CELLULOSE INDUSTRY
THE JOURNAL OF THE CELLULOSE INSTITUTE, TOKYO, JAPAN
VOL. 15 November, 1939, No. 11

— **ABSTRACTS FROM THE TRANSACTIONS** —

**HERSTELLUNG DES ZELLSTOFFES IM SALPETERSÄUREAUFSCHLUSS-
VERFAHREN (XI) MITTEILUNG
AUFSCHLIESSUNG VON REISSTROH DURCH DREISTUFEN-
AUFSCHLUSSVERFAHREN**

von Isao Schimoda.

(Eigegangen am 5. Sept., 1939)

Im Falle des Zweistufenaufschlussverfahrens, das in den bisher vorliegenden Mitteilungen aufgenommen wurde, war wegen der Einnahme des vielen Raumes des Reisstrohs ungefähr die zehnfache Menge der Säurelauge gegen Reisstroh nötig, um es genug aufzuschliessen.

Da der Verbrauch der Salpetersäure in solchem Falle zu gross war, wurde eine weiter Behandlung vor der Säurebehandlung zur Einsparung des Salpetersäureverbrauchs in Betracht genommen.

Als solche Vorbehandlung wurde die Alkalibehandlung eingeführt und es wurden die Einflüsse der Alkalivorbehandlung auf das Reisstroh untersucht.

Die Bedingung der Alkalibehandlung lautet folgendermassen:

Im Verhältnisse von 10 g Stroh zu 100 ccm Natronlauge wurde Reisstroh 1 Stunde gekocht. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 und 2 zusammengestellt. Das zum Aufschluss gebrauchte Reisstroh enthält 16.26% Asche, 25% Pentosan und 14.40% Lignin, berechnet als absolut getrocknet.

Tabelle 1

Konzentration der Natronlauge in %	Ausbeute in %	Aschegehalt in %	Pentosangehalt in %	Ligningehalt in %
1	58	4.91	24.48	22.19
2	48	2.28	26.42	17.67
3	44	2.54	24.43	18.19
5	40	2.62	18.87	14.19
10	36	2.82	7.69	7.46
17.5	32	30.5	6.78	7.43

Tabelle 2

Konzentration der Natronlauge in %	Abgespalten Asche in %	Abgespaltenes Pentosan in %	Abgespaltenes Lignin in %
1	82.50	43.1	10.0
2	93.25	49.2	41.2
3	93.15	56.9	44.5
5	93.55	69.8	60.5
10	93.75	88.9	80.8
17.5	94.00	91.3	83.5

Wie man aus der Tabelle 1 und 2 ersieht, ist die Beseitigung von Pentosan, Lignin und besonders Asche sehr beträchtlich. Weiter ist ausser diesen drei Bestandteilen noch ein anderer Bestandteil, der sich auf 18.58% des Rohreisstrohs erstreckt, beseitigt worden. Dieser Bestandteil muss hauptsächlich niederpolymerisiertes Kohlenhydrat sein.

Vom ökonomischen Standpunkte aus wurde hier 2%tige Natronlauge als Vorbehandlungslauge zur folgenden Säurebehandlung gewählt.

Die Zusammensetzungen der Aufschlussäurelaugen und die Eigenschaften der dadurch erhaltenen Zellstoffe sind in der Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3

Experiment Nr.	Ausbeute des Nitrostrohs gegen Rohstoff in %	Zusammensetzung der Säurelauge		Aschegehalt des Nitrostrohs in %	Pentosangehalt des Nitrostrohs in %	Ligningehalt des Nitrostrohs in %
		Salpetersäure in %	Schwefelsäure in %			
1	35.42	2	0	0.61	23.45	32.72
2	35.42	3	0	0.56	21.62	21.65
3	34.85	4	0	0.69	21.37	21.32
4	35.80	5	0	0.67	20.86	22.46
5	37.73	2	1	0.46	23.33	15.78
5	36.20	3	1	0.49	20.67	16.90
7	34.95	4	1	0.58	18.61	14.17
8	34.95	5	1	0.50	16.03	12.04
9	37.25	2	2	0.65	21.08	14.34
10	35.43	3	2	0.42	17.68	13.45
11	34.61	4	2	0.51	16.74	12.84
12	34.10	5	2	0.58	14.50	12.75
13	36.61	2	3	0.65	20.11	13.31
14	35.32	3	3	0.55	17.18	13.58
15	36.40	4	3	0.59	16.00	11.77
16	31.61	5	3	0.58	13.44	10.42

Bei der Säurebehandlung wurde 40 g alkalibehandeltes Reisstroh (abs. getrocknet 36.74 g) mit 400 ccm Säurelauge 1 Stunde gekocht. In der Tabelle 4 wird die abgespaltene Menge von Asche, Pentosan und Lignin gegen Rohreisstroh in % gezeigt.

Tabelle 4

Experiment Nr.	Abgespaltene Asche durch die Säurebehandlung in % gegen Rohstoff	Abgespaltenes Pentosan durch die Säurebehandlung in % gegen Rohstoff	Abgespaltenes Lignin durch die Säurebehandlung in % gegen Rohstoff
1	5.42	17.5	—
2	5.55	20.2	5.40
3	5.28	21.2	7.30
4	5.28	21.2	2.20
5	6.10	15.7	17.5
6	5.96	20.8	16.3
7	4.35	24.8	24.4
8	6.00	28.3	29.7
9	5.28	19.4	21.0
10	5.78	25.8	25.7
11	5.68	27.6	27.9
12	5.52	31.2	28.6
13	5.29	21.4	24.9
14	5.56	26.6	25.6
15	5.43	27.5	29.1
16	5.64	33.8	35.9

Aus der Tabelle 4 geht hervor, dass hierbei die Säurebehandlung keine so grosse Rolle zur Beseitigung von Asche, Pentosan und Lignin wie beim Zweistufenaufschlussverfahren spielt, sondern dass sie hauptsächlich zur Nitrierung des Lignins dient.

Die durch Säurebehandlung hergestellten Präparate wurden dann mit 2%tiger Natronlauge behandelt. Er wird über die Eigenschaften der auf solche Weise hergestellten ungebleichten Zellstoffe in Tabelle 5 berichtet.

Tabelle 5

Experiment Nr.	Ansbeute des ungebleichten Zellstoffes in % gegen Rohstoff	Aschegehalt in % des ungebleichten Zellstoffes	Alpha-Zellulose- gehalt in % des ungebleichten Zellstoffes	Pentosangehalt in % des ungebleichten Zellstoffes	Kupferzahl (korrigiert) des ungebleichten Zellstoffes	Polymerisa- tionsgrad des ungebleichten Zellstoffes
1-1	27.5	0.39	89.50	10.6	0.69	1710
2-1	26.5	0.40	90.10	10.32	1.11	1060
3-1	25.8	0.36	90.80	10.58	0.83	1070
4-1	26.2	0.35	90.15	9.41	0.98	1010

Experiment Nr.	Ausbeute des ungebleichten Zellstoffes in % gegen Rohstoff	Aschegehalt in % des ungebleichten Zellstoffes	Alpha-Zellulosegehalt in % des ungebleichten Zellstoffes	Pentosangehalt in % des ungebleichten Zellstoffes	Kupferzahl (korrigiert) des ungebleichten Zellstoffes	Polymerisationsgrad des ungebleichten Zellstoffes
5-1	29.3	0.30	89.85	10.1	0.62	1090
6-1	27.8	0.31	92.75	9.80	0.62	1060
7-1	26.5	0.34	91.55	9.52	1.16	970
8-1	26.5	0.31	92.05	7.14	1.13	920
9-1	27.5	0.31	90.55	10.79	0.96	1180
10-1	26.1	0.31	91.65	8.12	0.87	1140
11-1	24.7	0.28	92.15	6.04	0.60	770
12-1	24.7	0.31	92.35	6.1	1.07	750
13-1	28.3	0.42	90.65	8.66	0.92	1080
14-1	27.6	0.37	90.45	8.15	0.92	840
15-1	26.8	0.40	92.00	6.99	1.00	870
16-1	23.4	0.33	92.00	5.57	1.24	800

Diese ungebleichten Zellstoffe wurden mittels des Dreistufenbleichverfahren gebleicht.

Die Eigenschaften der gebleichten Zellstoffe sind in der Tabelle 6 angegeben.

Tabelle 6

Experiment Nr.	Ausbeute des gebleichten Zellstoffes in % gegen Rohstoff	Ausbeute des gebleichten Zellstoffes in % gegen ungebleichten Zellstoff	Aschegehalt in % des gebleichten Zellstoffes	Pentosangehalt in % des gebleichten Zellstoffes	Alpha-Zellulosegehalt in % des gebleichten Zellstoffes	Kupferzahl (korrigiert) des gebleichten Zellstoffes	Lignin-gehalt des gebleichten Zellstoffes	Polymerisationsgrad des gebleichten Zellstoffes
1-2	27.1	98.7	0.36	10.85	92.18	0.85	2.62	1438
2-2	25.7	97.2	0.40	9.30	94.65	1.07	—	1192
3-2	24.1	93.1	0.38	8.44	96.00	0.78	—	1191
4-2	25.8	98.8	0.38	8.87	95.30	1.27	2.55	1179
5-2	28.3	96.7	0.33	10.90	94.48	0.88	2.51	1233
6-2	27.1	97.2	0.31	8.80	94.51	1.01	2.01	1090
7-2	25.9	97.8	0.36	8.38	94.75	0.99	1.80	1090
8-2	25.9	97.7	0.33	7.28	95.80	1.11	1.46	920
9-2	26.8	97.6	0.37	10.25	95.14	1.10	2.07	1068
10-2	25.8	98.6	0.31	7.40	96.18	0.92	—	1085
11-2	24.7	100	0.31	7.80	94.50	1.33	—	655
12-2	24.7	100	0.32	6.37	94.40	1.65	0.86	765
13-2	27.7	98.0	0.34	9.81	93.58	1.47	2.21	915
14-2	26.7	97.0	0.37	8.66	93.75	1.63	—	622
15-2	26.2	97.6	0.37	6.25	96.15	1.35	—	970
16-2	23.2	98.8	0.36	5.08	96.15	1.19	1.10	842

In Tabelle 7 wurden verschiedene Zellstoffe für Kunstfaser mit diesen Salpetersäurezellstoffen verglichen.

Tabelle 7

Art des Zellstoffes	Aschegehalt in %	Pentosan- gehalt in %	Kupferzahl (korrigiert)	Lignin- gehalt in %	Alpha-Zellu- losegehalt in %	Polymerisa- tionsgrad
Solka α NN	0.12	1.50	0.73	0.57	98.55	220
VS	0.2	4.88	1.00	1.27	92.00	740
Zellstoff f. Kunstfaser A	0.2	3.76	2.25	1.02	89.70	620
Zellstoff f. Kunstfaser B	0.28	6.55	0.47	1.33	94.23	960
Reisstrohzellstoff Nr. 6-2	0.31	8.80	1.01	2.01	94.51	1090
Reisstrohzellstoff Nr. 16-2	0.36	5.08	1.19	1.10	96.15	842

Zusammenfassung: Die Alkalibehandlung vor der Säurebehandlung ist mit grossem Erfolg durchführbar, denn sie hat eine grosse Ersparnis von Salpetersäure zur Folge. Im Vergleich mit dem Zweistufenverfahren steht dieses Dreistufenverfahren ihm in zwei Punkten nach, d.h. geringerer Ausbeute und grösserem Pentosangehalt, aber der geringere Aschegehalt und die Ersparnis von Salpetersäure decken genügend die beiden oben erwähnten Nachteile.