



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 149552

**[C] (45) PATENT MEDDELT
9. MAI 1984**

(51) Int. Cl.³ D 21 C 9/12

(21) Patentsøknad nr. 771460

(22) Inngitt 27.04.77

(24) Løpedag 27.04.77

(41) Alment tilgjengelig fra 31.10.77

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 30.01.84

(30) Prioritet begjært 28.04.76, Finland, 761171

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte for behandling av lignocelluloseholdig fibermasse.

(71)(73) Søker/Patenthaver KAMYR AB,
Box 1033,
S-65115 Karlstad,
Sverige.

(72) Oppfinner JOHAN GULLICHSEN,
Helsinki,
FREY VIKING SUNDMAN,
Karhula,
Finland.

(74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor A-S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk (NO) patent nr 126747,
Britisk (GB) patent nr 1100724,
Svensk (SE) utl.skrift nr 357989.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for behandling av et lignocellulosemateriale slik som f.eks. tremasse med klor i den hensikt å fjerne det gjenværende lignin fra massen etter kokning.

Blekningen innledes generelt med et kloreringstrinn, hvor ligninet omdannes til en vann- eller alkalioppløselig form, slik at det lett kan fjernes. Da klor sammenlignet med andre blekningskjemikalier er et billig kjemikalie, etterstreber man med dette å fjerne så meget lignin som med hensyn til massens kvalitet er mulig.

Hittil har kloreringen av massen i alminnelighet skjedd ved 3 - 4% fiberkonsentrasjon i et kloreringstårn, hvor klor oppløst i vann innblandes jevnest mulig i massen og får innvirke ca. en times tid. Med hensyn til massens styrkeegenskaper er det fordelaktig at klordioxyd tilsettes.

Kloreringen av massen kan også utføres ved såkalt gassklorering, hvorved massen fra hvilken væske mellom fibrene fjernes slik at dets konsentrasjon utgjør ca. 30 %, behandles i en gasstrøm. Reaksjonstiden er da meget kort.

Delignifiseringen er avhengig av klortilsetningen opp til en viss grenseverdi som oppnåes når klormengden er 1,3 g/g lignin. Med en klorering i ett trinn kan man få ca. 80 % av ligninet i massen til å oppløse seg. Hvis massen vaskes, hvorved det klorerte lignin fjernes og en ny klorering utføres, kan man få ca. 50 % av den gjenværende ligninmengde til å oppløse seg, med andre ord at ca. 90% av ligninet etter kokningen kan fjernes.

Hittil anvendte metoder fordrer to kloreringstrinn og et vasketrinn, og fordrer dessuten stort klorforbruk hvis man vil oppnå en høy delignifiseringsgrad ved klorbehandlingen.

Oppfinnelsens formål er å tilveiebringe en kloreringsmetode med færre behandlingstrinn enn tidligere kjente fremgangsmåter og ved hvilken en høy delignifiseringsgrad kan oppnåes med lavt kjemikalieforbruk.

Oppfinnelsen angår således en fremgangsmåte for behandling av lignocelluloseholdig fibermasse i tilslutning til en kokeprosess med etterfølgende vasking med klor for fjerning av gjenværende lignin, ved hvilken fibermassen i vandig suspensjon iblandes klor og eventuelt klordioxyd i gassform som får reagere

med ligninet, hvilken fremgangsmåte er kjennetegnet ved at væsken inneholdende reaksjonsproduktene ved klorbehandlingen fortrenses umiddelbart fra suspensjonen med en klorløsning som eventuelt inneholder klordioxyd.

En forklaring på den meget raske og effektive klorering i det første trinn av prosessen er at klorete kontinuerlig oppløser seg fra gassboblene i væsken og at væsken holdes i en mettet tilstand helt til praktisk talt all gass er forbrukt.

Ifølge oppfinnelsen innblandes i massen klor og eventuelt også klordioxyd i gassform, som får reagere med ligninet i fibre, hvorefter det klorerte lignin fjernes ved å fortrenge væsken i massen med en kloroppløsning som eventuelt også inneholder klordioxyd. Deretter behandles massen på i og for seg kjent måte med f.eks. natriumhydroxyd og klordioxyd. Behandlingen utføres hensiktsmessig ved en massekonsentrasjon på 6 - 12 %, hvorved klorete og klordioxydet kan dispergeres jevnt i massen i en blander i form av små gassbobler som lett oppløser seg i vannet og reagerer med massens lignin. Behandlingen skjer fortrinnsvis ved forhøyet temperatur, 30 - 60°C, hvorved kloreringsreaksjonen blir raskere. Optimaltemperaturen er ca. 45°C. Den nødvendige klormengde er 0,7 - 1,2 g/g lignin, hvorved 0,1 - 0,5 g anvendes i fortrenningstrinnet. Kloreringsreaksjonen krever bare noen minutter, men i praksis anvendes noe lengere tid, 5 - 15 minutter, oftest ca. 10 minutter i hvert kloreringstrinn. Klortilsetningen er dog så liten at alt klor forbrukes uten at noen skadelige bireaksjoner skjer selv om reaksjonstiden forlenges.

Ifølge den tidligere alment anvendte metode hvor kloreringen skjer ved en massekonsentrasjon på ca. 3 %, har klormengden vært så stor og reaksjonstiden så lang at ved siden av den egentlige kloreringsreaksjon er der også skjedd andre klorforbrukende reaksjoner slik som oxydering av det klorerte lignin og skadelige bireaksjoner slik som partiell nedbrytning av cellulosemolekylene.

Oppfinnelsen beskrives i det følgende nærmere under henvisning til medfølgende tegning som viser et flyteskjema for en blekeprosess hvor den nye metode er anvendt. I figuren er et massetilførselsmateriale fra vaskeriet etter en koker blitt betegnet med henvisningstall 1. Til dette mates gassformig klordioxyd 2

og klor 3, som innblandes i massen i blanderne 4 og 5. Alternativt kan en blanding av klor og klordioxyd innblandes. Massen strømmes derefter til blekereaktor 6 i hvis nedre del kloreringsreaksjonen hovedsakelig skjer. Etter en passende lang reaksjonstid fjernes reaksjonsproduktet, det klorerte lignin ved å fortrenge det i en diffusørs, første trinn 7 med en kloroppløsning 8. Fortrengt oppløsning 9 fjernes fra reaktoren. I et følgende diffusørtrin 10 fortrenses det klorerte lignin som er oppstått i det første trinn, samt eventuelt uforbrukt klor ved hjelp av en alkalioppløsning 11. Fra strømmen 12 fra diffusøren fjernes lignin 13, og væsken tilbakeføres til systemet, hvorved klor 14 og eventuelt også klordioxyd tilsettes. Massen sluttblekes derefter på i og for seg kjent måte f.eks. med klordioxyd i et diffusørtrin 15, og vaskes i et diffusørtrin 16.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen illustreres ytterligere ved hjelp av følgende eksempel hvor den nye fremgangsmåte sammenlignes med en tidligere kjent.

<u>Eksempel</u>		<u>Den kjente fremgangsmåte</u>	<u>Den nye fremgangsmåte</u>
Lignin	%	4	4
Klortilsetning (aktivt klor)	%	6	3,2
Massekonsentrasjon	%	3,5	9,0
Temperatur °C		20	50
Reaksjonstid min		45	15
Klorforbruk	%	90	100
Delignifisering	%	83	80
Restlignin	%	0,68	0,80
Vask		+	-
Klortilsetning	%	1,6	1,2
Reaksjonstid min		45	15
Klorforbruk	%	90	90
Delignifisering	%	50	60
Restlignin	%	0,34	0,32
Total klortilsetning	%	7,6	4,4
Delignifisering	%	90	92

Som det fremgår av eksemplet ifølge oppfinnelsen er der blitt oppnådd en høyere delignifiseringsgrad med lavere klorforbruk, og på betydelig kortere tid.

149552

4

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for behandling av lignocelluloseholdig fibermasse i tilslutning til en kokeprosess med etterfølgende vasking med klor for fjerning av gjenværende lignin, ved hvilken fibermassen i vandig suspensjon iblandes klor og eventuelt klordioxyd i gassform som får reagere med ligninet, k a r a k t e r i s e r t v e d at væsken inneholdende reaksjonsproduktene ved klorbehandlingen fortrenses umiddelbart fra suspensjonen med en klorløsning som eventuelt inneholder klordioxyd.
2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at fortrensningsbehandlingen med klorløsning utføres ved en fiberkonsentrasjon på 6 - 12%, fortrinnsvis 8 - 10%.
3. Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at fortrensningsbehandlingen med klorløsning utføres ved en temperatur på 30 - 60°C, fortrinnsvis 45°C.
4. Fremgangsmåte ifølge krav 1, 2 eller 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at klorene innblandes i massen i form av små gassbobler.
5. Fremgangsmåte ifølge krav 1 - 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at fibermassesuspensjonen ved den første klorinnblanding og ved fortrensningsbehandlingen iblandes en total klormengde på 0,7 - 1,2 g pr. g gjenværende lignin etter kokeprosessen og vaskingen.
6. Fremgangsmåte ifølge krav 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at fortrensningsløsningen inneholder 0,1 - 0,5 g aktivt klor pr. g gjenværende lignin etter kokeprosessen og vaskingen.
7. Fremgangsmåte ifølge krav 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at det i massen innblandede klor får virke 5 - 15 minutter, fortrinnsvis 10 minutter, innen væsken i massen fortrenses med kloropløsningen.

8. Frengangsmåte ifølge hvilket som helst av krav 1 - 7, k a r a k t e r i s e r t v e d at den først innførte løsning fortrenses ved en andre, eksempelvis alkalisk løsning og at minst en del av den således fortrenste løsning anvendes som første fortrensningsløsning etter at det klorerte lignin er adskilt, og klor samt eventuelt også klordioxyd er tilsatt til denne.

149552

