



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 847932

(61) Дополнительный к патенту —

(22) Заявлено 29.03.73 (21) 1900403/29-12

(23) Приоритет — (32) 30.03.72

(31) 4251/72 (33) Швеция

(51) М. Кл.³

D 21 C 9/10

Опубликовано 15.07.81. Бюллетень № 26

(53) УДК 676.1.023.
.1(088.8)

Дата опубликования описания 15.07.81

(72) Авторы
изобретения

Иностранцы
Гёте Норберг и Ганс Олоф Самуелссон
(Швеция)

(71) Заявитель

Иностранная фирма
"Мо Ох-Домсьё АБ"
(Швеция)

(54) СПОСОБ ОБРАБОТКИ ЦЕЛЛЮЛОЗНОЙ МАССЫ

1

Изобретение относится к способу обработки целлюлозной массы и может найти применение в целлюлозно-бумажной промышленности.

Известен способ обработки целлюлозной массы путем ее варки, промывки, отработанным отбельным раствором, пропитки щелочью в присутствии ингибиторов окисления целлюлозы и отбелики кислородом [1].

Недостатком данного способа является невысокое качество обработанной целлюлозной массы.

Цель изобретения — улучшение качества целлюлозной массы.

Цель достигается тем, что целлюлозную массу, полученную путем варки, промывки отработанным отбельным раствором, пропитки щелочью в присутствии ингибиторов окисления целлюлозы и отбелики кислородом, на стадии пропитки подвергают избыточному давлению равному 3–30 кг/см².

В предлагаемом способе можно применять щелочной, нейтральный или кислый процессы варки целлюлозы с варочными щелоками, содержащими натрий в качестве главного металлического катиона. Примерами таких процессов

2

являются кислые сульфитные варочные процессы, нейтральные сульфитные варочные процессы, щелочные сульфитные варочные процессы, многоступенчатые варочные процессы по сульфитному методу, а также варочные процессы сульфатные, полисульфидные, содовая варка (с одним натрием), кислород-щелочная варка и кислородно-карбонатная. Способ также включает получение массы по непрерывному способу варки древесины, находящейся под избыточным давлением от большей части варочного щелока, путем вытеснения его отбельным раствором из стадии кислородно-газовой отбелики, после чего массу, находящуюся все еще под избыточным давлением, импрегнируют химикалиями, необходимыми для кислородно-газовой отбелики. Стадию импрегнирования проводят в двух зонах таким образом, что водный раствор, содержащий ионы магния, например сернистый магний, хлористый магний, ацетат магния и комплексные магниевые соли, вводят в первую зону, а во вторую зону — раствор щелочной с такой величиной pH, что происходит осаждение труднорастворимых магниевых соединений, например,

гидроокиси и карбоната магния. Особенно целесообразно вводить в первую зону отработанный раствор, содержащий ионы магния и дополнять его добавлением, например, сульфата, карбоната или окиси магния. Когда применяют трудно растворимые соли магния, то они должны быть в контакте с отработанным отбельным раствором в течение периода времени, достаточного для достижения почти полного растворения, до подачи отработанного раствора, содержащего окись магния, в зону импрегнирования. Время контакта также зависит от размера частиц солей и эффективности смеси, причем достаточное время контакта составляет 5-60 мин. Общую загрузку магниевых солей лучше регулировать так, чтобы общее количество магния в растворенном и осажденном состоянии, оставшееся в массе после конечного импрегнирования, составляло 0,05-1%, лучше 0,05-0,3%, считая на MgO и сухой вес массы. Целесообразно выбирать условия во время импрегнирования таким, чтобы часть магнизиального содержимого находилась в осажденном состоянии, например в виде гидроокиси, а часть в растворенном виде, лучше в виде комплексных магниевых соединений и комплекс связан с органическими жидкостями типа гидроокисилот и кислот, содержащих не менее двух карбоксильных групп, присутствующих в отработанной жидкости. Для получения оптимального результата необходимо, чтобы после конечной стадии импрегнирования в массе содержалось растворимой магнизиальной соли не менее 0,03, лучше 0,05-0,1 вес.% MgO , считая на сухую массу. На первой стадии импрегнирования большая часть магнизиального содержания, а лучше все содержание должно находиться в растворенной форме для того, чтобы масса была равномерно импрегнирована и получен оптимальный эффект в стадии кислородной отбели. В некоторых случаях целесообразно добавлять в отработанный отбельный раствор другие комплексообразователи, например, полифосфаты или умеренное количество азотистых поликарбонатов кислот, лучше те, которые дают сравнительно слабые комплексы с магнием, например аминок-диацетилуксусную кислоту или нитрилтриацетилуксусную кислоту и к массам, содержащим кобальт добавлять небольшое количество, например 0,1 кг, этилендиамина на тонну массы. Процесс импрегнирования предшествующий стадии промывки, осуществляют известным образом в непрерывно работающем варочном аппарате или другом известном аппарате, в котором массу промывают под избыточным давлением, например, в диффузорах под давлением. Стадию промывки осуществляют путем вытеснения отработанного

варочного щелока отработанным отбельным раствором из стадии кислородно-газовой отбели, т.е. водным раствором, содержащим отработанную жидкость стадии кислородной отбели. Этот отработанный отбельный раствор содержит также и другие растворы, например, от промывки отбеленной кислородом массы, конденсаты и другие промывные жидкости, полученные, например, из стадии промывки, полученных после других стадий отбели или из регенерации адсорбционных агентов, на которых адсорбированы органические вещества известным образом. Степень отмывки массы от варочного щелока регулируют так, чтобы большая часть органических веществ отработанного варочного щелока вытеснялась из массы и возвращалась в систему регенерации химикалий или в варочный котел, тогда как меньшую часть, целесообразнее 1-20 кг, лучше 1-10 кг на 100 кг сухой массы, направляют на стадию кислородно-газовой отбели. Стадию промывки лучше проводить в нескольких промывочных зонах и отработанную жидкость с большим содержанием сухих веществ, отобранную из первой зоны, направляют в систему упаривания и затем в систему сжигания, тогда как отработанная жидкость из последней зоны используется как компонент в варочном щелоке. Отработанные жидкости могут подвергнуты стадии мокрого сжигания, которые производят без предварительного упаривания уже известным способом. Для получения хорошей экономии тепла целесообразно отмывать отработанный отбельный раствор из массы после газо-кислородной отбели противоточно, так что в отбельном растворе получается высокое содержание органических веществ. Особое преимущество, достигаемое от поддержания избыточного давления во время процесса импрегнирования массы, состоит в том, что облегчается транспортировка целлюлозной массы через зоны импрегнирования и в аппарат кислородной отбели после конечной зоны импрегнирования. Равномерное отбеливание с меньшим разложением кислых карбонатов достигается при импрегнировании щелоком под давлением. Давление во время импрегнирования равно 3-30 kg/cm^2 , лучше 5-20 kg/cm^2 . Температура, при которой варочный щелок вымывается отбельным раствором может быть в пределах 170-50°C, высокая же температура вызывает быстрое вытеснение варочного щелока. При варке массы щелочным способом, например, сульфатным, лучше поддерживать температуру в пределах 150-80°C, тогда более низкие температуры целесообразно применять для варки в кислой среде, например, при варке по сульфитному способу порядка 110-50°C. Те же пределы температур как при вытес-

нении варочного раствора из массы могут быть использованы в зонах импрегнирования. Однако при импрегнировании щелочью целесообразно пользоваться более низкой температурой - 130-70°C. В случае варки в кислой среде целесообразно поддерживать температуру порядка 30-100°C, лучше 40-60°C. Стадию импрегнирования, на которой массу обрабатывают водным раствором, содержащим ионы магния, можно успешно осуществлять таким образом, чтобы водный раствор циркулировал через зону импрегнирования и пополнялся добавлением магниевых соединений и когда в процессе импрегнирования получается избыток жидкости, то его сбрасывают из циркуляции и подают в процесс промывки, т.е. для вытеснения варочного щелока из массы. Это осуществляют в отдельной конечной зоне промывки или путем смешивания избыточной жидкости с отработанным отбельным раствором из стадии кислородно-газовой отбели. После прохода через зоны импрегнирования ее подают в реактор для отбели кислородным газом. Это осуществляют путем выгрузки массы обычным образом из варочного котла и отдельных резервуаров, например непрерывно работающих диффузоров или т.п., где расположена конечная зона импрегнирования, и приведения массы в контакт с окружающим воздухом, после чего массу подают в реактор для отбели кислородным газом. В качестве щелочи используют гидроокиси щелочных металлов, например гидроокись натрия, другие щелочно реагирующие соли щелочных металлов, такие как натриевые соли и их смеси. Особенно подходящими солями являются карбонат натрия, бисульфит натрия, сульфид натрия и гидросульфид натрия. Растворы, содержащие несколько компонентов, например, белый щелок, зеленый щелок и их смесь могут также быть использованы в данном способе. В отношении химического баланса системы щелочь целесообразно применять в форме белого щелока или смеси белого щелока с едким натрием и/или карбонатом натрия. Если главными компонентами щелочной загрузки являются едкий натрий и сульфид натрия, то кислородно-газовая отбелка успешно может проводиться при 90-120°C. При использовании же зеленого щелока, карбоната и гидрокарбоната натрия температуру поддерживают порядка 100-140°C. Если применять сульфид или сульфидсодержащие растворы и/или зеленый щелок, то целесообразно окислять сульфиды полностью или частично известным приемом на стадии предварительной обработки, в результате чего получают этилсульфид и/или сульфат. Стадию предварительной обработки лучше проводить в качестве отдельной стадии, на которой сульфиды окисляют

перед контактом сульфидсодержащих растворов с подлежащими отбелке массами, при этом стадия окисления может быть после стадии импрегнирования. Стадия предварительной окислительной обработки дает уменьшение расхода кислорода во время последующей стадии отбели. Стадию окисления проводить воздухом или кислородом при атмосферном или избыточном давлении. Данную стадию ведут в присутствии в качестве инициатора перекиси водорода. В систему вместо сульфидсодержащего раствора можно вводить элементарную серу и в комбинации с окислительной обработкой сера в щелочном растворе быстро реагирует с сульфидом с образованием полисульфида. Это особенно целесообразно при применении кислой варки, например, для сульфитных масс. Избыток щелочной импрегнирующей жидкости целесообразно использовать в зоне импрегнирования в присутствии щелочи, что обеспечивает равномерность импрегнирования. Избыточную жидкость из этой стадии можно подавать в процесс варки или использовать для приготовления свежего варочного щелока путем введения ее на нужной стадии в процессе регенерации химикалий. При производстве сульфатной массы применение белого щелока по желанию сочетают с едким натрием или карбонатом натрия, при этом избыток жидкости можно эффективно использовать при варке без химической обработки на промежуточной стадии.

Пример 1. Сосновую щепу подвергают варке обычным способом в зоне непрерывно работающего котла для сульфатной варки. Полученную массу с числом Каппа 30 непрерывно подают в зону промывки, разделенную на две зоны А и Б, в которых массу, поступающую из зоны варки, обрабатывают противоточно отбельным раствором. Содержание сухого вещества в отработанном отбельном растворе составляет 1%. Варочный щелок, смешанный с отбельным раствором, отбирают из нижней части зоны Б. Отобранную жидкость, составляющую 2 м³ на тонну массы, возвращают на стадию варки. Отработанный варочный щелок отбирают из верхней части зоны А и разбавляют вытесняемым отработанным отбельным раствором. Содержание органической части в жидкости составляет 16%. Затем жидкость направляют на стадию упаривания и сжигания. Температуру в зоне промывки поддерживают порядка 130°C, а общее время пребывания массы составляет около 5 ч. Общее количество отработанного отбельного раствора, подаваемого в зоны промывки, равно 3 м³ на тонну массы. Затем массу из зоны промывки направляют в первую зону импрегнирования, где массу импрегнируют циркулирующей жидкостью,

содержащей главным образом отработанный отбелный раствор, но содержащий также некоторый процент отработанного варочного щелока, сопровождающего массу в зону импрегнирования, в которую пропускают около 30 кг на тонну массы растворенных органических веществ варочного раствора. Циркулирующую жидкость пропускают через буферный резервуар и здесь смешивают с сульфитом магния, растворенным в циркулирующей жидкости. Полученный раствор закачивают в зону импрегнирования и вытесненный раствор удаляют по трубопроводу и возвращают в буферный резервуар. Избыток раствора удаляют по трубопроводу. Количество загружаемого магния, считая на MgO , составляет 2 кг на тонну сухой массы. Температура в зоне импрегнирования 110°C и концентрация массы 15%, а время пребывания 60 мин. Массу равномерно передают из зоны импрегнирования в другую зону импрегнирования, где массу обрабатывают щелочью, растворенной в растворе, содержащем главным образом отработанный отбелный раствор, полученный на стадии кислородно-газовой отбелки. Щелочь загружают в виде 35%-ного едкого натрия в буферный раствор в количестве 25 кг едкого натрия на тонну сухой массы. Разбавленный раствор, полученный в буферном резервуаре подают в зону импрегнирования, а вытесняемую из зоны жидкость возвращают в резервуар и пополняют едким натрием. Температуру в зоне импрегнирования поддерживают 95°C , концентрацию массы 15% и время пребывания в зоне 60 мин. Избыток жидкости удаляют по трубопроводу и используют для вытеснения отработанного варочного щелока из массы или для приготовления варочного щелока. Отработанную целлюлозную массу выгружают из зоны импрегнирования под собственным давлением в реактор для кислородно-газовой отбелки. Массу обрабатывают в реакторе кислородом под парциальным давлением 4 кг/см^2 30 мин при

100°C . Отбеленную массу промывают водой противоточно для извлечения отработанного отбелного раствора, который непрерывно возвращают в процесс. После прохода через эту стадию отбелки получают массу с числом Каппа 14 и степень белезны 44 по SCAN, что соответствует снижению числа Каппа на две единицы и увеличению степени белезны на 4%, в сравнении с обычной отбелкой с такой же загрузкой щелочи.

Пример 2. Варку массы проводят до такого же числа Каппа, как в примере 1, и обработку ведут аналогичным образом, за исключением того, что вместо едкого натрия используют белый щелок с сульфидностью 35%. Количество загруженной щелочи вычисляют по кислотному титрованию до pH 10. Загруженную щелочь вычисляют как NaOH , хотя сульфид и карбонат также входят как активные химические компоненты. Белый щелок содержит щелочь, считая на NaOH , 130 г на литр. Для получения такого же числа Каппа, как при загрузке 25 кг NaOH , на тонну массы, загрузку увеличивают до 28 кг NaOH по указанному определению. Степень белезны отбеленной массы такая же как при использовании чистого едкого натрия.

Формула изобретения

Способ обработки целлюлозной массы путем варки, промывки отработанным отбелным раствором, пропитки щелочью в присутствии ингибиторов окисления целлюлозы и отбелки кислородом, отличающийся тем, что, с целью улучшения качества массы, пропитку щелочью осуществляют под избыточным давлением, равном $3-30 \text{ кг/см}^2$.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе
1. Авторское свидетельство СССР № 374402, кл. D 21 C 3/02, 1969 (прототип).

Составитель В. Безбородова

Редактор Е. Дорошенко Техред Н. Келушак

Корректор М. Шароши

Заказ 5555/89

Тираж 407

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4