

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 791 099 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
17.03.1999 Patentblatt 1999/11

(21) Anmeldenummer: **95939246.5**

(22) Anmeldetag: **09.11.1995**

(51) Int Cl. 6: **D21C 3/22**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP95/04411

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 96/15312 (23.05.1996 Gazette 1996/23)

(54) **VERFAHREN ZUR GEWINNUNG VON ZELLSTOFF**

CELLULOSE EXTRACTION PROCESS

PROCEDE D'EXTRACTION DE CELLULOSE

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE ES FR LI SE

(30) Priorität: **10.11.1994 DE 4440186**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
27.08.1997 Patentblatt 1997/35

(73) Patentinhaber: **WACKER-CHEMIE GMBH
D-81737 München (DE)**

(72) Erfinder:
• **BURGER, Willibald
D-84489 Burghausen (DE)**
• **NEUBIG, Outi
D-81371 München (DE)**
• **LAPPALAINEN, Kimmo
FIN-00730 Helsinki (FI)**

• **WAHLBERG, Hannu
FIN-48800 Karhula (FI)**

(74) Vertreter: **Fritz, Helmut, Dr. et al
Wacker-Chemie GmbH,
Zentralabteilung Patente,
Marken und Lizenzen,
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 106 209 EP-A- 0 612 759
GB-A- 951 325

Bemerkungen:

Die Akte enthält technische Angaben, die nach dem Eingang der Anmeldung eingereicht wurden und die nicht in dieser Patentschrift enthalten sind.

EP 0 791 099 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Zellstoff aus Faserstoffen, bei dem Organosiliciumverbindungen dem chemischen Aufschlußverfahren zugesetzt werden.

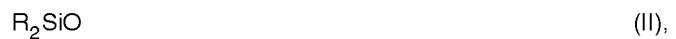
5 [0002] Die in Faserstoffen, wie Holz enthaltenen Cellulosefasern und Hemicellulosefasern werden durch Lignin, ein Polymer, aufgebaut aus Hydroxyphenylpropaneinheiten, zusammengehalten. Bei der Gewinnung von Zellstoff, einer mehr oder minder verunreinigten Cellulose, wird Lignin von der Cellulose getrennt. Das weitaus wichtigste Verfahren zur Gewinnung von Zellstoff aus Faserstoffen ist das als alkalischer sulfatprozeß oder Kraftprozeß bezeichnete Verfahren, bei dem Lignin durch eine wäßrige Aufschlußlösung, welche als Hauptkomponenten NaOH und Na₂S enthält, aus dem Faserstoff herausgelöst wird.

10 [0003] Zur Steigerung der Zellstoffausbeute können in chemischen Aufschlußverfahren organische Tenside zugesetzt werden. Beispielsweise ist aus US-A-3,909,345 der Einsatz von Ethylenoxid/Propylenoxid-Blockcopolymeren und aus US-A-5,250,152 der Einsatz von ethoxylierten Alkoholen und ethoxylierten Dialkylphenolen im alkalischen Sulfatprozeß bekannt.

15 [0004] GB-A-951 325 beschreibt ein Verfahren zur Gewinnung von Zellstoff, bei dem die Faserstoffe mit einer chemischen Aufschlußlösung in Gegenwart von Organopolysiloxan- bzw. Organosilanverbindungen umgesetzt werden.

[0005] Es bestand die Aufgabe, ein verbessertes Verfahren zur Gewinnung von Zellstoff aus Faserstoffen durch ein chemisches Aufschlußverfahren bereitzustellen.

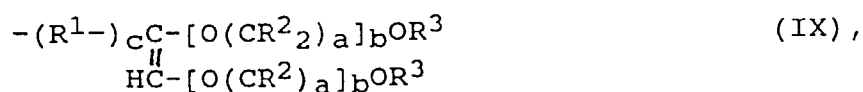
20 [0006] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Zellstoff aus Faserstoffen, bei dem die Faserstoffe mit einer chemischen Aufschlußlösung in Gegenwart von Organosiliciumverbindungen umgesetzt werden, die ausgewählt werden aus Organopolysiloxanverbindungen, welche aus Einheiten der allgemeinen Formeln (I) bis (VII)



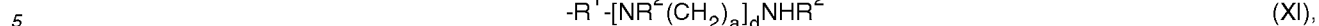
45 aufgebaut sind, worin

R einwertige Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen,

R' einwertige Reste der allgemeinen Formeln (VIII), (IX), (X) oder (XI)



EP 0 791 099 B1



bedeuten, in denen

- 10 **R¹** zweiwertige C₁- bis C₁₈-Kohlenwasserstoffreste,
R² Wasserstoffatome oder einwertige C₁- bis C₆-Alkylreste,
R³ Wasserstoffatome, einwertige C₁- bis C₆-Acylreste, C₁-bis C₆-Kohlenwasserstoffreste, oder OSO₃X,
X Wasserstoffatome, Alkali- oder gegebenenfalls mit C₁-bis C₁₈-Kohlenwasserstoffresten substituierte Ammonium-
ionen,
Z Glycosidylreste, aufgebaut aus 1 bis 10 Monosaccharideinheiten,
15 **a** die Werte 1, 2, 3, 4 oder 5,
b ganzzahlige Werte von 0 bis 200,
c die Werte 0 oder 1 und
d die Werte 0, 1, 2, 3 oder 4 bedeuten, mit der Maßgabe, daß die Organopolysiloxanverbindungen mindestens eine
Einheit der allgemeinen Formeln (V) bis (VII) aufweisen oder

20 Organosilanen der allgemeinen Formel (XII),



25 worin

- R'** einwertige Reste der vorstehenden allgemeinen Formel (VIII) bedeutet und
R die vorstehenden Bedeutungen aufweist.

30 **[0007]** Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird für einen bestimmten Restligningehalt im Zellstoff weniger Aufschlußlösung benötigt. Ein Maß für den Restligningehalt im Zellstoff ist die Kappazahl, die dem Verbrauch an Millilitern 0,1 normaler (3,161 g/l) Kaliumpermanganatlösung pro Gramm Zellstoff entspricht.

35 **[0008]** Die Verringerung an Aufschlußlösung bewirkt eine Erhöhung der Zellstoffausbeute bezogen auf eingesetzten Faserstoff, da weniger Kohlehydrate, insbesondere Hemicellulosen herausgelöst werden, und somit auch weniger Nebenprodukte entstehen.

[0009] Eine bestimmte Kappazahl kann bei Verwendung der Organosiliciumverbindungen auch erreicht werden, indem die Kochzeit verkürzt wird.

40 **[0010]** Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird die Kappazahl unter konstanten Aufschlußbedingungen erniedrigt.

[0011] Da die Aufschlußlösung nun besser wirkt, weist der Zellstoff eine geringere Menge an gröberen, nicht aufgeschlossenen Faserrohstoffen ("rejects") auf.

[0012] Generell führen Organosiliciumverbindungen zu einer höheren Zellstoffausbeute und geringeren Mengen an nicht aufgeschlossenen Faserstoffen.

45 **[0013]** Ferner verbessern die Organosiliciumverbindungen die Festigkeitswerte von Zellstoff und vermindern den Celluloseabbau.

[0014] Bevorzugte Organosiliciumverbindungen sind organische Siloxane und Silane, welche eine organische polare Gruppe und einen hydrophoben Siloxan- oder Silanteil aufweisen und dadurch grenzflächenaktive Eigenschaften an den Phasengrenzen flüssig/flüssig, flüssig/gasförmig und flüssig/fest aufweisen.

50 **[0015]** Wenn in den allgemeinen Formeln (VIII) bis (XI) **b** einen Wert von mindestens 2 aufweist kann **a** innerhalb des Formelbereichs [O(CR²)_a]_b eines Restes unterschiedliche Werte annehmen. Beispielsweise kann der Formelbereich [O(CR²)_a]_b ein Polyethylenglykol/Polypropylenglykol Blockcopolymeres sein.

55 **[0016]** Beispiele für Kohlenwasserstoffreste **R** sind Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-, n-Butyl-, isoButyl-, tert.-Butyl-, n-Pentyl-, iso-Pentyl-, neo-Pentyl-, tert.-Pentylrest; Hexylreste, wie der n-Hexylrest; Heptylreste, wie der n-Heptylrest; Octylreste, wie der n-Octylrest und iso-Octylreste, wie der 2,2,4-Trimethylpentylrest; Nonylreste, wie der n-Nonylrest; Decylreste, wie der n-Decylrest; Dodecylreste, wie der n-Dodecylrest; Octadecylreste, wie der n-Octadecylrest; Alkenylreste, wie der Vinyl-, Allyl- und der 5-Hexen-1-ylrest; Cycloalkylreste, wie Cyclopentyl-, Cyclohexyl-, Cycloheptylreste und Methylcyclohexylreste; Arylreste, wie der Phenyl-, Naphthyl- und Anthryl- und Phenan-

thylrest; Alkarylreste, wie o-, m-, p-Tolylreste, Xylylreste und Ethylphenylreste; Aralkylreste, wie der Benzylrest, der alpha- und der beta-Phenylethylrest.

[0017] Vorzugsweise sind mindestens 90 Mol-% der Reste R Methyl-, Ethyl- oder Phenylreste, insbesondere Methylreste.

5 [0018] Beispiele für die zweiwertigen Reste R^1 sind gesättigte gerad- oder verzweigt-kettige oder cyclische Alkylenreste wie der Methylen- und Ethylenrest sowie Propylen-, Butylen-, Pentylen-, Hexylen-, 2-Methylpropylen-, Cyclohexylenreste, oder ungesättigte Alkylen- oder Arylenreste wie der Hexenylenrest und Phenylenreste.

[0019] Beispiele für die einwertigen Alkylreste R^2 und R^3 sind bei den vorstehenden Beispielen für R aufgeführt.

10 [0020] Beispiele für die Kohlenwasserstoffreste an den Ammoniumionen in X sind die für R genannten Kohlenwasserstoffreste.

[0021] Beispiele für die C_1 - bis C_6 -Acylreste R^3 sind der Acetyl-, Propionyl- und n-Butyrylest.

[0022] Beispiele für Monosaccharide, aus denen die Glycosidreste Z aufgebaut sein können, sind Hexosen und Pentosen, wie Glucose, Fructose, Galactose, Mannose, Talose, Alloose, Altrose, Idose, Arabinose, Xylose, Lyxose und Ribose, wobei Glucose besonders bevorzugt ist. Vorzugsweise enthalten die Glycosidreste Z eine oder zwei Monosaccharideinheiten.

15 [0023] Vorzugsweise bedeutet a die Werte 2 oder 3. Vorzugsweise bedeutet b ganzzahlige Werte von 3 bis 100, insbesondere 10 bis 70.

[0024] Vorzugsweise weisen 2 bis 50 % insbesondere 5 bis 20 % der Einheiten der Organopolysiloxanverbindung die allgemeinen Formeln (V) bis (VII) auf.

20 [0025] Vorzugsweise sind mindestens 95 %, insbesondere mindestens 99 % der Einheiten der Organopolysiloxanverbindung Einheiten der allgemeinen Formeln (II), (VI) und (I). Weiterhin ist bevorzugt, daß die Organopolysiloxanverbindung eine durchschnittliche Viskosität von 20 bis 500 000 mPa.s, insbesondere von 200 bis 60 000 mPa.s bei 25°C aufweist.

25 [0026] Es kann eine organosiliciumverbindung, es können auch Gemische mehrerer Organosiliciumverbindungen eingesetzt werden.

[0027] Vorzugsweise werden auf 100 Gewichtsteile trockene Faserstoffe 0,001 bis 1, insbesondere 0,01 bis 0,1 Gewichtsteile Organosiliciumverbindungen eingesetzt.

[0028] Als chemische Aufschlußverfahren können beispielsweise angewandt werden:

30 1) das Sulfitverfahren

Beim Sulfitaufschluß werden Hackschnitzel mit Lösungen von Hydrogensulfiten gekocht. Je nachdem, ob die Hydrogensulfit-Lösungen überschüssiges Schwefeldioxid enthalten oder nicht, bezeichnet man die Verfahren als saure Bisulfit-Verfahren oder nur als Bisulfit-Verfahren. Als Überbegriff hat sich "Sulfitverfahren" eingebürgert.

35 2) das Sulfatverfahren

Beim Sulfatverfahren besteht die Aufschlußlösung, auch als Weißblauge bezeichnet, aus den Hauptkomponenten NaOH und Na_2S .

[0029] Vorzugsweise wird nach dem Sulfatverfahren gearbeitet.

40 [0030] Wenn das alkalische Sulfatverfahren angewendet wird, sind im Verfahren vorzugsweise pro 100 Gewichtsteile trockenes Holz 10 bis 35, insbesondere 20 bis 30 Gewichtsteile Na_2O in Form von NaOH vorhanden. Vorzugweise sind im Verfahren pro 100 Gewichtsteile trockenes Holz 3 bis 15, insbesondere 6 bis 10 Gewichtsteile Na_2S vorhanden. Vorzugsweise wird das Verfahren bei 0,1 bis 3 MPa, insbesondere bei 0,5 bis 1,5 MPa durchgeführt.

45 [0031] Die chemischen Verfahren können absatzweise oder kontinuierlich in einem Zellstoffkocher durchgeführt werden.

[0032] Die Verweilzeit der Mischung im Zellstoffkocher beträgt vorzugsweise 10 min bis 7 h.

[0033] Als Faserstoffe können beispielsweise eingesetzt werden alle pflanzlichen Rohstoffe (Faserpflanzen), die einen hinreichenden Cellulose-Gehalt besitzen und sich genügend leicht verarbeiten lassen.

50 [0034] Vorzugsweise werden Hölzer eingesetzt, wobei man in vielen Ländern heute auch in großem Umfang die in den Sägewerken anfallenden Holzabfälle als Rohstoff verwendet. Daneben spielen jedoch auch gewisse Einjahrespflanzen und Gräser eine untergeordnete Rolle.

[0035] Das Holz wird in Form von beispielsweise Hackschnitzeln, Spänen oder Holzmehl eingesetzt.

[0036] In den nachfolgenden Beispielen sind, falls jeweils nicht anders angegeben,

55 a) alle Mengenangaben auf das Gewicht bezogen;

b) alle Drücke 0,10 MPa (abs.);

c) alle Temperaturen 20° C

d) EO Ethylenethereinheit (-CH₂-CH₂-O-).

5 Beispiele

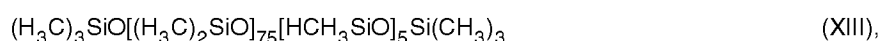
Beispiel 1

Zellstoffaufschluß im kontinuierlichen Zellstoffkocher

10

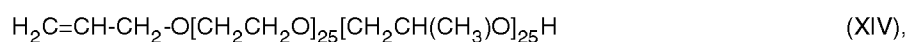
[0037] Als Organosiliciumverbindung wurde ein polyglykoletherfunktionelles wasserlösliches Silicontensid (Pulpsil® 950 S von Wacker-Chemie GmbH, München) eingesetzt. Pulpsil® 950 S wird durch Umsetzung der Organosiloxanverbindung der Formel (XIII)

15



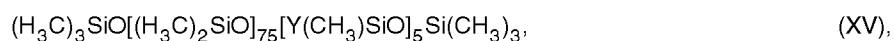
mit dem Allylpolyglykol der Formel (XIV)

20



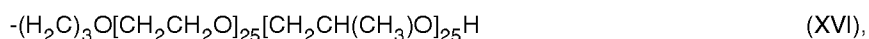
in Gegenwart eines Platinkatalysators hergestellt. Die dabei entstehende Organosiliciumverbindung wird durch die Formel (XV)

25



wobei Y die Formel (XVI)

30



aufweist, gekennzeichnet.

35

[0038] Ein kontinuierlicher Zellstoffkocher mit einer Kapazität von 270 t Trockenholzsubstanz in Form von Sägespänen pro Tag wurde bei 172°C und 0,95 MPa betrieben. Die Verweilzeit der Mischung im Kocher betrug 15 Minuten. Im Verfahren waren pro 100 Gewichtsteile Trockenholz 28 Gewichtsteile Na₂O und 7 Gewichtsteile Na₂S vorhanden. Der erhaltene Zellstoff wies eine Kappazahl von etwa 52 auf.

40

[0039] Nach 36 Stunden wurden kontinuierlich zusätzlich 0,022 Gewichtsteile der vorstehenden Organosiliciumverbindung pro 100 Gewichtsteile Trockenholzsubstanz in die Aufschlußlösung unmittelbar vor dem Kocher gegeben. Die Kappazahl des Zellstoffs sank daraufhin auf etwa 48.

[0040] Anschließend wurde die Menge an Na₂O auf 25 Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile Trockenholz gesenkt. Der erhaltene Zellstoff wies wieder eine Kappazahl von etwa 52 auf.

45

Beispiel 2:

Zellstoffaufschlußversuche im Labor

50

[0041] Die nachfolgend beschriebenen Zellstoffaufschlußversuche in Gegenwart von Organosiliciumverbindungen im Labor demonstrieren ebenfalls deren Wirksamkeit bei der Herstellung von Zellstoff.

Aufschlußbedingungen für die Laborversuche:

55

[0042]

* Laborkocher:

Zellstoffkocher, in welchem gleichzeitig 6 Autoklaven mit je einem Volumen von 2,5 l unter gleichen Bedin-

gungen betrieben werden können.

* Holzarten:

- 5
- Nadelholz: Kiefer ("Scot spine", pinus silvestris) aus Ostfinnland;
 - Laubholz: Birke ("Betula birch") aus einer finnischen Zellstoffmühle

* Einwaage an Holzschnitzel:

10 300 g gemäß Prüfmethode SCAN-CM 39 : 88 Holzschnitzel (bezogen auf Trockengewicht)

* effektives Alkali:

(als NaOH in %, bezogen auf Trockengewicht an Holzschnitzel)
20 % bei Laubholz bzw. 21 % bei Nadelholz (gemäß Prüfmethode SCAN-N 2 : 88)

15 * Sulfidität: 32 %

(gemäß Prüfmethode SCAN-N 2 : 88)

* Kochlauge/Holz-Verhältnis:

20 5 : 1, einschließlich des Wassergehalts der Holzschnitzel

* Zugabemenge an oberflächenaktiven Verbindungen:

0,04 % bezogen auf Trockengewicht an Holzsubstanz

* Aufheizzeit:

25 Die Zeit, die benötigt wird, um von 80 °C auf 161 °C bei Laubholz bzw. 173 °C bei Nadelholz zu kommen; die exakten Angaben sind in der Tabelle aufgeführt.

* Verweilzeit:

30 Die Zeit, bei der der Aufschluß der Holzschnitzel in dem Autoklaven des Zellstoffkochers nach Erreichen der Endtemperatur von 161 °C bei Laubholz und 173 °C bei Nadelholz stattfindet; die exakten Angaben sind in der Tabelle aufgeführt.

Generelle Beschreibung der Laborversuche:

35 **[0043]** Die nach der Anlieferung zunächst eingefrorenen Holzschnitzel wurden innerhalb von 48 h wieder aufgetaut.

[0044] Danach wurden sie über eine sorgfältige Siebung in verschiedene Fraktionen ausgetrennt, und deren Trockengewicht wurde nach SCAN-CM 39 : 88 (24 h, 105 °C) bestimmt. Für den anschließenden Aufschluß der Holzschnitzel wurde jeweils eine definierte Zusammensetzung aus den Fraktionen der Siebung herangezogen.

40 **[0045]** Dazu wurden je 300 g Holzschnitzel - bezogen auf Trockengewicht - in den Autoklaven vorgelegt und mit Weißlauge (der eigentlichen Kochlauge als Aufschlußlösung, welche als Hauptkomponenten NaOH und Na₂S enthält) und Schwarzablaugung (dem Filtrat aus der Zellstoffwäsche, welches in verdünnter Form NaOH und Na₂S enthält) von einer finnischen Zellstoffmühle versetzt, um die vorstehend erwähnten Aufschlußbedingungen einzustellen (effektives Alkali, Flüssigkeit/Holz-Verhältnis, Sulfidität).

45 **[0046]** Danach wurden 0,04 % der in der Tabelle angegebenen oberflächenaktiven Verbindungen als 2 %ige Lösungen in destilliertem Wasser zugegeben.

[0047] Nach Beendigung der Verkochung wurde der Zellstoff aus den jeweils 6 Autoklaven gewaschen (16 h mit ca. 45 °C warmem Wasser), zentrifugiert und homogenisiert.

50 **[0048]** Es folgte die Bestimmung der Gesamtausbeute an Zellstoff, bevor 10 Min. lang in einem Wennberg-Zerfaserer aufgeschlagen und nach erneutem Sieben über einem Sieb mit 0,35 mm Maschenweite (Manttä-Sieb) der Anteil an unaufgeschlossenen Faserstoffen (rejects) bestimmt wurde.

[0049] Die Angabe an gesiebter Zellstoffausbeute (Gesamtausbeute minus rejects) erfolgte in Prozent, bezogen auf ofengetrocknete Einwaage an Holzschnitzel.

Beschreibung der verwendeten Tenside:

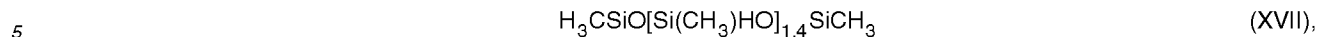
55 Verwendete Tenside

[0050] Als Organosiliciumtenside wurden folgende Produkte verwendet:

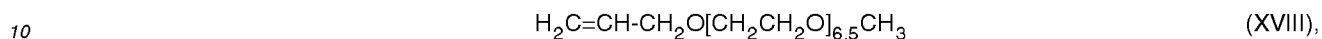
EP 0 791 099 B1

1. Siliconöl Wacker® LO66 (von Wacker-Chemie GmbH, München)

Siliconöl Wacker® LO66 wird durch Umsetzung der Organosiliciumverbindung der Formel (XVII)



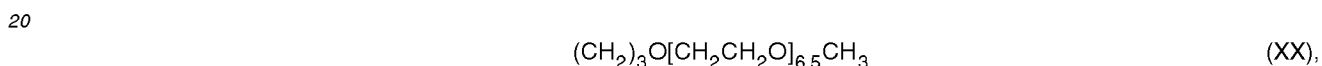
mit dem Allylpolyglykol der Formel (XVIII)



in Gegenwart eines Platinkatalysators hergestellt. Die dabei entstehende Organosiliciumverbindung wird durch die Formel (IXX)



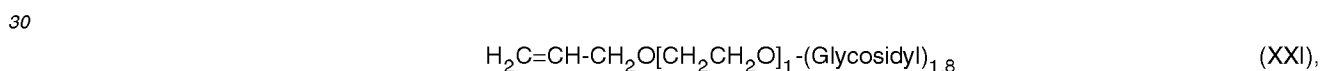
wobei Y die Formel (XX)



aufweist, gekennzeichnet.

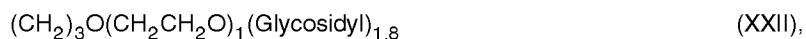
25 2. Wacker® SPG 120 VP (von Wacker-Chemie GmbH, München)

Wacker® SPG 120 VP stellt eine 50 % ige Lösung eines siloxanmodifizierten Glycosids in Wasser/Isopropanol dar, wobei der Wirkstoff durch Umsetzung der organosiloxanverbindung der Formel (XVII) mit dem Allylpolyglykol der Formel (XXI)



in Gegenwart eines Platinkatalysators hergestellt wird.

35 Die dabei entstehende Organosiliciumverbindung wird durch die Formel (IXX), wobei Y die Formel (XXII)



40 aufweist, gekennzeichnet.

Zum Vergleich wurden die in US-A-5,250,152 beschriebenen organischen Tenside B1 und B2 herangezogen.

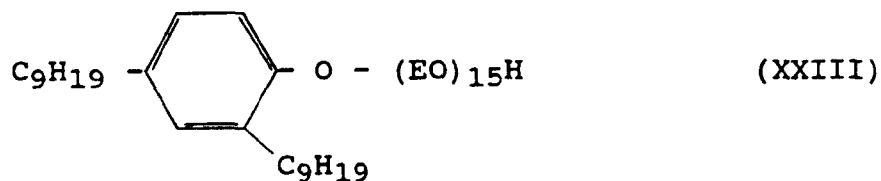
3. Organisches Tensid B1:

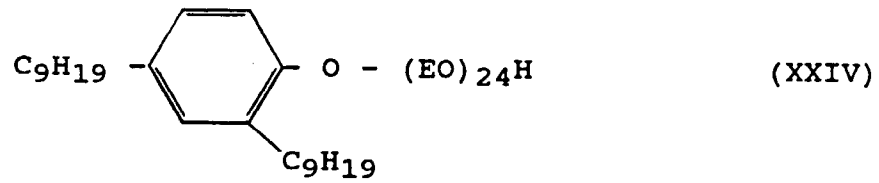
45 Das organische Tensid B1 stellt eine 1:1-Mischung aus ethoxyliertem Isostearylalkohol (Isostearyl (EO)₁₀OH) und ethoxyliertem Oleylalkohol (Oleyl[EO]₂₀OH) dar.

4. Organisches Tensid B2:

50 Das organische Tensid B2 stellt eine 1:1-Mischung aus Di-n-nonylphenolethoxylaten mit unterschiedlichen EO-Anteilen dar. Die beiden Phenolderivate werden mit den Formeln (XXIII) und (XXIV) gekennzeichnet.

55





10 **Ergebnisse der Zellstoffaufschlußversuche im Labor:**

[0051] Mit den Organosiliciumtensiden und den rein organischen Tensiden B1 und B2 wurden 3 Zellstoff-Aufschlußversuche in dem vorstehend beschriebenen Zellstoffkocher bei unterschiedlichen Bedingungen durchgeführt.

15 **[0052]** Bei all den Verkochungen führte der Aufschluß mit dem Silicontensid SPG 120 VP zu den höchsten, gesiebten Zellstoffausbeuten.

[0053] Daneben führten die Laborversuche mit LO66 zu Zellstoffqualitäten mit den niedrigsten Kappazahlen und relativ geringen "rejects".

20

25

30

35

40

45

50

55

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

Tabelle:

Nr. der Zellstoffverlockung	Tenside	Zugabemenge an Tensid in %	Kappzahl	Zellstoffausbeute nach Siebung in %	rejects in %	effektives Alkali als g NaOH/100 g Trockenholzsubstanz	Holzart	Aufheizzeit in Min.	Verweilzeit in Min.
1	-	0	22,5	53,3	0,7	20	Laubholz	39	62
	L 066	0,04	21,8	54,9	0,6				
	SPG 120 VP	0,04	23,7	55,9	0,7				
	B1	0,04	23,0	54,6	0,6				
	B2	0,04	22,7	54,5	1,1				
	-	0	17,0	53,7	-				
2	L 066	0,04	16,0	54,1	-	20	Laubholz	35	174
	SPG 120 VP	0,04	16,2	54,4	0,04				
	B1	0,04	16,4	53,9	0,01				
	B2	0,04	17,4	53,6	-				
	-	0	27,4	47,8	0,5				
	L 066	0,04	27,1	48,5	0,6				
3	SPG 120 VP	0,04	30,0	48,9	0,8	21	Nadelholz	49	65
	B1	0,04	27,3	47,3	0,5				
	B2	0,04	29,8	47,9	0,5				

Patentansprüche

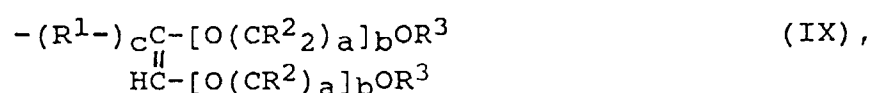
1. Verfahren zur Gewinnung von Zellstoff aus Faserstoffen, bei dem die Faserstoffe mit einer chemischen Aufschlußlösung in Gegenwart von Organosiliciumverbindungen umgesetzt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Organosiliciumverbindungen ausgewählt werden aus Organopolysiloxanverbindungen, welche aus Einheiten der allgemeinen Formeln (I) bis (VII)



aufgebaut sind, worin

R einwertige Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen,

R' einwertige Reste der allgemeinen Formeln (VIII), (IX), (X) oder (XI)



bedeuten, in denen

R¹ zweiwertige C₁- bis C₁₈-Kohlenwasserstoffreste,

R² Wasserstoffatome oder einwertige C₁- bis C₆-Alkylreste,

R³ Wasserstoffatome, einwertige C₁- bis C₆-Acylreste, C₁-bis C₆-Kohlenwasserstoffreste, oder OSO₃X,

X Wasserstoffatome, Alkali- oder gegebenenfalls mit C₁-bis C₁₈-Kohlenwasserstoffresten substituierte Ammoniumionen,

Z Glycosidylreste, aufgebaut aus 1 bis 10 Monosaccharideinheiten,

a die Werte 1, 2, 3, 4 oder 5,

b ganzzahlige Werte von 0 bis 200,

- c** die Werte 0 oder 1 und
d die Werte 0, 1, 2, 3 oder 4 bedeuten, mit der Maßgabe, daß die Organopolysiloxanverbindungen mindestens eine Einheit der allgemeinen Formeln (V) bis (VII) aufweisen oder

5 Organosilanen der allgemeinen Formel (XII),



10 worin

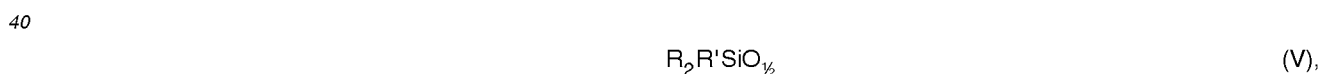
- R'** einwertige Reste der vorstehenden allgemeinen Formel (VIII) bedeutet und
R die vorstehenden Bedeutungen aufweist.

- 15 **2.** Verfahren nach Anspruch 1, bei dem mindestens 95 % der Einheiten des Organopolysiloxans Einheiten der allgemeinen Formeln (II), (VI) und (I) Sind.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem auf 100 Gewichtsteile trockene Faserstoffe 0,001 bis 1 Gewichtsteile Organosiliciumverbindung eingesetzt werden.

20

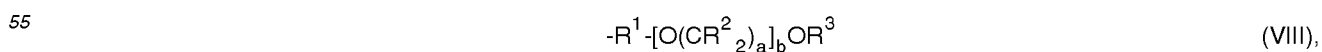
Claims

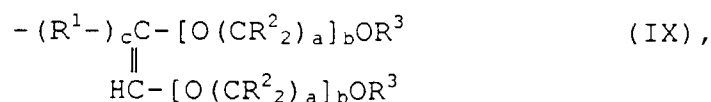
- 25 **1.** Process for producing pulp from fibrous materials, wherein the fibrous materials are reacted with a chemical digesting solution in the presence of organosilicon compounds, characterized in that the organosilicon compounds are selected from organopolysiloxane compounds which are composed of units of the general formulae (I) to (VII)



50 where

- R** represents univalent hydrocarbon radicals having from 1 to 18 carbon atoms,
R' represents univalent radicals of the general formulae (VIII), (IX), (X) or (XI)





5



10



in which

15

R¹ represents divalent C₁- to C₁₈-hydrocarbon radicals,

R² represents hydrogen atoms or univalent C₁- to C₆-alkyl radicals,

R³ represents hydrogen atoms, univalent C₁- to C₆-acyl radicals, C₁- to C₆-hydrocarbon radicals, or OSO₃X,

X represents hydrogen atoms, alkali metal ions or ammonium ions which may or may not be substituted by C₁- to C₁₈-hydrocarbon radicals,

20

Z represents glycosidyl radicals composed of from 1 to 10 monosaccharide units,

a represents the values 1, 2, 3, 4 or 5,

b represents integer values from 0 to 200,

c represents the values 0 or 1 and

25

d represents the values 0, 1, 2, 3 or 4, with the proviso that the organopolysiloxane compounds have at least one unit of the general formulae (V) to (VII), or from organosilanes of the general formula (XII)



30

in which

R' represents univalent radicals of the abovementioned general formula (VIII) and

R has the abovementioned meanings.

35

2. Process according to Claim 1, wherein at least 95 % of the units of the organopolysiloxane are units of the general formulae (II), (VI) and (I).

3. Process according to Claim 1 or 2, wherein from 0.001 to 1 part by weight of organosilicon compound is used per 100 parts by weight of dry fibrous materials.

40

Revendications

45

1. Procédé d'extraction de pâte à partir de matières fibreuses, dans lequel les matières fibreuses sont mises à réagir avec une solution de lessivage chimique en présence de composés organosiliciés, caractérisé en ce que les composés organosiliciés sont choisis parmi des composés organosiloxane qui sont composés de motifs de formules générale (I) à (VII)

50



55

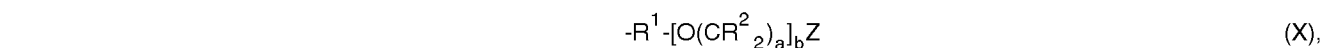
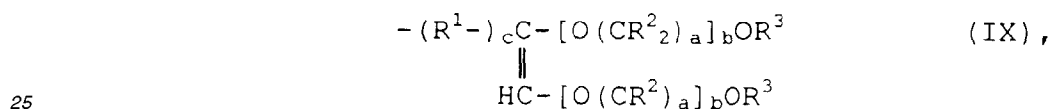
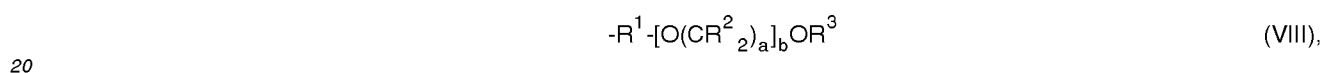


EP 0 791 099 B1



dans lesquelles

15 R représente des radicaux hydrocarbonés monovalents ayant de 1 à 18 atomes de carbone,
R' représente des radicaux monovalents de formules générales (VIII), (IX), (X) ou (XI)



dans lesquelles

35 R¹ représente des radicaux hydrocarbonés en C₁ à C₁₈ bivalents,
R² représente des atomes d'hydrogène ou des radicaux alkyle en C₁ à C₆ monovalents,
R³ représente des atomes d'hydrogène, des radicaux hydrocarbonés en C₁ à C₆, des radicaux acyle en C₁ à C₆ monovalents, ou OSO₃X,
40 X représente des atomes d'hydrogène, des ions alcalins ou des ions ammonium éventuellement substitués par des radicaux hydrocarbonés en C₁ à C₁₈,
Z représente des radicaux glycosidyle composés de 1 à 10 motifs monosaccharide,
a vaut 1, 2, 3, 4 ou 5,
b représente des valeurs entières de 0 à 200,
45 c vaut 0 ou 1 et
d vaut 0, 1, 2, 3 ou 4, à condition que les composés organopolysiloxane renferment au moins un motif de formules générales (V) à (VII) ou

d'organosilanes de formule générale (XII),



dans laquelle

55 R' représente des radicaux monovalents de formule générale (VIII) susmentionnée et
R a les significations susmentionnées.

EP 0 791 099 B1

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel au moins 95% des motifs de l'organopolysiloxane sont des motifs de formules générales (II), (VI) et (I).
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel on utilise de 0,001 à 1 partie en poids de composé organosilicié pour 100 parties en poids de matières fibreuses sèches.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55