

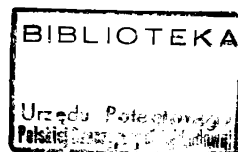
12 grudnia 1930 r.

2

URZĄD PATENTOWY



D21c 9/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 12627.

Kl. 55 b 1.

Papeteries Navarre
Société Anonyme
(Lyon, Francja).

Sposób oczyszczania celulozy drzewnej i urządzenie do wykonywania tego sposobu.

Zgłoszono 28 lutego 1928 r.

Udzielono 10 października 1930 r.

Znana jest od wielu lat obróbka celulozy drzewnej zapomocą alkaliów w celu usunięcia z niej celulozy β i γ zwiększenia wydajności celulozy α , dosięgającej 94—95%.

Przedmiotem wynalazku jest sposób, oparty na tem samem działaniu, doprowadzający wydajność α celulozy do 98%.

Sposób polega na pewnej zmianie przy zastosowaniu go do celulozy siarczynowej albo do celulozy sodowej.

W dalszym ciągu zostaną opisane sposób i urządzenie niezbędne do jego wykonania przy obróbce celulozy siarczynowej i wskazane będą zmiany konieczne w sposobie i urządzeniu w razie obróbki celulozy sodowej.

Jak wspomniano powyżej znaną jest

obróbka celulozy drzewnej zapomocą alkaliów w celu jej oczyszczania i zwiększenia wydajności celulozy α .

Bardzo ważny, lecz dotychczas pomijany, jest fakt, że produkty, przeprowadzone w stan rozpuszczalny, przeciwdziałają rozpuszczaniu nowej ilości substancji rozpuszczalnych, ponieważ pomiędzy produktami stałymi a produktami rozpuszczonymi ustala się stan równowagi.

Z drugiej strony wynalazcy stwierdzili, że otrzymane roztwory strącają się częściowo po wprowadzeniu do nich soli wapniowców (szczególniej soli wapnia).

A zatem całkowite przeprowadzenie w stan rozpuszczalny można osiągnąć jedynie, unikając starannie przy pracy obecności soli wapniowcowych, zawartych prawie

zawsze w wodach przemysłowych, oraz usuwając produkty rozpuszczalne w miarę ich powstawania.

Przy pracy w takich warunkach, wychodząc bezpośrednio z celulozy surowej, otrzymuje się celulozę bardzo czystą wykazującą 97 — 98% chemicznie czystej α celulozy.

Dzięki swej wysokiej czystości celuloza ta jest oczywiście biała bez stosowania jakiegokolwiek bielenia utleniającego.

W praktyce można nie usuwać całkowicie soli wapniowców. Otrzymany produkt jest wtedy mniej biały, lecz można temu zaradzić zapomocą lekkiego bielenia, przy użyciu nie więcej, niż kilku tysięcznych części wagowych tlenu czynnego.

Sposób obróbki obejmuje:

1. oczyszczanie mechaniczne, mające na celu usunięcie

a. promieni rdzeniowych, zawierających bardzo dużo drzewnika,

b. resztek włókien, utworzonych z celulozy mniej lub więcej rozłożonej, odpowiednich do wytwarzania estrów,

c. cząstek rozmaitych materiałów, jak krzemionki, żywiozanu wapniowego, obojętnego siarczynu wapniowego, wodorotlenku żelaza i t. d., które bardzo mocno przylegają do włókien;

2. obróbkę chemiczną, polegającą na:

a. usuwaniu soli wapniowców, zawartych w celulozie, które można uskutecznić zapomocą zwykłego wymywania wodą, pozbawioną soli wapniowców, w każdym razie chcąc otrzymać bezpośrednio celulozę bardzo białą, można przemycanie to poprzedzić obróbką kwasem, stosując w tym celu bardzo rozcieńczony kwas solny albo siarkowy,

b. przeprowadzanie w stan rozpuszczalny wszelkich substancji, zawartych w celulozie

to przeprowadzenie w stan rozpuszczalny osiąga się, działając roztworem czystego wodorotlenku sodowego regene-

rowanego stale w ciągu całego trwania procesu;

przy końcu obróbki w oczyszczonej celulozie znajduje się wodorotlenek sodowy zupełnie czysty,

c. przemycanie oczyszczonej celulozy wodą wolną od soli wapniowców, przemycanie to prowadzi się w sposób, umożliwiający całkowite odzyskanie ługu sodowego,

d. bielenie, jeśli jest wymagane,

e. usuwanie soli mineralnych, pozostałych na celulozie zapomocą działania kwaśnymi roztworami, w których P_H (stężenie jonów H) jest takie, iż absorpcja soli mineralnych przez celulozę jest minimalna.

W celu możliwie dokładnego wyjaśnienia sposobu postępowania, na załączonym rysunku wyobrażono dla przykładu urządzenie, służące do wykonywania sposobu według wynalazku.

I. Oczyszczanie mechaniczne. Papkę siarczynową niebieloną, służącą jako materiał wyjściowy, po rozmieszaniu jej w wodzie, poddaje się najprzód oczyszczeniu mechanicznemu, w celu usunięcia wymienionych wyżej zanieczyszczeń stałych.

Obróbkę tę wykonywa się w aparacie zawierającym pochyłą siatkę metalową, przez którą stale przelewa się rozcieńczoną papkę.

Na papkę działa się strumieniem wody, który przechodzi przez papkę i porywa jej cząstki. Szybkość tego strumienia należy tak dobrać, żeby wywierał on na cząstki przeznaczone do usunięcia ciśnienie, któreby przewyższało zczepienie między temi cząstkami a włóknami. Następnie papkę zbiera się w zagęszczalnikach, które ją zagęszczają tak że woda zawiera od 4 do 6% celulozy. W tym stanie poddaje się ją obróbce alkalicznej.

II. Obróbka chemiczna. Oczyszczanie chemiczne wykonywa się w szeregu identycznych aparatów, połączonych ze sobą,

jak to wyobrażono schematycznie na załączonym rysunku. Każdy z tych aparatów posiada, jako części składowe, kadź i pompę. Z dna kadzi cylindrycznej 1 wychodzi rura 2, wznosząca się wzdłuż ścian aż do poziomu górnego i mająca swobodny wyłot. Rura ta zaopatrzona jest w kran spustowy 3. Kadź jest zaopatrzona w podwójne dno dziurkowane 4, nieprzepuszczające włókien, przepuszczające zaś jedynie ciecz, w której papka jest zawieszona. Ponad dnem dziurkowanym znajduje się czop 5, umożliwiający usuwanie papki.

Pompa 6, wprawiająca w krążenie ługi, wsysa ciecz z wymienionej rury 2 na poziomie 7, poniżej którego ciecz nie może opaść. Przewód odpływowy tej pompy łączy się z ogrzewaczem 8, regulowanym w zależności od pożądanej temperatury krążącej cieczy. Ogrzewacz połączony jest z narządem 9, umożliwiającym, bez obawy zmieszania ługów, przesyłanie cieczy bądź to do rur wypustowych 10, jeśli ług jest wyczerpany, albo do kadzi z której pochodzi (przewód 11), aby w ten sposób osiągnąć obieg zamknięty, bądź też do kadzi następnej (przewód 12). Na rysunku wyobrażono kurek na każdym przewodzie lecz oczywiście z powodzeniem można w tym celu stosować krany wielodrożne. Na ostatnim odgałęzieniu 12 umieszczony jest przelew 13, umożliwiający ewentualnie zwracanie ługu do kadzi, z której ten pochodzi, dzięki temu w następnej kadzi ograniczony zostaje poziom górny, którego ciecz nie powinna przekroczyć. Przez zastosowanie odgałęzień poziom cieczy jest ustalony we wszystkich kadziach. Możliwe jest również zastosowanie powyższego zespołu aparatów w jednym z układów następujących.

A. Jedna z kadzi, uprzednio opróżniona, jest ładowana obrabianą papką. Kadź następna, w której papka jest całkowicie obrobiona i przemyta, opróżnia się. Dalsza następna kadź, w której papka

jest również całkowicie obrobiona, jest przemywana zwykłą wodą. Wszystkie inne kadzie są czynne, przyczem zawarte w nich ługi krążą w obiegu zamkniętym.

B. Do kadzi, w której obróbka została tylko co zakończona, przez rurę 14 w celu przemycia papki doprowadza się wodę pozbawioną soli wapniowców. Ta czysta woda wypiera równą ilość rozcieńczonego ługu, który zostaje wciągnięty przez pompę i przesłany do następnej kadzi. Ta druga kadź zawiera papkę, która wymaga już tylko ostatniej części obróbki oczyszczającej, otrzymuje więc wymieniony wyciąg przezroczysty, a przez odgałęzienie 15 roztwór wodorotlenku sodowego, ściśle dawkowany i w ilości niezbędnej do obróbki ilości wagowej papki podczas jej oczyszczania. Ciecz tak wypartą w tej kadzi przez wyciąg przezroczysty i roztwór wodorotlenku wyciąga z tej kadzi pompa i przesyła przez odgałęzienie 12 do kadzi następnej i dalej tak samo z jednej do drugiej.

Wszystkie inne kadzie i ich pompy są umieszczone jednocześnie w tem samym położeniu i wyciągi, wypierane kolejno, krążą z jednej kadzi do następnej; wzbogacają się one przytem coraz bardziej w substancje rozpuszczalne oraz barwniki. Wreszcie do ostatniej kadzi, naładowanej świeżą papką, doprowadza się wodę przez odgałęzienie 14 w celu wstępnego przemycia, następnie zaś wyciąg, odprowadzony przez pompę w kadzi poprzedniej, spuszcza się przez odgałęzienie 10. Ten ostatni wyciąg przeszedł przez zespół całkowity wszystkich kadzi i należy go uważać jako całkowicie niezdatny do dalszego ługowania.

Papkę ładuje się do kadzi, gdzie osiąga ona stężenie od 5 do 7%; pozostaje ona w nich nieruchomo podczas całej obróbki. Wskutek krążenia nadanego cieczy, w której papka jest zawieszona, tworzy się ponad papką znacznej grubości warstwa cie-

czy, pozbawiona włókien i zapewniająca jednorodność obróbki. Krażenie wykonywa się przez wypieranie poprzez całą masę papki zawartej w kadzi.

Przez działanie ogrzewaczy krążące ługi doprowadzane są do pożądanej stałej temperatury. Odpowiednią temperaturą w każdej kadzi jest temperatura stała od 70 do 80°C.

Odprowadzane nazewnątrz wyciągi nasyczone zawierają materiały, dające się odzyskać, oraz pewną ilość ciepła, którą można użyć do przygotowania wyciągów. Wyciągi te zbiera się w przewodzie zbiorczym, do którego dochodzą wyloty rozmaitych odgałęzień 10.

Po skończonej obróbce alkalicznej wykonywa się przemywanie tą samą metodą wypierania cieczy; w praktyce do całkowitego przemycia materiału, wystarczy przepuścić przez kadrę objętość wody oczyszczonej, równą półtorakrotnej pojemności tej kadzi.

Ilość kadzi roboczych zależy z jednej strony od żądanego czasu trwania wyługowywania papki ługiem alkalicznym, przyczem obróbkę można uważać za skończoną po 45 do 60 godzinach, z drugiej zaś strony ilość kadzi zależy od czasu potrzebnego do załadowania i opróżniania kadzi; od tego też zależy przeciąg czasu, w którym kadzie pozostają w układzie A, opisanym powyżej. Rzeczywiście, kadrę świeżo naładowaną surową papką gotowa jest do opróżnienia dopiero po przejściu wszystkich wyciągów (ługów) z kadzi poprzednich przez zawartą w niej papkę; przyczem każdy z tych ługów jest mniej nasycony od poprzedniego, ostatni zaś jest ługiem zupełnie świeżym.

W ten sposób każda z kadzi w urządzeniu jest kolejno gotowa do opróżnienia oraz do nowego naładowania, a zatem wymienione układy A i B następują po sobie w sposób ciągły.

Ładowanie odbywa się przez przewo-

dy 16, które doprowadzają papkę z zagęszczalników, umieszczonych przy wylocie z aparatów, wykonujących oczyszczanie mechaniczne.

Opróżnianie wykonywa się przez spusty 5 zapomocą strumienia wody pod ciśnieniem. Porwana papka zbiera się w przewodzie zbiorczym, który ją prowadzi po skończonej obróbce alkalicznej do aparatów bielących, jeśli to jest konieczne.

III. Przygotowywanie ługów i wody. Urządzenie zawiera aparaty niezbędne do przygotowywania ługów i wód, a mianowicie:

1. szereg zbiorników dekantacyjnych 20 do oczyszczania wody; sole wapniowców strąca się na gorąco zapomocą bardzo małej ilości wodorotlenku sodowego (około 1% w stosunku do ciężaru cieczy); zbiorniki te można ogrzewać zapomocą węzownic 21, w których krąży para, doprowadzana rurą 30;

2. zbiorniki rozdzielcze 23 do wody oczyszczonej, dopływającej do nich przez rurę 22; aparat rozdzielczy 24, którego wydajność daje się regulować, rozprządza wodę po kadrach przez rury 14;

3. zbiornik rozdzielczy 25 do roztworu sody żrącej (wodorotlenku sodowego) jest zasilany oczyszczoną wodą przez rurę 22, przytem wagowa ilość wodorotlenku sodowego dobiera się w zależności od objętości zbiornika tak, żeby otrzymać roztwór zawierający np. 4% NaOH ; aparat rozdzielczy 26 połączony jest mechanicznie z rozdzielaczem poprzedzającym 24 i wprowadza do przewodów 15 z całą dokładnością niezbędną objętość roztworu alkalicznego, odpowiednią do ilości obrabianej papki; ilość tak wprowadzonego wodorotlenku wynosi 4 do 12% wagowych w stosunku do papki; ługi te utrzymuje się w temperaturze od 50 do 60°C.

IV. Bielenie. Aparaty bielące, w których w razie potrzeby zbiera się materiał po obróbce alkalicznej, składają się z ka-

dzi piczowych o objętości nieco przewyższającej objętość kadzi do obróbki alkalicznej; układ wewnętrzny tych kadzi albo materiałów, z którego są wykonane, dobiera się tak, żeby kadzie te były niewrażliwe na działanie środków bielących ani też na działanie dalszej obróbki kwasami. Posiadają one również podwójne dno dziurkowane oraz czop wypustowy. Prócz tego z każdą kadzią połączona jest pompa, która czerpie ciecz przesączoną przez dno dziurkowane i przesyła ją do górnej części kadzi. Stężenie papki wynosi tu średnio od 4 do 6%.

Przez odpowiedni przewód wprowadza się do kadzi roztwór bielący, zawierający chlorek wapna w stosunku 1 do 3% na wagę papki. Bielenie dokonywa się dzięki krążeniu cieczy i trwa 4 do 6 godzin. Aby uniknąć jakiegokolwiek uszkodzenia obrabianego włókna, dobrze jest zabieg powyższy wykonywać w temperaturze nieprzekraczającej 25—30°C.

Po bieleniu tem następuje bardzo dokładne przemywanie wodą zwykłą.

V. Usuwanie soli mineralnych. Następnie, ciągle w tej samej kadzi, odbywa się obróbka kwaśna, mająca na celu przeprowadzenie w stan rozpuszczalny przeważnej części soli mineralnych, osadzonych na włóknie; w tym celu wprawia się w obieg w ciągu godziny 0,1%-owy roztwór kwasu siarkowego.

Wreszcie stosuje się znowu przemywanie wodą zwykłą, aż do całkowitej obojętności wody odpływowej.

Obrabiana papka jest gotowa do przejścia do wyłaczarki. W tym celu opróżnia się każdą przy pomocy czopa zapomocą strumienia wody pod ciśnieniem.

VI. Obróbka celulozy sodowej. W wypadku obróbki celulozy sodowej, obróbka chemiczna polega przede wszystkim na utlenianiu.

Po obróbce fizycznej papka zawierająca 4 do 6% celulozy utlenia się np. roz-

tworem podchlorynu wapnia. Zabieg ten nie różni się zasadniczo od znanych procesów bielenia celulozy. Należy tylko proces prowadzić w taki sposób, żeby wybielenie było jednostajne.

Odpowiednio ilość czynnego tlenu trzeba obliczyć tak, żeby osiągnąć całkowite utlenienie drzewnika. Np. dla zwykłej celulozy sodowej wystarczy 10% podchlorynu wapniowego. Po utlenieniu celulozę się odsacza, a następnie suszy do zawartości 300—400 g w litrze przy pomocy zwykle stosowanych aparatów (wyłaczarki, wytłaczarki śrubowej, filtra rotacyjnego itd.).

Utlennienie i przemywanie wykonywa się w zwykłych aparatach do bielenia.

Ostateczne działanie ługiem sodowym wykonywa się tak samo, jak przy obróbce celulozy siarczynowej, lecz działa się zimnym stężonym roztworem wodorotlenku (zawierającym około 10% NaOH), a zatem do obróbki celulozy sodowej zbyteczne są:

1. ogrzewacze oznaczone liczbą 8,
2. rury doprowadzające parę przegrzaną, oznaczone liczbą 30,
3. węzownice 21, ogrzewające zbiorniki dekantacyjne.

Gęstość papki wprowadzanej do kadzi wynosi około 100 g w litrze. Przy wyjściu z wyłaczarki lub wszelkiego innego aparatu zgęszczającego gęstość papki wynosi około 300—400 g w litrze, wobec tego papkę tę doprowadza się do gęstości 100 g w litrze przez dodanie roztworu ługu zwykłego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oczyszczania celulozy drzewnej siarczynowej i sodowej, przy którym celulozę zanieczyszczoną poddaje się najprzód przemywaniu na pochyłej siatce działaniem wody pod ciśnieniem, a następnie obróbce alkalicznej, znamieny tem, że najprzód przemywa się celulozę

wodą, z której strącono sole wapniowców zapomocą wodorotlenku sodowego, poczem papkę poddaje się działaniu roztworu wodorotlenku sodowego, a następnie ponownemu przemylaniu wodą, pozbawioną soli wapniowców, i usuwa się wytworzone sole mineralne, kwasem siarkowym, a przy oczyszczaniu celulozy sodowej obróbkę alkalkjami poprzedza się energicznym utlenianiem.

2. Sposób według zastrz. 1, zamienny tem, że działający na papkę roztwór ługu sodowego jest wprowadzany zapomocą pomp w ruch okrężny i przechodzi przez kilka kadzi tak, że świeży roztwór ługu styka się z celulozą najbardziej oczyszczoną, przyczem w razie obróbki celulozy siarczynowej ług używa się rozcieńczony i ciepły, a w razie obróbki celulozy sodowej — stężony i zimny.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że sole mineralne, powstałe przy ob-

róbce, usuwa się z celulozy zapomocą 0,1%-owego kwasu siarkowego, poczem celulozę przemylwa się do odczynu obojętnego.

4. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1—3, znamienne tem, że zawiera ścieki (koryta) z pochyłą siatką do mechanicznego oczyszczania celulozy zapomocą działania wody pod ciśnieniem, kadzie zagęszczające, w których zagęszcza się papkę, oraz szereg identycznych aparatów do ługowania, złożonych każdy z kadzi cylindrycznej o podwójnem dnie, przyczem górne dno jest dziurkowane, i z pompy doprowadzającej ług przez rury łączące kadzie tak, iż ciecz krąży stopniowo z jednej kadzi do drugiej.

Papeteries Navarre
Société Anonyme.
Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.

