

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **79104899.4**

51 Int. Cl.³: **D 21 C 9/16**

22 Anmeldetag: **04.12.79**

30 Priorität: **16.02.79 DE 2905936**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
03.09.80 Patentblatt 80/18

64 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE DE FR SE

71 Anmelder: **Degussa Aktiengesellschaft**
Degussa AG Fachbereich Patente Rodenbacher
Chaussee 4 Postfach 1345
D-6450 Hanau 1 (Stadtteil Wolfgang)(DE)

72 Erfinder: **Krüger, Horst, Dr.**
Martinstrasse 42
D-6100 Darmstadt(DE)

72 Erfinder: **Berndt, Wilhelm, Dr.**
Bertha v. Suttner Ring
D-6000 Frankfurt(DE)

72 Erfinder: **Wink, Jakob**
Karlsbader Strasse 20
D-6450 Gelnhausen-Hailer(DE)

54 **Verfahren zur Farbverbesserung und Desodorierung von Sulfatzellstoff.**

57 Kraft- oder Sulfat-Zellstoff wird unter anderem im ungebleichten Zustand aufgrund seiner guten Festigkeitseigenschaften zur Herstellung von Verpackungsmaterial verwendet.

Für die Verwendung als Verpackungsmaterial für Lebensmittel ist der ungebleichte Kraft- oder Sulfat-Zellstoff jedoch nicht geeignet, da er eine häßliche braune Farbe und einen unangenehmen Geruch, der aus dem Aufschlußprozess und der Waschung mit Eindampfkondensaten herrührt, aufweist.

Erfindungsgemäß kann nun der Kraft- oder Sulfat-Zellstoff um ca. 5 Punkte mittels Peroxid aufgehellt und desodoriert werden, ohne daß die Festigkeit vermindert wird.

Die Behandlung kann dabei in bekannten Anlagen zur Herstellung von Zellstoff nach der Diffusionswäsche in einem Dickstoffturm durchgeführt werden.

Als Peroxid wird vorzugsweise Wasserstoffperoxid verwendet.

EP 0 014 753 A1

1

5

10

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt
vormals Roessler
6000 Frankfurt /Main, Weissfrauenstrasse 9

15

Verfahren zur Farbverbesserung und Deso-
dorierung von Sulfatzellstoff

20

Zellstoffe, welche nach dem Kraft- oder Sulfatver-
fahren erzeugt wurden, zeichnen sich durch hervor-
ragende technologische Eigenschaften aus. Sie werden
unter anderem nach einer Bleiche in grossen Mengen
zur Papiererzeugung verwendet.

25

30

In ungebleichtem Zustand wird der Kraft- oder Sulfat-
zellstoff in nicht unerheblicher Menge zur Herstellung
von Verpackungsmaterialien, wie z.B. Kartons, einge-
setzt. Auf Grund seiner sehr hohen Festigkeitseigen-
schaften eignet sich der Kraft- oder Sulfatzellstoff
nämlich für Verpackungen, bei denen mit starker
mechanischer Beanspruchung gerechnet werden muss.

35

1

Der ungebleichte Kraft- oder Sulfatzellstoff weist jedoch wesentliche Nachteile auf, die seine Verwendung zur Herstellung von Verpackungsmaterial unerwünscht stark einschränken.

5

So sind z.B. die erhaltenen Verpackungsmaterialien auf Grund der braunen Farbe des Zellstoffes unansehnlich und hässlich. Weiterhin entstehen bei der Sulfat-Kochung intensiv riechende schwefelhaltige Verbindungen, wie z.B. Äthyl- und Methylmerkaptan, die dem Kraft- oder Sulfatzellstoff einen charakteristischen Geruch verleihen und bei der Waschung und Trocknung nicht mit ausreichender Sicherheit entfernt werden können. Besonders nachteilig wirken sich diese Eigenschaften des Kraft- oder Sulfatzellstoffes bei Lebensmittelverpackungen aus, so dass bisher eine Verwendung des ungebleichten Kraft- oder Sulfatzellstoffes für diesen Zweck, z.B. für Milchverpackungen, nicht möglich ist.

10

15

20

25

Es besteht somit ein enormes Bedürfnis, auf eine wirtschaftlich vertretbare Weise mit den in Zellstofffabriken zur Verfügung stehenden, üblichen Anlagen den Kraft- und Sulfatzellstoff aufzuhellen und zu desodorieren und somit als Material für die Herstellung von Lebensmittelverpackungen verwendbar zu machen.

30

Während der ungebleichte Kraft- oder Sulfatzellstoff mit einem Weissgehalt von ca. 25 bis 26 erhalten wird, soll Zellstoff für Lebensmittelverpackungen einen Weissgehalt von 30 bis 32 - ohne Verlust seiner guten Festigkeitseigenschaften - aufweisen.

35

Um dem Verpackungsmaterial eine ansprechende Farbe zu verleihen, genügt es, den Weissgehalt des Kraft- oder Sulfatzellstoffes um ca. 5 bis 10 Punkte zu verbessern.

1

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Aufhellen und Desodorieren von Kraft- oder Sulfatzellstoff, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man nach der Sulfat-Kochung während der Stoffaufbereitung im Bereich einer Diffusionswäsche unter Benutzung der in dem Zellstoff nach der alkalischen Kochung noch vorhandenen Restalkalität der Zellstoffsuspension ein Peroxid in einer Menge von 0,05 bis 3 Gew.-% (bezogen auf 100%iges Peroxid), bezogen auf atro-Zellstoff, zusetzt.

5

10

15

Dabei kann für die gewünschte Verbesserung des Weissgrades eine Menge an Peroxid von 0,5 bis 2,5 Gew.-% (100%iges Peroxid) bezogen auf atro Zellstoff notwendig sein, während für die Desodorierung allein eine Menge von 0,05 bis 0,3 Gew.-% Peroxid, bezogen auf atro Zellstoff, ausreichend sein kann.

20

25

30

Als Peroxid wird vorzugsweise Wasserstoffperoxid in wässriger Lösung verwendet. Die Restalkalität der Zellstoffsuspension kann zu Beginn der Zugabe des Peroxides einem Auswaschungsgrad von 0,2 bis 1,8 Gew.-% Na_2SO_4 , vorzugsweise von 1,2 bis 1,5 Gew.-% Na_2SO_4 entsprechen. Bei dem erfindungsgemässen Verfahren ist vor allem vorteilhaft, dass in der benutzten Phase des Kraft- oder Sulfatzellstoffherstellverfahrens die Zellstoffsuspension mit einer Stoffdichte von 10 bis 15 Gew.-%, bezogen auf atro Zellstoff, bei hohen Temperaturen, welche in dem Bereich von 60 bis 80°C liegen, anfällt und mehrere Stunden, vorzugsweise 7 bis 20 Stunden, gelagert wird.

35

Darüberhinaus kann das erfindungsgemässe Verfahren bei Stoffdichten im Bereich von 3 bis 20 Gew.%, sowie bei Temperaturen im Bereich von 40 bis 90°C durchgeführt werden. Eine Temperatur von 60 bis 70°C ist besonders

1

vorteilhaft.

5

Die Lagerzeit des Zellstoffes kann darüberhinaus zwischen 1 bis 25 Stunden und in einer vorteilhaften Ausführungsform 7 bis 15 Stunden betragen.

10

Normalerweise wird bei der Produktion von Sulfat-Zellstoff im Bereich der Diffusionswäsche ein Auswaschungsgrad erreicht, der für die Peroxidbehandlung optimal ist. Sollte dies jedoch nicht der Fall sein, so ist es notwendig, die Restalkalität (Auswaschungsgrad) zu korrigieren.

15

Eine zu hohe Alkalität des Zellstoffes bewirkt einen zu raschen Peroxidverbrauch und damit ein schlechtes Ergebnis. In solchen Fällen ist es vorteilhaft, das einzusetzende Peroxid mit einer adäquaten Säuremenge zu versehen, die ausreicht, die Alkalität des Zellstoffes in den optimalen Bereich zu bringen. Als Säure kann man anorganische oder organische Säuren verwenden, die keine reduzierenden Anteile beinhalten. Vorteilhafterweise kann Schwefelsäure eingesetzt werden.

25

30

35

Das erfindungsgemäße Verfahren ist überraschenderweise in der beschriebenen Phase des Kraft- oder Sulfat-Zellstoffherstellverfahrens möglich, obwohl bekannte Rezepturen für eine Zellstoffbleiche mit Peroxid in dieser Phase des Zellstoffherstellverfahrens keine ausreichenden Ergebnisse erzielen. Es besteht daher die allgemein herrschende Meinung, dass noch aus der Kochung vorhandene, nicht ausgewaschene oxidierbare Anteile zu einem vorzeitigen Peroxidverbrauch führten und eine Bleiche unmöglich machten.

1

5

10

15

20

25

30

35

Überraschenderweise hat sich nun bei dem erfindungs-
gemässen Verfahren gezeigt, das eine Peroxidbleiche
in der beschriebenen Phase des Kraft- oder Sulfat-Zell-
stoffherstellverfahrens möglich ist, wenn man auf die
Zugabe der für eine Peroxidbleiche ansonsten unbedingt
notwendigen Natronlauge verzichtet. Auch auf die Mit-
verwendung von bekannten Bleichstabilisatoren kann
verzichtet werden.

Der mittels am erfindungsgemässen Verfahren behandelte
Kraft- oder Sulfat-Zellstoff kann ohne Schwierigkeiten
als Material für Lebensmittelverpackungen, z.B. Milch-
packungen, verwendet werden.

Das erfindungsgemässe Verfahren wird anhand der folgen-
den Beispiele näher erläutert und beschrieben:

Beispiel 1

Der in einem kontinuierlichen Kocher erzeugte Sulfat-
Zellstoff wird nach Durchlaufen der üblichen Sortie-
rungs- und Waschungsoperationen über ein letztes
Waschfilter geleitet, auf dem er mit einem Aus-
waschungsgrad von 1,2 bis 1,5 % Na_2SO_4 anfällt. Der
Stoff wird am Filter auf 15% Stoffdichte eingedickt,
er fällt mit 70°C in eine Schnecke und wird in einem
Dickstoffturm gepumpt, in dem er 7 bis 20 Stunden
lagert (Diffusionsturm).

Am Turmeingang hat der Stoff 26,5 Weissgehalt. In der
Schnecke werden mittels einer Tropfrinne 1.500 l/h
einer 10 %igen wässrigen Wasserstoffperoxidlösung
gleichmässig verteilt.

1

Entsprechend der Produktion von 10.000 kg/h
Sulfat-Zellstoff entspricht dies der Anwendung von
5 1,5% H_2O_2 Der nach 7 Stunden Reaktionszeit aus
dem Turm kontinuierlich abgepumpte Stoff hat einen
Weissgehalt von 32 bei gleichzeitiger Veränderung
des Farbtons von Graubraun zu bräunlichgelb. Er ist
praktisch geruchlos. Die Festigkeitseigenschaften vor
10 und nach der Behandlung sind gleich.

Beispiel 2

15

In der in Beispiel 1 beschriebenen Anlage werden an
der gleichen Zugabestelle 150 l/h einer 10%igen
Wasserstoffperoxidlösung zudosiert, was auf Stoff
bezogen 0,15% entspricht. Der Weissgehalt des nach
10 Stunden Reaktions- und Lagerzeit aus dem Stapelturm
entnommenen Stoffes war mit 27,5 praktisch unverändert.
20 Der zuvor eindringliche Geruch war verschwunden, so
dass der Stoff für eine Produktion von Milchbecher-
karton eingesetzt werden konnte.

25

30

35

1

5

10

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt
vormals Roessler
6000 Frankfurt /Main, Weissfrauenstrasse 9

15

Verfahren zur Farbverbesserung und Deso-
drierung von Sulfatzellstoff

20

P A T E N T A N S P R U C H

25

30

1. Verfahren zum Aufhellen und Desodorieren von Kraft- oder Sulfatzellstoff, dadurch gekennzeichnet, dass man nach der Sulfat-Kochung während der Stoffaufbereitung im Bereich der Diffusionswäsche unter Benutzung der in dem Zellstoff nach der alkalischen Kochung noch vorhandenen Restalkalität der Zellstoffsuspension ein Peroxid in einer Menge von 0,05 bis 3 Gew.-% (bezogen auf 100%iges Peroxid), bezogen auf atro Zellstoff, zusetzt.

35



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0014753
Nummer der Anmeldung
EP 79 10 4899

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 7)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
A	<u>US - A - 1 454 339</u> (G.A. RICHTER) * Erste Seite *	1	D 21 C 9/16
	--		
	<u>DE - A - 2 710 806</u> (INTEROX) * Ansprüche 1,2; Seite 3, Zeile 30 - Seite 5, Zeile 26 *	1	
	--		
	<u>US - A - 1 774 403</u> (G.A. RICHTER) * Erste Seite, Zeilen 1-7, 22-46, 99,100; Seite 2, Zeilen 1-12, 56-85 *	1	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 7)
	--		D 21 C 9/00
	<u>US - A - 1 632 802</u> (G.A. RICHTER) * Abbildungen 1,2; Seite 1, Zeile 1 - Seite 2, Zeile 69 *	1	

			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche 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
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort Den Haag	Abschlußdatum der Recherche 15-04-1980	Prüfer NESTBY	