



SUOMI-FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(B) (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLAGGNINGSSKRIFT

80484

C (15) Patentti ja rekisteri
Patent meddelat 11 06 1990

(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5

D 21C 9/147, 9/153

(21) Patenttihakemus - Patentansökning 852324
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag 11.06.85
(24) Alkupäivä - Löpdag 11.06.85
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig 28.12.85
(44) Nähtäväsipanon ja kuul.julkaisun pvm. -
Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 28.02.90

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet

27.06.84 AT 2069/84

(71) Hakija - Sökande

1. Waagner-Biro Aktiengesellschaft, Stadlauer Strasse 54, Wien, Österreich, (AT)
2. Steyermühl Papierfabriks- und Verlagsgesellschaft, Steyermühl, Österreich, (AT)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Loquenz, Heinz, Hans Riehlgasse 10/3, Graz, Österreich, (AT)
2. Meindl, Norbert, Lannastrasse 11, Gmunden, Österreich, (AT)
3. Meissl, Siegfried, Rassberg 86, Stallhofen, Österreich, (AT)
4. Schwarzl, Karl, Villenstrasse 19, Steyermühl, Österreich, (AT)
5. Schweiger, Helmut, Ursprungsweg 41, Graz, Österreich, (AT)
6. Hruschka, Anton, Lerchengasse 4, Wien, Österreich, (AT)

(74) Asiamies - Ombud: Forssén & Salomaa Oy

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä ja reaktori ligniinin poistamiseksi selluloosasta hapen avulla
Förfarande och reaktor för delignifiering av cellulosa med syre

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

FI C 61733 (D 21 C 9/10), US A 4259150 (D 21 C 9/02)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee menetelmää, varsinkin monivaihemenetelmää, selluloosan delignifioimiseksi, jonka menetelmän mukaisesti esim. ensimmäisessä vaiheessa valkaistaan hapella ja seuraavissa vaiheissa otsonilla pitoisuudessa vähemmän kuin 4 % ts. Jokaisessa vaiheessa peroksidikäsitteitä seuraa esim. alkalinen uuttaminen. Kytkeä koskee eräänlaista vastavirtauskytkentää, jossa viimeisessä otsonivalkaisussa käytetään tuoretta otsonia ja edellisissä vaiheissa käytetään otsonia, joka osittain on käytetty jo viimeisessä vaiheessa. Ensimmäisessä otsonivaiheessa käytettävissä oleva pakokaasu toimii hapen kautajana happikäyttöön vaiheessa, niin että otsoni ja happi käytetään edelleen.

Uppfinningen avser ett förfarande, särskilt ett flerstegs-förfarande, för delignifiering av cellulosa, vid vilket man t.ex. bleker med syre i det första skedet och i de följande skedena med ozon vid mindre än 4 % ts. Vid varje skede kan en peroxidbehandling efterföljas av t.ex. en alkalisk extraktion. Kopplingen avser en slags motströmskoppling, vid vilken den sista ozonblekningen drivs med färskt ozon och de föregående skedena med ozon som redan delvis använts vid det sista skedet. Den vid det första ozonskedet tillgängliga avgäsen tjänar som syrebärare för det syredrivna skedet, så att ozonet och syret utnyttjas vidare.

1 Menetelmä ja reaktori ligniinin poistamiseksi
selluloosasta hapen avulla
Förfarande och reaktor för delignifiering av
cellulosa med syre

5

Keksinnön kohteena on menetelmä ligniinin poistamiseksi selluloosasta yhdessä tai useammassa vaiheessa hapen ja/tai otsonin ja mahdollisen peroksidilisäyksen avulla sekä kytkentä ja reaktori menetelmän toteuttamiseksi.

Selluloosan valkaisu O_2 :n tai O_3 :n avulla on tunnettua. Tunnetut menetelmät toimivat tällöin joko paksun paperimassan alueessa, jossa selluloosa on melkein kuivaa tai ohuen paperimassan alueessa, jossa kuivaa ainetta on noin 3 %. Lähtien siitä tosiasista, että paksun paperimassan valkaisu huonontaa selluloosan laatua ja että prosessin toteuttaminen on vaikeaa, vaikuttaa ohuen paperimassan valkaisu epätaloudelliselta tarvittavien reaktorikokojen ja energiatarpeen vuoksi.

20

Näiden haittapuolien takia tutkittiin yhdistettyä ohutkeskisakeusmenetelmää, jolla vältetään mainitut haitat. Sille on pääasiallisesti tunnusomaista, että selluloosan, josta ligniini poistetaan, esilämmitys suoritetaan monivaiheisesti ja ainakin yhdessä esilämmitysvaiheessa epäsuorasti tuotavalla lämmöllä ja ligniininpoisto tapahtuu yhdessä tai useassa vaiheessa, jolloin ensimmäisessä tai ainoassa vaiheessa veteen pitoisuudessa 2,5-4,5 % ka suspendoitu ja alkalointiaineen kanssa siirretty selluloosa saatetaan kontaktiin hapen, mahdollisesti myös peroksidilisäyksen, kanssa yhdessä tai useammassa reaktorissa, joiden lämpötila on 80-150°C, kuivataan pitäen paine ja lämpötila, pidetään konsentraation ollessa 10-30 % ka samassa lämpötila- ja painealueessa vähintään 20 minuuttia, pestään laitteistoon liitetyssä pesulaitteessa ja syötetään sopivalla hetkellä seuraavaan vaiheeseen. Erityisesti kytketään usea erilainen, portaattain nouseva lämpötila- tai painekäyttöinen ligniininpoistoreaktori sarjaan, jolloin selluloosa laimennetaan uudestaan ennen seuraavaan reaktoriin vientiä.

35

1 Lisää keksinnönmukaisia menetelmän tunnusmerkkejä on annettu alivaatimuk-
sissa 3-8. Keksinnönmukaiselle reaktorille menetelmän toteuttamiseksi on
pääasiallisesti tunnusomaista, että painesäiliöön on asennettu kuivaus-
5 laite, joka tuo kuivatun, sakeutetun massan keskellä olevaan erotettuun
poistoalueeseen, johon tuodaan happipitoinen kaasu, joka nousee paine-
astian ylätilaan, johon on asennettu liityntä kaasutuslaitteelle sakeut-
tamatonta massaa varten, ja että on asennettu kuivatuskierukka, joka
kuljettaa massan paineastiasta toiseen paine- ja lämpötilavaiheeseen.
Erityisesti kaasutuslaite koostuu oleellisesti sakeuttamattoman massan
10 kiertopiiristä, joka tulee paineastian ylätilaan tuloaukoista ja päättyy
säiliössä keskialuetta ympäröivään kehäalueeseen. Keksinnönmukaiselle
kytkennälle on lisäksi tunnusomaista, että selluloosa valkaistaan
useassa vaiheessa ja ensimmäisen vaiheen muodostaa happivalkaus, ja
missä vähintään kaksi otsonia valkaisuaineena käyttävää valkaisu-
15 vaihetta liitetään toisiinsa niitä mahdollisesti erottavan peroksidivalkaus-
vaiheen avulla.

Keksintö on esitetty kuvioissa 1-3 esimerkkeinä ja kaavioina. Kuviossa 1
on kytkentäkaavio ja kuviossa 2 sen yksityiskohta, jolloin ligniininpois-
20 tolaitteisto on esitetty kaksivaiheisena. Kuviossa 3 on monivaiheisen lig-
niininpoistolaitteiston kytkentäkaavio.

Kuviossa 1 tuodaan selluloosaa, josta ligniini poistetaan, nuolen 11
osoittamasta kohdasta pesusuotimeen 12 ja kuumennetaan vähän noin 50°C:een
25 samalla kun pesusuotimeen 12 johdetaan n. 70°C pesuvettä putkea 13 pit-
kin. Lämmitetty selluloosa pääsee putkea 14 pitkin alkalointisäiliöön 15,
jossa siihen lisätään nuolen 16 osoittamasta kohdasta alkalointiainetta,
kuten esimerkiksi NaOH:ta tai MgO:ta, ja sekoitetaan. Johtoa 17 pitkin
tuodaan lisäksi noin 80-asteista pesuvettä, jolloin selluloosa lämpenee
30 alkalointisäiliössä 15 noin 70-asteiseksi. Alkaloitu selluloosa tulee put-
kea 18 pitkin kuivauslaitteeseen 19, kuten esimerkiksi kuivausruuviin,
joka siirtää selluloosan ensimmäiseen esilämmitysvaiheeseen 20 pitoisuu-
den ollessa 11 % ka. Esilämmitysvaihe 20 kuumennetaan höyrykuumentimes-
ta 21 tulevan 140-asteisen höyryn avulla, jonka lämmittävät turbiinihöy-
35 ryryn kuumentamat lämmönvaihtopinnat. Tällä laitteella on se etu, että tur-
biinihöyry ei likaannu ja tuleva prosessivesi, joka luonnostaan on likaan-
tunutta, voidaan käyttää uudestaan. Ensimmäisessä esilämmittimessä 20

- 1 osaksi kuumennettu selluloosa kuivataan ja syötetään edelleen toiseen
esilämmittimeen 22, joka kuumennetaan kyllästeisen höyryn kehittäimestä
21 tulevalla 140-asteisella vedellä. Paremman sekoittumisen saamiseksi
5 kierrätetään selluloosaa uudestaan useita kertoja pitkin putkea 23, jol-
loin osa virtauksesta syötetään varsinaiseen ligniininpoistolaitteistoon
pitkin putkea 24. Ligniininpoistolaitteistossa happi ja/tai otsoni sekä
mahdollinen peroksidilisäys tuodaan nuolen 25 osoittamasta kohdasta sellu-
loosan kanssa kontaktiin, jolloin varsinainen ligniininpoistoprosesso
käynnistyy. Selluloosa, josta ligniini on poistettu, siirretään pois vaih-
10 tokierukalla 7', ja johdetaan sekoitussäiliön 26 kautta varastosäiliöön,
josta se poistetaan pesusuotimen 28 kautta. Pesuprosessin pesuvesi, jota
oleellisesti tulee vaihtokierukasta, kerätään kahdessa lämmitysvaiheessa
ja johdetaan uudelleen kiertoon putkia 13 ja 17 pitkin. Tämän kytkennän
etu on siinä, että lämmön takaisinjohtamisen ja, kuten kuviossa 2 esite-
15 tään, myös kummankin reaktorin portaittaisen paineennoston vuoksi ener-
giasta saadaan suuri osa takaisin, ja käytetään ainoastaan turbiinin pois-
tohöyryä, jonka suuruusluokka on 9 tonnia tunnissa painetasolla 8 baaria,
ja jolloin muodostuva lauhdevesi johdetaan takaisin kattilaan. Tällä höy-
rymäärällä voidaan valkaista noin 8 tonnia selluloosaa, jolloin tämä lai-
20 menee vedenlisäyksen vuoksi asteittain lähtien 3 %:n kuiva-ainepitoisuu-
desta. Nestettä käytetään monessa vaiheessa yli 400 tonnia tunnissa. Tä-
mä esimerkki koskee tapausta, jossa alkalointiaineena käytetään MgO:ta.
Jos käytetään NaOH:ta, laskee lämmönkulutus vielä enemmän.
- 25 Kuviossa 2 on esitetty ligniininpoistolaitteisto 10 toisessa muodossa,
jossa säiliöissä 1 ja 1' käytetään erilaisia paineita ja lämpötiloja.
Selluloosa tuodaan säiliön 1 kiertopiiriin 8 putkea 24 pitkin. Kiertopii-
rissä 8 on säiliön 1 ylätilassa 4 liittoskohta 5, johon imetään ylätilaan
4 kerääntynyt kaasu, joka joutuu kaasutuslaitteessa 6 kontaktiin neste-
30 mäisen, noin 3 % kuiva-ainetta sisältävän selluloosan kanssa. Voimakkaan
reagoinnin vuoksi ligniinin poistuminen jatkuu myös mekaanisen kaasutuksen
loppuun, joten tilan säästämiseksi kaasutettu selluloosa siirretään kui-
vatuslaitteen 2 tai 2' avulla keskialueelle 3 tai 3'. Puristettu neste
palautetaan säiliön 1 kehäalueelle 9, jolloin ei tule nestehäviöitä.
- 35 Osittain kuivunut selluloosa kasaantuu keskellä olevaan poistoalueeseen
3 tai 3' ja mukaan tullut happi vaikuttaa jatkumassa olevaan ligniinin-
poistamiseen, niin että noin puolen tunnin tai tunnin lepoajan jälkeen

1 noin 12-15 %:ksi kuivanut selluloosa voidaan siirtää poistoalueen ala-
 päästä kuivatusruuvien avulla, jolloin erotettu neste johdetaan keräys-
 säiliöön 28 ja sieltä uudelleen kiertoan. Kaasun- tai hapen- ja/tai ot-
 soninsyöttö säiliön ylätilaan 4 tapahtuu tarkoituksenmukaisimmin kes-
 5 kellä olevan poistoalueen läpi, jolloin kaasu kuplii ylös ylätilaan 4.
 Säiliöstä 1 poisotetun sellun lämpötila on esimerkiksi 120°C ja paine säi-
 liössä noin 4 baaria. Kuivatusruuvien laskuaukosta sellu joutuu säiliön 1'
 painepiiriin. Säiliö 1' toimii noin 130°C:n lämpötilassa ja 8 baarin pai-
 neella. Kuivatuksen ansiosta vedentarve on suhteellisen vähäinen, joten
 10 säiliön 1' lämpötilassa ja paineessa tapahtuu tuskin laskua. Tämä lasku
 voidaan kuitenkin helposti kompensoida lisäkuumennuksella, jota ei ole
 esitetty. Säiliöstä 1 otettu selluloosa saapuu seuraavaksi huuhtomissäi-
 liöön 29 ja sieltä kiertojohtoon 8' korkeammassa lämpötilassa ja painees-
 sa tapahtuvaa kaasutusta varten. Säiliöiden 1 ja 1' rakenne on samanlainen
 15 lukuunottamatta erilaista lämpötila- ja painetasoa. Samoin syöttökieruk-
 ka 7' on saman periaatteen mukaan rakennettu, vain suurempaa paineenlas-
 kua varten 8 baarista nollaan sen täytyy olla tiiviimpi.

20 Keksintö perustuu kokeissa havaittuun ilmiöön, että O₂:lla kaasutetusta
 selluloosasuspensiosta jatkuu ligniininpoistuminen edelleen tietyn ajan
 mekaanisen kaasutuksen jälkeen, jos edeltävä hapensyöttö kuituihin on tar-
 peeksi intensiivistä. Koe, jossa suspension kuiva-ainepitoisuus on ollut
 noin 2-3 %, on osoittanut, että teknisesti hyödyllisessä massassa jälki-
 reaktio kestää todistettavasti yli tunnin.

25 Reaktioon käytetty reaktori koostuu sen mukaisesti kahdesta vyöhykkees-
 tä, jotka on liitetty toisiinsa kuivatuslaitteen välityksellä ja jotka
 toimivat samassa lämpötilassa ja paineessa.

30 Reaktorin ulommassa kehäalueessa esikuumennettu massasuspensio (ohuen
 massan kuiva-ainepitoisuus 2-3,5 %) kiertää intensiivisesti ja kaasuttuu
 hapella. Tällöin jo tapahtuu esiligniininpoisto. Kuivatusruuvissa sellu
 sakeutuu noin 10-15 %:n kuiva-ainepitoisuuteen ja siirretään keskialueel-
 le, missä lämpötilan ja paineen, erityisesti hapen osapaineen, vaikutuk-
 35 sesta on seurauksena jälkireaktio.

1 Tilavuuden voimakkaan pienenemisen takia suspensio, joka siirretään keski-
alueelle, sallii pienentää laitteen tilavuutta oleellisesti verrattuna
konventionaaliseen laitteeseen samalla pitoajalla tapahtuvassa ohutmassan
valkaisussa.

5

Lämpöteknisesti yhdistetyn ohutmassa-keskisakeusvalkaisun käyttö tarjoaa
oleellisia etuja, jolloin ohutmassasta puristettua nestettä, tuomatta mas-
saa painekäyttöisestä laitteesta, käytetään tuoreen selluloosan esiläm-
mitykseen ja laimennukseen. Se virtaa kierukan laskuaukosta suoraan kyl-
10 lästeisen höyryn kuumentimeen 21, jossa osa höyrystyy ND-höyrystä peräi-
sin olevan lämmön vaikutuksesta.

Kyllästeisen höyryn kuumentimessa kehitetty höyry kuumentaa esilämmitti-
messä 22 tuoreen massan käyttötilaan, kun taas loppuosa ja tärkeämpi osa
15 ottaa osaa massan laimennukseen esilämmittimessä 22. Näin on toisaalta
varmistettu kylästeisen höyryn kuumentimessa 21 olevien tulipintojen
likaantumaton käyttö ja toisaalta on taattu massan kierrätyksellä (kylä-
steisen höyryn kondensoituminen) tasainen kuumeneminen samoin kuin massan
häiriötön laimentaminen.

20

Tuorehöyryn lauhdeveden sisältämää lämpöä ei voida pitää hukkalämpönä,
koska lauhdevesi pysyy puhtaana ja voidaan sen vuoksi käyttää uudelleen.

Syöttökierukan oleellisena tehtävänä esikuumennusvaiheen 20 ja esikuumen-
25 timen 22 välissä on syöttää massaa ja toimia tiivistysvälineenä paineel-
lisen ja paineettoman laitteen välissä. Sen lisäksi se huolehtii ensim-
mäisessä esikuumennusvaiheessa kuumalla vedellä tai höyryllä esilämmite-
tyn massan kuivauksesta. Ensimmäisessä vaiheessa käytetään esilämmitys-
nesteinä pesusuotimen 18 ja toisen vaiheen suodosta, joka sekoitetaan
30 alkalointisäiliössä 16 pesusuotimesta 12 virtaavan massan kanssa. Esiläm-
mitysenergian pitämiseksi pienenä ja esikuumennusvaiheen 20 ja esikuumen-
timen 22 väliin asennetun kierukan ylikuormituksen välttämiseksi kuiva-
taan alkalointiastiassa 16 esikuumennettu massa. Puristettu neste käyte-
tään massan laimennukseen ennen poistumistaan pesusuotimesta 28.

35

Kuvatussa laitekytkennässä systeemin ulkoisia eristyshäviöitä tulee ai-
noastaan ensimmäisestä pesusuotimesta 12 tulevan pesuveden sisältämästä

1 lämmöstä (pesusuotimen 28 vyöhykkeen 1 suodos), samoin kuin pesusuotimes-
ta 28 purkautuvan massan sisältämästä lämmöstä. Yhteensä johdetaan sys-
teemiin lämpöä höyryn muodossa noin 23×10^8 joulea tai 550.000 kcal:a
kuiva-ainetonna kohti maksimivalkaisulämpötilassa 130°C .

5 Massa, josta ligniini on poistettu, on pesusuotimen 28 laskuaukossa käyt-
töä varten noin 68-asteisena ja kuiva-ainepitoisuudeltaan 11 %:na. Lämpö
voidaan vastaavasti käyttää hyväksi seuraavassa valkaisuvaiheessa.

10 Kuviossa 3 on esitetty useita valkaisuvaiheita sisältävä kytkentä, jol-
loin ensimmäisessä vaiheessa 30 käytetään happea. Ensimmäinen vaihe 30
käsittää oleellisesti kuvioissa 1 ja 2 esitetyn lämpöteknisen kytkennän
ja laitteet mukaanluettuna pesusuotimen 28. Pesty selluloosa jäähtyy noin
30 asteeseen johdossa 37 ennen tuloaan ensimmäiseen otsonivalkaisuvaihee-
15 seen 31, jossa kuiva-ainepitoisuus on pienempi kuin 4 %, ja josta se joh-
detaan vapautuvien ligniiniainesosien alkalisen uuttamisen jälkeen perok-
sidivalkaisuvaiheeseen 32 ja siitä toiseen otsonivalkaisuvaiheeseen 33,
johon on yhdistetty alkalinen uuttamisvaihe 44, ja lopuksi peroksidival-
kaisuvaiheeseen 34. Peroksidinsyöttö 35 on tunnettu. Otsoni kehitetään
20 otsonigeneraattorissa 41, johon happi johdetaan putkia 40 ja 43 pitkin.
Johtoa 42 pitkin syötetään otsonipitoinen valkaisuokaasu, joka on yleensä
happi/otsoni-seos, jossa on otsonia noin 10 %, toiseen otsonivalkaisuvai-
heeseen 33. Vielä noin 5 % otsonia sisältävä poistokaasu syötetään vasta-
virtaan ensimmäisestä otsonivalkaisuvaiheesta 31 tulevaa selluloosaa vas-
25 taan. Muodostuva happipitoinen jäännöskaasu, jossa on otsonijäämiä, syö-
tetään hapen kanssa johtoa 39 pitkin happivalkaisuvaiheeseen 30. Happi-
ylimäärä johdetaan putkea 40 pitkin takaisin otsonigeneraattoriin 41, ja
painehäviö tasataan kiertopuhaltimella 38. Yksittäisissä valkaisuvaiheis-
sa 30,31 ja 33 valkaisuokaasu johdetaan joko vastavirtaan selluloosaa vas-
30 taan tai sen poikki.

Keksinnön puitteissa voidaan valkaisuvaiheiden määrää joko suurentaa tai
pientää selluloosan halutun valkaisuasteen mukaan, jolloin valkaisuoh-
jelmassa on ensiksi happi, sitten mahdollisesti otsoni-peroksidi tai
35 otsoni-peroksidi-otsoni-peroksidi. Alkalinen uutovaihe 44 suoritetaan
peroksidilisäyksen kanssa ja voidaan siksi myös merkitä valkaisuvaiheek-
si, jolloin se voi mahdollisesti olla valkaisuvaiheen 32 yhteydessä. Se

- 1 voidaan myös korvata alkalisella pesulla pesusuotimessa, joka on otsonivaiheen 31 lopussa.

Kaikenkaikkiaan menetelmä tarjoaa seuraavia etuja

5

1) Ajateltavissa olevaan konventionaaliseen ohutmassavalkaisuun verrattuna oleellisesti pienempi laitekoko sekä parempi massan laatu.

2) Pieni energiantarve pitkälle viedyn suljettukiertoisuuden ansiosta.

10

3) Pumpattava suspensio painekäyttöisissä laitteissa, erityisesti esikuumentimen ja reaktorin välillä samoin kuin kaasutusosassa.

4) Intensiivinen hapensyöttö kaasuttamalla ohuen massan alueessa.

15

5) NaOH:n käyttäminen valkaisuaineena ja siihen liittyvä maksimivalkaisulämpötilan aleneminen 80-100°C:een vähentävät lämmöntarvetta, joka täytyy kattaa höyryllä noin 15×10^8 jouleen kuiva-ainetonnia kohti.

20

25

30

35

1 Patenttivaatimukset

1. Menetelmä ligniinin poistamiseksi selluloosasta yhdessä tai useam-
massa vaiheessa hapen ja/tai otsonin ja mahdollisen peroksidilisäyksen
5 avulla, t u n n e t t u siitä, että selluloosan, josta ligniini pois-
tetaan, esilämmitys suoritetaan monivaiheisesti ja ainakin yhdessä esi-
lämmitysvaiheessa epäsuorasti tuotavalla lämmöllä ja ligniininpoisto
tapahtuu yhdessä tai useassa vaiheessa, jolloin ensimmäisessä tai ai-
noassa vaiheessa veteen pitoisuudessa 2,5-4,5 % ka suspendoitu ja
10 alkalointiaineen kanssa siirretty selluloosa saatetaan kontaktiin hapen,
mahdollisesti myös peroksidilisäyksen, kanssa yhdessä tai useammassa
reaktorissa, joiden lämpötila on 80-150^oC, kuivataan pitäen paine ja
lämpötila, pidetään konsentraation ollessa 10-30 % ka samassa lämpö-
tila- ja painealueessa vähintään 20 minuuttia, pestään laitteistoon
15 liitetyssä pesulaitteessa ja syötetään sopivalla hetkellä seuraavaan
vaiheeseen.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, et-
tä kytketään usea erilainen, portaittain nouseva lämpötila- ja/tai paine-
20 käyttöinen ligniininpoistoreaktori sarjaan, jolloin selluloosa laimenne-
taan uudestaan ennen seuraavaan reaktoriin vientiä.
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u sii-
tä, että selluloosa jäähdytetään reaktion jälkeen ja johdetaan toisen
25 laimennuksen jälkeen vähintään kaksiväyhykkeiseen pesusuotimeen.
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä,
estää ensimmäisen pesuväyhykkeen suodosta käytetään vastavirtaan selluloo-
saa sen esilämmitykseen tai esipesuun.
30
5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä,
että ensimmäisessä vaiheessa käytetään happea ja tämän vaiheen jälkeen
selluloosa jäähdytetään ja pestään sekä valkaistaan otsonilla jäähdytyk-
sen jälkeen yhdessä tai useassa vaiheessa hapotetussa tilassa alle 4 %:n
35 kuiva-ainepitoisuudessa.

- 1 6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että otsonivalkaisujen välissä ja/tai niiden jälkeen on peroksidivalkaisu ja jokaista valkaisuun seuraa edullisesti pesuvaihe.
- 5 7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että jokaista otsonikäsittelyä seuraa muutetun massan alkalinen uutosto.
8. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että otsonipitoinen käytetty, kaasumainen valkaisuaine johdetaan vastavirtaan selluloosaa vastaan ja liitettyinä hapen kantajakaasuksi syötetään happikäyttöiseen ensimmäiseen vaiheeseen.
- 10 9. Ainakin yhden patenttivaatimuksen 1-8 mukainen kytkentä ja reaktori menetelmän toteuttamiseksi, t u n n e t t u siitä, että painesäiliöön (1,1') on asennettu kuivauslaite (2), joka tuo kuivatun, sakeutetun massan keskellä olevaan erotettuun poistoalueeseen (3,3'), johon tuodaan happipitoinen kaasu, joka nousee paineastian (1,1') ylätilaan (4,4'), johon on asennettu liityntä (5) kaasutuslaitteelle (6) sakeuttamattomaa massaa varten, ja että on asennettu kuivatuskierukka (7), joka kuljettaa massan paineastiasta (1) toiseen paine- ja lämpötilavaiheeseen.
- 15 20 10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen reaktori, t u n n e t t u siitä, että kaasutuslaite (6) koostuu oleellisesti sakeuttamattoman massan kiertopiiristä (8), joka tulee paineastian (1) ylätilaan (4) tuloaukoista ja päättyy säiliössä (1,1') keskialuetta (3) ympäröivään kehäalueeseen (9).
- 25 11. Patenttivaatimuksen 9 mukainen kytkentä, t u n n e t t u siitä, että selluloosa valkaistaan useassa vaiheessa (30-34) ja ensimmäisen vaiheen (30) muodostaa happivalkaisu, ja missä vähintään kaksi otsonia valkaisuaineena käyttävää valkaisu vaihetta (31,33) liitetään toisiinsa niitä mahdollisesti erottavan peroksidivalkaisu vaiheen (32) avulla.
- 30 35 12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen kytkentä, t u n n e t t u siitä, että happivalkaisu vaiheet (31,33) on yhdistetty toisiinsa poisvirtaavan, otsonikäytön valkaisu kaasun puolella ja happivalkaisu vaiheeseen (30) sen tulopuolella.

1 13. Patenttivaatimuksen 11 mukainen kytkentä, t u n n e t t u siitä,
että jokaista otsonivalkaisuvaihetta (31,33) seuraa ainakin yksi alkali-
nen vaihe, erityisesti uuttamisvaihe (44) ja/tai peroksidivalkaisuvaihe
(32,34).

5 14. Patenttivaatimuksen 12 mukainen kytkentä, t u n n e t t u siitä,
että otsonivalkaisuvaiheiden (31,33) välillä ja erityisesti viimeisen
otsonivalkaisuvaiheen (33) jälkeen on peroksidivalkaisuvaihe (32,34).

10

15

20

25

30

35

1 Patentkrav

1. Förfarande för delignifiering av cellulosa i ett eller flera steg med hjälp av syre och/eller ozon med en eventuell peroxid tillsats, k ä n -
5 n e t e c k n a t därav, att förvärmningen av cellulosan som delignifieras utförs i flera steg och åtminstone vid ett förvärmningsskede med värme som införs indirekt och delignifieringen sker i ett eller flera skeden, varvid cellulosan som suspenderats och överförs med ett alkaliseringemedel i vatten vid en halt på 2,5-4,5 % ts bringas i kontakt med
10 syre i det första eller det enda skedet, eventuellt också med en peroxid-tillsats, i en eller flera reaktorer, vars temperatur är 80-150°C, torkas så att trycket och temperaturen, under det att koncentrationen är 10-30 % ts, hålles i samma temperatur- och tryckområde i minst 20 minuter, tvättas i en tvättanordning som anslutits till anläggningen
15 och matas vid en lämplig tidpunkt till följande skede.
2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att flera stegvis stigande temperatur- och/eller tryckdrivna delignifieringsreaktorer kopplas i serie, varvid cellulosan späds ut på nytt före
20 införelse i följande reaktor.
3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att cellulosan avkyles efter reaktionen och leds efter utspädning till ett tvättfilter med minst två zoner.
25
4. Förfarande enligt patentkravet 3, k ä n n e t e c k n a t därav, att filtratet från den första tvättzonen drivs motströms till cellulosan till dess förvärmning eller förtvätt.
- 30 5. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att i det första skedet används syre och efter detta skede avkyls cellulosan och tvättas samt blekes med ozon efter avkylning i ett eller flera skeden i surgjort tillstånd vid en torrhalt under 4 %.
- 35 6. Förfarande enligt patentkravet 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att mellan ozonblekningarna och/eller efter dessa följer peroxidblekning och varje blekning efterföljs fördelaktigt av ett tvättsskede.

- 1 7. Förfarande enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att varje ozonbehandling efterföljs av en alkalisk extrahering av den omvandlade massan.
- 5 8. Förfarande enligt patentkravet 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att det ozonhaltiga använda gasformiga blekningsmedlet leds motströms mot cellulosan och ansluten som bärgas för syret matas till det syre-drivna första skedet.
- 10 9. Koppling och reaktor enligt åtminstone ett av patentkraven 1-8 för genomförande av förfarandet, k ä n n e t e c k n a d e därav, att en torkningsanordning (2) finns monterad i tryckbehållaren (1,1'), som inför den torkade koncentrerade massan till en avskild central avledningszon (3,3'), i vilken den syrehaltiga gasen införs, vilken gas stiger till
15 det övre utrymmet (4,4') av tryckkärlet (1,1'), till vilket utrymme en anslutning (5) till förgasningsanordningen (6) finns ansluten för icke-koncentrerad massa, och att en torkningsspiral (7) finns monterad, vilken transporterar massan från tryckkärlet (1) till det andra tryck- och temperaturskedet.
- 20 10. Reaktor enligt patentkravet 9, k ä n n e t e c k n a d därav, att förgasningsanordningen (6) består väsentligen av en circulationskrets (8) för icke-koncentrerad massa, vilken krets kommer till det övre utrymmet (4) av tryckkärlet (1) från ingångsöppningarna och mynnar i en ränna (9)
25 som omger mittområdet (3) i behållaren (1,1').
11. Koppling enligt patentkravet 9, k ä n n e t e c k n a d därav, att cellulosan blekes i flera skeden (30-34) och det första skedet (30) utgörs av syreblekning, och där minst två blekningsskeden (31,33) som
30 drivs med ozon som blekningsmedel anslutes till varandra med hjälp av ett peroxidblekningsskede (32) som eventuellt skiljer dessa.
12. Koppling enligt patentkravet 11, k ä n n e t e c k n a d därav, att syreblekningsskedena (31,33) är förenade med varandra på den bortströmmande
35 ozonfattiga blekningsgasens sida och till syreblekningsskedet (30) vid dess ingångssida.

1 13. Koppling enligt patentkravet 11, k ä n n e t e c k n a d därav,
att varje ozonblekningsskede (31,33) efterföljs av åtminstone ett alkaliskt
skede, speciellt ett extraheringsskede (44) och/eller ett peroxidbleknings-
skede (32,34).

5

14. Koppling enligt patentkravet 12, k ä n n e t e c k n a d därav,
att mellan ozonblekningsskedena (31,33) och speciellt efter det sista
ozonblekningsskedet (33) används ett peroxidblekningsskede (32,34).

10

15

20

25

30

35

Fig. 2



