



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 697 37 603 T2** 2007.07.26

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 941 381 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **697 37 603.6**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/SE97/01852**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **97 946 194.4**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 1998/023810**

(86) PCT-Anmeldetag: **06.11.1997**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **04.06.1998**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **15.09.1999**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **11.04.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **26.07.2007**

(51) Int Cl.⁸: **D21C 9/147** (2006.01)
D21C 9/10 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
9604350 26.11.1996 SE

(73) Patentinhaber:
Valmet Fibertech AB, Sundsvall, SE

(74) Vertreter:
Klingseisen & Partner, 80331 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT, DE, ES, FI, FR, PT, SE

(72) Erfinder:
**BOKSTRÖM, Monica, S-860 25 Kovland, SE;
HÄGGQVIST, Jan-Erik, S-862 33 Kvissleby, SE**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR KONTROLLE DER SAUERSTOFFDELIGNIFIZIERUNG VON ZELLSTOFF**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Diese Erfindung bezieht auf die Steuerung eines Verfahrens zur Sauerstoff-Delignifizierung von Lignocellulose enthaltendem Material in zwei Schritten bei mittlerer Stoffdichte, d.h. 8–16 %.

[0002] Seit der Einführung von Sauerstoff-Delignifizierung bei mittlerer Stoffdichte wurde nicht viel Entwicklungsarbeit in dieses Verfahren investiert. Als chlorfreies Bleichen und Schließen von Bleichanlagen aufkam, vergrößerte sich das Interesse an erweiterter Delignifizierung, d.h. weiterer Reduktion der Kappa-Zahl mit Sauerstoff. Erweiterte Delignifizierung mit Sauerstoff in einer oder mehreren Stufen kann jedoch zu verschlechterter Pulpenqualität führen. Die Anwendung von ordnungsgemäßen Zuständen kann jedoch einige Vorteile bringen.

[0003] Mit erweiterter Sauerstoff-Delignifizierung könnte auch die Pulpenausbeute besser aufrechterhalten werden, als mit erweitertem Kochen, d.h. einem Kochen zum Senken der Kappa-Zahl.

[0004] US 5 217 575 offenbart ein Verfahren zur Sauerstoff-Delignifizierung in zwei Stufen. Es wird nicht diskutiert, wie die Delignifizierung zu steuern ist.

[0005] Bei einem mehrstufigen Verfahren können die Chemikalien zwischen den Stufen verteilt werden, um so optimale Zustände in jeder Stufe zu bewirken. Andere Zustände könnten auch für jede Stufe optimiert werden.

[0006] CA 1 057 906 offenbart ein Verfahren zur Steuerung der Füllungen von Chlordioxid und Chlor in Abhängigkeit von dem Eingangs- und gewünschten Austrittswert der Kappa-Zahl. Das Verfahren bezieht sich nicht auf Sauerstoff-Delignifizierungsstufen und gibt keinen Hinweis darauf, wie ein solcher Vorgang zu steuern wäre.

[0007] Das Ziel der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Steuerung von Sauerstoff-Delignifizierung in solch einer Weise, dass eine niedrigere Kappa-Zahl erhalten wird, ohne dass die Pulpeneigenschaften verschlechtert werden. Durch Verwendung der erweiterten Delignifizierung gemäß der Erfindung kann die Gesamt-Delignifizierung 50–85 % des Ligninanteils (Kappa-Zahl) von ungebleichter Pulpe betragen. Das Verfahren wird bei mittlerer Stoffdichte in zwei aufeinander folgenden Schritten ausgeführt. Die kennzeichnenden Merkmale der Erfindung sind in den beigefügten Ansprüchen definiert.

[0008] Die Erfindung wird nachfolgend genauer unter Bezugnahme auf die begleitende Figur beschrieben, welche schematisch eine Anlage zum Ausführen des Verfahrens gemäß der Erfindung zeigt.

[0009] In der gezeigten Anlage wird gekochte Pulpe mit mittlerer Stoffdichte, d.h. 8–16 %, durch eine erste Pumpe **1** von dem Braunpulpenwaschen zur Sauerstoff-Delignifizierung gepumpt. Alkali wird zu der Pulpe vor der ersten Pumpe **1** eingeleitet. Nach dieser Pumpe **1** wird ein erster Mischer **2** zur Beimischung von Sauerstoff zu der Pulpe verwendet. Die Pulpe wird anschließend einem ersten Reaktor **3** zugeführt, in welchem die erste Delignifizierungsstufe durchgeführt wird. Die Pulpe wird von dort gegebenenfalls durch eine zweite Pumpe **4** über einen zweiten Mischer **5** zum Beimischen von Dampf und gegebenenfalls weiterem Sauerstoff und Alkali zu einem zweiten Reaktor **6** für die zweite Delignifizierungsstufe bewegt. Nach dem zweiten Reaktor **6** wird die Pulpe zu einem Abblastank **7** bewegt und weiter zu nachfolgenden Verarbeitungsstufen.

[0010] Das Verfahren impliziert somit, dass die Delignifizierung in zwei aufeinander folgenden Stufen ausgeführt wird. Zu dem ersten Reaktor **3** wird ein hoher Alkalizusatz sowie ein hoher Sauerstoffzusatz bewirkt. Dies bedeutet eine Befüllung von 10–50 kg Alkali (NaOH) pro Tonne Pulpe, vorzugsweise 10–35 kg/Tonne. Die Sauerstoffzufüllung sollte 10–50 kg/Tonne Pulpe, vorzugsweise 10–30 kg/Tonne, sein.

[0011] Die Temperatur der Pulpe bei ihrer Zuführung zu dem Reaktor **3** soll unterhalb 90 °C, vorzugsweise 75–90 °C, sein. Die Verweilzeit in dem Reaktor **3** sollte relativ kurz, 5–30 Minuten, vorzugsweise 15–25 Minuten, sein.

[0012] Der Druck in dem ersten Reaktor **3** soll 4–15 bar sein. Der hohe Druck führt zusammen mit dem hohen Gehalt an Alkali in der Pulpe und der hohen Sauerstoffzufüllung zu einer hohen Delignifizierungsrate. Gleichzeitig wird die Rate der Cellulosezersetzung infolge der relativ niedrigen Temperatur und kurzen Verweilzeit auf einem niedrigen Niveau gehalten.

[0013] Nach der ersten Delignifizierungsstufe in dem ersten Reaktor **3** wird die Pulpe zu der zweiten Delignifizierungsstufe in dem zweiten Reaktor **6** bewegt. Die Temperatur in dem zweiten Reaktor **6** sollte höher als in dem ersten Reaktor **3** sein. Die Temperaturdifferenz sollte jedoch kleiner als 20 °C, vorzugsweise 10–15 °C, sein. Um die nötige Temperaturerhöhung zu bewirken, wird Dampf in den zweiten Mischer **5** zugeführt.

[0014] Der Druck in dem zweiten Reaktor sollte 2–5 bar und niedriger als in dem ersten Reaktor **3** sein. Die Verweilzeit sollte relativ lang, 45–180 Minuten, vorzugsweise 60–120 Minuten, sein.

[0015] Die zweite Delignifizierungsstufe ist primär eine lange Extraktionsstufe, wo die, relativ zu der ersten Stufe, erhöhte Temperatur und erweiterte Verweilzeit eine erweiterte Delignifizierung bewirkt. Bei

Temperaturen oberhalb von 90 °C wird somit eine gute Extraktions-/Auslaugrate erhalten.

[0016] Der gesamte oder hauptsächliche Teil des chemischen Zusatzes wird in der ersten Stufe ausgeführt. Zu der zweiten Stufe sollte vorzugsweise ein sehr kleiner oder kein Zusatz von Alkali oder Sauerstoff vorgesehen werden, auch nicht zur Kompensation für den Verbrauch in der ersten Stufe. Die Alkalihaltigkeit der Pulpe kann dadurch in der zweiten Stufe relativ niedrig gehalten werden. Hierdurch wird Cellulosezersetzung trotz hoher Temperatur und langer Verweilzeit im Wesentlichen vermieden.

[0017] Die Zuführung von Alkali und Sauerstoff zu der zweiten Stufe kann jeweils bis zu 5 kg/Tonne Pulpe sein.

[0018] Die Steuerung der Sauerstoff-Delignifizierung gemäß der Erfindung basiert auf Voraussteuerung, was bedeutet, dass es die geringstmögliche Rückkopplung impliziert. Die Steuerung wird wie folgt ausgeführt.

[0019] Die Kappa-Zahl der eintretenden Pulpe wird gemessen und mit dem gewünschten Wert (eingestellten Wert) der Kappa-Zahl der Pulpe nach der Sauerstoff-Delignifizierung verglichen. Die Reduzierung der Kappa-Zahl, die somit bestimmt wurde, wird zum Einstellen des chemischen Zusatzes (Sauerstoff, Alkali) zu der ersten Stufe verwendet. Eine größere Reduzierung der Kappa-Zahl impliziert höhere Füllung, berechnet pro reduzierter Kappa-Zahl-Einheit. Das Niveau der Kappa-Zahl der eintretenden Pulpe wird auch zum Einstellen der chemischen Füllung verwendet, so dass eine höhere Eintritts-Kappa-Zahl eine geringere Füllung, berechnet pro reduzierter Kappa-Zahl-Einheit, impliziert. Zum Beispiel impliziert eine Reduzierung der Kappa-Zahl von etwa 60 %, sowie von Kappa **25** auf Kappa **10**, eine etwa 2,2-fache Alkalifüllung, gemessen in kg NaOH/Tonne Pulpe (eintretendes Kappa minus austretendes Kappa). Eine Delignifizierung von 50 % von Kappa **25** auf Kappa **12,5** impliziert eine 2,0-fache Alkalifüllung (eintretendes Kappa minus austretendes Kappa). Eine Delignifizierung von 50 % von Kappa **20** auf Kappa **10** impliziert eine 2,2-fache Alkalifüllung (eintretendes Kappa minus austretendes Kappa). Der exakte Faktor wird in jedem individuellen Fall mittels einer erhaltenen Kappa-Zahl in Relation zu einem End-pH-Wert erhalten. Wenn der End-pH-Wert etwas hoch ist und die Kappa-Zahl etwas niedrig ist, wird die Alkalifüllung etwas nach unten adjustiert. Wenn der End-pH-Wert etwas niedrig ist und die Kappa-Zahl etwas hoch ist, wird die Alkalifüllung etwas nach oben adjustiert.

[0020] Sauerstoff wird in dem Verhältnis 1:1 zu der Alkalifüllung gefüllt, aber mit einer maximalen Sauerstofffüllung von 25–30 kg/Tonne Pulpe. Wenn der

Grad der Delignifizierung höher ist, d.h. wenn die Alkalifüllung 25–30 kg NaOH/Tonne Pulpe übersteigt, wird das Verhältnis zwischen Sauerstoff und Alkalifüllung reduziert. Dadurch ist es möglich zu verhindern, dass Gas als Folge von großen Gasmengen sich hindurchschleust.

[0021] Das Temperaturniveau in der zweiten Stufe wird teilweise auf die gewöhnliche Weise durch das Herstellungsniveau gesteuert, eine so genannte Kappa-Faktor-Steuerung, und teilweise durch chemischen Zusatz zu der ersten Stufe, so dass eine höhere chemische Füllung zu der ersten Stufe zu einer höheren Temperatur in der zweiten Stufe führen sollte. Die Temperatur wird dahingehend gesteuert, dass ein End-pH-Wert von 10,5–11,5, vorzugsweise von 10,7–11,0, erhalten wird. Der Faktor zwischen einer Änderung der chemischen Füllung und dem Temperaturniveau wird manuell mittels einem End-pH-Wert, wie vorstehend erwähnt, eingestellt. Jedoch sollte die Temperaturerhöhung zwischen der ersten und der zweiten Stufe stets kleiner als 20 °C, vorzugsweise 10–15 °C, sein, um eine zu große Cellulosezersetzung infolge der hohen Temperatur zu vermeiden.

[0022] Normalerweise findet jedoch keine Kompensation der Temperatur in der ersten Stufe zu dem chemischen Zusatz und dem Produktionsniveau statt. Die Pulpe, welche in die erste Stufe eintritt, wird nicht erhitzt, sondern kann etwas Kühlung, derart, dass eine für das Verfahren zweckmäßig niedrige Temperatur erhalten wird, unter 90 °C benötigen.

[0023] Die Steuerung und Sauerstoff-Delignifizierung gemäß der Erfindung impliziert, dass ein hoher Delignifizierungsgrad mit guter Selektivität erhalten werden kann. Eine niedrige und gleichmäßige Kappa-Zahl und ein gleichmäßiger pH-Wert kann nach der zweiten Delignifizierungsstufe erhalten werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Steuerung der Sauerstoff-Delignifizierung von Pulpe, das heißt, Reduzierung der Kappa-Zahl der Pulpe von einer Eingangs-Kappa-Zahl, wobei die Delignifizierung in zwei Stufen ausgeführt wird, und der Hauptanteil der für die Delignifizierung erforderlichen Chemikalien in dem ersten Schritt hinzugefügt wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass die gewünschte Reduzierung der Kappa-Zahl der Pulpe während der gesamten Delignifizierung in den zwei Stufen zur Einstellung des chemischen Zusatzes zu der ersten Stufe verwendet wird, wo eine größere Reduzierung der Kappa-Zahl höhere Füllung von Chemikalien erfordert, berechnet pro reduzierter Kappa-Zahl-Einheit, und dadurch, dass der chemische Zusatz zu der ersten Stufe seinerseits zur Steuerung der Temperatur lediglich in der zweiten Stufe verwendet wird, derart, dass ein End-pH-Wert von 10,5 bis 11,5 erhalten wird, wodurch die erforder-

liche Temperatursteigerung der zweiten Stufe durch Zusatz von Dampf bewirkt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der gesamte chemische Zusatz, der für die Delignifizierung erforderlich ist, in der ersten Stufe ausgeführt wird.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

