CELLULOSE INDUSTRY
THE JOURNAL OF THE CELLULOSE INSTITUTE, TOKYO, JAPAN
VOL. 17, November, 1941, NO. 11

— ABSTRACTS FROM THE TRANSACTIONS —

**HERSTELLUNG DES ZELLSTOFFES IM SALPETERSÄUREAUFSCHLUSS-
VERFAHREN 18 MITTEILUNG**

**ÜBER DAS VERHALTEN VON NADELHOLZ, LAUBHOLZ UND GRAMINEAE
GEGEN DAS SALPETERSÄUREAUFSCHLUSSVERFAHREN UND
DIE EIGENSCHAFTEN VON PENTOSANEN DER AUS DREI
ARTEN ROHMATERIALIEN HERGESTELLTEN
ZELLSTOFFE**

von **Isao Shimoda, Masao Kono**

(Eingegangen am 8. Aug. 1941)

Es wurden die Unterschiede des Verhaltens zwischen Nadelholz, Laubholz und Gramineae bei der Herstellung der Zellstoffe durch das Salpetersäureaufschlussverfahren untersucht. Es ist schon bekannt, dass Nadelholz geringeren Gehalt an Pentosan als Laubholz und Gramineae hat und Mannan enthält, das bei Laubholz und Graminae nicht vorkommt.

Gramineae, besonders Reisstroh, zeigt einen grösseren Aschegehalt als Nadelholz und Laubholz.

In diesem Experimente haben wir Esomatsu (Fichte) als Nadelholz, Buche als Laubholz und Reisstroh als Gramineae gewählt.

Zum Aufschluss wurden beide Hölzer, um möglichst unter denselben Bedingungen aufgeschlossen zu werden, als ungefähr 0.1 mm dicke Holzspäne benutzt.

Der Aufschluss wurde folgenderweise ausgeführt.

Erste Stufe: die 20 fache Menge von 2% iger Natronlauge wurde gegen Rohstoff gebraucht und eine Stunde lang gekocht.

Zweite Stufe: die 10 fache Menge von Mischsäure (5% ige Salpetersäure und 2% ige Schwefelsäure) wurde gegen alkalibehandelten Stoff gebraucht und 1 Stunde lang gekocht.

Dritte Stufe: die 10 fache Menge von 2% iger Natronlauge wurde gegen säurebehandelten Stoff gebraucht, 1 Stunde lang gekocht und nach dem Aufschluss durch Dreistufenbleichen gebleicht.

Die Ausbeuten nach den verschiedenen Behandlungen sind in Tabelle 1 ersichtlich.

Tabelle 1

	Rohmaterial	Ausbeute in %		
		nach der ersten Behandlung	nach der zweiten Behandlung	nach der dritten Behandlung
Fichtenholz	100	83.11	61.26	37.16
Buchenholz	100	80.04	47.25	37.94
Reisstroh	100	56.15	39.15	28.05

Nach Tabelle 1 gab es einen bemerkenswerten Unterschied zwischen den Ausbeuten und es liegt, wie nachher erwähnt wird, eine Beziehung zwischen der Ausbeute und dem Ligninabspaltungsgrad vor. In Tabelle 2 wird die Beseitigung der Asche gezeigt.

Tabelle 2

	Aschegehalt des Ausgangsmaterials in %	nach der ersten Behandlung		nach der zweiten Behandlung		nach der dritten Behandlung	
		Aschegehalt in %	Abspaltungsgrad der Asche in % bezogen auf das Ausgangsmaterial	Aschegehalt in %	Abspaltungsgrad der Asche in % bezogen auf das Ausgangsmaterial	Aschegehalt in %	Abspaltungsgrad der Asche in % bezogen auf das Ausgangsmaterial
Fichtenholz	0.35	0.41	2.5	0.40	27.5	0.36	31.8
Buchenholz	0.44	0.54	1.4	0.34	62.1	0.21	19.8
Reisstroh	15.51	3.50	87.39	0.50	10.35	0.28	1.75

Diese Unterschiede des Ascheabspaltungszustandes haben ihren Ursprung in der Verschiedenheit der Aschebestandteile und der morphologischen Bedingungen.

Tabelle 3

		Gehalt in %	nach der ersten Behandlung		nach der zweiten Behandlung		nach der dritten Behandlung	
			Gehalt in %	Abspaltungsgrad in % bezogen auf das Ausgangsmaterial	Gehalt in %	Abspaltungsgrad in % bezogen auf das Ausgangsmaterial	Gehalt in %	Abspaltungsgrad in % bezogen auf das Ausgangsmaterial
	Mannan	6.73	0.35	95.6	0.22	2.3	0	2.1
Fichtenholz	Pentosan	9.84	9.24	21.8	5.08	47.1	6.24	7.35
Buchenholz	Pentosan	23.54	19.37	34.2	17.85	29.9	11.24	17.8
Reisstroh	Pentosan	25.00	26.77	40.0	20.15	28.5	10.10	20.2

Der abgespaltene Zustand von Pentosan bei Esomatsu ist stark verschieden von den zwei anderen. Pentosan aus Esomatsu wurde besonders durch Säurebehandlung beseitigt.

Das Abspaltungsverhalten von Lignin ist in Tabelle 4 ersichtlich.

Tabelle 4

	Ligningehalt in %	nach der ersten Behandlung		nach der zweiten Behandlung		nach der dritten Behandlung	
		Ligningehalt in %	Abspaltungsgrad in % bezogen auf das Ausgangsmaterial	Ligningehalt in %	Abspaltungsgrad in % bezogen auf das Ausgangsmaterial	Ligningehalt in %	Abspaltungsgrad in % bezogen auf das Ausgangsmaterial
Fichtenholz	32.40	28.90	25.81	16.40	43.21	0.51	30.42
Buchenholz	23.44	25.07	14.41	8.34	68.79	0.58	15.86
Reisstroh	15.20	8.50	68.59	8.36	9.91	1.04	19.59

Diese Ergebnisse lassen vermuten dass die Lignine von drei Arten Rohmaterialen etwas von einander verschieden seien, z. B. im Polymerisationsgrad der Bausteine und in der Art und Menge der Bausteine.

Im Hinblick auf den Verbrauch von Salpetersäure bei der Herstellung von 100 Teilen Zelstoff können wir schätzen, dass die Menge von auf Salpetersäure reagierendem Lignin folgende ist.

bei Esomatsu	64.5 Teile Lignin
bei Buche	39.8 Teile Lignin
bei Reisstroh	17.0 Teile Lignin

So mit kann man sagen, dass das Dreistufenaufschlussverfahren am geeignetsten ist nicht nur

Tabelle 5

	Aschegehalt in %	Benzol-Alkohol-Extrakt in %	Ligningehalt in %	Pentosangehalt in %	Alpha-Zellulosegehalt in %	Kupferzahl	Polymerisationsgrad
Fichtenholz (Salpetersäure)	0.36	0.62	0.51	6.34	88.28	2.19	810
Buchenholz (Salpetersäure)							
Reisstroh (Salpetersäure)	0.28	0.83	1.04	10.10	92.34	1.90	950
Fichtenholz (Sulfitverfahren)	0.20	1.43	0.57	2.94	92.51	2.40	950
Reisstroh (Sulfatverfahren)	0.30	1.86	0.68	11.20	86.60	1.30	780

wegen der guten Eigenschaften der Zellstoffe, wie schon in früheren Mitteilungen veröffentlicht wurde, sondern auch vom Gesichtspunkt der Anforderung an Salpetersäure aus.

Die Eigenschaften der drei Zellstoffe wurden in Tabelle 5 verglichen.

Da der Pentosangehalt im Vergleich zu anderen Bestandteilen reicher ist und das Pentosan bei der Herstellung von Viskose oft verschiedene Störungen zeigt, so wurde der Versuch über die Beseitigung des Pentosans durch Nachbehandlung und die Unterschiede zwischen dem Pentosan der drei Zellstoffe ausgeführt.

Denn die Säurenachbehandlung ist bei Zellstoffen nicht zur Beseitigung von Pentosan geeignet, und es wurden dazu die folgen den zwei Arten von Natronlaugebehandlung gewählt:

a) Natronlauge-Heissbehandlung:

Durch Behandlung mit verschiedenen konzentrierten Natronlauge bei 100°C. 2 Stunden lang gekocht, dabei die 20 fache Menge von Natronlauge gegen Zellstoff gebraucht.

b) Natronlauge-Kaltbehandlung:

Durch Behandlung mit verschiedenen konzentrierten Natronlauge bei 0°C. 2 Stunden lang getaucht, dabei auch die 20 fache Menge von Natronlauge gebraucht.

Die Ergebnisse sind in der Tabelle 6 und 3 enthalten.

Tabelle 6

	Behand- lungstem- peratur	Konzentration der Natronlauge in %					
		1 %	2 %	4 %	7 %	11%	17.5%
		Ausbeute in %	Ausbeute in %	Ausbeute in %	Ausbeute in %	Ausbeute in %	Ausbeute in %
Fichtenholzzellstoff	100°C	91.55	89.50	87.35	84.50	78.50	70.55
	0°C	98.00	96.75	93.80	78.77	75.95	84.00
Buchenholzzellstoff	100°C	91.25	90.40	84.50	79.00	69.55	64.25
	0°C	95.00	92.75	88.35	72.45	70.05	81.85
Reisstrohcellstoff	100°C	92.00	89.35	87.77	85.25	81.65	71.35
	0°C	96.00	95.85	95.00	85.25	78.75	86.25

Es gab einen grossen Unterschied zwischen der Behandlung bei 100°C und 0°C. Wie man aus der Figur 1, 2 und aus dem Japanischen Referate ersieht, ist die Ausbeute desto geringer je hoher die Konzentration der Natronlauge ist, aber bei 0°C zeigt die Ausbeute ein Minimum in 11% tigger Konzentration.

Pentosan wurde beseitigt bis zu 1-2% bei Hölzern und 3% bei Reisstroh.

Zusammenfassung:

Durch Vergleichung des Verhaltens der 3 Arten von Pflanzenstoffen gegen das Salpetersäure-aufschlussverfahren kann gesagt werden, dass dieses Dreistufenverfahren bei Reisstroh, im allgemeinen bei Gramineae am vorteilhaftesten benutzt werden kann, nicht nur wegen der guten Eigenschaften, sondern auch wegen des geringeren Verbrauches an Salpetersäure.

Tabelle 7

	Pentosangehalt der Zellstoffen in %	Temperatur bei der Natronlaugebehandlung	Konzentration der Natronlauge in %											
			1 %		2 %		4 %		7 %		11 %		17.5 %	
			Pentosangehalt in % nach der Behandlung	Durch die Behandlung abgespaltenes Pentosan in % bezogen auf den Ausgangszellstoff	Pentosangehalt in % nach der Behandlung	Durch die Behandlung abgespaltenes Pentosan in % bezogen auf den Ausgangszellstoff	Pentosangehalt in % nach der Behandlung	Durch die Behandlung abgespaltenes Pentosan in % bezogen auf den Ausgangszellstoff	Pentosangehalt in % nach der Behandlung	Durch die Behandlung abgespaltenes Pentosan in % bezogen auf den Ausgangszellstoff	Pentosangehalt in % nach der Behandlung	Durch die Behandlung abgespaltenes Pentosan in % bezogen auf den Ausgangszellstoff	Pentosangehalt in % nach der Behandlung	Durch die Behandlung abgespaltenes Pentosan in % bezogen auf den Ausgangszellstoff
Fichtenholz-zellstoff	6.24	100	5.95	12.59	5.40	22.61	4.91	31.39	3.87	47.72	2.31	70.11	1.57	82.25
		0	5.05	20.07	4.00	38.00	2.28	65.70	1.55	80.45	1.17	85.80	1.28	82.80
Buchenholz-zellstoff	11.24	100	11.30	8.30	10.75	13.61	6.45	51.59	5.14	63.95	2.52	84.43	2.00	88.61
		0	10.00	15.60	9.14	24.80	4.15	67.45	2.44	84.30	2.27	85.90	1.85	86.58
Reisstroh-zellstoff	10.10	100	8.20	25.35	7.41	34.51	4.65	59.68	4.22	64.45	3.60	70.95	3.22	76.55
		0	6.95	34.00	6.18	41.41	5.30	50.25	4.79	59.65	4.50	65.00	3.58	69.51

Bei der Nachbehandlung der Zellstoffe mit Natronlauge bei 100°C und 0°C gab es einen gründlichen Unterschied. Man kann den Pentosangehalt bei Reisstroh schwer unter 3% durch die Behandlung niederbringen, während bei Hölzern das Niederbringen unter 2% leicht erreichbar ist. Im allgemeinen ist es bemerkbar, dass das Pentosan von Gramineae schwerer abspaltbar ist, als das Pentosan von Nadelholz und Laubholz.

HERSTELLUNG DES ZELLSTOFFES IM SALPETERSÄUREAUFSCHLUSSVERFAHREN

19 MITTEILUG

HERSTELLUNG DES PENTOSANARMEN ZELLSTOFFES UND DES FURFUROLS AUS REISSTROH

von Isao, Shimoda Masao, Kono

(Eingegangen am 17. Sept. 1941.)

Als Vorbehandlung zur Beseitigung des Pentosans vor dem Dreistufen- und Zweistufensalpetersäureaufschlussverfahren wurde die Schwefelsäurebehandlung empfohlen.

Da es wünschenswert ist, nach der Vorbehandlung mit Schwefelsäure weiter noch Zellstoff zu