

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 136 325
B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication du fascicule du brevet:
14.06.89

(51) Int. Cl.: **D 21 C 3/00**

(21) Numéro de dépôt: **84900991.5**

(22) Date de dépôt: **29.02.84**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR 84/00042

(87) Numéro de publication internationale
WO 84/03527 (13.09.84 Gazette 84/22)

(54) **PROCEDE DE TRAITEMENT DE MATIERES LIGNO-CELLULOSIQUE POUR L'OBTENTION DE CELLULOSE.**

(30) Priorité: **02.03.83 FR 8303415**
04.08.83 FR 8312845
02.09.83 FR 8314060

(73) Titulaire: **TAG PULP INDUSTRIES S.A.,**
Kirchstrasse 10 Postfach 130, FL 9490 Vaduz (LI)

(43) Date de publication de la demande:
10.04.85 Bulletin 85/15

(72) Inventeur: **NIVELLEAU DE LA BRUNIERE, Patrick Marie**
François, 45 Boulevard de Montmorency, F-75116 Paris
(FR)
Inventeur: **GALICHON, Jean Philippe Marie, 16 avenue**
Hoche, F-75008 Paris (FR)

(45) Mention de la délivrance du brevet.
14.06.89 Bulletin 89/24

(74) Mandataire: **Epstein, Henri, 7 Rue du Temple,**
F-95880 Enghien les Bains (FR)

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE FR GB LI LU NL SE

(56) Documents cités:
EP-A-0 054 015
FR-A-989 191
FR-A-1 566 663
FR-A-2 300 149
FR-A-2 459 326
US-A-1 735 013
US-A-2 874 044
US-A-3 255 071
US-A-4 017 642
US-A-4 135 967

EP 0 136 325 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

La présente invention se rapporte à un procédé de préparation de pâte cellulosique par traitement de matières ligno-cellulosiques consistant à traiter des copeaux de bois ou des végétaux sous forme divisée par une solution contenant de 2 à 20% d'hydroxydes ou sels de métaux alcalins ou alcalino-terreux à une température de 80 à 100 °C, de façon à ce que le bois imprégné ait retenu au moins 11,3% en poids desdits hydroxydes ou sels, à ramener le poids de la solution retenue au cours de l'imprégnation à une valeur comprise entre 1 à 2 fois le poids de matières traitées, à procéder à la cuisson sans aucune addition de réactifs à une température pouvant varier entre 150 et 190 °C pendant une durée de 15 à 60 minutes et à presser le produit de cuisson pour en extraire la lignine solubilisée sous forme de liqueur noire contenant environ 50% de matière sèche.

Un tel procédé est connu ou suggéré selon le brevet EP-A-54 015, selon lequel le rajustement du poids de la solution retenue au cours de l'imprégnation vise exclusivement une limitation de l'hydromodule de la masse soumise à la cuisson à une valeur située entre 0,5 et 2, sans accorder de l'importance à l'abaissement du point de fusion des résidus, lorsqu'ils sont riches en sels absorbés au cours de l'imprégnation.

On connaît par ailleurs le procédé décrit dans le brevet US-A-2 874 044 portant sur la digestion alcaline des matériaux cellulosiques, leur cuisson et une extraction des résidus de cuisson par une solution alcaline diluée. De façon générale, ces techniques impliquent une longue durée de cuisson et, souvent une dilution des solutions nécessitant un volume d'eau important et une dépense importante d'énergie de chauffage. Le sous-produit de liqueur noire doit être évaporé pour atteindre une concentration de l'ordre de 50% de matière sèche permettant la combustion et la récupération de produits chimiques. Ces techniques nécessitent ainsi des investissements élevés dus aux volumes traités et à la pression de service des réacteurs. Elles accroissent le danger de la pollution atmosphérique par des sous-produits sulfurés gazeux, tels que le diméthylsulfure et le méthylmercaptan.

D'autres procédés consistent à traiter le bois par des solvants du type alcool, amine, aminoalcool ou sulfoxyde en milieu acide ou en présence de bases alcalines ou alcalino-terreuses, tel que le procédé décrit dans le brevet US-A-4 135 967.

Ces procédés qui présentent certains avantages, tels que plus grande rapidité de cuisson et absence de pollution, sont cependant difficiles à justifier économiquement du fait de la consommation trop importante du solvant mis en œuvre et du prix de ce dernier.

Le procédé selon l'invention permet d'éviter la plupart des inconvénients cités ci-dessus en réalisant la cuisson des copeaux de bois à pression atmosphérique ou sous faible pression en phase solide après imprégnation.

Il est caractérisé en ce que l'imprégnation s'effectue à pression atmosphérique au moyen d'une solution d'imprégnation dont la concentration est ajustée par addition d'un solvant à haut point d'ébullition, d'un sel d'acide gras ou d'un autre produit chimique, de façon à permettre d'abaisser la température de fusion des résidus alcalins ou alcalino-terreux présents dans la masse après séparation d'excès de la solution d'imprégnation à une température comprise entre 150 et 180 °C et en ce que le traitement de cuisson s'effectue par chauffage exclusivement indirect à une température de 150 à 190 °C sans aucun apport de vapeur d'eau et sans aucune application de pression mécanique, le pressage en vue d'extraction de liqueur noire ayant lieu seulement à la fin de la cuisson.

Selon un mode de réalisation avantageux, la solution d'imprégnation contient 2 à 20% de solvant choisi dans le groupe comprenant les glycols, diols, alcanolamines et sulfoxydes.

La cuisson en phase solide permet:

- de n'utiliser qu'une faible quantité d'eau: 1 à 3 fois le poids du bois.

- de recueillir une liqueur noire ayant une concentration en matière sèche élevée et donc directement combustible.

- d'éviter la pollution atmosphérique par des dérivés sulfurés, les réactifs chimiques mis en œuvre ne contenant pas de soufre.

Les conséquences de ces caractéristiques de l'invention sont:

- un investissement réduit par l'utilisation d'appareils moins volumineux pour une production identique, la diminution de la taille des appareils de concentration de la liqueur noire, la suppression des équipements anti-pollution.

- une dépense énergétique moindre liée à la diminution considérable de la masse d'eau à chauffer ou à évaporer.

Deux cas sont à considérer suivant que la cuisson a lieu à pression atmosphérique ou sous pression de quelques bar

1er cas:

A pression atmosphérique, on ajoute à la liqueur d'imprégnation des copeaux une quantité minimale d'un solvant de point d'ébullition élevé (> 150 °C) ou un sel d'acide gras ou tout produit chimique permettant d'abaisser vers 150°-180° la température de fusion des réactifs alcalins ou alcalino-terreux employés.

Le procédé dans ce cas comprend les phases suivantes:

1. Imprégnation.

Elle est particulièrement importante pour la réussite des phases suivantes.

Le liquide d'imprégnation est de l'eau additionnée de solvant type glycol, diols, éthanolamine, etc. à un pourcentage de 2 à 20%; de réactifs chimiques alcalins type carbonate de soude, soude, sulfure de sodium ou polysulfure de sodium, etc. ou alcalino terreux solubles dans l'eau à un pourcentage de 2 à 20%.

Cette imprégnation se fait de préférence à température voisine de 100°C, de façon à s'assurer d'une pénétration à cœur de la liqueur d'imprégnation.

Une division mécanique plus poussée du bois permet aussi l'amélioration de l'imprégnation.

2. Egouttage. Séchage.

Les copeaux imprégnés sont égouttés, puis la masse solide est introduite dans un four où elle se déplace par gravité, soit par un moyen mécanique (par exemple, sous une épaisseur de quelques centimètres sur un tapis métallique se déplaçant à l'intérieur du four).

La vapeur d'eau, avec éventuellement de petites quantités de solvant, qui se dégage de la masse de bois imprégnée est recyclée à la phase imprégnation.

La chaleur latente est récupérée.

3. Réaction

Les copeaux de bois contenant encore le solvant en pourcentage faible et les réactifs chimiques, sont alors portés à 150-190°C, à pression atmosphérique pendant un temps variable (15 à 30', par exemple).

Le solvant qui se dégage est récupéré et recyclé.

Au cours de ce traitement en phase solide, la lignine réagit avec les réactifs alcalins.

4. Séparation fibres cellulosiques – liqueur noire.

Les copeaux sortant du four sont additionnés de la quantité minima d'eau pour obtenir une pâte.

Ceci est rendu possible par le fait que la lignine a été transformée en un produit soluble dans l'eau au cours du traitement précédent, ce qui rend facile la défibrage du bois sans action mécanique poussée.

Cette pâte est pressée dans un appareil conventionnel du type presseoir à vis.

L'avantage d'ajouter la quantité minima d'eau est d'obtenir une liqueur noire concentrée plus facile à amener à sec ou qui peut être directement brûlée pour récupérer les réactifs alcalins.

L'extraction complète par l'eau de la lignine solubilisée se fait par pressages successifs de préférence en recyclant à chaque fois la liqueur extraite au stage d'extraction précédent.

Puis, la pâte cellulosique lavée est traitée suivant les procédés classiques de purification et blanchiment.

Par rapport à un procédé classique les avantages que l'on peut attendre d'un tel procédé sont:

– Economie d'énergie.

En effet, la quantité d'eau mise en œuvre est faible et la récupération de la chaleur latente de la vapeur d'eau facile dans la phase séchage du bois après imprégnation.

Un autre élément important est l'élimination de la phase concentration de la liqueur noire.

– Investissements plus faibles.

Les principaux postes sont:

– La phase traitement au bois où le volume des équipements est réduit grâce au traitement en phase solide et au temps de réaction plus court.

– L'élimination des équipements de concentration de la liqueur noire.

– Diminution considérable de la pollution.

– par la suppression des eaux résiduaires de réaction puisque le traitement chimique a lieu en phase solide;

– par le contrôle des effluents gazeux au moment du passage dans le four de réaction.

Par rapport aux procédés en phase solvant, l'avantage est la faible quantité de solvant mis en œuvre qui limite les pertes.

A titre indicatif, le rapport solvant sur bois est d'environ 1/10 de celui d'un procédé en phase solvant.

EXEMPLES

Parmi les nombreux mélanges de sels, bases et en solvants qui peuvent être utilisés pour mettre en œuvre la réaction, ceux décrits ci-dessous seront choisis préférentiellement:

– Diéthanolamine	P. E. 268 °C
– Monoéthanolamine	P. E. 172 °C
– Glycol	P. E. 197 °C
– Propylène glycol	P. E. 189 °C
– Butyglycol	P. E. 192 °C
– Soufre	P. E. 112 °C

Soude NaOH

Potasse KOH

Chaux Ca(OH)₂

Sulfures et polysulfures de Na et K

Carbonates de Na et K

Sels de Na et K

Sels de Na et K d'acides gras tels que stéarique, oléique, etc...

Exemple 1

On réalise une solution aqueuse avec

Eau 900 g

Glycol 100 g

Hydroxyde de sodium 100 g

200 g de copeaux de bois

(comptés en sec) soit 260 g brut

sont introduits dans la solution.

On fait le vide trois ou quatre fois, puis chauffe à 100 °C environ.

Après refroidissement, les copeaux imprégnés sont égouttés.

Le poids est après égouttage de 915 g.

Le bois a donc absorbé 655 g de solution.

La masse des copeaux imprégnés est alors portée dans un four à température de 180 °C pendant 45'.

Dans les 20 premières minutes, on recueille 480 grammes d'eau environ contenant un faible pourcentage de glycol.

Après 45' et à même température, l'étuve est mise sous vide partiel et on recueille encore:

110 g de liquide contenant 50% de glycol environ.

On casse le vide et introduit la masse des copeaux encore chauds dans un récipient avec agitateur à bras contenant 100 g d'eau.

On obtient une pâte dont on peut extraire par pressage à chaud une liqueur noire épaisse, envi-

ron 120 g, contenant environ 50% de matière sèche.

La pâte restante est traitée 3 fois suivant la même technique en extrayant à chaque fois une liqueur noire moins concentrée.

Dans un procédé industriel, les filtrats successifs pourraient être recyclés au lavage précédent de façon à n'obtenir finalement qu'une liqueur noire concentrée.

On obtient finalement après la dernière filtration et séchage 120 g de pâte à 10% d'eau, soit 108 g comptés en sec.

La liqueur noire peut être incinérée et laisse un résidu de carbonate de soude.

Exemple 2

On réalise une solution contenant:

Eau 900 g
Soude 100 g
Sulfure de sodium 100 g (comptés en Na₂S)

Les opérations successives sont les mêmes que dans l'exemple 1.

Toutefois, au cours du passage au four, on observe un léger dégagement de produits sulfurés.

Ceux-ci peuvent être incinérés et absorbés dans une solution de soude ou de carbonate de soude.

On recueille finalement 115 g de pâte cellulosique à 10% d'eau.

La liqueur noire incinérée laisse un résidu de carbonate et sulfure de sodium.

2ème cas:

cuisson sous légère pression.

Dans ce cas, au stage imprégnation, il est possible de travailler avec des solutions aqueuses de sels alcalins ou alcalino terreux en l'absence de solvants lourds.

Toutefois, dans ces conditions, il a été constaté que la cuisson à 150–190 °C est préférentiellement effectuée dans un réacteur fermé où le chauffage par l'extérieur développe alors une pression interne de 3 à 8 bar environ.

– L'appareillage préféré suivant l'invention pour réaliser la cuisson consiste en un cylindre de métal dans lequel les copeaux imprégnés et égouttés sont introduits.

Le cylindre est refermé et le chauffage effectué par l'extérieur, tandis que le cylindre placé à l'horizontal tourne autour de son axe.

Ce procédé est fondamentalement différent de celui mis en œuvre dans les cuiseurs verticaux du type Escher-Wyss par exemple où les copeaux préimprégnés sont chauffés par un apport direct de vapeur à l'intérieur du réacteur, ce qui a pour effet de diluer la masse réactionnelle, qui après cuisson se trouve alors avoir une consistance semblable à la mélasse.

Dans le procédé suivant l'invention, après cuisson dans le cylindre décrit plus haut, les copeaux ont conservé un aspect solide, mais ont perdu toute solidité mécanique.

La phase de traitement ultérieure caractéristique de l'invention consiste en un broyage rapide

demandant une énergie mécanique faible qui transforme le copeau cuit en fibres élémentaires.

Ces fibres sont alors pressées après un ajout éventuel d'une quantité minima d'eau pour en extraire une liqueur noire concentrée.

Dans les exemples qui suivent, nous montrons également que l'on peut travailler en présence d'une petite quantité de solvant lourd, avec pour effet un résultat surprenant, celui de l'amélioration des propriétés de la pâte cellulosique obtenue.

Exemple 3

230,3 g de bois de peuplier comptés en sec, sous forme de copeaux sont introduits dans une solution contenant 10% de NaOH et 10% de glycol. Ils y sont maintenus pendant 4 heures à 80 °C.

Les copeaux sont égouttés sur tamis, puis pesés. Le poids est de 632 g, soit 401,7 g de solution retenue.

Ces copeaux sont introduits dans un cylindre qu'ils remplissent presque totalement. Après fermeture, celui-ci est mis en rotation dans une enceinte chauffée à 170 °C pendant 1 h 30.

% glycol dans solution	10
% NaOH dans solution	10
Durée à 80 °C	4 h
% NaOH introduit/bois sec	45,8
Poids de bois imprégné	630 g
Chauffage à 170 °C	1 h 30
Rendement net %	47,86
% incuits	0,03
Indice de permanganate	12,4
Blancheur Photovolt	43

On peut constater que la présence de glycol apporte:

- Une amélioration de la blancheur.
- Un rendement plus élevé.
- Une pâte mieux délignifiée.

EXEMPLES à partir de copeaux d'épicéa.

Mode opératoire:

193 g de copeaux comptés en sec sont introduits dans une solution contenant de la soude et éventuellement du glycol. L'imprégnation est faite à 95 °C pendant des temps variables.

Les copeaux sont égouttés et introduits dans un cylindre d'acier chauffé extérieurement.

Durée de chauffage à 170 °C: 1 h.

Après cuisson, les copeaux sont broyés finement et la pâte résultante est pressée, ce qui fournit une liqueur noire concentrée.

La pâte restante est traitée à l'eau, pressée à nouveau et raffinée.

Le tableau suivant résume les résultats obtenus:

Imprégnation à 95 °C	Ex. 4	Ex. 5
Durée:	4 h	4 h
% NaOH:	10	12,5
% Glycol:	10	10
Poids du bois imprégné:	456	461

Imprégnation à 95 °C	Ex. 4	Ex. 5
% NaOH retenu par rapport au bois:	22,6	25
Cuisson: 1 h à 170 °C		
Rendement brut:	52,41	47,01
Rendement net:	52,39	46,99
% incuit:	0,02	0,02
Indice de permanganate:	32,6	26
Blancheur en photovolt:	32	35,5
Imprégnation à 95 °C		
Durée:	3 h	3 h
% NaOH:	10	12,5
% Glycol:	10	10
Poids du bois imprégné:	447	461
% NaOH retenu par rapport au bois:	19,2	21
Cuisson: 1 h à 170 °C		
Rendement brut:	51,75	46,3
Rendement net:	50,89	46,28
% incuit:	0,86	0,05
Indice de permanganate:	33	25,4
Blancheur en photovolt:	31	35,5

Comme dans les exemples concernant le peuplier, on constate que la présence de glycol améliore:

L'indice de permanganate,
la blancheur
le rendement.

Le même procédé permet également l'obtention de pâte mi-chimique.

Exemple 6

230,3 g de bois de peuplier comptés en sec sont traités suivant le même mode opératoire que précédemment mais dans les conditions indiquées dans le tableau ci-dessous:

Imprégnation à 80 °C		
% Glycol:	6	6
% NaOH:	6	6
Durée:	1 h	2 h
Poids de bois imprégné:	551	575
% de soude retenu/ bois sec:	11,3	14,3
Cuisson à 170 °C		
Durée:	1 h 30	1 h 30
Rendement brut:	67,2	60,4
Rendement net:		59,84
% incuit:		0,58
Indice de permanganate:	61,8	36,4
Blancheur en photovolt:	16,5	22

Une autre caractéristique du procédé est de pouvoir utiliser d'autres matières ligno-cellulosiques.

Dans ce cas, il a été constaté que lorsqu'on travaille sur des matières ligno-cellulosiques très légères et divisées, autres que le bois et telles que: bagasse, paille, alfa, etc., cette liste étant non limitative, l'imprégnation de ces matériaux conduit à une rétention d'une masse considérable de liquide de l'ordre de 5 à 10 fois leur poids sec.

Ceci conduirait à la perte d'un des avantages de cette technologie, l'économie d'eau et donc d'énergie, puisque cette eau sera par la suite vaporisée.

Cette difficulté peut être surmontée.

Il a en effet été découvert que l'on peut opérer de la manière suivante:

1. Imprégnation.
2. Pressage.
3. Cuisson.

Il faut alors utiliser au stade imprégnation des solutions chimiques plus diluées.

Le pressage effectué avec des moyens conventionnels type presse à vis laisse un produit compact à apparence sèche et contenant de 1 à 2 fois son poids d'eau par rapport à la matière première sèche mise en œuvre.

Il a été découvert que de façon surprenante, la cuisson de ce produit compact effectué dans un appareillage cylindrique horizontal chauffé extérieurement donne en une durée courte (15' à 60') et à température de 150 à 180 °C une pâte parfaitement délignifiée très homogène et contenant peu d'incuits.

Le papier obtenu est de bonne qualité et sa faible coloration rend le blanchiment facile.

Les exemples suivants illustrent le procédé:

Exemple 7:

92 g de bagasse sèche en provenance de la Guadeloupe sont immergés dans une solution contenant 6% de NaOH et 6% de glycol à 80 °C pendant 1 h.

La masse imprégnée est égouttée. Son poids est alors de 848 g.

Cette masse est pressée à fond sur un plateau à vis actionné à la main.

Après pressage, il reste un gâteau compact dont le poids est de 267 g.

Celui-ci est grossièrement divisé et placé dans l'appareil de cuisson.

Celle-ci est effectuée à 170 °C pendant 30'.

Exemple 8

Idem exemple 7, mais la solution d'imprégnation est à 5% de soude, 5% de glycol.

Exemple 9

Idem exemple 8, mais la température d'imprégnation est de 70 °C.

Le tableau suivant résume les résultats obtenus:

Tableau des résultats
Poids de bagasse sèche: 92 g.

	Exemple 7	Exemple 8	Exemple 9
Imprégnation			
Température:	80 °C	80 °C	70 °C
Durée:	1 h	1 h	1 h
% NaOH:	6	5	5
% Glycol:	6	5	5
Poids imprégné:	848 g	836 g	822 g
Poids après pressage:	267 g	243 g	236 g
% NaOH retenu sur matière sèche:	17,3	15,4	15,1
Cuisson			
Température:	170 °C	170 °C	170 °C
Durée:	30'	30'	30'
Rendement brut:	38,8	41	43,5
% incuit:	0,8	0,7	0,8
Rendement net:	38	40,3	42,7
Indice de permanganate:	5,5	10,2	12,5
Blancheur en photovolt:	47	44	43

Caractéristique physiques du papier obtenu.

	Exemple 1	Exemple 2	Exemple 3
Temps de raffinage:	6'	6'	6'
Poids au m ² :	62	62	62
Indice d'éclatement:	2,95	3,8	4,2
Longueur de rupture:	4570	6800	7500
Allongement à la traction:	2,1	2,3	2,45

Revendications

1. Procédé de préparation de pâte cellulosique par traitement de matières lignocellulosiques consistant à traiter des copeaux de bois ou des végétaux sous forme divisée par une solution contenant de 2 à 20% d'hydroxydes ou sels de métaux alcalins ou alcalino-terreux à une température de 80 à 100 °C, de façon à ce que le bois imprégné ait retenu au moins 11,3% en poids desdits hydroxydes ou sels, à ramener le poids de la solution retenue au cours de l'imprégnation à une valeur comprise entre 1 et 2 fois le poids de matières traitées, à procéder à la cuisson sans aucune addition de réactifs à une température pouvant varier entre 150 et 190 °C pendant une durée de 15 à 60 minutes et à presser le produit de cuisson pour en extraire la lignine solubilisée sous forme de liqueur noire contenant environ 50% de matière sèche, caractérisé en ce que l'imprégnation s'effectue à pression atmosphérique au moyen d'une solution d'imprégnation dont la concentration est ajustée par addition d'un solvant à haut point d'ébullition, d'un sel d'acide gras ou d'un autre produit chimique, de façon à permettre d'abaisser la température de fusion des résidus alcalins ou alcalino-terreux présents dans la masse après la séparation d'excès de la solution

d'imprégnation à une température comprise entre 150 et 180 °C et en ce que le traitement de cuisson s'effectue par chauffage exclusivement indirect à une température de 150 à 190 °C sans aucun apport de vapeur d'eau et sans aucune application de pression mécanique, le pressage en vue d'extraction de liqueur noire ayant lieu seulement à la fin de la cuisson.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la solution d'imprégnation contient 2 à 20% de solvant choisi dans le groupe comprenant les glycols, diols, alcanolamines et sulfoxydes.

Claims

1. Process for the preparation of cellulose pulp by treating lignocellulose materials comprising treating wood shavings or vegetable materials in finely divided form by a solution containing from 2 to 20% of alkali metal or alkaline earth metal hydroxide or salts at a temperature from 80 to 100 °C, such that the amount of alkali metal or alkaline earth metal hydroxide or salt retained by said impregnated wood is at least 11,3% by weight of said hydroxides or salts, reducing the weight of the solution retained during the impregnation to a value comprised between 1 and 2 times the weight of the treated material, cooking the resulting mass

without any further addition of reactants at a temperature from 150 to 190 °C for 15 to 60 minutes and pressing the cooked product, so as to extract therefrom the solubilized lignin in the form of a black liquor containing about 50% dry material, characterized in that the impregnation step is effected at atmospheric pressure by means of a solution whose concentration is adjusted by an addition of a solvent having a high boiling point, a fatty acid salt or another chemical compound, so as to lower the melting point of the alkali metal or alkaline earth metal residues present in the impregnated mass after the removal of the excess of the impregnating solution at a temperature from 150 to 180 °C and in that the cooking step is carried out exclusively by indirect heating at a temperature from 150 to 190 °C, without supplying any steam and without exerting any mechanical pressure, the pressing for the extraction of a black liquor being effected only after the end of the cooking.

2. Process according to claim 1, characterized in that the impregnation solution contains 2 to 20% of a solvent selected from the group consisting of glycols, diols, alkanolamines and sulfoxides.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen von Cellulosebrei durch Behandlung von Lignocellulose-Materialien, bei dem zerkleinerte Holz- oder Pflanzenspäne mit einer zwei- bis zwanzigprozentigen Lösung von Alkali- oder Erdalkalimetallhydroxiden oder -salzen bei einer Temperatur von 80 bis 100 °C

behandelt werden, so daß das getränkte Holz wenigstens 11,3 Gewichtsprozent der Hydroxide oder Salze enthält, bei dem das Gewicht der Lösung während des Tränkens auf einem Wert zwischen einschließlich dem Einfachen und Zweifachen des Gewichtes des behandelten Materials gehalten wird, bei dem ohne Zusatz von Additiven das Kochen bei einer Temperatur, die zwischen 150 und 190 °C schwanken kann, während einer Dauer von 15 bis 60 Minuten fortgesetzt wird und bei dem das Kochprodukt zum Extrahieren des löslich gemachten Lignins in Form einer schwarzen Flüssigkeit mit ungefähr 50% Trockenmasse ausgepreßt wird, dadurch gekennzeichnet, daß das Tränken bei Atmosphärendruck mit Hilfe einer Tränklösung vorgenommen wird, deren Konzentration durch Zusatz eines Lösungsmittels mit hohem Siedepunkt, eines Fettsäuresalzes oder eines anderen chemischen Produkts so eingestellt ist, daß die Schmelztemperatur der nach der Abtrennung des Überschusses der Tränklösung in der Masse vorliegenden Alkali- oder Erdalkalirückstände abgesenkt werden kann, und daß die Kochbehandlung ausschließlich durch indirekte Erhitzung bei einer Temperatur von 150 bis 190 °C einschließlich ohne Zufuhr von Wasserdampf und ohne Anwendung von mechanischem Druck vorgenommen wird, wobei das Pressen im Hinblick auf die Extraktion der schwarzen Flüssigkeit nur am Schluß des Kochvorgangs stattfindet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Tränklösung 2 bis 20% Lösungsmittel aus der die Glykole, Dirole, Alkanolamine und Sulfoxide umfassenden Gruppe enthält.

35

40

45

50

55

60

65

7