



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 149115

(1) (18) 1.10.1977

(51) Int. Cl.³ D 21 C 3/20

(21) Patentsøknad nr. 763603

(22) Inngitt 22.10.76

(24) Løpedag 22.10.76

(41) Alment tilgjengelig fra 26.04.77

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 07.11.83

(30) Prioritet begjært 24.10.75, Canada, nr. 238294

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte ved oppslutning av fiberholdig, vegetabilsk materiale ved ekstraksjon med vandig oppløsningsmiddelholdig oppslutningsvæske.

(71)(73) Søker/Patenthaver C P ASSOCIATES LIMITED,
5460 Connaught Avenue,
Montreal, Quebec H4V 1X7,
Canada.

(72) Oppfinner VINCENT B. DIEBOLD,
JOHN K. WALSH,
disse to Cincinnati, OH, USA,
WAVELL F. COWAN,
Montreal, Quebec, Canada.

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

(56) Anførte publikasjoner USA (US) patent nr. 1856567, 3588104

Oppfinnelsen angår forbedringer ved fremstilling av cellulosemasse fra tre eller andre fiberholdige plantematerialer under anvendelse av et oppløsningsmiddel som oppslutningsmiddel.

Prinsippet med å skille lignin fra cellulose ved anvendelse av oppløsningsmidler er velkjent innen teknikken, og fremgangsmåter er blitt foreslått for å utnytte dette i det vesentlige analytiske hjelpemiddel for fremstilling av kommersielle masser, f.eks. i US patentskrift nr. 1856567 og US patentskrift nr. 3585104. Slike fremgangsmåter har imidlertid vært beheftet med alvorlige begrensninger hva gjelder fjernelsen av lignin, råpulpens kvalitet og blekbarhet og vanskeligheter ved gjenvinning av oppløsningsmidler og fraskillelse av den ligninholdige fraksjon fra disse.

Ved hjelp av den foreliggende fremgangsmåte er det imidlertid mulig å oppnå en separering og gjenvinning av cellulose- og ligninfraksjonene på en meget effektiv måte, slik at det ikke forekommer noen vesentlige luft- eller vassdragforurensninger eller fast avfall fra fremgangsmåten. Dessuten gjenvinnes det organiske oppløsningsmiddel meget effektivt og kan resirkuleres til prosessen, hvorved en hovedsakelig hindring for den praktiske utnyttelse av oppslutning ved hjelp av et oppløsningsmiddel overvinnes.

Selv om en rekke forskjellige oppløsningsmidler kan anvendes for å fjerne lignin fra cellulose, anvendes for utførelse av den foreliggende fremgangsmåte vandige blandinger eller oppløsninger av en hvilken som helst av de lavere alifatiske alkoholer, som methanol, ethanol, isopropanol, n-propanol eller butanol. Ved den

foretrukne utførelsesform av den foreliggende fremgangsmåte anvendes ethanol på grunn av at det er forholdsvis lett å gjenvinne denne og fordi det i det vesentlige ikke forekommer noen omsetning mellom ethanolen og treet eller et annet fiberholdig plantemateriale. En del methanol dannes ved oppslutningsprosessen, og det resirkulerte oppløsningsmiddel kan være en blanding av methanol og ethanol, eller methanol alene kan med fordel anvendes.

Oppfinnelsen angår således en fremgangsmåte ved oppslutning ved hjelp av oppløsningsmiddelekstraksjon, hvor lignin ekstraheres fra et oppdelt, fiberholdig plantemateriale i en rekke satsvis arbeidende ekstraksjonsapparater ved i hvert av disse å innføre en charge av det nevnte materiale og å bringe chargen i kontakt med en oppløsningsmiddelvæske for oppslutning omfattende en vandig oppløsning av en lavere alifatisk alkohol ved en oppslutningstemperatur av 160-220°C og et oppslutningstrykk av 10-50 atm., og hvor rå cellulosemasse fjernes fra ekstraksjonsapparatet, og fremgangsmåten er særpreget ved at

- (a) et første ekstraksjonsapparat som inneholder en første charge av det nevnte materiale, fylles med en første væske for å fortrengte luft fra det første ekstraksjonsapparat,
- (b) den første væske erstattes med en annen væske med forholdsvis høyt innhold av oppløst faststoff, og den annen væske resirkuleres med forholdsvis høy hastighet gjennom det første ekstraksjonsapparat og gjennom en ekstern varmeveksler for å bevirke hurtig oppvarming av den første charge til oppslutningstemperatur i løpet av ikke over 10 minutter, og fortrinnsvis ikke over 5 minutter, idet det som den annen væske anvendes væske fra det nedenfor beskrevne trinn (d) erholdt under oppslutning av en annen charge av det nevnte materiale i et annet ekstraksjonsapparat,
- (c) resirkuleringen av den annen væske fortsettes for å bevirke en opprinnelig ekstraksjon av den første charge, hvorefter den annen væske fjernes fra det første ekstraksjonsapparat,
- (d) innføring av en ytterligere væske slik at den strømmer gjennom den første charge i det første ekstraksjonsapparat på basis av ett enkelt gjennomløp for å bevirke ytterligere ekstraksjon av den første charge, idet det som den ytterligere væske an-

vendes en væske med et lavere innhold av oppløste faststoffer enn den annen væske, og idet den ytterligere væske tas fra det nedenfor beskrevne trinn (e) erholdt under oppslutning av ytterligere en annen charge av materialet i et tredje ekstraksjonsapparat, og

- (e) på forhånd oppvarmet fersk oppslutningsvæske bringes til å strømme gjennom den første charge i det første ekstraksjonsapparat på basis av ett enkelt gjennomløp for å bevirke slutt-ekstraksjon av den første charge.

For å unngå uheldige innvirkninger både på hastigheten av og omfanget av ligninekstraksjonen skal treflisen eller et annet fiberholdig plantemateriale oppvarmes til ekstraksjons- eller oppslutningstemperatur i det første ekstraksjonstrinn i løpet av ikke over 10 minutter, fortrinnsvis ikke over 5 minutter. For å sikre en maksimal mengde av ligninekstraksjon med en minimal mengde av gjenavsatte, uønskede, polymeriserte fraksjoner bør ekstraksjonsbeholderen være slik laget at det i denne forekommer en minimal kanaldannelse og/eller tilbakeblanding av oppløsningsmidlet av alkohol og vann. Beholderen kan således ha et høyt forhold mellom høyde og diameter av 4:1-15:1, fortrinnsvis ca. 10:1.

Oppløsningsmiddelekstraksjonen kan utføres ved anvendelse av en rekke konsentrasjoner av alkohol som oppløsningsmiddel (i vandig oppløsning), fra så lite som 20 vekt% til så meget som 80 vekt%. Et foretrukket område for betingelsene omfatter imidlertid en alkoholkonsentrasjon i vann av 40-60 vekt%, et trykk av 20-35 atmosfærer og en temperatur av 180-210°C.

For å kunne tilføre treflis eller et annet fiberholdig plantemateriale til trykksystemet av oppløsningsmiddel og vann med minimalt tap av oppløsningsmiddel og for å kunne oppnå en minimal tilbakeblanding og en maksimal ekstraksjon anvendes ifølge oppfinnelsen en rekke satsvise ekstraksjonsbeholdere i rekke-

149115

4

følge, slik at oppløsningsmiddel fra ett ekstraksjonstrinn i en beholder anvendes for et annet ekstraksjonstrinn i en annen beholder, som nærmere beskrevet nedenfor.

Det er et ytterligere særtrekk ved oppfinnelsen at den foreliggende fremgangsmåte utføres slik at etter at ekstraksjonen av lignin er blitt fullstendig i en gitt ekstraksjonsbeholder, uttømmes resten av oppløsningen av alkohol og vann fra beholderen, trykket reduseres ved hjelp av et kondensasjonsystem for alkohol og vann, og det gjenværende oppløsningsmiddel fjernes derefter fra råcelluloseresten ved anvendelse av vanndamp eller et annet egnet avdrivningsmiddel, mens råcellulosen fremdeles befinner seg i ekstraksjonsbeholderen, idet de avdrevne damper fjernes fra ekstraksjonsbeholderen og til kondensasjonsystemet for alkohol og vann. Råcellulosemassen tømmes derefter ut av ekstraksjonsbeholderen ved fortrenkning med vann. Råmassen befris ikke bare for lignin, men den vaskes også omhyggelig og blir i det vesentlige fullstendig befridd for oppløsningsmiddel. Råmassen er av høy kvalitet og utgjør etter defibrering en masse som lett lar seg bleke ved hjelp av vanlige metoder under erholdelse av bleket masse av høy kvalitet som er egnet for en rekke forskjellige anvendelser.

For ytterligere gjenvinning av oppløsningsmiddel utsettes sluttekstraktoppløsningen fra fremgangsmåtens seksjon for oppløsningsmiddelekstraksjon for en avdrivning for å fjerne og gjenvinne alkoholen fra den vandige ekstraktoppløsning. For å oppnå denne fraskillelse samtidig med en minimal dannelselse av tjører eller sterkt polymeriserte, faste former av lignin som ville ha vært tilbøyelige til å tilsmuse utstyret, utføres fraskillelsen under vakuum etter at ekstraktoppløsningen først er blitt utsatt for en likevektsflashfordampning. Dette vakuum bør være så lavt som mulig, men i praksis kan det være 0,1-0,8 atmosfære, fortrinnsvis 0,5 atmosfære, og ved dette trykk vil den erholdte temperatur være slik at det ligninholdige bunnfall som dannes etter hvert som alkoholen avdrives, vil føres gjennom avdrivningsenheten i form av en suspensjon.

Efter at alkoholen er blitt avdrevet fra ekstraktoppløsningen, kan den vandige restoppslemning av lignin behandles på vanlig måte. Forbedrede resultater fås imidlertid ved først å la ligninopp-

slemningen bunnavsette for derefter å konsentrere den fortykkede ligninoppslemning i et skilleapparat, som en fast sentrifugeskål, og det erholdte ligninslam eller den erholdte ligninkake er egnet for forbrenning som brensel i vanlige ovner og for vanlige kjeler. Den overliggende vandige væske som i det vesentlige inneholder sukkerarter, hemicellulose, organiske syrer og små mengder av ligninfraksjoner med lav molekylvekt, inndampes derefter på vanlig måte. Inndampningen fører i det vesentlige ikke til avsetninger i eller tilsmussing av utstyret på grunn fraværet av ligniner eller ligninpolymerer med høy molekylvekt.

Sukker-kullhydratkonsentratet inneholdende 50-70% tørrstoffer, fortrinnsvis ca. 60% tørrstoffer, kan selges som et biprodukt for anvendelse som dyrefôr eller det kan omdannes til andre kjemiske eller biologiske produkter. Dersom bruk av et slikt biprodukt ikke er praktisk, kan konsentratet også forbrennes i en vanlig ovn eller for en vanlig kjele for gjenvinning av biproduktets brennverdi i form av vanndamp som kan anvendes i det ovennevnte alkoholavdrivningstrinn. Forbrenningen av ligninslammet og av det vandige sukkerkonsentrat kan utføres ved å blande de to strømmen som derved vil gi en blanding med lignende egenskaper som for en lett brenselolje, med unntagelse av en lavere brennverdi. Forbrenningen av blandingen vil imidlertid ikke føre til at det dannes uønskede forurensende forbrenningsprodukter, som svovelforbindelser, klorider og lignende forbindelser, og det vil heller ikke forekomme vesentlige spesielle problemer som er felles for vanlige oppslutningsmetoder, da det eneste faststoff som fås ved forbrenningen, er et faststoff som er bestemt av det forholdsvis lave askeinnhold i treet eller et annet fiberholdig plantemateriale som oppsluttes.

Den forbedrede oppslutningsprosess ved hjelp av alkohol ifølge oppfinnelsen fører således ikke bare til en masse av høy kvalitet som lett kan blekes, men dersom ligninet og/eller sukker-kullhydratfraksjonene ikke er salgbare som biprodukter, kan de anvendes som brensel slik at den foreliggende fremgangsmåte vil bli i det vesentlige energimessig selvunderholdende. Den i det vesentlige fullstendige unngåelse av forurensninger ved forbrenning av vrakmaterialene fra oppslutningen er en annen hovedsakelig fordel ved fremgangsmåten. Det beskjedne innhold av BOD i kondensatet fra fordampningsapparatet kan enkelt behandles ved en vanlig sekundær

behandling slik at det fås en i det vesentlige forurensningsfri oppslutningsprosess.

Et spesielt eksempel på en utførelsesform av den foreliggende fremgangsmåte er vist på tegningene, hvorav

fig. 1 er et flytskjema som viser oppløsningsmiddelekstraksjonstrinnene for den foreliggende fremgangsmåte, og

fig. 2 er et flytskjema som er en fortsettelse av flytskjemaet ifølge fig. 1 og som viser gjenvinningstrinnet for oppløsningsmiddel ved den foreliggende fremgangsmåte og dessuten en foretrukken metode for å ta hånd om vrakproduktene.

På fig. 1 er vist oppløsningsmiddelekstraksjonsdelen av den foreliggende fremgangsmåte, hvor det anvendes en rekke satsvise ekstraksjonsbeholdere. Som et eksempel på en kommersiell utførelsesform av den foreliggende fremgangsmåte kan 9 slike beholdere anvendes, og hver beholder drives i en dekke-til-dekke-syklus på 3 timer og anvendes i rekkefølge slik at en ferdig sats av rå cellulosemasse fjernes fra en av beholderne hvert tyvende minutt. For enkelhets skyld er bare tre slike beholdere vist på fig. 1 i form av lange, rørformige ekstraksjonsapparater 10, 11 og 12. For å unngå problemer med kanaldannelse og/eller tilbakeblanding av væske bør forholdet mellom ekstraksjonsapparatenes høyde og diameter være forholdsvis høyt, som nevnt ovenfor.

Hvert ekstraksjonsapparat anvendes for en rekkefølge av trinn som kan kort beskrives som (1) flisifylling, (2) fortrenkning av luft, (3) hurtig oppvarming ved resirkulering av primær ekstraksjonsvæske, (4) minst én vasking med brukt væske, (5) sluttvasking med nytilført væske, (6) trykkopphevelse og vanndampbehandling, og (7) uttømmning av masse. Det vil forstås at på et hvilket som helst gitt tidspunkt vil hvert ekstraksjonsapparat befinne seg på et forskjellig trinn av fremgangsmåten, og rekkefølgen av trinn i hvert ekstraksjonsapparat kan utføres automatisk ved hjelp av vanlig styring og instrumentering. Selv om det nødvendige ledningssystem for drift av de tre ekstraksjonsapparater 10, 11 og 12 er vist på fig. 1, vil det være tilstrekkelig å beskrive en fullstendig driftssyklus for bare ett av ekstraksjonsapparatene.

Således fylles ekstraksjonsapparatet 10 først med treflis som kan transporteres pneumatisk gjennom en tilførselsfordelingsledning

13 og en grenledning 14 til ekstraksjonsapparatet 10. Etter at flisen er blitt ifyllt, spyles luft ut av ekstraksjonsapparatet 10 ved hjelp av en egnet forholdsvis kald oppslutnings- eller ekstraksjonsvæske. Ifølge den viste utførelsesform innføres en forholdsvis kald "brukt" oppslutnings- eller ekstraksjonsvæske i bunnen av ekstraksjonsapparatet 10 fra en tilførselsfordelingsledning, 16, en delledning 17 med en ventil 18 og en innløpssamleledning 18. I overensstemmelse med den innen oppslutning av tre for fremstilling av cellulosemasse vanlig anvendte terminologi vil denne væske herefter bli betegnet som "svartlut". Den fortrenkte luft strømmes fra den øvre del av oppslutningsapparatet 10 gjennom en utløpssamleledning 26, en grenledning 27 med en ventil 28 og en tilbakeføringssamleledning 29 til en kald lagringstank 31 (fig. 2) for svartlut. Fra tanken 31 strømmes luften via en ledning 25 til en kondensator 24 og utslippes der i atmosfæren ved hjelp av en egnet utslippingsanordning (ikke vist).

Fortrengningen av luft fra ekstraksjonsapparatet er nødvendig for å hindre en alvorlig flashing når en ekstraksjonsvæske med høy temperatur og med høyt trykk senere innføres i ekstraksjonsapparatet. Som forklart nedenfor er lagringstanken 31 (fig. 2) en egnet kilde for kald svartlut for luftfortrengningstrinnet, og hvorfra luten fjernes ved en forholdsvis lav temperatur, f.eks. ca. 80°C, ved hjelp av en pumpe 32 og tilføres til samleledningen 16. Imidlertid kan en hvilken som helst egnet væske anvendes for å spyle luft ut av ekstraksjonsapparatene, f.eks. et rent oppløsningsmiddel av alkohol og vann som kan tilføres fra fersklut-tanken 106 (beskrevet nedenfor). Som en følge av luftfortrengningstrinnet neddykkes flisen i ekstraksjonsapparatet i kort tid i og impregneres med den kalde fortrengningsvæske.

Straks ekstraksjonsapparatet 10 er blitt fylt, stenges ventilen 18 for å avbryte strømmen av kald svartlut gjennom ekstraksjonsapparatet, og en primær ekstraksjonsvæske som omfatter en brukt oppløsningsmiddelblanding med et forholdsvis høyt innhold av oppløste tørrstoffer og med den ønskede ekstraksjonstemperatur og det ønskede ekstraksjonstrykk, innføres derefter i bunnen av ekstraksjonsapparatet 10. Den primære ekstraksjonsvæske tilføres fra en oppsamlingsanordning 33 via en ledning 34, en pumpe 36, en ledning 37, en tilførselsfordelingsledning 38, en

149115

8

grenledning 39 med en ventil 41 og innløpssamleledningen 19. Når ekstraksjonsapparatet er fylt av kald svartlut, vil det straks settes under trykk med liten eller ingen flashing. Den kalde svartlut fortrenses og tilbakeføres fra toppen av ekstraksjonsapparatet 10 via samleledningen 26, ledningen 27 og samleledningen 29 til lagringstanken 31 for svartlut. På dette trinn er ventilen 28 stengt, og utløpsstrømmen skiftes slik at den primære ekstraksjonsvæske strømmer fra ekstraksjonsapparatet 10 gjennom samleledningen 26, en grenledning 42 med en ventil 43 og en samleledning 44 til et toppbelastningsvarmeapparat 46. Fra varmeapparatet 46 tilbakeføres den primære ekstraksjonsvæske via en ledning 47 til oppsamlingsanordningen 33.

Under den første del av den periode når den primære ekstraksjonsvæske resirkuleres gjennom ekstraksjonsapparatet 10 og oppvarmingsapparatet 46 i rekkefølge, utføres sirkuleringen ved høy strømningshastighet og med høy varmetilførsel fra varmeapparatet 46 for å bringe flischargen i ekstraksjonsapparatet til koketemperatur i løpet av meget kort tid. Strømningshastigheten og varmetilførselen er f.eks. slike at den foretrukne ekstraksjonstemperatur av 180-210°C fås i ekstraksjonsapparatet fortrinnsvis i løpet av ikke over 5 minutter, og iallfall i løpet av ikke over 10 minutter. Straks flischargen er blitt bragt til koketemperaturen, fortsettes resirkuleringen av den primære ekstraksjonsvæske med høy strømningshastighet under resten av den primære ekstraksjonsperiode, men med en sterkt nedsatt varmetilførsel fra oppvarmingsapparatet 46. Varmetilførselen i løpet av denne tid vil vanligvis være tilstrekkelig til å erstatte varmetap, slik at i det vesentlige isoterme ekstraksjonsbetingelser opprettholdes i ekstraksjonsapparatet 10. Det fås således en meget jevn kokebetingelse under den primære ekstraksjonsperiode, og en meget høy hastighet for fjernelse av lignin opprettholdes med det resultat at 70-80% av den samlede fjernelse av lignin fra flisen oppnås under den primære ekstraksjonsperiode. Henimot slutten av den primære ekstraksjonsperiode stenges ventilen 43, og ekstraksjonsvæskeavløpet fra ekstraksjonsapparatet strømmer fra utløpssamleledningen 26 og via en ledning 48 med en ventil 49 til en utløpssamleledning 51 som står i forbindelse med en oppsamlingsanordning 52 for gjenvinning av tilførselsvæske. Som beskrevet nedenfor tilføres den brukte ekstraksjonsvæske kontinuerlig under trykk fra oppsamlings-

anordningen 52 via en ledning 53 med en ventil 54 til systemet for gjenvinning av alkohol.

Som nevnt ovenfor fås ved resirkuleringen av brukt ekstraksjonsvæske med et forholdsvis høyt innhold av oppløste tørrstoffer en hovedsakelig andel av ligninfjernelsen under den primære ekstraksjonsperiode. Derefter utsettes flischargen for en eller flere ekstraksjoner eller vaskinger ved en éngangsgjennomføring, dvs. uten resirkulering, og hver slik vasking på éngangsgjennomføringsbasis utføres med en væske med et tiltagende lavere innhold av oppløste tørrstoffer, inntil den siste vasking basert på éngangsgjennomføring blir utført med nytilført, i det vesentlige ligninfri væske. Ved den heri beskrevne spesielle utførelsesform utsettes flischargen, etter den primære ekstraksjonsperiode når luten resirkuleres med høy hastighet, for en mellomliggende éngangspassasjevasking med en væske med nedsatt innhold av oppløste tørrstoffer, og derefter for en éngangspassasjesluttvasking med ny væske. Det vil imidlertid forstås at et hvilket som helst ønsket antall av mellomliggende éngangspassasjevaskinger kan utføres.

Mens således ekstraksjonsapparatet 10 befinner seg i sin primære ekstraksjonsperiode, som beskrevet rett ovenfor, befinner ekstraksjonsapparatet 11 seg i sin mellomliggende éngangspassasje-ekstraksjons- eller -vaskeperiode og ekstraksjonsapparatet 12 i sin sluttelige éngangsekstraksjons- eller -vaskeperiode. Ferskt oppløsningsmiddel eller fersk ekstraksjonsvæske tilføres via en ledning 56 fra systemet for gjenvinning av alkohol, som beskrevet nedenfor, til en oppsamlingsanordning 57 for fersk ekstraksjonsvæske. Den ferske væske fjernes via en ledning 58 ved hjelp av pumpen 59 og tilføres gjennom en ledning 61 til en samleledning 62 og derefter gjennom en grenledning 63 med en ventil 64 til en innløpssamleledning 66 og oppad gjennom ekstraksjonsapparatet 12 som inneholder en annen flischarge. Avløpsvæsken med et forholdsvis lavt innhold av oppløste tørrstoffer forlater toppen av ekstraksjonsapparatet 12 via en utløpssamleledning 67 og en grenledning 68 med en ventil 69 til en samleledning 71. Fra samleledningen 71 strømmer væsken gjennom en ledning 72 til en annen samleledning 73 og derfra gjennom en grenledning 74 med en ventil 76 til en innløpssamleledning 77 som står i forbindelse med bunnen av ekstraksjonsapparatet 11 som inneholder en ytterligere

annen flischarge. Den brukte væske med et øket innhold av oppløste tørrstoffer forlater toppen av ekstraksjonsapparatet 11 via en utløpssamleledning 78 og strømmer gjennom en grenledning 79 med en ventil 81 til samleledningen 44 hvori væsken føres sammen med den resirkulerende avløpsvæske fra ekstraksjonsapparatet 10. Det fremgår således at fersk væske strømmer i rekkefølge gjennom ekstraksjonsapparatene 12 og 11 og derefter utgjør en del av den primære ekstraksjonsvæske som resirkuleres gjennom ekstraksjonsapparatet 10 og oppvarmingsapparatet 46. Den væske som således tilføres til oppsamlingsanordningen 33, kompenserer for den andel av den primære ekstraksjonsvæske som avgrenes til oppsamlingsanordningen 52 for gjenvinning av tilførselsvæske henimot slutten av den primære ekstraksjonsperiode.

Under fortsatt henvisning til strømmen gjennom ekstraksjonsapparatet 10 skiftes innstillingen av de nødvendige ventiler ved avslutningen av den ovenfor beskrevne primære ekstraksjonsperiode, slik at fersk væske fra samleledningen 62 nu strømmer gjennom en grenledning 82 med en ventil 83 til innløpssamleledningen 77 og derefter gjennom ekstraksjonsapparatet 11. Avløpsvæsken fra ekstraksjonsapparatet 11 strømmer gjennom utløpssamleledningen 78, en grenledning 84 med en ventil 86, samleledningen 71, ledningen 72, samleledningen 73, en grenledning 87 med en ventil 88 og samleledningen 19 inn i bunnen av ekstraksjonsapparatet 10. Fra toppen av ekstraksjonsapparatet 10 strømmer avløpsvæsken gjennom utløpssamleledningen 26 og grenledningen 42 til samleledningen 44 som en del av den resirkulerende, primære ekstraksjonsvæske som nu tilføres fra samleledningen 38 til et annet ekstraksjonsapparat i systemet som befinner seg i sin primære ekstraksjonsperiode. Strømningshastigheten gjennom ekstraksjonsapparatet 10 under påfølgende éngangspassasjeekstraksjons- eller vaskeperioder er vesentlig mindre enn under den primære ekstraksjonsperiode eller resirkuleringsekstraksjonsperiode, og selv om lignin-fjernelsen fortsetter under den sekundære ekstraksjonsperiode med hurtig avtagende hastighet, er den hovedsakelige virkning som oppnås under denne periode, diffusjonen av oppløste tørrstoffer i flisen inn i den perkulerende vaskevæske under innvirkning av den påførte konsentrasjonsgradient. Henimot slutten av den sekundære ekstraksjons- eller vaskeperiode stanses strømmen av fersk væske til ekstraksjonsapparatet 11, og væsken i ekstraksjonsapparatet

tømmes ut gjennom en ledning 89 med en ventil 91 til en samleledning 92 og derefter gjennom en ledning 93 til en pumpe 94 som via en ledning 96 står i forbindelse med samleledningen 73. Fra samleledningen 73 strømmer væsken gjennom ledningen 87 og samleledningen 19 til ekstraksjonsapparatet 10 og derfra gjennom samleledningen 26 og ledningen 42 til den ovenfor beskrevne primære væskekets.

Ved å innstille ventilen på egnet måte kommer ekstraksjonsapparatet 10 nu inn i sin sluttelige ekstraksjons- eller vaskeperiode hvor fersk væske anvendes. Fersk væske tilføres således nu fra oppsamlingsanordningen 57 via samleledningen 62, en grenledning 97 med en ventil 98 og samleledningen 19 til bunnen av ekstraksjonsapparatet 10. Avløpsvæske fra toppen av ekstraksjonsapparatet 10 strømmer gjennom samleledningen 26, en grenledning 99 med en ventil 101, samleledningen 71 og ledningen 72 til samleledningen 73, hvorfra væsken strømmer gjennom et annet ekstraksjonsapparat i systemet som befinner seg i sin sekundære ekstraksjons- eller vaskeperiode. Fjernelsen av lignin fortsetter i mindre grad under slutteksraksjonsperioden, men den hovedsakelige oppnådde virkning er igjen utvaskingen av oppløste tørrstoffer fra flisen, slik at henimot slutten av slutteksraksjonsperioden er restinnholdet av oppløste tørrstoffer i flisen ganske lavt. Henimot slutten av slutteksraksjonsperioden stanses strømmen av fersk væske til ekstraksjonsapparatet 10, og væsken i ekstraksjonsapparatet 10 tømmes ut gjennom en ledning 102 med en ventil 103 til samleledningen 92 og tilføres derfra via ledningen 93, pumpen 94, ledningen 96 og samleledningen 73 til det efterfølgende ekstraksjonsapparat i systemet og som befinner seg i sin sekundære ekstraksjons- eller vaskeperiode.

Flisen i ekstraksjonsapparatet 10 som er blitt utsatt for et primært resirkulerende ekstraksjonstrinn og to på hverandre følgende éngangspassasjevaskinger med hhv. brukt væske og fersk væske, er nu ferdig for uttømmning fra ekstraksjonsapparatet 10. Først utsettes imidlertid ekstraksjonsapparatet for en regulert trykkoppehevelse hvor oppløsningsmiddelampene i ekstraksjonsapparatet 10 slippes ut via en grenledning 21 med en ventil 22 til en utslippsfordelingsledning 23 og derefter til det på fig. 2 viste gjenvinningssystem. Det fremgår av denne at de alkoholrike

149115

12

damper som forlater ekstraksjonsapparatet, strømmer gjennom nedblåsingskondensatoren 24 under dannelsen av et kondensat som strømmer gjennom en ledning 104 til en lagringstank 106 for fersk væske. Etter trykkoppehevelsen utsettes flisen for avdrivning med vanndamp i ekstraksjonsapparatet 10 ved at lavtrykksvanndamp fra en tilførselsfordelingsledning 107 og via en grenledning 108 med en ventil 109 innføres ved bunnen av ekstraksjonsapparatet 10. Vanndampen strømmer oppad gjennom flischargen og avdriver derved restalkoholen, og blandingen av vanndamp og alkoholdamp strømmer gjennom ledningen 120 og samleledningen 23 til nedblåsingskondensatoren 24, på nøyaktig samme måte som under trykkoppehevelsestrinnet. Vanndampbehandlingen fortsetter inntil bare spormengder av alkohol er tilbake i flisen.

Efter avsluttet vanndampbehandling pumpes ekstraksjonsapparatet 10 fullt av vann (ved hjelp av en ikke vist anordning), og derefter tømmes blandingen av vann og råmasse ut fra bunnen av ekstraksjonsapparatet gjennom en grenledning 111 med en ventil 112 til en utløpssamleledning 113 og derfra til en pumpe (ikke vist) som overfører råmassen til vanlige papirfremstillingstrinn. Dyser for injisering av vann kan være anordnet i ekstraksjonsapparatet på egnede steder for å sikre en fullstendig uttømmning av massen fra ekstraksjonsapparatet. Etter at ekstraksjonsapparatet er blitt tømt, er det klart for igjen å fylles med flis og for en ytterligere oppslutningsbehandling som beskrevet ovenfor.

Selv om tidsplanen kan varieres for å tilfredsstille kravene ved en spesiell oppslutning med et oppløsningsmiddel, er en typisk plan for et enkelt ekstraksjonsapparat som drives efter en 3 timers tildeknings-til-tildekningssyklus, gjengitt i den nedenstående tabell I:

TABELL I

<u>Tid (min)</u>	<u>Operasjon</u>
0-15	(A) Fyll med flis.
15-20	(B) Fortrengning av luft med kald svartlut.
20-25	(C) Fortrengning av kald svartlut og resirkulering av primær ekstraksjonsvæske for hurtig oppvarming.
25-40	(D) Resirkulering av primær ekstraksjonsvæske ved oppslutningstemperatur, og avgrensning av primær ekstraksjonsvæske til oppsamlingsanordning for gjenvinning av tilførselsvæske.
40-53	(E) Engangspassasjevasking med sekundær ekstraksjonsvæske.
53-60	(F) Fortsettelse av (E) med sekundær ekstraksjonsvæske uttømt fra forutgående ekstraksjonsapparat.
60-73	(G) Engangspassasjevasking med fersk ekstraksjonsvæske.
73-80	(H) Utpumping av avtrukket væske.
80-110	(I) Trykkopphevelse.
110-165	(J) Avdrivning med vanndamp.
165-180	(K) Fyll med vann og tøm blanding av vann og masse ut.

På basis av tidsplanen for hver operasjon angitt i tabell I er den fullstendige syklusplan for et system med 9 ekstraksjonsapparater vist i den nedenstående tabell II:

TABELL II
Tidsintervall (min) for hver operasjon

Operasjon	(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(F)	(G)	(H)	(I)	(J)	(K)
Ekstraktor nr. 1	160-175	175-180	0-5	5-20	20-33	33-40	40-53	53-60	60-90	90-145	145-160
Ekstraktor nr. 2	0-15	15-20	20-25	25-40	40-53	53-60	60-73	73-80	80-110	110-165	165-180
Ekstraktor nr. 3	20-35	35-40	40-45	45-60	60-73	73-80	80-93	93-100	100-130	0-5 130-180	5-20
Ekstraktor nr. 4	40-45	55-60	60-65	65-80	80-93	93-100	100-113	113-120	120-150	0-25 150-180	25-40
Ekstraktor nr. 5	60-75	75-80	80-85	85-100	100-113	113-120	120-133	133-140	140-170	0-45 170-180	45-60
Ekstraktor nr. 6	80-95	95-100	100-105	105-120	120-133	133-140	140-153	153-160	0-10 160-180	10-65	65-80
Ekstraktor nr. 7	100-115	115-120	120-125	125-140	140-153	153-160	160-173	173-180	0-30	30-85	85-100
Ekstraktor nr. 8	120-135	135-140	140-145	145-160	160-173	173-180	0-13	13-20	20-50	50-105	105-120
Ekstraktor nr. 9	140-155	155-160	160-165	165-180	0-13	13-20	20-33	33-40	40-70	70-125	125-140

Det fremgår av fig. 2 at den brukte ekstraksjonsvæske strømmes under trykk fra oppsamlingsanordningen 52 via ledningen 53 til en flash-trommel 121 hvori trykket reduseres slik at det fås en delvis fordampning av alkoholoppløsningsmidlet og avkjøling av restvæsken. En porsjon av den gjenværende svartlut som har en forholdsvis lav temperatur, f.eks. ca. 80°C, kan føres gjennom en ledning 120 med en ventil 122 til lagringsbeholderen 31 for kald svartlut, og som avluftes til kondensatoren 24 via en ledning 25. Som beskrevet ovenfor tilføres den kalde svartlut, når den velges for å spyle luft ut av ekstraksjonsapparatene, fra beholderen 31 via en ledning 30 og en pumpe 32 til tilførselsfordelingsledningen 16, og væsken tilbakeføres til beholderen 31 via samledningen 29. Det fordampede oppløsningsmiddel strømmes fra flash-trommelen 121 via en ledning 123 til en kjele for gjenoppvarming eller en varmeveksler 124 som står i forbindelse med et første effektfordampningsapparat 126. Alkohol dampene kondenseres i varmeveksleren 124, og kondensatet strømmes via ledningen 127 og en ledning 128 til lagringstanken 106 for fersk væske.

Den hovedsakelige andel av den kalde restsvartlut strømmes fra flash-tanken 121 via en ledning 129 med en ventil 131 og innføres i den øvre del av et vakuumavdrivningstårn 133. Det er ønsket å anvende et vakuum for å nedsette oppslemmingens temperatur, slik at det utfelte lignin ikke vil klebe til og avsettes på avdrivningstårnets brettoverflater. Om ønsket kan væsken som fjernes fra flash-tanken 121, klares for å fjerne eventuelt utfelt lignin, før væsken overføres til avdrivningstårnet 133. Vanndamp tilføres ved bunnen av vakuumavdrivningstårnet 133 via en ledning 134 fra et fordampningsapparat 166 som er nærmere beskrevet nedenfor, og en ledning 136. Vanndamp og alkoholdamper fra toppen av tårnet 133 strømmes via ledningen 137 til et kondenseringsapparat 138, og det erholdte kondensat strømmes via ledningen 128 til lagringstanken 106 for fersk væske. Selv om det ikke er vist på tegningen, vil det forstås at en del av kondensatet fra kondenseringsapparatet 138 kan tilbakeføres til toppen av avdrivningstårnet 133 dersom en rektifiseringsseksjon er ønsket i toppen av tårnet.

Det fremgår at den ferske væsketilførsel i tanken 106 oppfatter toppdampkondensatet fra ekstraksjonsapparatene og innført via ledningen 104, de kondenserte damper fra flash-trommelen 121

og innført via ledningene 127 og 128, og de kondenserte toppdamper fra tårnet 133 og innført via ledningen 128. Dessuten kan erstatningsalkohol tilsettes til den ferske væsketilførsel via en ledning 139. Fersk væske fjernes fra lagringstanken 106 via en ledning 141 ved hjelp av en pumpe 142 og uttømmes via en ledning 143 i et oppvarmingsapparat 144 som oppvarmes av vanndamp fra ledningen 134 og en ledning 146. Den oppvarmede ferske væske strømmes, derefter gjennom ledningen 56 til oppsamlingsanordningen 57 for den ferske væske.

En bunnstrøm fjernes fra tårnet 133 via en ledning 147. Denne strøm består av en vannoppslemning som inneholder utfelte tørrstoffer (i det vesentlige lignin) og oppløste materialer som hovedsakelig er av kullhydrattypen. Den vandige oppslemning strømmes fra ledningen 147 til et fortykningsapparat eller bunnavsetningsapparat 148, hvori det utfelte lignin bunnavsettes med et tørrstoffinnhold på 5-15% slik at det etterlates en klåret, vandig oppløsning av kullhydrat som det overliggende lag. En bunnoppslemning fjernes fra klaringsapparatet 148 via en ledning 149 ved hjelp av en pumpe 141 og uttømmes via en ledning 152 inn i en sentrifuge 153 hvori tørrstoffinnholdet i oppslemningen økes f.eks. til 30-40%. En konsentrert, vandig ligninsuspensjon fjernes fra sentrifugen 153 via ledningen 154.

Den klare strøm fra sentrifugen 153 fjernes via en ledning 156 og kombineres med den overliggende klare væske som strømmes fra toppen av klaringsapparatet 148 via en ledning 157. De kombinerte væsker pumpes ved hjelp av en pumpe 158 gjennom en ledning 159 til det første effektfordampningsapparat 126. Varme tilføres til fordampningsapparatet 126 ved at en porsjon av den konsentrerte væske resirkuleres via en ledning 161 og en ledning 126 gjennom kjelen for fornyet oppvarming 124 og derfra via en ledning 163 tilbake til fordampningsapparatet 126. Resten av den konsentrerte væske fra det første fordampningsapparat 126 strømmes via ledningen 162 og en ledning 164 til et andre effektfordampningsapparat 166 hvori et konsentrat fås som inneholder 40-50% tørrstoffer. Den konsentrerte væske fjernes via en ledning 167 ved hjelp av pumpen 168, og en porsjon av denne væske resirkuleres via en ledning 169 og en ledning 171 til en kjele 172 for fornyet oppvarming og derfra via en ledning 173 tilbake til for-

dampningsapparatet 166. Kjelen 172 for fornyet oppvarming oppvarmes ved hjelp av toppdamper som strømmer fra det første fordampningsapparat 161 gjennom en ledning 174. Resten av den konsentrerte strøm fra fordampningsapparatet 166 fjernes via ledningen 169 i form av et vandig kullhydratkonsentrat. Vánndampen som fjernes fra det andre effektfordampningsapparat 166 via ledningen 134, vil vanligvis være tilstrekkelig til å oppfylle kravene i avdrivningskolonnen 133 og oppvarmingsapparatet 144, men om nødvendig kan erstatningsvanndamp tilføres via en ledning 176.

Fra det ovenstående system for håndtering av avfallsprodukter vil det fremgå at den vandige ligninsuspensjon og den vandige kullhydratopløsning konsentreres adskilt, hvorved unngås tilsmussing av fordampningsapparatrørene med lignin. Dersom det er økonomisk ønsket å ta hånd om lignin- og kullhydratbiprodukter, kan de strømmer som fjernes via ledningene 154 og 169, behandles videre. De to strømmer kan ellers føres sammen og til en kjele for forbrenning av avfallsprodukter, hvori deres energiinnhold gjenvinnes i form av prosessvanndamp.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte ved oppslutning ved hjelp av oppløsningsmiddelekstraksjon, hvor lignin ekstraheres fra et oppdelt, fiberholdig plantemateriale i en rekke satsvis arbeidende ekstraksjonsapparater ved i hvert av disse å innføre en charge av det nevnte materiale og å bringe chargen i kontakt med en oppløsningsmiddelvæske for oppslutning omfattende en vandig oppløsning av en lavere alifatisk alkohol ved en oppslutningstemperatur av 160-220°C og et oppslutningstrykk av 10-50 atm., og hvor rå cellulosemasse fjernes fra ekstraksjonsapparatet, k a r a k t e r i s e r t v e d a t

- (a) et første ekstraksjonsapparat som inneholder en første charge av det nevnte materiale, fylles med en første væske for å fortrenge luft fra det første ekstraksjonsapparat,
- (b) den første væske erstattes med en annen væske med forholdsvis høyt innhold av oppløst faststoff, og den annen væske resirkuleres med forholdsvis høy hastighet gjennom det første ekstraksjonsapparat og gjennom en ekstern varmeveksler for å bevirke hurtig oppvarming av den første charge til oppslutningstemperatur i løpet av ikke over 10 minutter, og fortrinnsvis ikke over 5 minutter, idet det som den annen væske anvendes væske fra det nedenfor beskrevne trinn (d) erholdt under oppslutning av en annen charge av det nevnte materiale i et annet ekstraksjonsapparat,
- (c) resirkuleringen av den annen væske fortsettes for å bevirke en opprinnelig ekstraksjon av den første charge, hvorefter den annen væske fjernes fra det første ekstraksjonsapparat,
- (d) innføring av en ytterligere væske slik at den strømmer gjennom den første charge i det første ekstraksjonsapparat på basis av ett enkelt gjennomløp for å bevirke ytterligere ekstraksjon av den første charge, idet det som den ytterligere væske anvendes en væske med et lavereinnhold av oppløste

faststoffer enn den annen væske, og idet den ytterligere væske tas fra det nedenfor beskrevne trinn (e) erholdt under oppslutning av ytterligere en annen charge av materialet i et tredje ekstraksjonsapparat, og

- (e) på forhånd oppvarmet fersk oppslutningsvæske bringes til å strømme gjennom den første charge i det første ekstraksjonsapparat på basis av ett enkelt gjennomløp for å bevirke sluttekstraksjon av den første charge.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t væske dreneres fra det første ekstraksjonsapparat, at trykket oppheves i det første ekstraksjonsapparat ved å frigjøre oppløsningsmiddel-dampene i dette til en kondensator, at kondensert oppløsningsmiddel gjenvinnes som er egnet for fornyet anvendelse som den nevnte ferske oppslutningsvæske i trinn (e), og at damp ledes gjennom det første ekstraksjonsapparat for å strippe gjenværende oppløsningsmiddel fra den første charge, og de strippede oppløsningsmiddeldamper kondenseres for oppnåelse av et kondensat som er egnet for fornyet anvendelse som den nevnte ferske oppslutningsvæske i trinn (e).

3. Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t

- (f) den annen væske som er blitt fjernet fra trinn (c) utsettes for trykkopphevelse for å bevirke en delvis flash-fordampning av oppløsningsmidlet, at de erholdte oppløsningsmiddeldamper separeres fra gjenværende væske som er egnet for fornyet anvendelse som den nevnte første væske i trinn (a), og at
- (g) oppløsningsmiddeldampene kondenseres for erholdelse av et kondensat som er egnet for fornyet anvendelse som den nevnte ferske oppslutningsvæske i trinn (e).

4. Fremgangsmåte ifølge krav 3,

149115

20

• k a r a k t e r i s e r t v e d a t

- (h) i det minste en del av den gjenværende væsken fra trinn (f) strippes med damp ved underatmosfærisk trykk, at de strippede oppløsningsmiddel-dåmper fjernes og kondenseres for erholdelse av et kondensat som er egnet for fornyet anvendelse som den nevnte ferske oppslutningsvæske i trinn (e), og at den erholdte oppslemning som inneholder ligninfaststoffer og oppløste kullhydrater separeres.

5. Fremgangsmåte ifølge krav 4,

k a r a k t e r i s e r t v e d a t den gjenværende oppslemning får avsettes for erholdelse av en fortykket ligninopslemning og en overliggende væske, at den fortykkede oppslemning sentrifugeres for å skille et ligninslam fra en annen overliggende væske, at de nevnte overliggende væsker kombineres, og at de kombinerte væsker konsentreres ved inndampning for erholdelse av et kullhydratkonsentrat.

6. Fremgangsmåte ifølge krav 5,

k a r a k t e r i s e r t v e d a t varmen som avgis ved kondenseringen av oppløsningsmiddeldampene i trinn (g), anvendes for delvis tilførsel av den varme som er nødvendig for inndampningen.

7. Fremgangsmåte ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t v e d a t det som oppløsningsmiddel-væske for oppslutning anvendes en vandig oppløsning av ethanol, methanol eller blandinger derav i en konsentrasjon av 20-80 vekt%.

8. Fremgangsmåte ifølge krav 7,

k a r a k t e r i s e r t v e d a t alkoholen anvendes i en konsentrasjon av 40-60 vekt%.

9. Fremgangsmåte ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t v e d a t det anvendes en oppslutningstemperatur av 180-210°C og et oppslutningstrykk av 20-35 atm.

FIG. 1

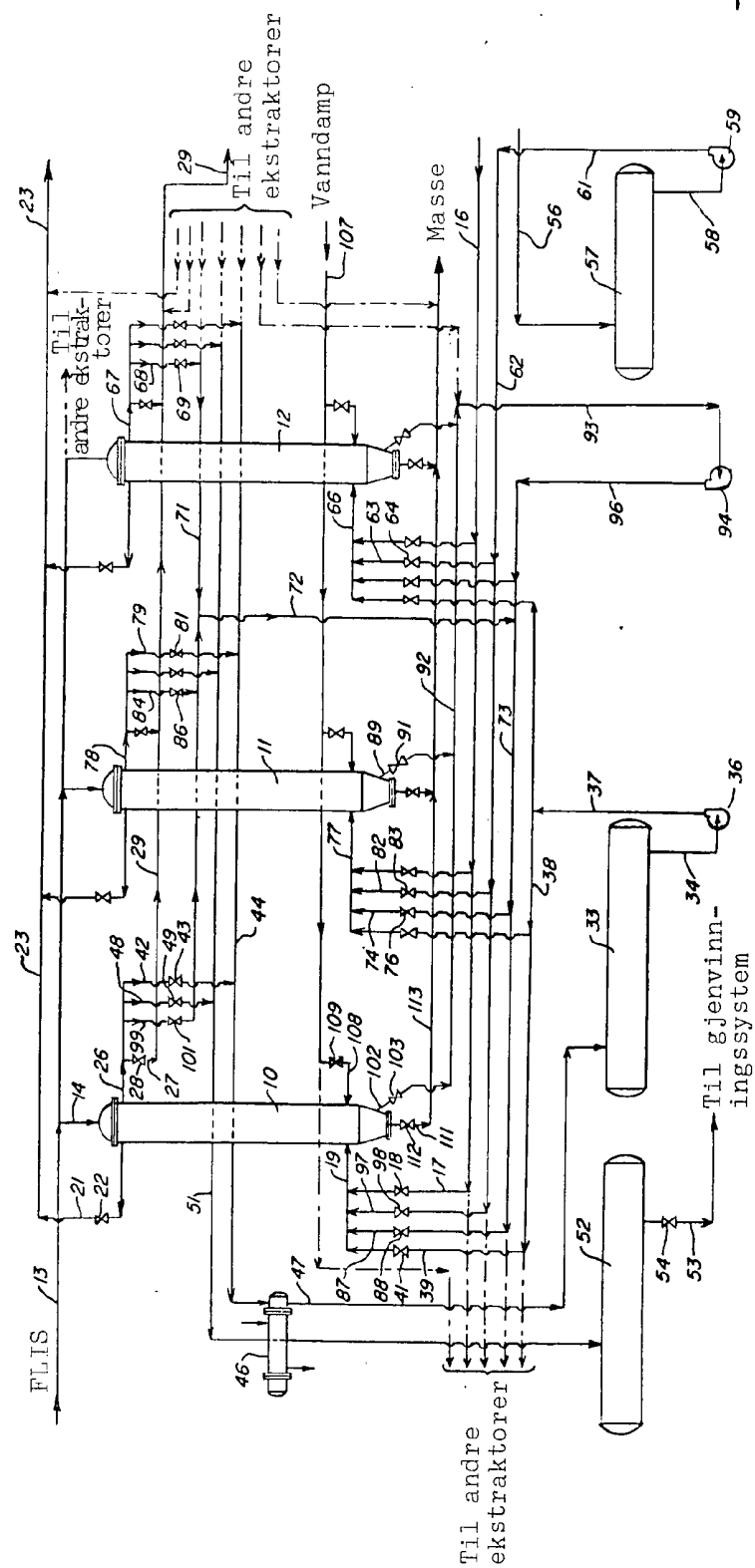


FIG. 2

