

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 79101084.6

51 Int. Cl.²: **D 21 C 3/00**
C 07 C 49/00

22 Anmeldetag: 09.04.79

30 Priorität: 15.04.78 DE 2816473

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
31.10.79 Patentblatt 79/22

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT SE

71 Anmelder: **BAYER Aktiengesellschaft**
Zentralbereich Patente, Marken und Lizenzen Bayerwerk
D-5090 Leverkusen 1(DE)

72 Erfinder: **Schnegg, Peter, Dr.**
Heidbergerstrasse 44
D-5068 Odenthal(DE)

72 Erfinder: **Blank, Heinz Ulrich, Dr.**
Am Geusfelde 35
D-5068 Odenthal(DE)

72 Erfinder: **Klag, Günther, Dr.**
Emil-Nolde-Strasse 19
D-5090 Leverkusen(DE)

54 Dispersion zur Verwendung bei der Zellstoffgewinnung und Verfahren zur Zellstoffgewinnung unter Verwendung dieser Dispersion.

57 Die vorliegende Erfindung betrifft Dispersionen zur Verwendung bei der Zellstoffgewinnung, welche organische, cyclische Verbindungen enthalten, die Keto- und/oder Hydroxygruppen enthalten und ein flüssiges Dispergiermittel gleicher oder ähnlicher spezifischer Dichte wie die organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen. Die vorliegende Erfindung betrifft weiterhin Verfahren zur Zellstoffgewinnung aus Lignocellulosematerial unter Verwendung dieser Dispersionen.

EP 0 004 928 A1

-1-

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
Zentralbereich
Patente, Marken und Lizenzen

5090 Leverkusen, Bayerwerk
Gai-by

Dispersion zur Verwendung bei der Zellstoffgewinnung und
Verfahren zur Zellstoffgewinnung unter Verwendung dieser
Dispersion.

- Es ist beschrieben (siehe z.B. B.Bach, G.Fiehn, Zellstoff und Papier 21, 3 (1972); H.H. Holton, Pulp and Paper Canada 78, 19 (1977); US-PS 4 012 280; US-PS 4 036 680; US-PS 4 036 681, CA-PS 986 662, JA-OS 112 903/75, JA-OS 43403/76, JA-OS 109 303/76 und DD-PS 98 549), daß Anthrachinon, bestimmte Anthrachinon-derivate und bestimmte Diketohydroanthracene eine günstige Wirkung bei bestimmten Verfahren zur Gewinnung und Bleichung von Zellstoff aus Lignocellulosematerialien wie Holz, Stroh und Bagasse ausüben, wenn sie von 0,001 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Lignocellulosematerial, eingesetzt werden. Neben Anthrachinon, Anthrahydrochinon, sowie Diels-Alder-Addukten aus Butadien und seinen Derivaten an p-Benzochinon oder 1,4-Naphthochinon werden hierfür die Mono- und Polyalkyl-, -Alkoxy-, -Amino-, -Hydroxy- und/oder -Sulfoderivate dieser Verbindungen empfohlen. Im folgenden werden diese Stoffe zusammenfassend als Zusatzstoffe bezeichnet.

Die Zusatzstoffe sind im allgemeinen in Form von Pulvern zugänglich. Die Einbringung derartiger pulverförmiger Zusatzstoffe in Verfahren zur Gewinnung von Zellstoffen aus Lignocellulosematerialien und deren Bleichung ist
5 jedoch problematisch. Wenn man die pulverförmigen Zusatzstoffe dem einzusetzenden Lignocellulosematerial zufügt, so ist hierbei damit zu rechnen, daß die feineren Anteile der Zusatzstoffe staubförmig in die Umgebung gelangen, somit teilweise der zgedachten Verwendung entzogen sind,
10 die in der Nähe der Zugabestelle arbeitenden Menschen belästigen und die Gefahr von Staubexplosionen herbeiführen können. Außerdem ist bei der relativ geringen Menge der benötigten Zusatzstoffe eine gleichmäßige Verteilung schwierig. Eine gleichmäßige Verteilung der Zusatzstoffe
15 ist jedoch zur Erzielung einer einheitlichen Zellstoffqualität erwünscht.

Eine gleichmäßige Verteilung der Zusatzstoffe wird zudem dadurch erschwert, daß die Zusatzstoffe in Wasser und in den in der Zellstoffgewinnung verwendeten wäßrigen Elektrolyt-
20 lösungen im allgemeinen nur sehr wenig löslich sind (z.B. lösen sich in 1 Liter Wasser bei 50°C nur $6 \cdot 10^{-4}$ g 9,10-Anthrachinon).

Außerdem werden die Zusatzstoffe von Wasser und wäßrigen Elektrolytlösungen, wie sie bei der Zellstoffgewinnung
25 zur Anwendung kommen, so schlecht benetzt, daß die feineren Anteile der pulverförmigen Zusatzstoffe sich nicht oder nur schlecht einrühren lassen, sondern unbenetzt,

- gegebenenfalls unter Lufteinschluß, auf der Oberfläche schwimmen. Weiterhin haben die Zusatzstoffe eine relativ hohe spezifische Dichte (z.B. hat Anthrachinon bei 20°C eine spezifische Dichte von 1,438 g/cm³), sodaß die
- 5 größeren Anteile der pulverförmigen Zusatzstoffe, die sich in Wasser oder Elektrolytlösung einrühren lassen, sich rasch wieder absetzen und nach kurzem Stehen am Gefäßboden eine kompakte, nur mit Schwierigkeiten wieder aufwirbelbare Schicht bilden. Die Zugabe der Zusatz-
- 10 stoffe direkt zur Kochlauge, in die Mischung von Lignocellulosematerial und Kochlauge oder in Form einer Anschlammung in Wasser oder verdünnten Elektrolytlösungen ist also ebenfalls kein Weg, um mit Sicherheit eine gleichmäßige Verteilung der Zusatzstoffe zu erreichen.
- 15 Es wurde nun eine Dispersion zur Verwendung bei der Zellstoffgewinnung gefunden, die dadurch gekennzeichnet ist, daß sie organische, cyclische, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltende Verbindungen und ein flüssiges Dispersionsmittel gleicher oder ähnlicher spezifischer
- 20 Dichte wie die organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen enthält.

- Hier und im folgenden werden unter dem Begriff Zellstoffgewinnung alle Verfahren und Verfahrensstufen verstanden, bei denen auf Lignin in Lignin und Cellulose enthaltenden
- 25 Materialien auf chemische Weise eingewirkt wird. Beispiele hierfür sind alkalische, neutrale und saure Aufschlußverfahren bei Lignocellulosematerialien wie Holz, Stroh, Bagasse und Gräsern, sowie Bleichverfahren bei teilweise oder weitgehend aufgeschlossenen Lignocellulosematerialien.

Als organische, cyclische, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltende Verbindungen kommen vorzugsweise carbocyclische Verbindungen in Frage, beispielsweise mono-, di- und/oder polycyclische Verbindungen, insbesondere mono-, di- und/oder tricyclische Verbindungen, besonders bevorzugt tricyclische Verbindungen, insbesondere tricyclische Verbindungen mit kondensierten Ringen, die jeweils zwei Keto- und/oder zwei Hydroxygruppen enthalten und die vorzugsweise Kohlenwasserstoffe sind mit Ausnahme der Keto- oder Hydroxygruppen und/oder sonstiger Substituenten. Vorzugsweise kommen hierfür p-Benzochinon, 1,4-Naphthochinon, 9,10-Anthrachinon, Diels-Alder-Addukte von 1,3-Dienen, z.B. von unsubstituiertem oder substituiertem Butadien an p-Benzochinon und/oder 1,4-Naphthochinon und/oder deren Mono- und Poly-Alkyl-, -Hydroxy-, -Amino-, -Alkoxy-, -Alkylamino- und/oder -Sulfoderivate in Frage. Die Alkyl-, Alkoxy- und Alkylaminogruppen können jeweils z.B. 1 bis 12, vorzugsweise 1 bis 4 C-Atome enthalten. Beispielsweise können die erfindungsgemäßen Dispersionen 9,10-Anthrachinon, 2-Methylanthrachinon, 2-Äthylanthrachinon, 2,3-Dimethyl-9,10-anthrachinon, 2,6-Dimethylanthrachinon, 2,7-Dimethylanthrachinon, 2-Aminoanthrachinon, 1-Methoxyanthrachinon, 1,4,4a,9a-Tetrahydro-9,10-diketoanthracen, 2-Äthyl-1,4,4a,9a-Tetrahydro-9,10-diketoanthracen, 2,3-Dimethyl-1,4,4a,9a-tetrahydro-9,10-diketoanthracen, 1,4,4a,5,8,8a,9a,10a-Octahydro-9,10-diketoanthracen, 1,3-Dimethyl-1,4,4a,9a-tetrahydro-9,10-diketoanthracen und 2,3,6,7-Tetramethyl-1,4,4a,5,8,8a,9a,10a-octahydro-9,10-diketoanthracen enthalten. Ebenfalls einsetzbare Verbindungen sind solche, die eine reduzierte Form der vorstehend genannten Verbindungen sind, die anstelle von Ketogruppen Hydroxygruppen enthalten, beispielsweise Hydrochinon oder Anthrahydrochinon. Die erfindungsgemäße Dispersion kann zwei oder mehrere dieser Stoffe ent-

- 5 -

halten, insbesondere zwei oder mehrere dieser Stoffe, die nahe beieinander liegende spezifische Dichten haben. Es ist auch möglich, Verbindungen einzusetzen, die zwei oder mehr der genannten Substituenten tragen, beispielsweise Hydroxy- und Aminogruppen. Bevorzugt enthält
5 die erfindungsgemäße Dispersion jedoch nur einen dieser Stoffe, ganz besonders bevorzugt 9,10-Anthrachinon. Im folgenden werden die organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen als dispergierte Stoffe bezeichnet.
10

Die dispergierten Stoffe, z.B. monocyclische, dicyclische und/oder polycyclische Verbindungen, die Keto- und/oder Hydroxygruppen enthalten, insbesondere 9,10-Anthrachinon, können in den verschiedensten Korngrößen vorliegen. Beispielsweise können die dispergierten Stoffe, insbesondere
15 9,10-Anthrachinon zu mindestens 80 Gew.-% aus Teilchen mit Korngrößen im Bereich 1, μm bis 5 mm bestehen. Die dispergierten Stoffe, insbesondere Anthrachinon, können auch Teilchengrößen im Bereich von etwa 50 bis 500, μm
20 mit größter Häufigkeit der Teilchen im Bereich von etwa 200 bis 300, μm aufweisen. Die Korngrößenverteilung hat keinen besonderen Einfluß. Die Korngrößenverteilung kann relativ eng um einen Mittelwert liegen, sie kann sich jedoch auch über die gesamten vorgenannten Bereiche und darüber
25 hinaus erstrecken. Hinsichtlich der Verwendung von 9,10-Anthrachinon hat dies den Vorteil, daß Anthrachinon in die erfindungsgemäße Dispersion eingebracht werden kann, wie es im allgemeinen bei der technischen Herstellung erhalten wird.

30 Als Dispersionsmittel für die erfindungsgemäße Dispersion sind Flüssigkeiten geeignet, die eine gleiche oder ähnliche spezifische Dichte aufweisen wie der dispergierte Stoff oder die dispergierten Stoffe. Unter Flüssigkeiten werden hier reine flüssige Stoffe, Lösungen

und Dispersionen verstanden. Das Dispersionsmittel kann beispielsweise eine wäßrige Lösung von Elektrolyten sein, die eine spezifische Dichte im Bereich von 1,2 bis 1,6 g/cm³ aufweist. Im Falle von 9,10-Anthrachinon als dispergiertem Stoff beträgt die spezifische Dichte des Dispersionsmittels vorzugsweise 1,35 bis 1,5 g/cm³, besonders bevorzugt 1,4 bis 1,45 g/cm³.

Die wäßrige Lösung von Elektrolyten kann beispielsweise eine Lösung von Oxiden, Hydroxiden und/oder Salzen der Metalle der ersten und/oder zweiten Hauptgruppe des Periodensystems und/oder eine Lösung von Stickstoffbasen und/oder von Salzen von Stickstoffbasen oder eine Lösung von Säuren sein. Die erste und zweite Hauptgruppe des Periodensystems sind die als Gruppe Ia und IIa bezeichneten Gruppen, s. beispielsweise die letzten Seiten von Cotton & Wilkinson, "Advanced Inorganic Chemistry", 2. Auflage. Durch einfache Vorversuche oder durch Nachschlagen in entsprechenden Tabellen kann leicht ermittelt werden, welche dieser Elektrolyte sich in solchen Mengen in Wasser lösen, daß Lösungen der gewünschten spezifischen Dichte entstehen.

Vorzugsweise ist die wäßrige Lösung eine Lösung von Oxiden, Hydroxiden, Sulfiden, Sulfiten, Bisulfiten, Sulfaten, Thiosulfaten und/oder Carbonaten von Natrium, Kalium, Calcium und/oder Magnesium. Als Stickstoffbasen kommen beispielsweise Alkylamine, Hydroxyalkylamine oder Alkylenamine, wie Äthylendiamin, Propylamin und/oder Äthanolamin, als Salze von Stickstoffbasen beispielsweise Ammoniumsalze, wie Säureadditionssalze oder quartäre Salze, in Frage. Beispiele für Säuren sind Schwefelsäure, Phosphorsäure und Salpetersäure. Besonders bevorzugt ist die wäßrige Lösung eine Lösung von Natriumhydroxid, Natriumsulfid, Natriumsulfit, Natriumbisulfit, Natriumsulfat, Natriumthiosulfat, Natriumcarbonat, Kaliumsulfid,

- 7 -

- Magnesiumbisulfit, Calciumbisulfit und/oder Ammoniumsulfit oder Schwefelsäure. Insbesondere bevorzugt ist die wäßrige Lösung eine Lösung von Natriumhydroxid, Natriumbisulfit und/oder Natriumthiosulfat. Es ist nicht notwendig, sich auf einen einzigen der angegebenen Elektrolyte zu beschränken. Vielmehr können auch Lösungen oder Suspensionen von Mischungen der aufgeführten Elektrolyte verwendet werden. Es ist vorteilhaft solche wäßrige Lösungen von Elektrolyten zu verwenden, wie sie an verschiedenen Stellen der Anlagen zur Zellstoffgewinnung entnommen werden können. Gegebenenfalls können Elektrolytlösungen, die an verschiedenen Stellen der Anlagen zur Zellstoffgewinnung entnommen werden, nach Aufkonzentrierung, z.B. durch Verdampfung von Wasser, oder nach Zugabe weiterer Mengen von Elektrolyten als Dispersionsmittel verwendet werden. Beispielsweise können als Dispersionsmittel, gegebenenfalls nach entsprechender Einstellung der Dichte durch Verdampfung von Wasser oder Zugabe weiterer Elektrolytmengen die sogenannten Weißlaugen, Kochlaugen, Schwarzlaugen, Dicklaugen und/oder Grünlaugen verwendet werden.

Hier und im folgenden werden unter diesen Begriffen folgende Lösungen verstanden:

- Als Kochlauge werden Lösungen bezeichnet, die vor dem Aufschluß mit dem Lignocellulosematerial vereinigt werden. Sie können in ihrer Zusammensetzung je nach Art des aufzuschließenden Lignocellulosematerials und des angewendeten Aufschlußverfahrens in Art und Konzentration der Bestandteile in weiten Grenzen schwanken. Beispielsweise kann die Kochlauge 8 bis 20 Gew.-% Alkalimetallbase ausgedrückt als prozenteffektives Alkali, bezogen auf das Gewicht des Lignocellulosematerials, daneben normalerweise auch Alkalimetallcarbonat enthalten. Kochlauge kann aber auch beispielsweise 8 bis 15 Gew.-% Alkalimetallbase, ausgedrückt als prozenteffektives Alkali (TAPPI T-120 S 61)
- Le A 18 801

und 5 bis 40 Gew.-% Alkalimetallsulfid, ausgedrückt als ProzentSulfidität (TAPPI T-1203 OS-61), bezogen auf Lignocellulosematerial enthalten. Diese Kochlauge enthält normalerweise auch Alkalimetallsulfat und Alkalicarbonat, gegebenenfalls auch Schwefel in einer Menge von 1 bis 5 Gew.-%.

Als Schwarzlaugen werden die nach erfolgtem Aufschluß des Lignocellulosematerials vom Zellstoff abgetrennten gebrauchten Kochlaugen bezeichnet. Diese enthalten als organische Bestandteile die löslich gemachten Begleit-
substanzen der Cellulose, beispielsweise Ligninsulfonate und/oder Alkalilignine, gegebenenfalls auch Hemicellulosen und niedermolekulare Umwandlungsprodukte der Bestandteile des Lignocellulosematerials, als anorganische Bestandteile beispielsweise in der Hauptsache Alkalimetallsulfat und Alkalimetallcarbonat, sowie an saure organische Bestandteile gebundene Alkalimetallbase, daneben normalerweise auch freie Alkalimetallbase, Alkalisulfid, Alkalisulfit und Alkalithiosulfat. Die spezifische Dichte der Schwarzlaugen kann je nach Konzentration der gelösten Stoffe beispielsweise 1,05 bis 1,40 g/cm³ betragen. Der Feststoffgehalt kann sich beispielsweise in den Grenzen von 10 bis 70 Gew.-% bewegen.

Als Dicklauge werden jene Schwarzlaugen bezeichnet, die aufgrund eines hohen Feststoffgehaltes von beispielsweise mehr als 50 Gew.-% bei Raumtemperatur hochviskos sind. Dicklaugen können je nach Aufschlußverfahren unmittelbar durch Abtrennung von Zellstoffen erhalten werden oder durch Eindampfen von Schwarzlaugen mit geringem Feststoffanteil.

- Als Grünlaugen werden die Lösungen bezeichnet, die beispielsweise 5 bis 20 Gew.-% Alkalimetallcarbonat und beispielsweise 1 bis 5 Gew.-% Alkalimetallsulfid enthalten, welche aus Wasser und jener Salzschnmelze bereitet werden, 5 welche erhalten wird beim Verbrennen der organischen Bestandteile der Dicklaugen. Normalerweise enthalten Grünlaugen auch Natriumsulfat, Natriumsulfit, Natriumthiosulfat und Schwefel. Grünlauge weist beispielsweise eine spezifische Dichte im Bereich von 1,1 bis 1,30 g/cm³ auf.
- 10 Die aus Grünlaugen durch Behandlung mit gebranntem Kalk erhaltenen Laugen werden als Weißlaugen bezeichnet. Weißlaugen enthalten beispielsweise 80 bis 200 g Alkalimetallbase, 10 bis 80 g Alkalimetallsulfid und 20 bis 50 g Alkalimetallcarbonat pro Liter Lösung. Normalerweise enthalten sie noch Alkalimetallsulfit, Alkalimetallsulfat und 15 Alkalimetallthiosulfat, gegebenenfalls auch Schwefel. Ihr Feststoffgehalt beträgt beispielsweise etwa 10 bis 35 Gew.-%. Die spezifische Dichte der Weißlaugen liegt beispielsweise zwischen 1,1 und 1,3 g/cm³.
- 20 Die Konzentration der erfindungsgemäßen Dispersion an dispergierten Stoffen läßt sich in weiten Grenzen beliebig einstellen. Praktische Grenzen sind bei hohem Gehalt an dispergierten Stoffen durch die Forderung nach Pumpfähigkeit, bei niederem Gehalt an dispergierten Stoffen durch 25 den im Verhältnis zum dispergierten Stoff hohen Elektrolyteinsatz gegeben. Die erfindungsgemäße Dispersion kann beispielsweise einen Gehalt an dispergierten Stoffen von 5 bis 70 Gew.-%, vorzugsweise von 30 bis 60 Gew.-% aufweisen.

Eine besondere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Dispersion ist dadurch gekennzeichnet, daß sie zusätzlich Netzmittel enthält. Als Netzmittel kommen kationische, anionische oder nichtionische Netzmittel in Frage, vorzugsweise solche, welche in den Verfahren zur Zellstoffgewinnung als Nebenprodukte anfallen. Beispiele hierfür sind Schwarzlauge, Dicklauge und/oder die daraus erhältlichen Ligninsulfonate oder Alkalilignine. Netzmittel können, bezogen auf das Gewicht der Dispersion in Mengen von beispielsweise 0,01 bis 20 Prozent, vorzugsweise von 0,05 bis 10 Prozent zugesetzt werden. Der Zusatz von Netzmitteln kann beispielsweise so erfolgen, daß vor Bereitung der Dispersion dem pulverförmigen zu dispergierenden Stoff pulverförmiges Netzmittel zugegeben wird. Das Netzmittel kann ebenso dem flüssigen Dispersionsmittel in flüssiger oder fester Form beigelegt werden.

Eine weitere besondere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Dispersionen ist dadurch gekennzeichnet, daß sie zusätzlich die Viskosität erhöhende Stoffe enthalten. Als die Viskosität erhöhende Stoffe kommen beispielsweise wasserlösliche polymere Verbindungen, wie Polyvinylalkohol und/oder Methylcellulose in Frage. Es kann auch Dicklauge verwendet werden, d.h. beispielsweise auf 50 bis 70 % Feststoffanteil eingeengte Schwarzlauge. Reine Dicklauge, beispielsweise mit einem Feststoffanteil von 64 %, welche bei 20°C eine hochviskose Masse darstellt, bildet z.B. bei 80°C trotz einer spezifischen Dichte von nur 1,25 g/cm³ mit Anthrachinon eine stabile Dispersion. Der günstige viskositätserhöhende Effekt der Dicklauge wirkt sich noch aus bei Mischungen aus 60 Teilen Dicklauge und 40 Teilen Wasser oder bei Mischungen aus 50 Teilen Dick-

lauge und 50 Teilen Weißlauge. Als die Viskosität erhöhende Stoffe können auch anorganische Stoffe, wie Polysilikate, beispielsweise pyrogen gewonnene Kieselsäure mit einer spezifischen Oberfläche von ca. $380 \text{ m}^2/\text{g}$ eingesetzt werden. Der Einsatz anorganischer, die Viskosität erhöhender Stufe ist normalerweise nicht besonders vorteilhaft, da diese durch Verbrennung nicht beseitigt werden und sich im Zellstoffgewinnungsverfahren anreichern können. Besonders bevorzugt werden deshalb als die Viskosität erhöhende Stoffe Polyvinylalkohol und Methylcellulose verwendet. Die Verwendung von Dicklauge oder Dicklauge enthaltenden Mischungen mit Wasser oder Elektrolytlösungen ist ebenfalls günstig. Polyvinylalkohol und/oder Methylcellulose können beispielsweise in Mengen von 5 bis 20 Gew.-%, Dicklauge in Mengen von beispielsweise 50 bis 100 Gew.-% im Dispersionsmittel enthalten sein.

Die erfindungsgemäße Dispersion, die die Viskosität erhöhende Stoffe enthält, hat den Vorteil, daß diese Dispersion auch stabil ist, wenn die spezifische Dichte des Dispersionsmittels von der spezifischen Dichte des dispergierten Stoffes merklich abweicht.

Man kann deshalb bei Gegenwart von die Viskosität erhöhenden Stoffen als Dispersionsmittel eine relativ gering konzentrierte Elektrolytlösung verwenden. Beispielsweise werden 9,10-Anthrachinon enthaltende Dispersionen (spezifische Dichte von Anthrachinon bei 20°C $1,438 \text{ g/cm}^3$) in Gegenwart von die Viskosität erhöhenden Stoffen schon erhalten, wenn das Dispergiermittel eine spezifische Dichte von etwa $1,25 \text{ g/cm}^3$ aufweist. Man

kann so einen Teil der Elektrolyte für die Bereitung des Dispersionsmittels einsparen.

- Einen ähnlichen Effekt, wie der Zusatz von die Viskosität erhöhenden Stoffen wird bei der erfindungsgemäßen Dispersionsen erhalten, wenn man als Dispersionsmittel eine Trägerdispersion verwendet. Unter den Begriff Trägerdispersion wird hier und im folgenden ein Dispersionsmittel verstanden, das bereits vor Zugabe der organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen als Dispersion vorliegt. Derartige Trägerdispersionen können z.B. erhalten werden, wenn man Dicklauge oder Schwarzlauge mit konzentrierten wäßrigen Elektrolytlösungen der vorbeschriebenen Art oder mit festen Elektrolyten der vorbeschriebenen Art, insbesondere Natronlauge oder Ätznatron zusammenbringt. Die Verwendung von Trägerdispersionen hat den besonderen Vorteil, daß man unter Verwendung von prozeßeigenen Abfallstoffen mit einer verminderten Menge an Elektrolyten eine bei Raumtemperatur problemlos handhabbare Dispersion erhält.

- Die Temperatur ist bei der Herstellung, Lagerung und Applikation der erfindungsgemäßen Dispersion keine entscheidende Größe und kann in weiten Grenzen beliebig gewählt werden. Als praktischer unterer Wert ist die Umgebungstemperatur, als praktischer oberer Wert die Temperatur anzusehen, bei der unter normalem Druck wesentliche Mengen Wasser verdampfen unter Verschiebung der spezifischen Dichte des Dispersionsmittels.

Beim Einsatz von Dicklauge als Netzmittel, als viskositäts-
erhöhender Stoff und/oder als eine Komponente zur Bildung
einer Trägerdispersion empfiehlt sich eine Arbeitstempera-
tur im Bereich von 50 bis 90°C, da Dicklauge bei Kontakt
5 mit kaltem Wasser oder kalter Elektrolytlösung erstarrt
und nur allmählich aufgelöst oder dispergiert wird.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersion kann
auf verschiedene Weise erfolgen. Beispielsweise kann man
den zu dispergierenden Stoff in das vorbereitete Disper-
10 sionsmittel einrühren. Wenn sich das Dispersionsmittel
aus zwei oder mehreren Teilen zusammensetzt, ist die Reihen-
folge der Zugabe frei wählbar. Der zu dispergierende
Stoff kann in das vorgefertigte, gegebenenfalls ein Netz-
mittel und/oder einen die Viskosität erhöhenden Stoff
15 und/oder eine Trägersuspension enthaltende Dispersions-
mittel eingerührt werden. Der zu dispergierende Stoff
kann auch in die dichtegleiche oder dichteähnliche wäßrige
Elektrolytlösung eingerührt und nachfolgend mit einem
Netzmittel und/oder einem viskositätserhöhenden Stoff
20 versetzt werden. Man kann auch so vorgehen, daß man den
zu dispergierenden Stoff zunächst mit einem Netzmittel
in fester oder flüssiger Form vermischt und dann dieses
Gemisch in eine Elektrolytlösung einbringt. Weiterhin
kann man den zu dispergierenden Stoff mit dem festen
25 Elektrolyten, beispielsweise mit festem Natriumhydroxid,
gegebenenfalls zusammen mit einem Netzmittel, mischen und
zu dieser Mischung Wasser zugeben oder diese Mischung in
Wasser geben. Man kann den zu dispergierenden Stoff auch

in Dicklauge dispergieren und dann eine Elektrolytlösung zusetzen, wobei eine Trägerdispersion entsteht.

Eine besonders bevorzugte Dispersion im Rahmen der erfindungsgemäßen Dispersionen ist dadurch gekennzeichnet,
5 daß sie 30 bis 60 Gew.-% 9,10-Anthrachinon enthält, das mindestens zu 80 % eine Korngröße im Bereich 50 bis 500 μm aufweist und 40 bis 70 Gew.-% einer wäßrigen Lösung enthält, die Natriumhydroxid, Natriumsulfid, Natriumsulfit, Natriumthiosulfat, Natriumcarbonat, Magnesiumbisulfit, Cal-
10 ciumbisulfit und/oder Ammoniumsulfit oder Schwefelsäure enthält und eine Dichte im Bereich 1,35 bis 1,5 g/cm^3 aufweist, sowie 0,05 bis 10 Gew.-% Netzmittel enthält und in der gegebenenfalls die wäßrige Lösung zu 50 bis 100 Gew.-% durch Dicklauge oder durch eine Trägerdispersion er-
15 setzt ist. Eine ganz besonders bevorzugte Dispersion im Rahmen der erfindungsgemäßen Dispersion weist die vorstehenden Charakteristika auf, wobei die wäßrige Lösung Natriumhydroxid, Natriumbisulfit und/oder Natriumthio-
sulfat enthält.

Die erfindungsgemäße Dispersion, insbesondere Anthrachinon
20 enthaltende Dispersion, findet Verwendung in Verfahren zur Zellstoffgewinnung. Die erfindungsgemäße Dispersion kann bei der Zellstoffgewinnung vor der Kochung, vorteilhaft jedoch bereits vor der Imprägnierung eingespeist werden, in der das Lignocellulosematerial bei einer Tempera-
25 tur von 80 bis 100°C mit der wäßrigen Lösung der Aufschlußchemikalien getränkt wird. Die wäßrige Lösung der Aufschlußchemikalien dient auch als Fördermedium zur Beschickung von Imprägnierer und/oder Kocher mit Lignocellulosematerial. Die erfindungsgemäße Dispersion, insbesondere eine Anthrachinon enthaltende Dispersion, kann in die rücklaufende Lösung oder in die mit Hackschnitzeln beladene Lösung dosierend eingepumpt werden, gegebenenfalls auch unmittelbar in den Imprägnierer oder Kocher.

Dabei geht das Anthrachinon im allgemeinen in Lösung und kann somit in molekularer Verteilung beim Imprägniervorgang in die Hackschnitzel eindringen. Das hat zur Folge, daß Zellstoffe einheitlicher Qualität erhalten werden.

- 5 Die Menge und Zusammensetzung der erfindungsgemäßen Dispersion beim Einsatz in der Zellstoffgewinnung kann so bemessen werden, daß der Aufschlußlösung z.B. 0,01 bis 1,0 Gew.-% der zum Aufschluß benötigten Chemikalienmenge in Form der erfindungsgemäßen Dispersion zugefügt wird.
- 10 In einem Verfahren zur Zellstoffherstellung mit beispielsweise 99 %iger Rückführung der Aufschlußchemikalien entspricht das der 0,01 bis 1,0 fachen Menge an Aufschlußchemikalien, die zum Ausgleich von Verlusten frisch zugesetzt werden muß.
- 15 Die erfindungsgemäße Dispersion, insbesondere eine Anthrachinon enthaltende Dispersion, hat eine Reihe von Vorteilen. So ist die Herstellung dieser Dispersionen einfach und kann ohne spezielle Apparate erfolgen. Die erfindungsgemäße Dispersion ist pumpfähig, d.h. sie kann mit Hilfe
- 20 einer zum Pumpen von Dispersionen geeigneten Pumpe, beispielsweise einer Schlauchquetschpumpe, einer Exzenter-schneckenpumpe oder einer Kolbenpumpe dosiert und durch Rohrleitungen gefördert werden. Die erfindungsgemäße Dispersion ist längere Zeit stabil. Sie kann wenigstens
- 25 einige Tage, im allgemeinen eine oder mehrere Wochen gelagert werden, wobei sich die dispergierten Stoffe nicht oder nur so wenig absetzen bzw. aufschwimmen, daß sie mit einfachen Mitteln, z.B. einem langsam laufenden Rührer, wieder in den dispergierten Zustand gebracht werden können.
- 30 Das hat den Vorteil, daß eine größere Menge der Dispersion auf einmal hergestellt werden kann, deren Dosierung dann z.B. durch eine einfache Volumen- oder Mengenmessung erfolgen kann.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersion kann örtlich getrennt von der Zellstoffgewinnung erfolgen, beispielsweise beim Anthrachinonhersteller. In diesem Fall kann dem Zellstoffhersteller die fertige Dispersion
5 zur Verfügung gestellt werden. Die Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersion kann jedoch auch beim Zellstoffhersteller erfolgen, da beispielsweise mit Ausnahme des zu dispergierenden Stoffes nur solche Stoffe verwendet werden können, die bei der Zellstoffgewinnung ohnehin ver-
10 wendbar sind und/oder dabei anfallen. In diesem Fall braucht nur der reine Wirkstoff, z.B. Anthrachinon, transportiert zu werden.

Die Dosierung der erfindungsgemäßen Dispersion ist besonders einfach. Bei gegebener Förderleistung einer
15 Dosierpumpe kann man die Dosierung des dispergierten Stoffes in die Zellstoffgewinnungsanlage verändern, indem man höhere Gehalte an dispergiertem Stoff durch Zugabe von pulverförmigem zu dispergierendem Stoff und niedrigere Gehalte an dispergiertem Stoff durch Zugabe
20 von Dispersionsmittel einstellt. So kann die erfindungsgemäße Dispersion den Betriebsbedingungen der Zellstoffgewinnung angepaßt und verändert werden, ohne die Leistung der Dosierpumpe zu ändern.

Durch den Einsatz der erfindungsgemäßen Dispersion in
25 Verfahren zur Zellstoffgewinnung einschließlich der Zellstoffbleichung können die günstigen Effekte der Gegenwart von organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Stoffen optimal genutzt werden,

ohne daß dadurch Nachteile eintreten. Die organischen Bestandteile der erfindungsgemäßen Dispersion werden bei der Verbrennung der Prozeßabwässer mit verbrannt. Die anorganischen Bestandteile der erfindungsgemäßen

5 Dispersion, insbesondere die wäßrige Elektrolytlösungen, können so ausgewählt werden, daß keine prozeßfremden Stoffe in das jeweilige Zellstoffgewinnungsverfahren gelangen. Außerdem können die anorganischen Bestandteile an verschiedene Zellstoffgewinnungsverfahren

10 angepaßt werden. Es kann dann nicht zu einer Anreicherung prozeßfremder Stoffe kommen, was bei den modernen Zellstoffgewinnungsverfahren, bei denen die Aufschlußchemikalien im Kreis geführt werden, von besonderer Bedeutung ist.

Es ist als ausgesprochen überraschend zu bezeichnen, daß

15 die erfindungsgemäße Dispersion die Anforderungen für den Einsatz bei der Zellstoffgewinnung einschließlich der Zellstoffbleichung vollständig erfüllt. Stabile Dispersionen werden nämlich üblicherweise nur dann erhalten, wenn die dispergierten Teilchen eine Korngröße in der

20 Größenordnung von Kolloidteilchen aufweisen. Bei gröberen Dispersionen setzen sich die dispergierten Teilchen normalerweise früher oder später ab (siehe Römpf, Chemielexikon, 6. Auflage, Seite 6286 (1966)). Kolloidteilchen können nur in aufwendigen Mahlverfahren erhalten werden.

25 Solche Mahlverfahren sind bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersion nicht erforderlich.

Weiterhin war es überraschend, daß sich die erfindungsgemäße Dispersion mit Dispergiermitteln herstellen

läßt, die eine Anpassung an das jeweilige Zellstoffgewinnungsverfahren gestatten, da die Dispergiermittel aus einer großen Anzahl ausgewählt werden können. Es kann damit praktisch für jedes übliche Zellstoffgewinnungsverfahren
5 eine erfindungsgemäße Dispersion zur Verfügung gestellt werden, bei der keine prozeßfremden Stoffe eingebracht werden müssen.

Es wurde weiterhin ein Verfahren zur Zellstoffgewinnung aus Lignocellulosematerialien in Gegenwart von organischen,
10 cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen gefunden, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man die organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen in Form einer der zuvor beschriebenen Dispersionen einsetzt. Mit Aus-
15 nahme des Einsatzes der erfindungsgemäßen Dispersion kann dieses Verfahren in an sich bekannter Weise durchgeführt werden. Beispielsweise kann dieses Verfahren durchgeführt werden, indem man Lignocellulosematerialien in einer Sulfitlösung, die sauer, neutral oder alkalisch sein
20 kann, digeriert und der Digerierlösung vor oder nach Zugabe des Lignocellulosematerials die erfindungsgemäße Dispersion zufügt. Man kann die erfindungsgemäße Dispersion auch in die bekannten Zellstoffgewinnungsverfahren einsetzen, die als Kraft-Verfahren, Soda-Verfahren
25 und Polysulfid-Verfahren bezeichnet werden. Man kann die erfindungsgemäße Dispersion weiterhin in das bekannte Sauerstoff-Alkali-Verfahren zur Zellstoffgewinnung und/oder in die für die Zellstoffgewinnung bekannten Bleichverfahren einsetzen.

In das erfindungsgemäße Verfahren zur Zellstoffgewinnung und Zellstoffbleichung kann man die erfindungsgemäße Dispersion beispielsweise in einer solchen Menge einsetzen, daß 0,01 bis 1,0 Gew.-% der im jeweiligen Verfahren benötigten Chemikalienmenge in Form einer erfindungsgemäßen Dispersion eingesetzt werden.

Vorzugsweise wird in das erfindungsgemäße Verfahren Anthrachinon in Form einer der erfindungsgemäßen Dispersionen eingesetzt. Besonders bevorzugt ist dabei der Einsatz der als im Rahmen der erfindungsgemäßen Dispersionen als besonders bevorzugt bezeichneten Dispersion.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat eine Reihe von Vorteilen. So ist beispielsweise die Dosierung und gleichmäßige Verteilung von organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen ohne Schwierigkeiten möglich und es werden als Folge davon Zellstoffe einheitlicher Qualität erhalten. Weiterhin ist es möglich, die unter idealen Bedingungen im Labormaßstab festgestellten positiven Effekte des Zusatzes von organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen in großtechnischen Zellstoffgewinnungsanlagen zu realisieren.

Bei den Laborexperimenten wurde z.B. das Lignocellulosematerial in der Aufschluß- bzw. Bleichflüssigkeit bewegt, was die Verteilung der Zusatzstoffe erleichtert. In großtechnischen Zellstoffgewinnungsanlagen ist dies nur in untergeordnetem Maß der Fall und damit die Verteilung der Zusatzstoffe erschwert, wenn sie nicht in Form der erfindungsgemäßen Dispersion eingesetzt werden.

Beispiele

- Soweit nichts anderes angegeben ist, wurde in den Beispielen ein Anthrachinon eingesetzt, wie es in einem technischen Herstellungsprozeß anfällt. 80 Gew.-% dieses
- 5 Anthrachinons hat eine Korngröße im Bereich 100 bis 500 μm .

Beispiel 1

- 50 g 9,10-Anthrachinon werden unter Rühren eingetragen in 50 g einer 41 %igen wäßrigen Natronlauge (spezifische
- 10 Dichte 1,44 g/cm^3). Das Anthrachinon wird gut benetzt, und man erhält eine dickliche, pumpfähige Dispersion, deren Feststoffanteil infolge eingeschlossener Luftbläschen im Laufe einiger Tage aufschwimmt. Durch langsames Rühren der Dispersion wird eine homogene Verteilung erreicht.

15 Beispiel 2

- 20 g 9,10-Anthrachinon werden unter Rühren eingetragen in ein Gemisch aus 75 g 41 %iger wäßriger Natronlauge und 5 g Schwarzlauge mit einer spezifischen Dichte von 1,1 g/cm^3 und einem Feststoffgehalt von 16,4 Gew.-%. Es resul-
- 20 tiert eine gleichmäßige dünnflüssige Dispersion. Läßt man eingeschlossene Luft nach etwa 24 Stunden unbewegten Stehens durch vorsichtiges Rühren entweichen, ist die Dispersion stabil über Wochen.

Beispiel 3

5500 g 9,10-Anthrachinon werden eingerührt in eine Mischung aus 4000 g 41 %iger wäßriger Natronlauge und 500 g Schwarzlauge entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge.

- 5 Die dicke geschmeidige, leicht thixotrope Dispersion läßt sich vorzüglich pumpen und zeigt auch über Wochen keine Neigung zur Trennung.

Beispiel 4

- 10 5 g 9,10-Anthrachinon werden allmählich mit einem Gemisch von 90 g 41 %iger wäßriger Natronlauge und 5 g Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge, verrührt. Die erhaltene sehr dünnflüssige Dispersion schwimmt weder auf, noch setzt sie sich ab.

Beispiel 5 (Vergleichsbeispiel)

- 15 40 g 9,10-Anthrachinon werden eingerührt in eine Mischung von 55 g Wasser und 5 g Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge. Das Anthrachinon wird vollkommen benetzt und bildet eine relativ dünnflüssige Dispersion, die sich jedoch nach kurzer Zeit bereits zu trennen beginnt. Nach einigen Tagen hat sich der Feststoff zu einem harten Bodenkörper verdichtet, der sich
- 20 praktisch nicht mehr aufrühren läßt.

Beispiel 6

- 40 g 9,10-Anthrachinon werden eingerührt in eine Mischung aus 55 g 37 %iger wäßriger Natronlauge (spezifische Dichte 1,40 g/cm³) und 5 g Schwarzlauge, entsprechend der in
- 5 Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge. Das Anthrachinon läßt sich leicht benetzen zu einer dickflüssigen, durch Pumpen gut dosierbaren Dispersion. Nach einigen Tagen hat sich das Anthrachinon am Gefäßboden locker abgesetzt.

Beispiel 7

- 10 Die aus 40 g 9,10-Anthrachinon, 55 g 50 %iger wäßriger Natronlauge (spezifische Dichte 1,53 g/cm³) und 5 g Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge, hergestellte Dispersion läßt den Feststoff aufschwimmen. Nach 24 Stunden ist die Dispersion noch
- 15 einfach wieder herzustellen. Nach 14 Tagen aber hat sich die Feststoffschicht zu einer dicken zähen Haut verdichtet, so daß eine Wiederherstellung der Dispersion erschwert ist. Bereits durch langsames Rühren läßt sich die Trennung vermeiden.

Beispiel 8

- 20 40 g 9,10-Anthrachinon werden eingerührt in eine Mischung aus 55 g 41 %-iger wäßriger Natronlauge und 2 g Dicklauge mit einer spezifischen Dichte von 1,30 g/cm³ und einem Feststoffgehalt von 64 Gew.-%, welche vor der Vereinigung mit der Natronlauge mit 3g Wasser verdünnt wurde. Die über
- 25 mehrere Wochen stabile Dispersion zeigt keinen Unterschied

zu einer gleich konzentrierten Dispersion, bei deren Herstellung jedoch 5 g Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge, als Netzmittel eingesetzt wurden.

Beispiel 9

- 5 100 Teile 9,10-Anthrachinon werden in einer Mühle mit
1 Teil isoliertem trockenem Ligninsulfonat unter Mahlen
gemischt. Die Korngröße des Anthrachinons betrug danach
etwa 40 bis 100 μ m. 50,5 g dieser Mischung werden einge-
rührt in 49,5 g 41 %ige wäßrige Natronlauge. Man erhält eine
10 sähmige, über Wochen stabile Dispersion, die sich leicht
durch Pumpen fördern und dosieren läßt.

Beispiel 10

- 50 g 9,10-Anthrachinon werden mit 18,5 g Ätznatron ver-
setzt und mahlend gemischt. Die Korngröße des Anthrachinons
15 betrug danach etwa 40 bis 100 μ m. Nach Zugabe von 5 g
Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten
Schwarzlauge und 26,5 g Wasser resultiert eine gleich-
mäßige über Wochen unverändert stabile Dispersion.

Beispiel 11

- 20 50,5 g der in Beispiel 9 beschriebenen Mischung aus 9,10-
Anthrachinon und Ligninsulfonat im Verhältnis 100:1 werden

mit 20,3 g Ätznatron versetzt und mahlend gemischt. Das trockene Pulver (Anthrachinongehalt: 70,6 %) wird mit 29,2 g Wasser zu einer 50 %igen Anthrachinondispersion angerührt. Die Dispersion ist mindestens über 4 Wochen
5 stabil.

Beispiel 12

30 g 9,10-Anthrachinon werden dispergiert in der Mischung aus 65 g einer 47,5 %-igen wäßrigen Natriumthiosulfatlösung (spezifische Dichte bei 50°C, 1,44 g/cm³) und 5 g
10 Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge. Die dünnflüssige Dispersion zeigt keinerlei Tendenz zur Trennung der festen von der flüssigen Phase.

Beispiel 13

300 g Na₂S₂O₃ · 5 H₂O werden in 100 ml Wasser bei 50°C aufgelöst zu einer 47,5 %-igen wäßrigen Natriumthiosulfatlösung, welche bei 50°C mit 9,10-Anthrachinon dichtegleich
15 ist. 45g dieser Lösung werden mit 5g Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge und anschließend mit 50 g 9,10-Anthrachinon versetzt.
20 Die bei Raumtemperatur dickliche pumpfähige Dispersion ist bei 80°C dünnflüssig und bleibt wenigstens über 3 Wochen als Dispersion stabil.

Beispiel 14

- 120 g 9,10-Anthrachinon werden dispergiert in einer Mischung aus 100,7 g Weißlauge, 54,3 g Ätznatron und 15 g Schwarzlauge. Die Weißlauge enthielt 92,8 g
- 5 NaOH, 34,3 g Na_2S und 23,3 g Na_2CO_3 pro Liter. Das entspricht einer effektiven Alkalität von 113 g/l und einer Sulfidität von 27,5 %. Die Weißlauge wies bei 20°C eine spezifische Dichte von 1,14 g/cm³ auf. Die Schwarzlauge entsprach der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge.
- 10 Die spezifische Dichte der Mischung aus Weißlauge und Ätznatron beträgt bei 20°C 1,44 g/cm³. Für die sich im Laufe einiger Stunden rötlich verfärbende stabile dünnflüssige Dispersion wird relativ wenig Ätznatron benötigt. (Für die im Beispiel 8 beschriebene Disper-
- 15 sion wird 25 % mehr Ätznatron benötigt).

Es empfiehlt sich, die Weißlauge zuerst mit der Schwarzlauge und erst danach mit Ätznatron zu versetzen, da Weißlauge und Ätznatron im angegebenen Verhältnis sonst einen grobkristallinen Niederschlag bilden.

20 Beispiel 15 (Vergleichsbeispiel)

40 g 9,10-Anthrachinon eingebracht in 48 g Weißlauge, entsprechend der in Beispiel 14 verwendeten Weißlauge, unter Zusatz von 12 g Schwarzlauge, entsprechend der in

Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge bildet eine Dispersion, in der das Anthrachinon rasch zu Boden sinkt und eine nur schwierig aufzurührende kompakte Schicht bildet.

Beispiel 16

- 5 40 g 9,10-Anthrachinon bilden in 54 g Dicklauge, entsprechend der in Beispiel 8 verwendeten Dicklauge, die mit 6 g Wasser verdünnt wurden, eine fast schwarze Dispersion. Diese ist bei Raumtemperatur sehr zäh, bei 80°C jedoch pumpfähig.

10 Beispiel 17

- 50 g 9,10-Anthrachinon werden gemischt mit 50 g auf 80°C erwärmter Dicklauge, entsprechend der in Beispiel 8 verwendeten Dicklauge. Zu dieser Mischung werden 5 g Wasser gegeben, um die Pumpfähigkeit der Mischung zu verbessern.
- 15 Die Dispersion ist bei 80°C stabil und dosierbar. Bei Raumtemperatur ist sie hochviskos.

Beispiel 18

- 40 g 9,10-Anthrachinon werden bei 80°C mit 48 g Dicklauge mit einer spezifischen Dichte von 1,25 g/cm³ bei 80°C und einem Feststoffgehalt von 64 Gew.-%, und 12 g gesättigter Sodalösung gemischt. Die spezifische Dichte
- 20

des Dispersionsmittels beträgt bei 20°C 1,34 g/cm³. Die Dispersion hat bei 80°C geringe Tendenz, den Feststoff absitzen zu lassen. Dies läßt sich vermeiden durch langsames Rühren der Dispersion.

5 Beispiel 19

- 40 g 9,10-Anthrachinon werden eingerührt in ein Gemisch aus 48 g Dicklauge, entsprechend der in Beispiel 8 verwendeten Dicklauge, und 12 g Weißlauge, entsprechend der in Beispiel 14 verwendeten Weißlauge. Die bei Raumtemperatur schlecht rührbare stabile Dispersion neigt bei 80°C im Laufe von zwei Wochen zur Bildung eines Bodenkörpers, der wieder aufgerührt werden kann. Durch langsames Rühren kann das Absetzen vermieden werden.

Beispiel 20

- 15 Aus 40 g 9,10-Anthrachinon und 60 g einer Trägerdispersion, bereitet aus 12 g Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge und 48 g einer 50 %igen Natronlauge, wird eine gut handhabbare stabile Dispersion erhalten.

20 Beispiel 21

50 g 9,10-Anthrachinon werden zugegeben zu einer Träger-

dispersion, die hergestellt wurde aus 32,5 g Schwarzlauge, entsprechend der in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge, und 17,5 g Ätznatron und bei 20°C eine spezifische Dichte von 1,39 g/cm³ besitzt. Die erhaltene Dispersion
5 ist pumpfähig und setzt sich nicht ab.

Beispiel 22

40 g 9,10-Anthrachinon werden in eine Mischung bestehend aus 55 g 56 %-iger wäßriger Schwefelsäure (spezifische Dichte 1,46 g/cm³) und 5 g Schwarzlauge entsprechend der
10 in Beispiel 2 verwendeten Schwarzlauge eingerührt. Nach 2 Monaten hatte sich aus der besonders gut handhabbaren Dispersion Anthrachinon in lockerer Form auf dem Gefäßboden abgesetzt.

Beispiel 23

Die gut handhabbare Dispersion, die aus 40 g 9,10-Anthrachinon und 60 g 60 %-iger Phosphorsäure (spezifische Dichte 1,43 g/cm³) hergestellt wird, bleibt als Dispersion mindestens für 2 Wochen stabil.

Patentansprüche

1. Dispersion zur Verwendung bei der Zellstoffgewinnung, dadurch gekennzeichnet, daß sie organische, cyclische, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltende Verbindungen und ein flüssiges Dispersionsmittel gleicher oder ähnlicher spezifischer Dichte wie die organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen, enthält.
2. Dispersion gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als flüssiges Dispersionsmittel eine wäßrige Lösung von Elektrolyten enthält, wobei diese wäßrige Elektrolytlösung eine Dichte im Bereich von 1,2 bis 1,6 g/cm³ aufweist.
3. Dispersion gemäß Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie p-Benzochinon, 1,4-Naphthochinon, 9,10-Anthrachinon, Diels-Alder-Addukte von 1,3-Dienen an p-Benzochinon und/oder 1,4-Naphthochinon und/oder deren Mono- und Poly-Alkyl-, -Hydroxy-, -Amino-, -Alkoxy-, -Alkylamino und/oder -Sulfoderivate enthält.
4. Dispersion gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Lösung eine Lösung von Oxiden, Hydroxiden und/oder Salzen der Metalle der ersten und/oder zweiten Hauptgruppe des Periodensystems und/oder eine Lösung von Stickstoffbasen und/oder von Salzen von Stickstoffbasen oder eine Lösung von Säuren ist.

5. Dispersion gemäß Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie zusätzlich Netzmittel enthält.
6. Dispersion gemäß Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie zusätzlich die Viskosität erhöhende Stoffe enthält.
7. Dispersion gemäß Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Dispersionsmittel bereits eine Dispersion ist.
8. Dispersion gemäß Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie 30 bis 60 Gew.-% 9,10-Anthrachinon enthält, das mindestens zu 80 % eine Korngröße im Bereich 50 bis 500 μm aufweist und 40 bis 70 Gew.-% einer wässrigen Lösung enthält, die Natriumhydroxid, Natriumsulfid, Natriumsulfit, Natriumthiosulfat, Natriumcarbonat, Magnesiumbisulfit, Calciumbisulfit und/oder Ammoniumsulfit oder Schwefelsäure enthält und eine Dichte im Bereich von 1,35 bis 1,5 g/cm^3 aufweist sowie 0,05 bis 10 Gew.-% Netzmittel und in der gegebenenfalls die wässrige Lösung zu 50 bis 100 Gew.-% durch Dicklauge oder durch eine Trägerdispersion ersetzt ist.

0004928

9. Verfahren zur Zellstoffgewinnung aus Lignocellulosematerialien in Gegenwart von organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen, dadurch gekennzeichnet, daß man die organischen, cyclischen, Keto- und/oder Hydroxygruppen enthaltenden Verbindungen in Form einer Dispersion entsprechend den Ansprüchen 1 bis 8 einsetzt.

10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß man 0,01 bis 1,0 Gew.-% der zur Zellstoffgewinnung benötigten Chemikalien in Form einer Dispersion entsprechend den Ansprüchen 1 bis 9 einsetzt.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0004928

Nummer der Anmeldung

EP 79 10 1084

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ²)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<u>DE - A - 2 537 785 (KOPPAHNS)</u> * Patentansprüche 1-3; Seite 2, zweiter Absatz; Seite 3, letzter Absatz; Seite 7, letzter Absatz; Seite 8, erster Absatz, Tabelle I; Seite 10, letzter Absatz; Seite 11, erster Absatz, Tabelle II *	1,4,5, 9,10	
	--		
	<u>US - A - 3 446 700 (D.H. HALL)</u> * Patentansprüche 1,2; Spalte 3, Zeile 20 - Spalte 6, Zeile 50 *	1,9,10	
	--		
	<u>GB - A - 951 325 (ST. JOE PAPER)</u> * Patentansprüche 1,7; Seite 8, Zeilen 6-13 *	1,9,10	
	--		
	<u>US - A - 2 049 567 (L.L. LARSON et al.)</u> * Patentansprüche 1,2 *	1,5	
	--		
	<u>DE - A - 2 407 620 (HUELS)</u> * Patentanspruch; Seite 1, dritter Absatz; Seite 2, drei letzte Absätze; Seite 3 *	2,4,6	

☒ Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 18-06-1979	
		Prüfer NESTBY	

D 21 C 3/00
C 07 C 49/00

RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.²)

D 21 C 3/00
B 01 F 3/12
C 08 J 3/04

KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE

X: von besonderer Bedeutung
A: technologischer Hintergrund
O: mündliche Offenbarung
P: Zwischenliteratur
T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze
E: kollidierende Anmeldung
D: in der Anmeldung angeführtes Dokument
L: aus andern Gründen angeführtes Dokument
&: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument