で、行われる。黒液による前含浸が、加圧された状態または気圧の下で行うことができる。

【００１９】
黒液で含浸した後に処理チップが、蒸解器（Ｃｏｏｋ）へ送られ、そこで蒸解液Ｃｌｉｑが加えられる。チップが、150±20℃範囲の蒸解温度で、蒸解ステージ中に蒸解され、その後にセルロースパルが更に脱リグニン及び漂白（Ｂｌｅａｃｈ）のため、好ましくは中間洗浄ステージ（図１には示さず）を通過する。
【００２０】
回収は、従来の方法で、多数の蒸発ステージ５ａ～５ｅによって構成されており、そこで本質的にゼロの過剰圧力の黒液（ＦＬを通過後のＢＬ２）が、黒液（ＢＬ２）の17～20％の乾燥物質の含有量の最初のレベルＴＳから、70～80％を超えるレベルに、幾つかのステージで蒸発させられる。蒸発ライン５ａ～５は、多数の蒸発ステージから構成されており、それらは効果的で、黒液が続けて通過し、熱蒸気を黒液の流れと反対方向に通す。普通、一番初めで最も高温の蒸気が、最高レベルの乾燥材料で黒液を処理する蒸気ステージに使用され、それは黒液が流れる方向の点から最終ステージである。排出される揮発性物質も、各蒸発ステージで得られ、揮発性物質は特別ガス処理システム（図１に示さず）またはテルペンチン回収システムによって、処理されるか、または揮発性物質を別のステージへ導いて、加熱要因（蒸気）と混合させる。
【００２１】
スーパー濃縮機６は、黒液がソーダ回収炉７で燃焼させられる前の、蒸発の最後のステージとして、備えられている。メルトが、この回収炉にて成形され、底部から取り出され（図１参照）、懸濁されて緑液を成形し、かせい化プラントへ送られ、そこで白液が再生成される。
【００２２】
本来、図１に示されているものと比較して、第一蒸発ステージが、含浸ステージまたは蒸解ステージへ再利用する黒液の量を蒸発させるだけのために、特別に設計された蒸発ステージによって構成することができる。そのようなステージは、従って蒸解器の次に配置することができ、ソーダ回収炉の前にある別の蒸発ステージに関連して配置する必要がない。
【００２３】
本発明によると、一部蒸発した黒液ＰＶ＿ＢＬの一部分が、例えば第一ステージ５ａから取り除かれ、蒸解ステージへ戻るように導かれる。図面に概略的に示されているように、予備蒸発させた黒液ＰＶ＿ＢＬを、蒸解回路で加えることができ、そこで蒸解液が蒸解ステージから、連続蒸解器の壁にあるストレーナーを通常介して、抽出され、ストレーナーと同じ高さに配置された中心パイプを介して、蒸解器の中心部へ戻される。この方法で、予備蒸発させた黒液は、セルロース材料が実際の蒸解ステージで蒸解される前のセルロース材料にそれが添加される以前に、別の処理液と混合するようになる。そのような添加プロセスにおいて、蒸解ステージ全体が始動する前に、予備蒸発させた黒液を蒸解器における適所で加えることができる。
【００２４】
予備蒸発させた黒液は、選択的に、蒸解ステージの前の蒸解器に添加される蒸解液ＣＬｉｑに加えることができる。この選択肢は図１において点線で示されている。この方法で、予備蒸発させた黒液が、蒸解器に加える前に別の蒸解液と混合でき、そのような初期のステージで、予備蒸発させた黒液が、蒸解ステージの最初の脱リグニンステージにおける蒸解液の一部を構成している。
【００２５】
本発明は、請求項の範囲内において多数の方法で変更できる。
【００２６】
例えば、本発明は容器の中に充填されるチップをバッチ式蒸解する間に、以下のように連続して使用できる。
１）容器をチップで充填。
２）チップを蒸気で加熱。

３）温い黒液で加熱／含浸。
４）熱い黒液で加熱／含浸。
５）蒸解液で蒸解。
６）蒸解ステージに続く洗浄圧縮、排出蒸解液を熱い黒液用のタンクに収容。
７）洗浄液によって前ステージに続き洗浄圧縮、第一に排出される液体を暖かい黒液用のタンクに収容。
蒸解且つ洗浄されたチップを空にする。

【００２７】

このタイプの蒸解シーケンスでは、予備蒸発させた黒液をバッチで蒸気のステップ６においてチップに加えられる蒸解液に添加することができる。または、上記のステップ４による変更した含浸ステージを利用でき、予備蒸発させた黒液をバッチでステップ４において添加される熱い黒液に加えられ、或いは予備蒸発させた黒液によって濃縮されなかった熱い黒液の残留分を排出するため、ステップ４の最後で予備蒸発させた黒液によって容器をパージングする。

【００２８】

更なる選択例として、予備蒸発させた黒液をステップ５の開始中で蒸解ステージにバッチで添加することができ、予備蒸発させた黒液が、蒸解ステージ中に容器内で循環する際に残留する蒸解液との混合のため、蒸解器の循環の中に入れられる。

【００２９】

予備蒸発させた黒液が、本発明によると、乾燥物質（ＴＳ）の含有物を有した熱処理黒液から構成されており、その乾燥物質は、プロセスから抽出された黒液において得ることができる乾燥物質のレベルを超え、その圧力は実質的に減っている。これは図１におけるＢＬ２によって示されている黒液に等しく、その圧力が少なくとも一つの減圧容器、図１におけるＦＬ、において下げられる。この液体内の乾燥物質ＴＳの含有量は、通常約17～20％にでき、予備蒸発させた黒液の乾燥物質ＴＳの含有量は、本発明によると、このレベルから少なくとも10％上がって、27～30％になる。

【００３０】

脱リグニンプロセスの改良効果は、乾燥物質の含有量の適度に増加しても、得られる。好ましくは黒液を更に蒸発すると、乾燥物質の含有量が少なくとも30～40％、好適には少なくとも50％になる。

【００３１】

乾燥物質の含有量がより高くなると、理想的な液体／木材の割合の減少が、別の蒸解液に必要なバッチ式添加を減らすことなく、蒸解ステージ中に影響を受ける。

【００３２】

本発明によると、予備蒸発させた黒液が、蒸解器から直接抽出されるか、または黒液の含浸によって間接的に抽出され、加圧されるか、または本質的に大気圧下にあって、実質的に予備蒸発させた、加圧黒液によって構成され得る。黒液は、リボイラーを介して通過したそのような黒液によっても構成され得、リボイラーでは黒液が先ず、本発明による方法で予備蒸発される前に、蒸気を発生させるために利用される。

【００３３】

別のパラメータに関して蒸解器内で似た状態で、乾燥物質の含有量が約60％の場合に必要とされるよりも、乾燥物質の含有量が27～30％で二回ほど再循環する予備蒸発させた黒液が、通常必要とされる。

【００３４】

蒸解ステージへ戻るために利用する量は、
予備蒸発させた黒液中の乾燥物質の現在の含有量、
蒸解ステージの間中の現在の液体／木材の割合、
以前の黒液含浸からチップを伴なった黒液の量、
現在の生材料（落葉樹、針葉樹、一年生植物、ユーカリノキなど）、
白液の必要なバッチ式添加とアルカリの濃縮、

添加される別のタイプの蒸解化学製品、
に依存する。
【００３５】
液体／木材の割合が範囲の下端で、約3～3.5：1、すなわちチップの各立法メートル当たりに3～3.5$m^3$の液体がある時、乾燥物質約40％の含有量を含む予備蒸発させた黒液の含有量が、総液体量の少なくとも5％を超えるようになり、それは脱リグニンの相当な効果を達成するために、チップの各立法メートル当たりで約0.15～0.175$m^3$の予備蒸発させた黒液の量に相当する。
【００３６】
蒸解ステージ中に約7：1から8：1までのより高い液体／木材の割合で、脱リグニンに相当な効果を達成するため、最も必要な、予備蒸発させた黒液の最大量の均等な増加が、チップの平方メートル当たりで約0.35～0.40$m^3$である。もし蒸解ゾーンにおいて増加する液体／木材の割合が、蒸解液の内部再循環によって確定されるなら、脱リグニンに影響を及ぼすために必要な増加分が少なくなる。
【００３７】
ゆえに、予備蒸発させた再循環黒液の比較的適度な量は、通常の場合で蒸解ステージにおける液体の総量の数パーセントに達すれば充分である。
【００３８】
液体の総量の20～40％ほどが、蒸解ステーションにおいて予備蒸発させた黒液によって構成され得、蒸解ステーションでは、蒸解プロセスが、含浸により非常に少ない留分の残留黒液で実行されている。
【００３９】
しかし本発明は、前記のように、蒸解ステージ中の別のプロセスパラメータが、蒸解されるセルロースパルプ（落葉樹、針葉樹、一年生植物など）のタイプにより、必要な量に作用することができるので、再利用される量によって唯一決定されはしない。
【００４０】
本発明は、別の蒸解方法と対比して、溶融有機材料を蒸解プロセスへ戻すことの要点を基にしており、それは解放された有機材料が、黒液中の乾燥物質の含有量を増加させることを目的に、最初に実質的な蒸発をすることによって、濃縮される。ゆえに有機材料の濃度は、主に予備蒸発させた黒液中のヘミセルロースが、セルロースファイバーに再沈澱することにより増し、それは意外と有利な方法で脱リグニンプロセスに影響を及ぼし、収量を増やすのに役立つようになる。
【００４１】
予備蒸発させた黒液が、脱リグニンステージ全体の間中の主な部分、脱リグニンステージ全体におけるチップの滞留時間の50％以上、好ましくは最初の脱リグニンステージ中に、存在することが、最高の効果を得るために重要である。
【００４２】
再利用される予備蒸発させた液体は、更に別のステージで熱処理することができ、そして／または一定の留分が機械的に分離され、それは別の化学製品のレベルに応じて調整できる。
【図面の簡単な説明】
【００４３】
【図１】蒸解システムに本発明を利用した主要部。

【図１】

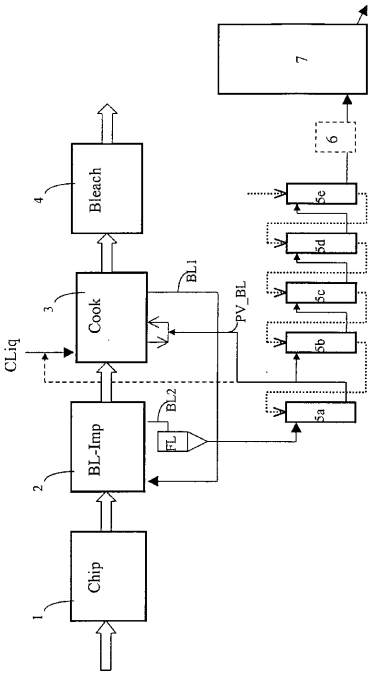

Chip
1
BL-Imp
2
Cook
3
Bleach
4
CLiq
BL1
BL2
PV_BL
FL
5a
5b
5c
5d
5e
6
7

FIG.1

フロントページの続き

(72)発明者　スネケネス，ヴイダル
スウエーデン国　エス－６５２　１９　カルルスタード，ヘルハグスガタン　６２

審査官　常見　優

(56)参考文献　特表２００２－５２３６４０（ＪＰ，Ａ）
特開平０５－１３２８８２（ＪＰ，Ａ）
特開平０２－２１６２８９（ＪＰ，Ａ）
特表平１０－５０６６８７（ＪＰ，Ａ）
特表２０００－５０９１１５（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
D21B 1/00- 1/38
D21C 1/00-11/14
D21D 1/00-99/00
D21F 1/00-13/12
D21G 1/00- 9/00
D21H11/00-27/42
D21J 1/00- 7/00