

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 750375 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentsökan - Patent application 750375

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC¹)
D21C 3/02

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 12.02.1975

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 12.02.1975

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 13.08.1976

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Visch Chimiko-Technologitscheski, Darveniza Sofia, Bulgaria, BULGARIA, (BG)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Hristov, Zvetko Stojanov, Bulgaria, BULGARIA, (BG)

2 •Hristova, Palmira Zvetkova, Bulgaria, BULGARIA, (BG)

3 •Stojanov, Stojan Petrov, Bulgaria, BULGARIA, (BG)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Kuituaineen valmistusmenetelmä ja -laite

Metod och anordning för framställning av fibermaterial

Kuituaineen valmistusmenetelmä ja -laite - Metod och anordning för framställning av fibermaterial

Keksintö koskee menetelmää ja laitetta kuituaineen valmistamiseksi kasviraaka-aineista. Aikaisemmin tunnetaan kuituaineen valmistusmenetelmät ja -laitteet, joissa ligniinin poistoon käytetään klassista menetelmää (sulfiitti-, natron- (natriumkarbonaatti-) sulfaatti- ja muita menetelmiä) ja reagensseja ($\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$; NaOH ; ($\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{S} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ ja muita). Teknologiset kaaviot on laadittu jatkuvasti toimivien laitteiden pohjalta. Tunnusomaista kaikille ligniininpoistomenetelmille ja kaikille keskeytyksittä kiehuville laitteille on se, että niissä käytetään korkeaa painetta ja kuumennusta vesihöyryllä suurimman lämpötilan ollessa $180^\circ - 190^\circ\text{C}$. Tämä edellyttää, että laitteiden rakenne varmistetaan niin, että ne voivat toimia 10-15 atm käyttöpaineella. Näiden laitteiden tärkeimmät yksiköt ovat alku- ja päätesulut (syöttö- ja poistolaitteet), jotka varmistavat lähtöraaka-aineen jatkuvan syötön ja keitetyn aineen jatkuvan poiston häiritsemättä kokonaiskäyttöpainetta laitteissa. Lisäksi syötetään näiden laitteiden reaktoreihin nestettä (lipeää uuttoa varten) hydromoduulin ollessa 1:6-1:8 (puuaine:lipeä).

Eräs tunnettu laite, jolla on jatkuva toimintatapa, koostuu yhdestä,

kahdesta tai useammasta, vaakasuorasti sijoitetusta putkesta, joissa on ruuvit aineen syöttöä varten. Ylimmän putken alussa ja alimman putken lopussa ovat mainitut sulut raaka-aineen syöttöä ja keitetyn aineen poistoa varten. Tässä laitteessa syötetään lipeää putkiin, kuumennus tapahtuu suoraan höyryllä 180° - 190°C lämpötilassa ja 10-12 atm paineella. Keittoprosessin kesto aika on 20-25 minuuttia.

Tunnetuista, normaalipaineessa toimivista laitteista valmistetaan eräissä puoliselulluloosaa kylmällä alkalimenetelmällä. Tässä laitteessa on kalteva putki, jossa on syöttöruuvi ja joka on täytetty puoliksi lipeällä, jonka hydro-moduuli on 1:6. Laite toimii normaalipaineessa ja tavanomaisessa lämpötilassa. Kestoaikaa ei ole ilmoitettu.

Toinen laite koostuu vaakasuorasti sijoitetuista putkista, joissa on syöttöruuvit ja pumpput, joilla pakotetaan kiertämään uuttolipeä, jota syötetään uuttoprosessin aikana. Uuttaminen tapahtuu normaalipaineessa ja 100°C lämpötilassa. Tällä laitteella valmistetaan kuituainetta oljesta. Uuttoaikaa ei ole ilmoitettu tämänkään kohdalla.

Näihin ligniininpoistomenetelmiin ja uuttolaitteisiin liittyvät seuraavat huonot puolet:

Ligniininpoistomenetelmät toteutetaan 180° - 190°C lämpötilassa, kemikaalit syötetään 1:6-1:8 hydromoduulilla ja ilmanpaine on 10-12 atm 20-40 minuutin aikana. Nämä olosuhteet saadaan aikaan vastaavissa laitteissa, joiden toimintatapa on jatkuva. Laitteet lämmitetään vesihöyryllä, joka kehittää vaaditun paineen, minkä vuoksi on välttämätöntä oltava erikoislaitteen kanssa alku- ja päätesulut paineen varmistamiseksi. Laitteissa, jotka toimivat normaalipaineessa ja tavanomaisessa lämpötilassa tai 100°C lämpötilassa, on ehdottomasti käytettävä uuttoa varten lipeää putkissa sekä riittävää uuttoaikaa. Näillä laitteilla voidaan uuttaa yksivuotisia kasveja ja lehtipuuainesta puoliselulluloosan valmistamiseksi.

Keksinnön tehtävänä on kehittää menetelmä, jolla valmistetaan kuituainetta uuttolipeällä esikyllästetystä lähtöraaka-aineesta, sekä laite, jolla menetelmä toteutetaan.

Keksinnön mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista, että esikyllästetystä kasviraaka-aineesta poistetaan liika lipeä ja kyllästetty aine uutetaan normaalipaineessa ja 200° - 500°C lämpötilassa 120-1200 sekunnin aikana.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä kyllästetty aine menee vaakasuoraan putkeen, jossa on syöttöruuvi, joka siirtää aineen vyöhykkeen läpi, joka on kuumennettu 200° - 500°C lämpötilaan ja jossa aine on 120-1200 sekunnin ajan, riippuen halutusta uuttamisasteesta. Sitten aine, joka sisältää hyvin pienen määrän nestettä, siirretään edelleen ulos kuumentavasta vyöhykkeestä ja se tulee astiaan, jossa on kuumaa vettä, jossa tapahtuu tiiviin, mustan lipeän

uutto regenerointia varten, minkä jälkeen tapahtuvat huuhtelu, kuidutus ja karkea ja hieno lajittelu. Muut vaiheet ovat samat kuin muissa tunnetuissa menetelmissä.

Aineen ollessa suurlämpötilavyöhykkeessä tapahtuu höyryn erotus, joka ei kehitä painetta, koska reaktori on reiällinen tässä vyöhykkeessä. Höyry menee reaktorin ja kuumentimen väliseen tilaan ja se syötetään syöttölaitteen alaosaan aineen lämmittämiseksi ennen kuin tämä saavuttaa suurlämpötilavyöhykkeen. Höyry on tällä tavoin suljettuna piiriin kehittämättä painetta, koska järjestelmä on avoin. Kemikaalien kulutus riippuu lähtöraaka-aineesta, uuttoprosessin kestoajasta, uuttamisasteesta jne.

Yhdistämällä kemikaalien kulutus, lämpötila ja aineen oloaika suurlämpötilavyöhykkeessä voidaan säätää uuttamisaste ja siten myös kuituainetuotos.

Menetelmää voidaan käyttää kaikenlaisten kasviraaka-aineiden uuttamiseksi, joita käytetään kuituaineen valmistuksessa.

Kuvio 1 esittää esimerkkiä keksinnön mukaisen laitteen toteutusmuodosta, jolla toteutetaan menetelmä. Laite koostuu vaakasuorasti sijoitetusta ruuvista 2, akselistä 3, jolle on pantu pakauseinäinen putki ja joka on varustettu aukoilla 8 mutkien välissä, jolloin akseli 3 on sijoitettu reaktoriputkeen, jonka yläosa on reiällinen kehänsä 1/3 osalla ja jonka etuosassa on hitsaamalla sijoitettu syöttösäiliö 1 ja toisessa päässä aukko 12, joka on yhdistetty säiliöön 13, joka saa kuumaa vettä putkijohdon 11 kautta. Reaktori on pantu putkeen (kuumentimeen) 5, jolla on suurempi halkaisija ja jonka ympärille on kiedottu pituus-suunnassa reotaania 7, jolloin kahden putken välissä on tila 9, josta ulottuvat säiliöön 1 yhdistetty höyryjohto 6 ja ruuvin 2 akseliin 3 yhdistetty höyryjohto 10.

Keksinnön mukaisen menetelmän edut ovat seuraavat:

- ligniininpoistomenetelmä toteutuu siten, että lähtöaine esikyllästetään, minkä jälkeen liika uuttoliipeä poistetaan; - lämpötila on 200° - 500° C; prosessi toteutetaan yhdessä normaalipaineessa; ja prosessin kesto aika on 120-1200 sekuntia.

Nämä olosuhteet varmistetaan jatkuvasti toimivalla laitteella, joka muodostaa avoimen järjestelmän, koska uuttoliipeän veden höyrystyksestä muodostuva höyry ei kehitä painetta reaktorissa. Höyry poistetaan reaktiotilasta ja suljetaan piiriin. Tämä estää höyryä virtaamasta ulos ja saastuttamasta ympäristöä; valmistettu kuituaine on väriltään vaaleampaa kuin muilla menetelmillä valmistettu ja tuotos on 52-87 %; kuituaineella on suhteellisen hyvät fysikaalis-mekaaniset ominaisuudet; ja kuumentaminen tapahtuu sähkökuumentimen avulla.

Keksintöä valaistaan seuraavassa lähemmin seuraavilla esimerkeillä.

Esimerkki 1

Puulastuja käsiteltiin uuttolipeässä (NaOH-liuokseen, jonka väkevyys oli 60-90 g/l, riippuen aktiivisten alkalien kulutuksesta) suhteessa 8-20 % kuiva-aineena laskettuna 50°-80°C lämpötilassa 15-60 minuutin aikana. Liika lipeä poistettiin ja syötettiin takaisin uutta käyttöä varten. Syöttösäiliön 1 avulla vietiin kyllästetyt puulastut reaktorin 4 syöttöruuville 2, joka syötti ne suur- lämpötilavyöhykkeeseen, jonka lämpötila oli 200°-500°C ja jossa tapahtui uutto 120-1200 sekunnin aikana höyryn erotuksen yhteydessä. Tässä vyöhykkeessä reaktorin yläosa on reiällinen ja höyry menee reaktorin 4 ja kuumentimen 5 välissä olevaan tilaan 9, josta se syötetään syöttösäiliön putkijohdon 6 kautta aineen kuumentamiseksi tai sen voi tarvittaessa syöttää putkijohdon 10 kautta ruuvin 2 akseliin 3, ja se palaa aukkojen 8 kautta jälleen uuttovyöhykkeeseen. Uutettu aine saapuu miltei kuivana säiliöön, jossa on kuumaa vettä 13, joka syötetään putkijohdon 11 kautta ja joka huuhtelee pois puulastut ruuvin putkista.

Esimerkki 2

Tässä meneteltiin samoin kuin esimerkissä 1, mutta puulastujen sijasta käsiteltiin olkikappaleita.

Esimerkki 3

Tässä meneteltiin samalla tavalla kuin esimerkissä 1, jolloin aktiivisten alkalien NaOH + Na₂S (sulfaattilipeän) määrä oli laskettu aktiivisten alkalien kulutuksen mukaan Na₂O:na 8 %:ksi suhteessa täysin kuivaan aineeseen.

Esimerkki 4

Tässä meneteltiin samoin kuin esimerkissä 3, sillä erolla, että aktiivisten alkalien määrä oli 10 % suhteessa täysin kuivaan aineeseen.

Esimerkki 5

Tässä meneteltiin samoin kuin esimerkissä 3 ja aktiivisten alkalien määrä oli 17 % suhteessa täysin kuivaan aineeseen.

Esimerkki 6

Tässä meneteltiin samoin kuin esimerkissä 1 ja uuttolipeä oli tässä monosulfiittia (Na₂SO₃:Na₂CO₃ = 4:1).

Taulukossa 1 on ilmoitettu edellisissä esimerkeissä kasviraaka-aineista valmistetun kuituaineen tuotos sekä kuituaineen ominaisuudet.

Taulukko 1

Keksinnön mukaisella menetelmällä valmistetun kuituaineen uuttamisen edellytykset sekä aineen fysikaaliset mekaaniset ominaisuudet

N:o	Uuttamisen edellytykset					Kokonaismäärä					
	Käytetty raaka-aine	Uuttamis- menetelmä	A.A.*uutta- miseen, Na ₂ O	Lämpö- tila	Uuttamisen kesto- aika	Tuotos nysaste	Pienen- lipeän määrä, g	Iliaan lujuus	Veto- lujuus		
	%	°C	Minuuttia	%	OSR**	g/m ²	m	kg/cm ²	g		
1.	Poppeli	Natronmene- telmä	10	450	2	63,2	55	75	7044	2,05	48,0
2.	Pyökki	"	10	450	2	65,9	55	75	5573	2,35	49,0
3.	Koivu	"	10	450	2	60,1	55	75	7105	2,30	49,5
4.	Bagassi	"	10	450	2	59,4	55	75	6152	2,45	40,0
5.	Papyrus	"	10	450	2	56,2	55	75	9196	3,40	56,0

* aktiiviset alkalit

** OSR = Schöper-Rigler

Patenttivaatimukset:

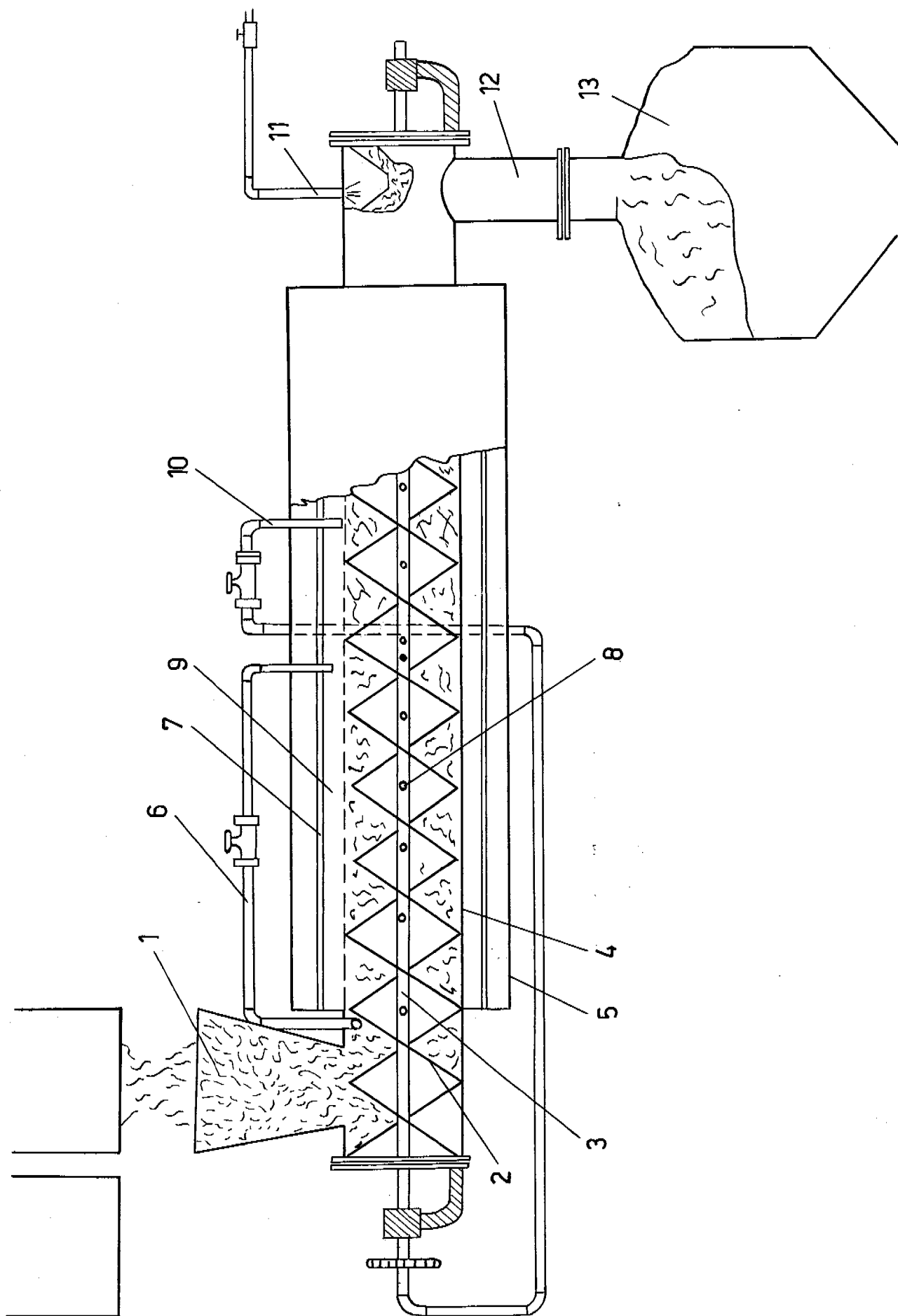
1. Menetelmä, jolla valmistetaan kuituainetta uuttolipeällä esikyllästetystä kasviraaka-aineesta (puuaineesta ja kasveista), t u n n e t t u siitä, että esikyllästetystä kasviraaka-aineesta poistetaan liika lipeä ja kyllästetty aine uutetaan normaalissa ^{puuaineissa} ja 200°-500°C lämpötilassa 120-1200 sekunnin aikana.

2. Laite, joka toimii jatkuvasti (kuvio 1) ja jolla valmistetaan kuituainetta (selluloosaa ja puoliseluloosaa) kasviraaka-aineista patenttivaatimuksen 1 mukaisella menetelmällä, t u n n e t t u siitä, että se koostuu vaakasuorasti sijoitetusta syöttöruuvista (2), jonka akselille (3) on pantu paksuseinäinen putki, jossa on aukkoja (8) mutkien välissä, joka akseli (3) on sijoitettu reaktoriputkeen (4), jonka yläosa on reiällinen kehänsä 1/3 osalla ja jonka etuosassa on hitsaamalla kiinnitetty syöttösäiliö (1) ja toisessa päässä aukko (12), joka on yhdistetty säiliöön (13), joka saa kuumaa vettä putkijohdon (11) kautta, ja reaktori on sijoitettu putkeen (kuumentimeen) (5), jolla on suurempi halkaisija ja jonka ympärille on kiedottu pituussuunnassa reotaania (7), jolloin kahden putken välissä on tila (9), josta lähtevät säiliöön (1) yhdistetty höyryjohto (6) ja syöttöruuvin (2) akseliin (3) yhdistetty höyryjohto.

Patentkrav:

1. Förfarande för framställning av fibermaterial av med extraktionslut förimpregnerat växtråämne (träämne och växter), k ä n n e t e c k n a t därav, att överskotts luten avlägsnas ur det förimpregnerade växtråmaterialet och det impregnerade materialet urlakas under normaltryck och vid en temperatur av 200° - 500° C under 120-1200 sekunder.

2. Anordning som fungerar kontinuerligt (figur 1) för framställning av fibermaterial (cellulosa och halvcellulosa) av växtråämnen med förfarandet enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att den består av en vågrätt anordnad matarskruv (2), på vars axel (3) är anbringat ett rör med tjocka väggar och uppvisande öppningar (8) mellan krökningarna, vilken axel (3) är anordnad i ett reaktorrör (4), vars övre del är perforerad på 1/3-del av sin omkrets och som vid sin främre del uppvisar en med svetsning fästad matarbehållare (1) och vid sin andra ände en öppning (12), som är förenad med en behållare (13), som får varmt vatten genom en rörledning (11), och reaktorn är placerad i ett rör (uppvärmare) (5), som har en större diameter och är omlindat med reotan (7) i sin längdriktning, varvid mellan de båda rören finns ett rum (9), ur vilket utgår en med behållaren (1) förenad ångledning (6) och en med matarskruvens (2) axel (3) förenad ångledning.



Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utläggnings- och patentskrifter:

Suomi - Finland P 53 143 (221C 7/00)

Iso-Britannia - Storbritannien

Norja - Norge

Ranska - Frankrike

Ruotsi - Sverige

Saksa - BRD - Tyskland

Sveitsi - Schweiz

Tanska - Danmark

USA 03.302.836, 3.446.701 (Q2/C 7/00)

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

286-ss kuitut loppuun
Allekirjoitus

Allekirjoitus

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.