



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 132244

(51) Int. Cl.² D 21 C 3/02

(21) Patentsøknad nr. 2973/70

(22) Inngitt 31.07.70

(23) Løpedag 31.07.70

(41) Alment tilgjengelig fra 10.06.71
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 30.06.75
(30) Prioritet begjært 09.12.69, USA, nr. 883470

(54) Oppfinnelsens benevnelse Forbedret alkalisk dampfase-fremgangsmåte til fremstilling av masse.

(71)(73) Søker/Patenthaver PULP AND PAPER RESEARCH INSTITUTE OF CANADA,
570 St. John's Road, Pointe Claire, Quebec,
Canada.

(72) Oppfinner CLAYTON, David W.,
SAKAI, ASAHI,
Quebec, Canada.

(74) Fullmektig Siv.ing. Audun Kristensen,
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk patent nr. 45641, 111826, 112525
US patent nr. 2093267, 3215588
Tappi, april 1970, s. 632
Pulp and Paper Mag. Canada, 68, no. 12,
T-619-T-630, desember 1967

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen muliggjør kjemisk fremstilling av en kjemisk cellulosemasse hvor kvaliteten av massen og masseutbyttet er forbedret i forhold til kjente alkaliske dampfasekokemetoder.

Oppfinnelsen vedrører således en fremgangsmåte for fremstilling av kjemisk cellulosemasse fra et lignocellulosematerial hvor dette material i oppdelt form impregneres med en vesentlig polysulfidfri alkalisk kokelut, overskudd av kokelut fjernes fra det impregnerte material, ligninet utløses fra det impregnerte material ved hurtig oppvarming av materialet i damp, og materialet, hvorfra ligninet er utløst, føres til en vandig vaskesone, og det særegne ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er en kombinasjon av følgende trekk: det oppdelte material som impregneres med kokeluten er et på forhånd vannmettet material, impregneringen gjennomføres ved en temperatur under 110°C , og ligninutløsningen gjennomføres ved en temperatur på $170 - 185^{\circ}\text{C}$ i en tid av 40 - 90 min. slik at det i massen tilveiebringes en H-faktor på over 1000, fortrinnsvis minst 2000.

Ved den vanlige alkaliske kokeprosess i væskefase, spesielt i kraft- eller sulfatprosessen for fremstilling av kjemisk cellulosemasse, blir det oppdelte trevirke eller annet lignocellulosemateriale kokt i en vandig løsning av natriumhydroksyd og natriumsulfid ved en temperatur på omkring 170°C i den tid som er nødvendig for å fremstille masse i ønsket utbytte. Den oppnådde masse inneholder lignin og karbohydrater i et forhold som bestemmes av de spesielle betingelser ved kokemetoden, dvs. temperaturcyklus, tiden, væske-til-treforholdet og forholdet av kjemikalier til tre. Generelt er forholdet karbohydrat til lignin i massen fra et gitt materiale et tall som varierer innenfor meget snevre grenser,

132244

idet det i virkeligheten er bestemt allerede ved den anvendte kokemetode.

I et forsøk på å forbedre den vanlige kraftprosessen hvor treflisen langsomt kokes i en vandig løsning ved 170°C , er det av Kleinert i US patentskrift 3.215.588 foreslått å gjennomføre lignin-utløsningen ved en rask høytemperaturdampfasekokeprosess med flis som på forhånd er impregnert med kraftkokelut, ved å utsette nevnte flis for damp-påvirkning, slik at flisens temperatur raskt heves til koketemperaturen som er i området av 170 til 185°C . Derpå blir flisen hvor ligninet er utløst, bråkjølt i en vandig prosessvæske, slik som vann eller fortynnet svartlut, som foruten raskt å kjøle flisen, også letter arbeidet med å fjerne flisen fra kokeren. Som angitt i det nevnte US patentskrift 3.215.588 er det mulig å fremstille masse med lavere lignininnhold enn den som oppnås med den vanlige væskefaseprosess hvor det bare foregår en langsom stigning i temperaturen.

I Kleinert-prosessen blir vanlig tørr treflis impregnert med kraftkokelut ved en temperatur som ikke overstiger 150°C , overskudd av kokelut fjernes fra den impregnerte flis og temperaturen for flisen blir så raskt hevet til en høy verdi i området 170 til 185°C ved damping under trykk for å utføre ligninutløsningen fra flisen. Flisen, hvori ligninet er utløst blir så bråkjølt i en vandig prosessvæske.

Ifølge det som læres i Kleinert US patentskrift 3.215.588 vedrørende den der foreslåtte dampfasekokeprosess og også i en serie arbeider om den samme raske alkaliske dampfaseprosess med tittelen "Mechanisms of Alkaline Delignification", Tappi 49, nr. 7, sidene 301 - 303 (juli, 1966), Tappi 49, nr. 2 sidene 53 - 57 (februar, 1966) og Tappi 51, nr. 10, sidene 467 - 470 (oktober, 1968) så vel som i arbeider av Kleinert og Marraccini, Tappi 48, nr. 3, sidene 165 - 174 (mars, 1965), Tappi 48, nr. 4, sidene 214 - 230 (april, 1965), Tappi 48, nr. 5, sidene 270 - 272 (mai 1965) og Tappi 48, nr. 8, sidene 447 - 451 (august, 1965), fører i impregneringsstadiet høyere impregneringstemperaturer til stadig mere fullstendig og jevn impregnering av kokekjemikaliene inn i flisen selv om det ved temperaturer over 150°C opptrer betydelig ligninutløsning,

132244

som er uønsket.

Ved den nevnte prosess blir først treflis impregnert grundig med kokelut under slike betingelser at det sikres fullstendig jevn fordeling av kokekjemikaliene inne i hver flis ved en temperatur tilstrekkelig lav til at vesentlig grad av ligninutløsning unngås under impregneringen og transporten av det impregnerte material til kokesonen. Når imidlertid temperaturer vesentlig over 150°C anvendes foregår det en merkbar "kokeprosess" som skjer forholdsvis sakte, men som ikke desto mindre er tilstrekkelig til delvis å eliminere de store fordeler som oppnås ved den samtidige oppløseliggjøring av de substanser som binder fibrene sammen i plantevevet. Som en praktisk foranstaltning foregår penetreringen ganske sakte og vil gjerne være ujevn med hensyn til kjemikalie-fordelingen ved romtemperaturer selv ved anvendelse av høye hydrostatiske trykk. Ved eksperimentelle undersøkelser er det funnet at temperaturområdet for penetreringen eller impregneringen og innføringen av den impregnerte flis i damp-kokesonen foretrukket bør foregå ved $75 - 150^{\circ}\text{C}$. Forlenget utsettelse av flisen for temperaturer over 100°C bør unngås under impregneringen og transporten til damp-kokesonen.

Det er kritisk for den raske dampfaseprosessen til Kleinert å oppnå en mest fullstendig og jevn impregnering som praktisk mulig for flisen i impregneringstrinnet og det er funnet at jo mer ufullstendig impregneringen er jo større er siktvrakingen og således jo mer begrenset er nytten og brukbarheten av massen i kommersielle fremgangsmåter. Kleinert lærer med hensyn til dette en optimal temperatur i området 130 til 140°C for impregneringstrinnet.

For impregneringen av den tørre flis med kraftkokevæsken angir Kleinert også at jo høyere konsentrasjonen av effektivt alkali i impregneringsvæsken er, desto bedre blir impregneringen, og motsatt, jo høyere konsentrasjon av effektivt alkali i impregneringsvæsken er, jo lavere blir styrken av den oppnådde masse, og ved effektive alkalikonsentrasjoner over 40 gram pr. liter er styrken av massen lavest. Kleinert angir videre at jo høyere væske-til-treforholdet er, desto bedre blir impregneringen som oppnås i impregneringstrinnet og for å holde konsentrasjonen av alkali så

132244

lav som mulig anbefaler Kleinert et så høyt som mulig dynamisk væske-til-tre-forhold. Selv under slike betingelser bør man imidlertid for å oppnå en praktisk nyttig impregnering av treflisen innenfor en rimelig kort tidsperiode, i størrelsesorden av 15 til 20 minutter, utføre impregneringen av flisen ved den foran nevnte høye temperatur under overatmosfærisk trykk, optimalt ved ca. 10.5 kg/cm^2 .

Kleinert foreslår de følgende optimale betingelser for impregnerings-trinnet i sin fremgangsmåte for å oppnå en jevn og fullstendig impregnering av treflisen; en effektiv alkalikonsentrasjon i kraftkokeluten på under 40 gram pr. liter, et dynamisk væske-til-tre-forhold så høyt som mulig, en impregneringstemperatur på 130 til 140°C , med impregneringstrykk over 10.5 kg/cm^2 og en impregneringstid på omtrent 15 til 20 minutter.

I det etterfølgende dampfasekoketrinn blir den impregnerte flis etter at overskudd av væske er fjernet, meget raskt bragt til en høy temperatur. Jo høyere koketemperaturen er, desto lavere blir den verdi som lignininnholdet i treet kan senkes til i løpet av en kort tidsperiode ved en første eller engangs-ligninutløsning i motsetning til en i flere trinn gjennomført ligninutløsning og da det er funnet at forholdsvis små mengder karbohydrat blir konsumert ved den nevnte engangs-ligninutløsning mens det ved en i flere trinn gjennomført ligninutløsning blir fjernet relativt store mengder karbohydrat pr. enhet lignin som er fjernet, blir tapet av karbohydrat i dampfasekoketrinnet vesentlig senket, med et forbedret utbytte sammenlignet med den konvensjonelle væske-faseprosess hvor temperaturen heves til den maksimale høye temperatur i løpet av en relativt lengre tidsperiode. Kleinert foreslår at de optimale betingelser for dampfasekoking av den impregnerte flis skal være: temperatur 182.5°C med damp ved et overatmosfærisk trykk på 984 kg/cm^2 og en koketid på 20 minutter.

Med denne fremgangsmåten produseres en cellulosemasse med et lavere lignininnhold og et høyere karbohydrat-til-lignin-forhold i godt utbytte, og denne masse kan raskt blekes til en masse med stor hvithet. I tillegg til produktfordelene har den tidligere foreslåtte fremgangsmåte fordelene av å være kort, å bruke lite

kjemikalier og å frembringe en svartlut med høy konsentrasjon og høy temperatur som tillater en billigere gjenvinning av kjemikalene fra svartluten.

Det er imidlertid funnet at mens Kleinert-prosessen har de nevnte fordeler, har den oppnådde masse, som har et lavere lignininnhold og et høyere forhold karbohydrat til lignin, en del egenskaper som er dårligere enn vanlig kraftmasse og som i høy grad betinger begrenset anvendbarhet for fremgangsmåten for kommersielle formål. Spesielt har massen som oppnås ved Kleinert-prosessen en meget begrenset anvendelse idet den medfører høy siktvraking, en lav C.E.D.-viskositet, en redusert seighet, og en redusert strekk- og rivestyrke sammenlignet med vanlig kraftmasse fremstilt ved kjente væskefaseteknikker.

Den foreliggende oppfinnelse betyr en forbedring ved den forannevnte alkaliske dampfasekokeprosess hvori siktvrakingen er vesentlig redusert og de andre egenskapene ved massen er sammenlignbare med vanlig kraftmasse og har hovedsakelig samme utnyttbarhet som vanlig kraftmasse. Samtidig er det oppnådde masseutbytte vesentlig øket sammenlignet med Kleinert-dampfaseprosessen.

Når således ved den foreliggende oppfinnelse impregneringen av treflisen utføres med treflis som på forhånd er mettet med vann, så kan impregneringen av flisen utføres innenfor en rimelig tidsperiode ved atmosfærisk trykk og ved en vesentlig lavere temperatur under 110°C , foretrukket i området 60 til 100°C og spesielt i området 70 til 90°C .

Det er således funnet at når flisen underkastes en forlenget impregnering ved en temperatur 130 til 150°C for å oppnå tilstrekkelig impregnering av kjemikalene, løses det en stor mengde ikke-ligninkomponenter, dvs. karbohydrater av lignocellulosematerialet, i væsken under impregneringstrinnet og ligninutløsningen under denne impregneringsperiode er ubetydelig. En temperatur på 130 til 150°C er ikke fordelaktig for massekokingen, og ved temperaturer over ca. 110°C blir hastigheten for fjerning av karbohydrater fra

132244

treflisen betydelig og øker med en viss hastighet opp til en temperatur i området av ca. 150 til 160°C, forholdsvis mer enn hastigheten for fjerning av lignin. Når det imidlertid anvendes tørr flis fører enkel reduksjon av impregneringstemperaturen, selv under høyt trykk i forlengede tidsperioder, ikke til tilstrekkelig impregnering av flisen til å unngå den fullstendig uaksepterbare mengde av siktvraking i den oppnådde masse, som sterkt begrenser anvendeligheten av den tidligere nevnte masse. Således, mens det er funnet at det er praktisk umulig å impregnere en tilstrekkelig mengde kjemikalier inn i tørr treflis ved en lav temperatur under 110°C selv under meget høyt trykk innenfor en kort tidsperiode slik som 20 minutter, og endog ved en høy alkalikonsentrasjon som er ment å fremme opptak av kjemikalier av flisen, er det en ujevn fordeling av kjemikaliet mellom de ytre og de sentrale deler av flisen. Dette vil gjerne ødelegge de ytre delene av flisen, og det er med vannmettet flis funnet mulig å impregnere flisen ved atmosfærisk trykk innenfor en praktisk akseptbar tidsperiode i området av 60 minutter og oppnå en i det vesentlige fullstendig og jevn impregnering av flisen med opptak av en tilstrekkelig mengde kjemikalier i flisen til å utføre den etterfølgende alkaliske ligninutløsning.

Spesielt blir det ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, hvor det brukes vannmettet flis som gir god impregnering av flisen, meget lite siktvraking og et høyere karbohydrat-til-lignininnhold i den oppnådde masse, det oppnås et større masseutbytte og et tilsvarende lavere alkaliforbruk i massevæsken og også en høyere C.E.D.-viskositet i den oppnådde masse.

Som brukt her refererer uttrykket "vann-mettet material" til oppdelt material, dvs. treflis, hvor i det minste midten av flisen er mettet med vann og for bløte tresorter er vanninnholdet vanligvis i området av fra 180 til 200 vektprosent (ovnstørr ved), mens vanninnholdet i harde tresorter er over 150 vektprosent (ovnstørr ved). Fuktighetsinnholdet i flisen kan heves til disse nivåer, dvs. flisen kan mettes, ved enkelt å senke flisen i varmt vann i tilstrekkelig tid. Generelt har flisen et fuktighetsinnhold på over 170 vektprosent basert på ovnstørr vekt av flisen. I impregneringstrinnet blir flisen fordelaktig impregnert

med den alkaliske kokeluten ved en temperatur i området 70 til 90°C, fortrinnsvis 80 til 90°C, i en tid av fra 0.5 til 2 timer, mer vanlig i ca. 1 time, ved atmosfærisk trykk.

Etter at overskuddlut har rent av fra den impregnerte flisen gjennomføres ligninutløsningen ved kontakt med damp ved overatmosfærisk trykk, vanligvis ved omtrent 8.08 til 10.55 kg/cm², ved en temperatur i området 170 til 175°C. Mens det som angitt av Kleinert er optimale betingelser med en temperatur på ca. 182.5°C og en tid av tyve minutter er det ved den foreliggende oppfinnelse funnet at ved å øke oppvarmingstiden slik at H-faktoren (som ved Kleinerts prosess er ca. 1000) blir øket til over 1000 og fortrinnsvis minst 2000, øker masseutbyttet ved konstant Kappa-tall ennå mer, C.E.D.-viskositeten for den oppnådde masse økes også og alkaliforbruket minskes ytterligere. Således, mens Kleinert hovedsakelig er opptatt av å oppnå en rask dampfaseprosess og som sådan lærer en optimal temperatur og tid på henhv. 182.5°C og 20 minutter, er det ved den foreliggende oppfinnelse funnet at ved å øke den tid som massen holdes ved koketemperaturen slik at H-faktoren, som er 1000 for Kleinertprosessen økes fortrinnsvis opp til over 2000, blir egenskapene for den oppnådde masse og utbyttet av den oppnådde masse vesentlig bedret. H-faktoren er en integrert verdi av koketid og kokehastighet ved en gitt temperatur og er mer fullstendig angitt i en teknisk rapport med tittelen "The H-factor: A means of Expressing Cooking Times and Temperatures as a Single Variable" av K.E. Vroom, Pulp and Paper Mag. Can., 58 (3): 228 (Convention Issue, 1957).

Det er videre funnet ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, at det ved den samme H-faktor, også er mulig å øke C.E.D.-viskositeten for massen ved det samme Kappa-tall uten vesentlige tap i utbytte og stort sett uten økning av alkaliforbruket, ved at koketemperaturen senkes fra 185 til 175°C. Videre er det funnet at selv om hvitheten av massen blir litt redusert ved å øke H-faktoren ved den samme temperaturen, øker massehvitheten når koketemperaturen senkes fra 185 til 175°C. Generelt er det derfor funnet at ved å øke H-faktoren til over 1000 og fortrinnsvis til over 2000 og enten samtidig eller alternativt med dette å senke temperaturen for kokingen, forbedres egenskapene og utbyttet

132244

av den masse som oppnås. Samtidig, på grunn av den økede oppholdstid for massen i dampfasestadiet av prosessen fra ca. 20 minutter til 40 eller endog til 90 minutter når temperaturen blir senket, er det med mindre endringer mulig å anvende en kontinuerlig koker av den vertikale typen som finnes i mange eksisterende kraftmasseanlegg eller alternativt en diskontinuerlig koker i et eksisterende vanlig væskefasekraftmasseanlegg for prosessen. Til forskjell er en vanlig diskontinuerlig eller kontinuerlig koker av den vertikale typen som vanlig anvendes i vanlige anlegg ikke egnet for dampfase-kraft-prosessen ifølge Kleinert med en oppholdstid på 20 minutter under trykk i impregneringstrinnet og 20 minutter i dampfasetrinnet. Med fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, hvor impregneringstrinnet ikke krever en trykk-beholder, siden det kan utføres ved atmosfærisk trykk ved 90°C, kan treflisen kokes i en vanlig koker, enten kontinuerlig eller porsjonsvis i 90 minutter ved 175°C og ved omtrent 8.1 kg/mm², fortrinnsvis fulgt av diffusjonsvasking eller kald-utblåsing i den samme koker slik som det vanlig utføres i en Kamyr-koker.

Alternativt kan fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen utføres i Kleinert-anlegget ved bruk av den av ham foreslåtte vasketeknikk, dvs. ved å føre materialet hvorfra ligninet er utløst til en vaskesone, innføring av en vandig prosesslut i nevnte sone og føre nevnte prosesslut i motstrømskontakt med det delignifiserte material for å avslutte delignifiseringen av materialet og fjerne en del av de deri oppløste oppløseliggjorte amorfe substanser og regulere graden av ekstraksjonen til å fremskaffe en vandig behandlingslut med en konsentrasjon i området fra 15 til 30% av oppløseliggjorte substanser.

Oppfinnelsen skal illustreres ytterligere ved hjelp av de følgende eksempler.

EKSEMPEL 1.

Opphakket flis av rødgran med en størrelse på ca. 2.5 ganger 2.5 cm (fiberretning) ganger og ca. 3 mm tykkelse ble fremstilt av rødgranstammer (Red spruce). Flisen ble tørket i atmosfæren til et fuktighetsinnhold på 10% basert på tørt tre og ble delt i like store deler på 280 gram (ovnstørr vekt). Hver del ble mettet med vann i et trykkar med to damputblåsninger ved 2.1 kg/cm^2 i to minutter hver etterfulgt av impregnering med vann av 70°C under et trykk av nitrogengass ved ca. 7 kg/cm^2 i en time. Deretter ble flisen innført i en polyetylensekk og oppbevart i et kaldt rom ved 3 til 5°C i 2 til 5 uker før den ble utsatt for kokevæsken. Før flisen utsettes for koking ble eventuelt fritt vann fjernet ved å holde flisene i en trådnettingkurv (60 mesh) i en time. Mens overflaten av flisen begynte å tørke var fuktighetsinnholdet i flisen $179 \pm 3\%$, basert på tørt tre, som nærmet seg metningspunktet for grantre som er 190 til 200%.

I en serie av dampfasekraftkokinger utsattes et antall av disse porsjoner i et impregneringstrinn for oppvarming med 1120 ml kraftlut ved et lut-til-vann-forhold på 4 til 1. Flisen i kokene 238, 219, 206, 224, 225, 226, 227, 245, 228, 229 ble impregnert i en periode på 60 minutter ved en temperatur av 90°C ved atmosfærisk trykk. I disse kok, etter impregnering av flisen og fjerning av overskudds-væske, ble den impregnerte flisen deretter utsatt for damp og i kokene 238, 219 og 206 ble temperaturen hevet til 100°C i 20 minutter og deretter til 175°C i 90 minutter og ga en H-faktor for kokeprosessen på 2000. I kokene 224 og 225 ble temperaturen på 175°C bibeholdt i 40 minutter og ga en H-faktor for kokeprosessen på 1000. I kokene 226 og 227 var sluttemperaturen 185°C som ble bibeholdt i 40 minutter og ga en H-faktor for kokeprosessen på 2000. I kokene 245, 228 og 229 ble en koketemperatur på 185°C holdt i 20 minutter og ga en H-faktor på 1000.

I kokene 241, 230 og 231 ble den fuktighetsmettede flisen oppvarmet i en periode på 40 minutter til 140°C , under impregneringen med kraftlut og denne temperatur ble holdt i 30 minutter. Temperaturen ble deretter hevet til 185°C med damp og ga en H-faktor på 1000

132244

for kokeprosessen. Betingelsene for impregneringstrinnet er angitt i den følgende tabell 1 og egenskaper og utbytte av den oppnådde masse er også angitt i tabell 1.

TABELL 1

Betingelser	Kok nr.	Dampfase-kraft	Flisfuktig- het basert på tørr ved %	Impregne- ringstemp. °C	Dampfase- koketemp. °C	"H"-faktor i dampfase- trinnet	Væske-til- ved-forhold	Eff. alkali- kons. g/l som Na ₂ O	Sul- fiditet %
DKP H 2000 175°C	1	238	180	90	175	2000	4/1	68	30
	2	219	180	90	175	2000	4/1	75	30
	3	206	180	90	175	2000	4/1	90	30
DKP H 1000 175°C	1	224	180	90	175	1000	4/1	95	30
	2	225	180	90	175	1000	4/1	120	30
DKP H 2000 185°C	1	226	180	90	185	2000	4/1	75	30
	2	227	180	90	185	2000	4/1	90	30
DKP H 1000 185°C	1	245	180	90	185	1000	4/1	75	30
	2	228	180	90	185	1000	4/1	95	30
	3	229	180	90	185	1000	4/1	120	30
HDKP 180%	1	241	180	140	185	1000	4/1	65	30
	2	230	180	140	185	1000	4/1	80	30
	3	231	180	140	185	1000	4/1	95	30
HDKP 40%	1	14	40	140	185	1000	5/1	38	30
	2	15	40	140	185	1000	5/1	49	30
	3	16	40	140	185	1000	5/1	63	30

132244

12

Tabell 1 (fortsatt)

Betingelser	NaOH kons. g/l	Na ₂ S kons. g/l	Forbrukt eff. alkali % på tre som Na ₂ O	Siktet masse Utbytte %	Avfall %	Total masse Utbytte %	Kappataill	Lysket
DKP H 2000 175°C	56.0	24.0	13.2	50.0	1.1	51.1	41.7	25.6
	61.9	26.5	14.4	48.6	0.4	49.0	30.7	29.2
	74.1	31.8	17.5	48.0	0.0	48.0	23.5	29.4
DKP H 1000 175°C	78.3	33.5	17.6	48.3	0.3	48.6	30.4	32.3
	98.8	42.4	21.9	46.6	0.1	46.5	22.7	35.0
DKP H 2000 185°C	61.9	26.5	14.5	48.7	0.0	48.7	28.0	28.2
	74.1	31.8	16.9	47.2	0.0	47.2	21.0	30.6
DKP H 1000 185°C	61.8	26.5	14.3	50.6	1.0	51.6	43.2	28.6
	78.3	33.5	17.8	47.8	0.0	47.8	25.7	33.2
	98.8	42.4	22.0	45.4	0.1	45.5	20.7	35.7
HDKP 180%	53.5	23.0	14.5	48.8	1.3	50.1	43.6	30.4
	65.9	28.2	16.6	46.8	0.3	47.1	28.1	34.3
	78.3	33.5	19.2	45.0	0.1	45.1	21.5	37.1
HDKP 40%	31.1	13.3	12.2	49.3	3.6	52.9	68.6	24.6
	40.4	17.4	14.0	47.8	0.4	48.2	37.7	30.3
	52.0	22.2	17.2	45.9	0.1	46.0	27.8	33.6

132244

I en sammenlignende serie kok ble 280 g flis med en forholdsvis lav fuktighet, 40% basert på ovnstørr vekt av flisen, først utsatt for to dampstrømmer hver med tre minutters varighet ved ca. 2.1 kg/cm^2 og ble så impregnerert med 1400 ml kraftlut i et væske-til-tre-forhold på 5 til 1. Flisen ble så delt i to like store deler og disse deler ble underkastet koking hvor de først ble oppvarmet i 25 minutter til 140°C , holdt ved denne temperatur i 30 minutter, derpå oppvarmet til 185°C ved dampoppvarming og ble så holdt ved denne temperatur i 20 minutter og ga en H-faktor på 1000. Betingelsene for impregnering og de egenskaper og masseutbytter som oppnås er også angitt i tabell 1. I hvert kok ble etter avslutning av dampingen den delignifiserte flisen dyppet i vann, knust og massen ble siktet gjennom en vibrerende flat sikt med ca. 0.25 mm spalter og vekten av siktavfall og siktet masse ble bestemt. Disse tall er summert i tabell 1 som totalt masseutbytte. Fra de ovenstående resultater ble grafiske kurver oppsatt over totalt masseutbytte, prosent i forhold til Kappatall ved forskjellige H-faktorer for prosessen ifølge oppfinnelsen (DKP) ved forskjellige H-faktorer, så vel som for fremgangsmåten ifølge Kleinert (HDKP) ved bruk av flis med et opprinnelig fuktighetsinnhold på 180% basert på deres ovnstørre vekt, og impregnering ved 140°C i impregneringstrinnet og også for fremgangsmåten ifølge Kleinert ved bruk av forholdsvis tørr flis med opprinnelig fuktighetsinnhold 40% basert på ovntørr vekt.

Det sees av figuren at fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er overlegen den konvensjonelle kraftfremgangsmåte, som arbeider i væskefase, og er også overlegen Kleinert-fremgangsmåten og også Kleinertfremgangsmåten med fuktighetsmettet flis. For mer klart å illustrere fordelene med oppfinnelsen fra figuren og tabell 1, ble tabell 2 laget og den viser utbyttene og 0.5% C.E.D.-viskositeter av visse masser ved Kappatall 30. Det kan lett sees fra denne tabell at jo lavere impregneringstemperaturen er, og jo lavere dampfasekoketemperaturen og høyere H-faktoren er, desto bedre er egenskapene for den oppnådde masse, spesielt er masseviskositet og masseutbytte høyere og alkaliforbruket som behøves for å nå Kappa-tallet 30 er lavere.

TABELL 2

Egenskaper for masser med Kappatal nr. 30.

132244

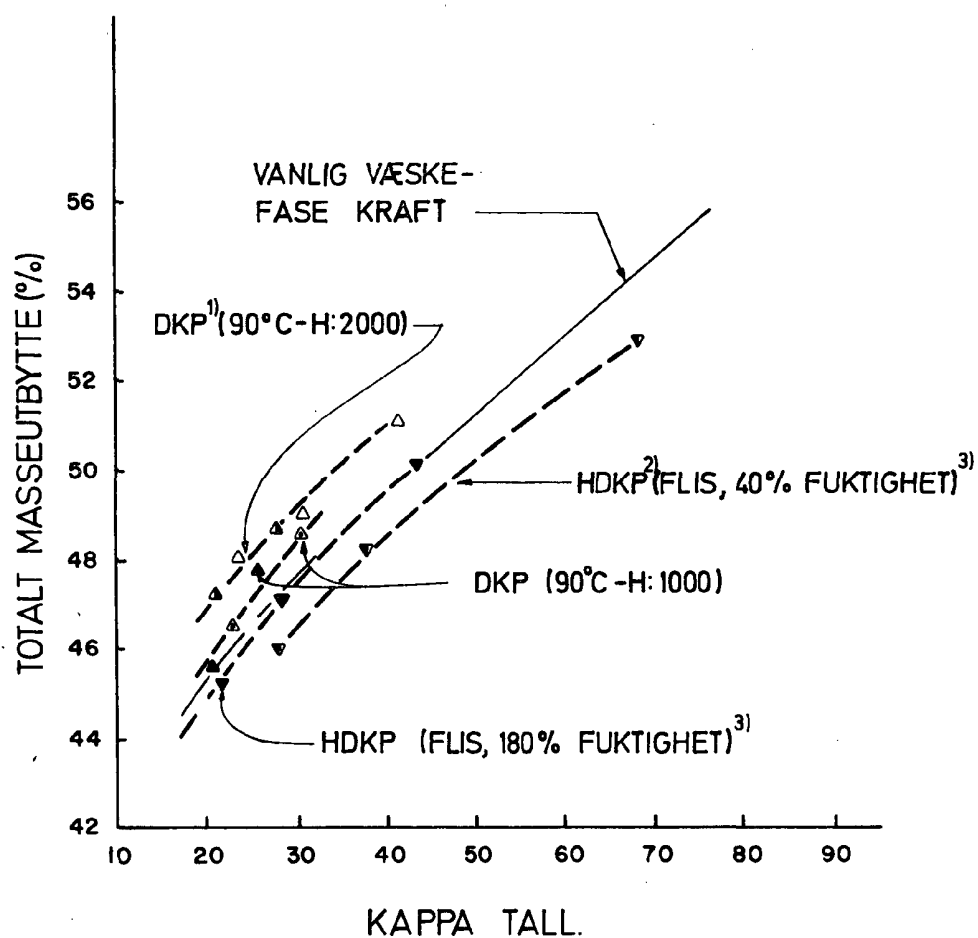
Betingelser	Impregnerings- temperatur °C	Dampfase- koke- temperatur °C	"H"-faktor	Fuktighet % på tørt tre	Totalt masse- utbytte på tre	0.5% CED masse- viskositet cps	Alkali- behov som Na ₂ O % på tre	
HDKP 40%	1.	140	185	1000	40	46.5	14	16.4
HDKP 180%	2.	140	185	1000	180	47.4	16	16.5
DKP H 1000	3.	90	185	1000	180,	48.5	15	16.5
DKP H 1000	4.	90	175	1000	180	48.4	17	17.6
DKP H 2000	5.	90	185	2000	180	49.1	19	14.0
DKP H 2000	6.	90	175	2000	180	49.1	22	14.6

132244PATENTKRAV

1. Fremgangsmåte for fremstilling av kjemisk cellulosemasse fra et lignocellulosematerial hvor dette material i oppdelt form impregneres med en vesentlig polysulfidfri alkalisk kokelut, overskudd av kokelut fjernes fra det impregnerte material, ligninet utløses fra det impregnerte material ved hurtig oppvarming av materialet i damp, og materialet, hvorfra ligninet er utløst, føres til en vandig vaskesone, k a r a k t e r i s e r t v e d en kombinasjon av følgende trekk: det oppdelte material som impregneres med kokeluten er et på forhånd vannmettet material, impregneringen gjennomføres ved en temperatur under 110°C , og ligninutløsningen gjennomføres ved en temperatur på $170 - 185^{\circ}\text{C}$ i en tid av 40 - 90 minutter slik at det i massen tilveiebringes en H-faktor på over 1000, fortrinnsvis minst 2000.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at impregneringen som i og for seg kjent gjennomføres ved en temperatur i området $60 - 100^{\circ}\text{C}$, foretrukket i området $70 - 90^{\circ}\text{C}$.

132244



- 1.) DKP = DAMPFASE KRAFTPROSESS ETTER OPPFINNELSEN.
- 2.) HDKP = HURTIG DAMPFASE KRAFTPROSESS (USP. 3.215.588)
- 3.) FUKTIGHETSINNHOOLD BASERT PÅ TØRR VEKT AV TREVIRKE.