



**SUOMI—FINLAND**  
**(FI)**

**Patentti- ja rekisterihallitus**  
**Patent- och registerstyrelsen**

**[B] (11) KUULUTUSJULKAISU**  
**UTLÄGKNINGSSKRIFT 64668**

**C (45) Patentti arvoiltaan 18 12 1933**  
**Patentmodellat**

**(51) Kv.Ik. 3 Int.Cl. 3 D 21 C 3/00**

<b>(21) Patentihakemus — Patentsökning</b>	791211
<b>(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag</b>	12.04.79
<b>(23) Alkuperäisyys — Giltighetsdag</b>	12.04.79
<b>(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig</b>	16.10.79
<b>(44) Nähtävöksiapanon ja kuuljulkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad</b>	31.08.83
<b>(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet</b>	15.04.78

Saksan Liittotasavalta—Förbundsrepubliken  
Tyskland(DE) P 2816473.0

- (71) Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen, Saksan Liittotasavalta—Förbundsrepubliken Tyskland(DE)
- (72) Peter Schnegg, Odenthal, Heinz Ulrich Blank, Odenthal, Günther Klag, Leverkusen, Saksan Liittotasavalta—Förbundsrepubliken Tyskland(DE)
- (74) Oy Kolster Ab
- (54) Sellun valmistuksessa käytettävä dispersio - Dispersion för användning vid framställning av cellulosa

On selostettu (ks. esim. 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), että antrakinonilla, tietyillä antrakinonijohdannaisilla ja tietyillä diketohydroantraseeneilla on edullinen vaikutus tietyissä menetelmissä sellun valmistamiseksi ja valkaisuiseksi lignoselluloosat tuotteista, kuten puusta, oljesta ja murskatusta sokeriruo'osta, kun niitä käytetään 0,001-10 paino-%, laskettuna lignoselluloosa-aineesta. Antrakinonin, antrahydrokinonin sekä Diels-Alder-adduktien butadieenistä ja sen johdannaisista p-bentsokinonin tai 1,4-naftokinonin kanssa ohella suositellaan tätä varten näiden yhdisteiden mono- ja polyalkyyli-, alkoksi-, -amino-, -hydroksi- ja/tai -sulfo-johdannaisia. Seuraavassa näitä aineita nimitetään kokoavasti lisäaineiksi.

Näitä lisäaineita on yleensä saatavissa jauheiden muodossa. Tällaisten jauhemaisten lisäaineiden tuominen menetelmiin sellujen tuottamiseksi lignoselluloosa-aineista ja niiden valkaisuiseksi on kuitenkin ongelmallinen. Jos jauhemaiset lisäaineet lisätään käytettävään lignoselluloosa-aineeseen, on tällöin otettava huomioon, että lisäaineiden hienoimmat osat joutuvat pölynä ympäristöön, niin että ne ovat osittain poissa ajatellusta käytöstä, rasittavat lisäyspaikan lähellä työskenteleviä ihmisiä ja saattavat aiheuttaa pölyräjähdyksvaaran. Lisäksi on tarvittavien lisäaineiden suhteellisen vähäisen määrän tasainen jakaminen vaikeata. Lisäaineiden tasainen jajautuminen on kuitenkin toivottavaa yhtenäisen selluladun saavuttamiseksi.

Lisäaineiden tasainen jakautuminen vaikeutuu lisäksi sentähden, että lisäaineet ovat veteen ja sellun valmistuksessa käytettyihin vesipitoisiin elektrolyyttiliuoksiin yleensä hyvin niukkaliukoisia (esim. 1 l:aan vettä liukenee  $50^{\circ}\text{C}$ :ssa ainoastaan  $6 \cdot 10^{-4}$  g 9,10-antrakinia)

Lisäksi kustuvat lisäaineet veden ja vesipitoisten elektrolyyttiliuosten vaikutuksesta, sellaisina kuin niitä käytetään sellun valmistuksessa, niin huonosti, että jauhemaisten lisäaineiden hienompia osia ei voida ollenkaan tai hyvin huonosti sekoittaa mukaan, vaan kelluvat kostumattomina, mahdollisesti ilmaa sisäänsä sulkien, pinnalla. Lisäksi lisäaineilla on suhteellisen korkea ominaistiheys (esim. antrakinin ominaistiheys  $20^{\circ}\text{C}$ :ssa on  $1,438 \text{ g/cm}^3$ ), niin että jauhemaisten lisäaineiden karkeammat osat, jotka sekoittuvat veteen tai elektrolyyttiliuokseen, nopeasti jälleen laskeutuvat ja muodostavat lyhyen seisomisen jälkeen astian pohjalle tiiviin, vain vaivoin uudelleen leijutettavan kerroksen. Lisäaineiden lisääminen suoraan keittonesteeseen, lignoselluloosa-aineen ja keittonesteen seokseen tai veteen tai laimennettuun elektrolyyttiliuokseen lietettynä ei myöskään ole mikään keino saavuttaa varmuudella lisäaineiden tasainen jakautuminen.

Nyt keksittiin sellun valmistuksessa käytettäväksi dispersio, joka on tunnettu siitä, että se sisältää orgaanisia, syklisiä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältäviä yhdisteitä ja nestemäisen dispergoimisaineen, jolla on sama tai samankaltainen ominaistiheys kuin näillä orgaanisia, syklisiä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävillä yhdisteillä.

Tässä ja seuraavassa ymmärretään käsitteellä sellun valmistus kaikkia menetelmiä ja menetelmävaiheita, joissa ligniinin ligniiniä ja selluloosaa sisältävissä aineissa vaikutetaan kemiallisella tavalla. Esimerkkejä tällaisista ovat alkaliset, neutraalit ja happamat sellutusmenetelmät lignoselluloosa-aineille, kuten puulle, oljelle, murskatulle sokeriruo'olle ja ruohonkorsille, sekä valkaisumenetelmät osittain tai pitkälle sellutetuille lignoselluloosa-aineille.

Orgaanisina, syklisinä keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävinä yhdisteinä tulevat kysymykseen varsinkin karbosykliset yhdisteet, esim. mono-, di- ja/tai polysykliset yhdisteet, erityisesti mono-, di- ja/tai trisykliset yhdisteet, erityisen edullisesti trisykliset yhdisteet, varsinkin sellaiset, joissa on kondensoituja renkaita, joissa on kaksi keto- ja/tai hydroksiryhmää, ja jotka ilman keto- ja hydroksiryhmiä ja/tai muita substituentteja ovat edullisesti hiilivetyjä. Edullisesti tulevat tällöin kysymykseen p-bentsokinoni, 1,4-naftokinoni, 9,10-antrakinoni, 1,3-dieenien, esim. substituomattoman tai substituoidun butadieenin Diels-Alder-adduktit p-bentsokinonin ja/tai 1,4-naftokinonin kanssa ja/tai niiden mono- ja polyalkyyli-, -hydroksi-, -amino-, -alkoksi-, -alkyyliamino- ja/tai -sulfojohdannaiset. Alakyyli-, alkoksi- ja alkyliaminoryhmät sisältävät kukin esim. 1-12, edullisesti 1-4 C-atomia. Keksinnön mukaiset dispersiot voivat sisältää esim. 9,10-antrakinonia, 2-metyyli-antrakinonia, 2-etyyli-antrakinonia, 2,3-dimetyyli-9,10-antrakinonia, 2,6-dimetyyli-antrakinonia, 2,7-dimetyyli-antrakinonia, 2-amino-antrakinonia, 1-metoksiantrakinonia, 1,4,4a,9a-tetrahydro-9,10-diketoantraseenia, 2-etyyli-1,4,4a,9a-tetrahydro-9,10-diketoantraseenia, 2,3-dimetyyli-1,4,4a,9a-tetrahydro-9,10-diketoantraseenia, 1,4,4a,5,8,8a,9a,10a-oktahydro-9,10-diketoantraseenia, 1,3-dimetyyli-1,4,4a,9a-tetrahydro-9,10-diketoantraseenia ja 2,3,6,7-tetrametyyli-1,4,4a,5,8,8a,9a,10a-oktahydro-9,10-diketoantraseenia.

Lisäksi voidaan käyttää sellaisia yhdisteitä, jotka ovat edellä mainittujen yhdisteiden pelkistettyjä muotoja, joissa ketoryhmien sijasta on hydroksiryhmiä, esim. hydrokinonia tai antrahydrokinonia. Keksinnön mukainen dispersio voi sisältää kahta tai useampaa tällaista yhdistettä, varsinkin kahta tai useampaa yhdistettä, joiden ominaistiheydet ovat lähellä toisiaan. On myös

mahdollista käyttää yhdisteitä, joissa on kaksi tai useampia mainituista substituenteista, esim. hydroksi- ja aminoryhmiä. Edullisesti sisältää keksinnön mukainen dispersio kuitenkin vain yhden näistä aineista, aivan erityisen edullisesti 9,10-antrakinonia. Seuraavassa nimitetään orgaanisia, syklisiä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältäviä yhdisteitä dispergoituiksi aineiksi.

Dispergoituilla aineilla, esim. monosyklisillä, disyklisillä ja/tai polysyklisillä keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävillä yhdisteillä, varsinkin 9,10-antrakinonilla voi olla mitä erilaisimmat raekoot. Dispergoidut aineet voivat esim, erityisesti 9,10-antrakinoni, koostua vähintään 80 paino-%:sta osasia, joiden raekoko on väliltä 1  $\mu\text{m}$  - 5 mm. Dispergoitujen aineiden, erityisesti antrakinonin, hiukkaskoko voi olla myös väliltä n. 50-500  $\mu\text{m}$ , jolloin suurin osa osasista on väliltä n. 200-300  $\mu\text{m}$ . Raekokojakaumalla ei ole erikoisempaa merkitystä. Raekokojakauma voi olla suhteellisen kapealla alueella jonkun keskiarvon ympärillä, mutta se voi myös ulottua koko edellä mainitulle alueelle ja sen ulkopuolelle. Mitä 9,10-antrakinonin käyttöön tulee, on tällä se etu, että antrakinoni voidaan viedä keksinnön mukaiseen dispersioon sellaisena kuin se yleensä teknisessä valmistuksessa saadaan.

Dispergoimisaineiksi keksinnön mukaiselle dispersiolle soveltuvat nesteet, joilla on sama tai samankaltainen ominaistiheys kuin dispergoidulla aineella tai dispergoituilla aineilla. Nesteillä ymmärretään tässä puhtaita juoksevia aineita, liuoksia ja dispersioita. Dispergoimisaine voi olla esim. elektrolyyttien vesipitoinen liuos, jonka ominaistiheys on väliltä 1,2-1,6  $\text{g/cm}^3$ . Tapauksessa, jossa dispergoituna aineena on 9,10-antrakinoni, on dispergoimisaineen ominaistiheys edullisesti 1,35-1,5  $\text{g/cm}^3$ , erityisen edullisesti 1,4-1,45  $\text{g/cm}^3$ .

Elektrolyyttien vesipitoinen liuos voi olla esimerkiksi jaksottaisen järjestelmän ensimmäisen ja/tai toisen pääryhmän metallien oksidien, hydroksidien ja/tai suolojen liuos ja/tai typpiemästen ja/tai typpiemästen suolojen liuos tai happoliuos. Jaksottaisen järjestelmän ensimmäinen ja toinen pääryhmä ovat ryhmiksi Ia ja IIa nimitettyjä ryhmiä, ks. esim. teoksen "Advanced Inorganic Chemistry" toinen painos, Cotton & Wilkinson, viimeisiä sivuja. Yksinkertaisin esikokein tai hakemalla vastaavista taulu-

koita voidaan helposti määrittää, mitkä näistä elektrolyyteistä liukenevat veteen sellaisissa määrissä, että syntyy liuoksia, joilla on toivottu ominaistiheys.

Edullisesti vesipitoinen liuos on natriumin, kaliumin, kalsiumin ja/tai magnesiumin oksidien, hydroksidien, sulfidien, sulfiittien, bisulfiittien, sulfaattien, tiosulfaattien ja/tai karbonaattien liuos. Typpiämsinä tulevat kysymykseen esim. alkyylimiamiinit, hydroksyylimiamiinit tai alkyleeniamiinit, kuten etyleenidiamiini, propyyliamiini ja/tai etanoliamiini, typpiämsien suoloina esim. ammoniumsuolat, kuten happoadditiosuolat tai kvaternäariset suolat. Esimerkkejä hapoista ovat rikkihappo, fosforihappo ja typpihappo. Erityisen edullinen vesipitoinen liuos on natriumhydroksidin, natriumsulfidin, natriumsulfiitin, natriumbisulfiitin, natriumsulfaatin, natriumtiosulfaatin, natriumkarbonaatin, kaliumsulfidin, magnesiumbisulfiitin, kalsiumbisulfiitin ja/tai ammoniumsulfiitin tai rikkihapon liuos. Erityisen edullisesti vesipitoinen liuos on natriumhydroksidin, natriumbisulfiitin ja/tai natriumtiosulfaatin liuos. Ei ole tarpeen rajoittaa yhteen ainoaan esitettyistä elektrolyyteistä. Pikemminkin voidaan käyttää myös edellä esitettyjen elektrolyyttien seosten liuoksia tai suspensioita. On edullista käyttää tällaisia vesipitoisia elektrolyyttien liuoksia niin pian kun niitä voidaan ottaa sellutehtaiden eri paikoista. Kyseessä olevassa tapauksessa voidaan elektrolyyttiliuoksia, jotka voidaan ottaa sellutehtaiden eri paikoista, väkevöimisen, esim. veden höyrystämisen jälkeen tai sen jälkeen kun on lisätty uusia määriä elektrolyyttejä, käyttää dispergoimisaineina. Dispergoimisaineina voidaan esim., mahdollisesti vastaavan tiheyden asettamisen jälkeen haihduttamalla vettä tai lisäämällä uusia elektrolyyttimääriä, käyttää niin sanottuja valkolipeitä, keittolipeitä, mustalipeitä, vahvalipeitä ja/tai viherlipeitä.

Tässä ja seuraavassa ymmärretään näillä käsitteillä seuraavia liuoksia:

Keittolipeäksi nimitetään liuoksia, jotka ennen sellutusta saatetaan yhteen lignoselluloosa-aineen kanssa. Ne voivat vaihdella koostumukseltaan kulloinkin sellutettavan lignoselluloosa-aineen laadun mukaan ja käytetyn sellutusmenetelmän laadun ja aineosien väkevyyden mukaan laajoissa rajoissa. Keittolipeä voi

sisältää esim. 8-22 paino-% alkalimetalliemästä ilmaistuna prosentteina vaikuttavaa alkalia, laskettuna lignoselluloosa-aineen painosta, ja tämän ohella normaalisti myös alkalimetallikarbonaattia. Mutta keittolipeä voi myös sisältää esim. 8-15 paino-% alkalimetalliemästä, ilmaistuna prosentteina vaikuttavaa alkalia (APPI I-120 S 61) ja 5-40 paino-% alkalimetallisulfidia, ilmaistuna sulfiditeetti-prosenttina (TAPPI T-1203 03-61), laskettuna selluloosa-aineesta. Tämä keittolipeä sisältää normaalisti myös alkalimetallisulfaattia ja alkalikarbonaattia, mahdollisesti myös rikkiä 1-5 paino-%:n määrän.

Mustalipeiksi nimitetään lignoselluloosa-aineen tapahtuneen sellutuksen jälkeen sellusta erotettuja käytettyjä keittolipeitä. Nämä sisältävät orgaanisina aineosina selluloosan liuenneita sivuaineita, esim. ligniinisulfonaatteja ja/tai alkaliligniinejä, mahdollisesti myös hemiselluloosia ja lignoselluloosa-aineen aineosien pienmolekyylisiä muuttumistuotteita, epäorgaanisina aineosina esim. pääasiallisesti alkalimetallisulfaattia ja alkalimetallikarbonaattia sekä happamiin orgaanisiin aineisiin sidottua alkalimetalliemästä, tämän ohella normaalisti myös vapaata alkalimetalliemästä, alkalisulfidia, alkalisulfiittia ja alkali-tiosulfaattia. Mustalipeiden ominaistiheys voi liuenneiden aineiden pitoisuudesta riippuen olla esim. väliltä 1,05-1,40 g/cm<sup>3</sup>. Kuiva-ainepitoisuus voi olla esim. väliltä 10-70 paino-%.

Vahvalipeäksi nimitetään niitä mustalipeitä, jotka suuresta kuiva-ainepitoisuudesta, esim. yli 50 paino-%, johtuen ovat huoneen lämpötilassa hyvin viskoosisia. Vahvalipeitä voidaan kulloisenkin sellutusmenetelmän mukaan saada välittömästi sellun erottamisen jälkeen tai haihuttamalla mustalipeitä, joiden kuiva-ainepitoisuus on pieni.

Viherlipeiksi nimitetään liuoksia, jotka sisältävät esim. 5-20 paino-% alkalimetallikarbonaattia ja esim. 1-5 paino-% alkalimetallisulfidia ja jotka valmistetaan vedestä ja siitä suolasulatteesta, joka saadaan poltettaessa vahvalipeiden orgaaniset aineosat. Normaalisti sisältävät viherlipeät myös natriumsulfaattia, natriumsulfiittia, natriumtiosulfaattia ja rikkiä. Viherlipeän ominaistiheys on esim. väliltä 1,1-1,30 g/cm<sup>3</sup>.

Viherlipeästä poltetulla kalkilla saatuja lipeitä nimitetään valkolipeiksi. Valkolipeät sisältävät esim. 80-200 g alkali-

64668

metalliemästä, 10-80 g alkalimetallisulfidia ja 20-50 g alkalimetallikarbonaattia litraa kohti liuosta. Normaalisti ne vielä sisältävät alkalimetallisulfiittia, alkalimetallisulfaattia ja alkalimetallitiosulfaattia, mahdollisesti myös rikkiä. Niiden kuiva-ainepitoisuus on esim. n. 10-35 paino-%. Valkolipeiden ominais- tiheys on esim. väliltä 1,1-1,3 g/cm<sup>3</sup>.

Keksinnön mukaisen dispersion väkevyys dispergoitujen aineiden suhteen voidaan laajoissa rajoissa asettaa mielivaltaisesti. Käytännön rajat määräytyvät dispergoitujen aineiden pitoisuuden ollessa suuri pumpattavuusvaatimuksesta ja dispergoitujen aineiden pitoisuuden ollessa pieni suhteessa dispergoituun aineeseen suuresta elektrolyyttimäärästä. Dispergoitujen aineiden pitoisuus keksinnön mukaisessa dispersiossa voi olla esim. 5-70 paino-%, edullisesti 30-60 paino-%.

Keksinnön mukaisen dispersion eräs erikoinen suoritusmuoto on tunnettu siitä, että se lisäksi sisältää kostutusainetta. Kostutusaineena tulevat kysymykseen kationiset, anioniset tai ei-ioniset kostutusaineet, edullisesti sellaiset, joita menetelmässä sellun valmistamiseksi saadaan sivutuotteina. Esim. näistä ovat mustalipeä, vahvalipeä ja/tai niistä saatavat ligniinisulfonaatit tai alkaliligniinit. Kostutusaineita voidaan, laskettuna dispersion painosta, lisätä määrissä väliltä esim. 0,01-20 %, edullisesti 0,05-10 %. Kostutusaineiden lisääminen voi tapahtua esim. niin, että ennen dispersion valmistamista dispergoitavaan jauhemaiseen aineeseen lisätään jauhemaista kostutusainetta. Kostutusaine voidaan myös lisätä juoksevaan dispergoimisaineeseen juoksevassa tai kiinteässä muodossa.

Keksinnön mukaisten dispersioiden eräs toinen erikoinen suoritusmuoto on tunnettu siitä, että se lisäksi sisältää viskoositeettiä korottavia aineita. Viskositeettiä korottavina aineina tulevat kysymykseen esim. vesiliukoiset polymeeriyhdisteet, kuten polyvinyylialkoholi ja/tai metyyliiselluloosa. Voidaan käyttää myös vahvalipeää, ts. n. 50-70 %:n kuiva-ainepitoisuuteen haihdutettua mustalipeää. Puhdas vahvalipeä, jonka kuiva-ainepitoisuus on esim. 64 % ja joka 20<sup>o</sup>:ssa on hyvin viskoosinen massa, muodostaa esim. 80<sup>o</sup>C:ssa, huolimatta ainoastaan 1,25 g/cm<sup>3</sup> ominaistiheydestä, antrakininonin kanssa pysyvän dispersion. Vahvalipeän edullinen viskositeettia korottava vaikutus vaikuttaa vielä seoksissa,

joissa on 60 osaa vahvalipeätä ja 40 osaa vettä, tai seoksissa joissa on 50 osaa vahvalipeätä ja 50 osaa valkolipeää. Viskositeettiä korottavina aineina voidaan käyttää myös epäorgaanisia aineita, kuten polysilikaatteja, esim. sulatteesta saatua pihappoa, jonka ominaispinta-ala on n.  $380 \text{ m}^3/\text{g}$ . Epäorgaanisen, viskositeettiä nostavan vaiheen käyttö ei normaalisti ole erityisen edullinen, koska nämä eivät poistu polttamalla ja voivat rikastua sellun valmistusmenetelmässä. Sen tähden käytetään erityisen edullisesti viskositeettiä nostavina aineina polyvinyylialkoholia ja metyyli-selluloosaa. Vahvalipeän tai vahvalipeää sisältävien seosten veden tai elektrolyyttiliuosten kanssa käyttö on samoin edullista. Dispergoimisaine voi sisältää polyvinyylialkoholia ja/tai metyyli-selluloosaa määrissä väliltä 5-20 paino-%, vahvalipeää väliltä esim. 50-100 paino-%.

Keksinnön mukaisella dispersiolla, joka sisältää viskositeettiä korottavia aineita, on se etu, että tämä dispersio on myös pysyvä, kun dispergoimisaineen ominaistiheys merkittävästi poikkeaa dispergoitun aineen ominaistiheydestä.

Sentähden voidaan viskositeettiä korottavien aineiden läsnäollessa dispergoimisaineena käyttää suhteellisen vähäisesti väkevöityä elektrolyyttiliuosta. Dispersioita, jotka sisältävät 9,10-antrakinia (antrakinin ominaistiheys  $20^\circ\text{C}$ :ssa on  $1,438 \text{ g}/\text{cm}^3$ ) saadaan esim. viskositeettiä korottavien aineiden läsnäollessa jo, kun dispergoimisaineen ominaistiheys on n.  $1,25 \text{ g}/\text{cm}^3$ . Näin voidaan osa elektrolyytistä säästää dispergoimisaineen valmistusta varten.

Samankaltainen vaikutus kuin viskositeettiä korottavien aineiden lisäämisellä saadaan keksinnön mukaisilla dispersioilla, kun dispergoimisaineena käytetään kannindispersiota. Käsitteellä kannindispersio ymmärretään tässä ja jatkossa dispergoimisainetta, joka jo ennen orgaanisten, syklisten keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävien yhdisteiden lisäämistä, on dispersiona. Tällaisia kannindispersioita voidaan saada esim. kun vahvalipeää tai mustalipeää saatetaan yhteen edellä kuvatunlaisten väkevöityjen vesipitoisten elektrolyyttiliuosten tai edellä kuvatunlaisten kiinteiden elektrolyyttien, erityisesti natronlipeän tai natriumhydroksidin kanssa. Kannindispersioiden käytöllä on se erikoinen etu, että käyttämällä prosessin omia jätteaineita vähennetyllä elektrolyytti-



määrällä saadaan huoneenlämpötilassa ongelmattomasti käsiteltävä dispersio.

Lämpötila ei ole valmistettaessa, varastoitaessa ja käytettäessä keksinnön mukaista dispersiota ratkaiseva suure ja se voidaan laajoissa rajoissa valita mielivaltaisesti. Käytännön alempana rajana on pidetty ympäristön lämpötilaa ja käytännön ylempänä arvona lämpötilaa, jossa normaalipaineessa haihtuu oleellisia määriä vettä samalla dispergoimisaineen ominaistihyettä siirtäen.

Käytettäessä vahvalipeää kostutusaineena, viskositeettiä nostavana aineena ja/tai komponenttina kannindispersiön muodostamiseksi on suositeltavaa työskennellä lämpötilassa väliltä 50-90°C, koska vahvalipeä joutuessaan kosketukseen kylmän veden tai kylmän elektrolyyttiliuoksen kanssa jähmettyy ja vain vähitellen liukenee tai dispergoituu.

Keksinnön mukaisen dispersiön valmistus voi tapahtua eri tavoilla. Dispergoitava aine voidaan esim. lisätä sekoittaen ennalta valmistettuun dispergoimisaineeseen. Kun dispergoimisaine koostuu kahdesta tai useammasta osasta, on lisäämisjärjestys vapaasti valittavissa. Dispergoitava aine voidaan lisätä sekoittaen ennalta valmistettuun, mahdollisesti kostutusaineen ja/tai viskositeettiä korottavan aineen ja/tai kanninsuspension sisältävään dispergoimisaineeseen. Dispergoitava aine voidaan myös lisätä sekoittaen tiheydeltään samaan tai samankaltaiseen vesipitoiseen elektrolyyttiliuokseen ja sen jälkeen sekoittaa kostutusaineen ja/tai viskositeettiä korottavan aineen kanssa. Voidaan menetellä myös niin, että dispergoitava aine ensin sekoitetaan kostutusaineen kanssa jähmeässä tai juoksevassa muodossa ja tämä seos sitten vietään elektrolyyttiliuokseen. Edelleen voidaan dispergoitava aine sekoittaa jähmeään elektrolyyttiin, esim. kiinteän natriumhydroksidin kanssa, mahdollisesti yhdessä jonkun kostutusaineen kanssa ja tähän seokseen lisätä vettä tai lisätä tämä seos veteen. Dispergoitava aine voidaan myös dispergoida vahvalipeään ja sitten lisätä elektrolyyttiliuos, jolloin syntyy kannindispersio.

Eräs erityisen edullinen dispersio keksinnön mukaisten dispersioiden puitteissa on tunnettu siitä, että se sisältää 30-60 paino-% 9,10-antrakinia, jonka osasista vähintään 80 % on kooltaan

väliltä 50-500  $\mu\text{m}$ , ja 40-70 paino-% vesipitoista liuosta, joka sisältää natriumhydroksidia, natriumsulfidia, natriumsulfiittia, natriumtiosulfaattia, natriumkarbonaattia, magnesiumbisulfiittia, kalsiumbisulfiittia ja/tai ammoniumsulfiittia tai rikkihappoa ja jonka tiheys on väliltä 1,35-1,5  $\text{g}/\text{cm}^3$ , sekä 0,05 - 10 paino-% kostutusainetta ja jossa mahdollisesti vesipitoinen liuos 50-100 paino-%:sesti on korvattu vahvalipeällä tai kannindispersiolla. Eräällä aivan erityisesti dispersiolla keksinnön mukaisten dispersioiden puitteissa on edellä esitetyt tunnusarvot, jolloin vesipitoinen liuos sisältää natriumhydroksidia, natriumbisulfiittia ja/tai natriumtiosulfaattia.

Keksinnön mukaisella dispersiolla, varsinkin antrakinia sisältävällä dispersiolla, on käyttöä menetelmissä sellun valmistamiseksi. Keksinnön mukainen dispersio voidaan sellun valmistuksessa syöttää ennen keittämistä, edullisesti kuitenkin jo ennen imeyttämistä, jossa lignoselluloosa-aine 80-100°C:een lämpötilassa upotetaan sellutuskemikaalien vesipitoiseen liuokseen. Sellutuskemikaalien vesipitoinen liuos toimii myös kuljetusväliaineena imeyttimeen ja/tai keittimen täyttämiseksi lignoselluloosa-aineella. Keksinnön mukainen dispersio, varsinkin antrakinia sisältävä dispersio voidaan annostellen pumpata takaisinvirtaavaan liuokseen tai hakkeellakuormattuun liuokseen, mahdollisesti myös välittömästi imeyttimeen tai keittimeen. Tällöin antrakini yleensä liukenee ja voi siten molekyyllisesti jakautuen tunkeutua hakkeeseen imeytysvaiheessa. Tästä on seurauksena, että saadaan laadultaan yhtenäisiä selluja.

Sellun valmistuksessa käytettävän keksinnön mukaisen dispersion määrä ja koostumus voidaan mitoittaa niin, että sellutusliuokseen lisätään esim. 0,01-1,0 paino-% sellutukseen tarvittavasta kemikaalimäärästä keksinnön mukaisen dispersion muodossa. Eräässä sellun valmistusmenetelmässä, jossa sellutuskemikaalien palautus on esim. 99 %, on vastaavasti 0,01-1,0-kertainen määrä sellutuskemikaaleja tuotava tuoreena häviöiden tasaamiseksi.

Keksinnön mukaisella dispersiolla, varsinkin antrakinia sisältävällä dispersiolla on joukko etuja. Niinpä näiden dispersioiden valmistaminen on yksinkertaista ja voi tapahtua ilman erikoislaitteita. Keksinnön mukainen dispersio on pumpattava, ts. sitä

voidaan dispersioiden pumppaamiseen sopivilla pumpuilla, esim. letkupuristuspumpulla, epäkeskokierukkapumpulla tai mäntäpumpulla annostella ja kuljettaa putkijohtojen läpi. Keksinnön mukainen dispersio on pidemmän aikaa pysyvä. Sitä voidaan varastoida ainakin muutamia päiviä, yleensä yksi tai useampia viikkoja, jolloin dispergoituneet aineet eivät laskeudu tai nouse pinnalle ollenkaan tai niin vähän, että ne yksinkertaisin keinoin, esim. hitaasti toimivalla sekoittimella voidaan jälleen palauttaa dispergoituun tilaan. Tällä on se etu, että suurempi määrä dispersiota voidaan valmistaa yhdellä kertaa ja sen annostelu voi sitten tapahtua esim. yksinkertaisella tilavuus- tai määrämittauksella.

Keksinnön mukaisen dispersiovalmistuksen valmistus voi tapahtua paikallisesti erillään sellun valmistuksesta, esim. antrakininonin valmistajan luona. Tässä tapauksessa voidaan sellun valmistajan käyttöön tarjota valmis dispersio. Keksinnön mukaisen dispersiovalmistuksen valmistus voi kuitenkin tapahtua myös sellun valmistajan luona, koska esim. lukuunottamatta dispergoitavaa ainetta voidaan käyttää vain sellaisia aineita, jotka tietenkin ovat sellun valmistuksessa käyttökelpoisia ja/tai joita tällöin saadaan. Tässä tapauksessa on tarpeen kuljettaa vain puhdas vaikutusaine, esim. antrakinoni.

Keksinnön mukaisen dispersiovalmistuksen annostelu on varsin yksinkertaista. Annostelupumpun annettulla syöttöteholla voidaan dispergoituneen aineen annostelua sellun valmistuslaitteistoon vaihdella, asettamalla suurempia dispergoituneen aineen pitoisuuksia lisäämällä jauhe- maista dispergoitavaa ainetta ja pienempiä dispergoituneen aineen pitoisuuksia lisäämällä dispergoimisainetta. Täten voidaan keksinnön mukainen dispersio sovittaa sellun valmistuksen käyttövaatimusten mukaiseksi ja muunnella sitä muuttamatta annostelupumpun tehoa.

Käyttämällä keksinnön mukaista dispersiota menetelmissä sellun valmistamiseksi, sellun valkaisuun mukaanlukien, voidaan orgaanisten, syklisten, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävien aineiden läsnäolon edullisia vaikutuksia optimaalisesti käyttää hyväksi, ilman että tästä koituu haittoja. Keksinnön mukaisen dispersiovalmistuksen orgaaniset aineosat palavat mukana prosessijätevesiä poltettaessa. Keksinnön mukaisen dispersiovalmistuksen epäorgaaniset aineosat, varsinkin vesipitoiset elektrolyyttiliuokset, voidaan valita niin, että prosessilla vieraita aineita ei joudu kulloiseenkin sellun valmistusmenetelmään. Lisäksi voidaan epäorgaaniset aineosat sovittaa jo-

kaista sellunvalmistusmenetelmää varten. Tällöin eivät prosessille vieraat aineet pääse rikastumaan, mikä nykyaikaisissa sellun valmistusmenetelmissä, joissa sellutuskemikaaleja kuljetetaan piirissä, on erityisen merkityksellistä.

On todella yllättävää todeta, että keksinnön mukainen dispersio täydellisesti täyttää käyttöä varten sellun valmistuksessa, sellun valkaisu mukaanluettuna, asetettavat vaatimukset. Pysyviä dispersioita saadaan nimittäin tavallisesti vain silloin, kun dispergoitujen osasten hiukkaskoko on kolloidiosasten suuruusluokkaa. Karkeammassa dispersioissa laskeutuvat dispergoituneet osaset normaalisti ennemmin tai myöhemmin (ks. Römpp, Chemielexikon, 6. painos, sivu 6286 (1966)). Kolloidiosasia voidaan saada vain kalliissa jauhatusmenetelmissä. Tällaisia jauhatusmenetelmiä ei tarvita keksinnön mukaista dispersiota valmistettaessa.

Edelleen oli yllättävää, että keksinnön mukainen dispersio voidaan valmistaa dispergoimisaineiden kanssa, jotka tekevät mahdollisesti sovittamisen kulloisellekin sellun valmistusmenetelmälle, koska dispergoimisaineet voidaan valita suuresta joukosta. Täten voidaan käytännöllisesti jokaista tavallista sellun valmistusmenetelmää varten asettaa käyttöön keksinnön mukainen dispersio, jossa ei ole tarpeen tuoda mukaan prosessilla vieraita aineita.

Edelleen keksittiin menetelmä sellun valmistamiseksi lignoselluloosa-aineista orgaanisten, syklisten, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävien yhdisteiden läsnäollessa, menetelmän ollessa tunnettu siitä, että orgaanisia, syklisiä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältäviä yhdisteitä käytetään edellä kuvattujen dispersioiden muodossa. Lukuunottamatta keksinnön mukaisen dispersioiden käyttöä voidaan tämä menetelmä toteuttaa sinänsä tunnetulla tavalla. Tämä menetelmä voidaan toteuttaa esim. selluttamalla lignoselluloosa-aineita sulfiittiliuoksessa, joka voi olla hapan, neutraali tai alkalinen, ja lisäämällä sellutusliuokseen ennen tai jälkeen lignoselluloosa-ainetta keksinnön mukaista dispersiota. Keksinnön mukaista dispersiota voidaan käyttää myös tunnetuissa sellun valmistusmenetelmissä, joita nimitetään sulfaattimenetelmäksi, soodamenetelmäksi ja polysulfidimenetelmäksi. Edelleen voidaan keksinnön mukaista dispersiota käyttää tunnetussa happi-alkalimenetelmässä sellun valmistamiseksi ja/tai sellun valmistusta varten tunnetuissa valkaisumenetelmissä.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä sellun valmistamiseksi ja sellun valkaisuun voidaan keksinnön mukaista dispersiota käyttää esim. sellaisessa määrässä, että 0,01-1,0 paino-% kulloisessakin menetelmässä tarvittavasta kemikaalimäärästä lisätään keksinnön mukaisen dispersioiden muodossa.

Edullisesti käytetään keksinnön mukaisessa menetelmässä 9,10-antrakinaonia keksinnön mukaisten dispersioiden muodossa. Erityisen edullista on tällöin käyttää keksinnön mukaisten dispersioiden puitteissa erityisen edulliseksi todettua dispersiota.

Keksinnön mukaisella menetelmällä on joukko etuja. Niinpä on esimerkiksi orgaanisten, syklisten, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävien yhdisteiden annosteluja ja tasainen jakaminen mahdollista ilman vaikeuksia ja tämän seurauksena saadaan laadultaan yhtenäisiä selluja. Edelleen on mahdollista toteuttaa ihanteellisissa olosuhteissa laboratoriomittakaavassa todetut orgaanisten, syklisten, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävien yhdisteiden lisäämisen positiiviset vaikutukset sellun valmistuslaitoksissa teollisessa mittakaavassa.

Laboratoriokokeissa lignoselluloosa-ainetta esim. liikuteltiin sellutus- tai valkaisuunesteessä, mikä helpottaa lisäaineiden jakautumista. Suurteollisuuden sellun valmistuslaitoksissa on asia näin ainoastaan toissijaisessa määrin ja siten lisäaineiden jakautuminen vaikeutuu, jos niitä ei käytetä keksinnön mukaisen dispersioiden muodossa.

#### Esimerkkejä

Mikäli toisin ei ole esitetty, käytettiin esimerkeissä antrakinaonia, sellaisena kuin sitä saadaan teknisestä valmistusprosessista. 80 paino-%:lla tästä antrakinaonista oli raekoko väliltä 100-500  $\mu\text{m}$ .

#### Esimerkki 1

50 g 9,10-antrakinaonia lisätään sekoittaen 50 g:aan 41-%:ista natronlipeää (ominaistiheys  $1,44 \text{ g/cm}^3$ ). Antrakinaoni kostutetaan hyvin ja saadaan paksuhko pumpattava dispersio, jonka kiintoainiosa seurauksena sisäänsulkeutuneista ilmarakkuloista muutaman päivän kuluessa nousee pintaan. Dispersiota hitaasti sekoittamalla päästään homogeeniseen jakautumiseen.

Esimerkki 2

20 g 9,10-antrakinonia lisätään sekoittaen seokseen, jossa on 75 g 41-%ista natronlipeää ja 5 g mustalipeää ja jonka ominaistiheys on  $1,1 \text{ g/cm}^3$  ja kuiva-ainepitoisuus 16,4 paino-%. Saadaan tasainen helppojuoksuinen dispersio. Jos sisäänsuljetun ilman annetaan n. 24 tunnin liikkumatta seisomisen jälkeen varovaisella sekoittamisella poistua, on dispersio pysyvä monia viikkoja.

Esimerkki 3

5500 g 9,10-antrakinonia lisätään sekoittaen seokseen, jossa on 4000 g 41-%:ista natronlipeää ja 500 g mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää.

Paksua notkeaa, lievästi tiksotrooppista dispersiota voidaan erinomaisesti pumpata eikä siinä viikkojenkaan jälkeen näy taipumusta erottumiseen.

Esimerkki 4

5 g 9,10-antrakinonia sekoitetaan vähitellen seoksen kanssa, jossa on 90 g 41-%:ista natronlipeää ja 5 g mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää. Saatu hyvin helppojuoksuinen dispersio ei nouse pintaan eikä liioin laskeudu pohjalle.

Esimerkki 5 (vertailuesimerkki)

40 g 9,10-antrakinonia lisätään sekoittaen seokseen, jossa on 55 g vettä ja 5 g mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää. Antrakinoni kostuu täysin ja muodostuu suhteellisen helppojuoksuisen dispersion, jossa kuitenkin lyhyen ajan kuluttua alkaa erottuminen. Muutamien päivien kuluttua on kiinteä aine tiivistynyt kovaksi pohjakerrokseksi, jota käytännöllisesti ei enää voida sekoittaa.

Esimerkki 6

40 g 9,10-antrakinonia lisätään sekoittaen seokseen, jossa on 55 g 37-%:ista natronlipeää (ominaistiheys  $1,40 \text{ g/cm}^3$ ) ja 5 g mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää. Antrakinoni kostuu helposti paksujuoksuiseksi, pumppaamalla hyvin annosteltavaksi dispersioksi. Muutaman päivän kuluttua on antrakinoni laskeutunut löyhästi astian pohjalle.

Esimerkki 7

40 g:sta 9,10-antrakinonia, 55 g:sta 50-%ista natronlipeää (ominaistiheys  $1,53 \text{ g/cm}^3$ ) ja 5 g:sta mustalipeää, joka vastaa

esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää, valmistettu dispersio jättää kiinteän aineen kellumaan. 24 tunnin kuluttua on dispersio vielä yksinkertaisesti uudelleen valmistettavissa. 14 päivän kuluttua on kiintoainekerros kuitenkin tiivistynyt paksuksi sitkeäksi kalvoksi, niin että dispersion uudelleenvalmistus on vaikeutunut. Jo hitaalla sekoittamisella voidaan erottuminen välttää.

#### Esimerkki 8

40 g 9,10-antrakinia lisätään sekoittaen seokseen, jossa on 55 g 41-%:ista natronlipeää ja 2 g vahvalipeää, jonka ominaistihyys on  $1,30 \text{ g/cm}^3$  ja kuiva-ainepitoisuus 64 paino-% ja jota ennen yhdistämistä natronlipeän kanssa laimennettiin 3 g:lla vettä. Useita viikkoja pysyvässä dispersiossa ei näy eroa verrattuna samoin väkevöityyn dispersioon, jonka valmistuksessa kuitenkin käytettiin 5 g mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää, kostutusaineena.

#### Esimerkki 9

100 osaa 9,10-antrakinia sekoitetaan jauhaen myllyssä 1 osan kanssa eristettyä kuivaa ligniinisulfoaattia. Antrakinin hiukkaskoko oli tämän jälkeen n. 40-100  $\mu\text{m}$ . 50,5 g tätä seosta lisätään sekoittaen 49,5 g:aan 41-%:sta natronlipeää. Saadaan kermamainen, useita viikkoja pysyvä dispersio, jota voidaan helposti pumppaamalla kuljettaa ja annostella.

#### Esimerkki 10

50 g 9,10-antrakinia sekoitetaan 18,5 g:n kanssa natriumhydroksidia ja sekoitetaan jauheen. Antrakinin hiukkaskoko oli tämän jälkeen n. 40-100  $\mu\text{m}$ . Sen jälkeen kun oli lisätty 5 g mustalipeää, joka vastasi esimerkin 2 mustalipeää, ja 26,5 g vettä, saatiin tasainen useita viikkoja muuttumattomasti pysyvä dispersio.

#### Esimerkki 11

50,5 g esimerkissä 9 kuvattua seosta, jossa oli 9,10-antrakinia ja ligniinisulfoaattia suhteessa 100:1, lisätään 20,3 g:aan natriumhydroksidia ja sekoitetaan jauheen. Kuiva jauhe (antrakini-pitoisuus 70,6 %) sekoitetaan 29,2 g:n kanssa vettä 50-%:iseksi antrakinonidispersioksi. Dispersio on pysyvä ainakin 4 viikkoa.

#### Esimerkki 12

30 g 9,10-antrakinia dispergoidaan seokseen, jossa on 65 g 47,5-%:ista natriumtiosulfaattiliuosta (ominaistihyys  $50^\circ\text{C}$ :ssa

1,44 g/cm<sup>3</sup>) ja 5 g mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää. Helppojuoksuudessa dispersiossa ei näy minkäänlaista pyrkimystä kiinteän faasin erottumiseksi nestefaasista.

#### Esimerkki 13

300 g Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5 H<sub>2</sub>O 100 ml:ssa vettä liuotetaan 50°C:ssa 47,5-%:iseen natriumtiosulfaattiliuokseen, jonka tiheys 50°C:ssa on sama kuin 9,10-antrakinonin. 45 g tätä liuosta sekoitetaan 5 g:n kanssa mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää, ja sen jälkeen 50 g:n kanssa 9,10-antrakinonia. Huoneen lämpötilassa paksuhko pumpattava dispersio on 80°C:ssa helppojuoksuinen ja on ainakin 3 viikkoa pysyvä dispersio.

#### Esimerkki 14

120 g 9,10-antrakinonia dispergoidaan seokseen, jossa on 100,7 g valkolipeää, 54,3 g natriumhydroksidia ja 15 g mustalipeää. Valkolipeä sisälsi 92,8 g NaOH, 34,3 g Na<sub>2</sub>S ja 23,3 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/l. Tämä vastaa vaikuttavaa alkaliteettä 113 g/l ja 27,5 %:n sulfiditeettiä. Valkolipeän ominaistiheys oli 20°C:ssa 1,14 g/cm<sup>3</sup>. Mustalipeä vastasi esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää.

Valkolipeän ja natriumhydroksidin seoksen ominaistiheys 20°C:ssa on 1,44 g/cm<sup>3</sup>. Muutaman tunnin aikana punertavaksi värjäytyvä pysyvä helppojuoksuinen dispersio tarvitsee suhteellisen vähän natriumhydroksidia, (esimerkissä 8 kuvattua dispersiota varten vaaditaan 25 % enemmän natriumhydroksidia).

On suositeltavaa sekoittaa valkolipeä ensin mustalipeän kanssa ja vasta sen jälkeen natriumhydroksidin kanssa, koska valkolipeä ja natriumhydroksidi annetussa suhteessa muuten muodostavat karkeakiteisen sakan.

#### Esimerkki 15 (vertailuesimerkki)

40 g 9,10-antrakinonia lisättynä 48 g:aan valkolipeää, joka vastaa esimerkissä 14 käytettyä valkolipeää, lisäten 12 g mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää, muodostaa dispersion, jossa antrakinoni nopeasti laskeutuu pohjalle ja muodostaa vain vaivoin uudelleensekoitettavan tiiviin kerroksen.

#### Esimerkki 16

40 g 9,10-antrakinonia muodostaa 54 g:ssa vahvalipeää, joka vastaa esimerkissä 8 käytettyä vahvalipeää ja jota laimennettiin 6 g:lla vettä, miltei mustan dispersion. Tämä on huoneen lämpötilassa hyvin sitkeä, mutta 80°C:ssa kuitenkin pumpattava.



Esimerkki 17

50 g 9,10-antrakinia sekoitetaan 50 g:n kanssa 80°C:seen lämmitettyä vahvalipeää, joka vastaa esimerkissä 8 käytettyä vahvalipeää. Tähän seokseen lisätään 5 g vettä seoksen pumpattavuuden parantamiseksi. Dispersio on 80°C:ssa pysyvä ja annosteltava. Huoneen lämpötilassa se on hyvin viskoosinen.

Esimerkki 18

40 g 9,10-antrakinia sekoitetaan 80°C:ssa 48 g:n kanssa vahvalipeää, jonka ominaistiheys on 1,25 g/cm<sup>3</sup> 80°C:ssa, ja kuiva-ainepitoisuus 64 paino-%, ja 12 g:n kanssa tyydytettyä soodaliuosta. Dispergoimisaineen ominaistiheys on 20°C:ssa 1,34 g/cm<sup>3</sup>. Dispersiossa esiintyy 80°C:ssa vähäinen taipumus kiinteän aineen laskeutumiseen. Tämä voidaan välttää sekoittamalla dispersiota hitaasti.

Esimerkki 19

40 g 9,10-antrakinia lisätään sekoittaen seokseen, jossa on 48 g vahvalipeää, joka vastaa esimerkissä 8 käytettyä vahvalipeää, ja 12 g valkolipeää, joka vastaa esimerkissä 14 käytettyä valkolipeää. Huoneen lämpötilassa huonosti sekoitettava pysyvä dispersio pyrkii 80°C:ssa kahden viikon kuluessa muodostamaan pohjakerroksen, joka voidaan uudelleensekoittaa. Hitaasti sekoittamalla voidaan laskeutuminen välttää.

Esimerkki 20

40 g:sta 9,10-antrakinia ja 60 g:sta kannindispersiota, joka on valmistettu 12 g:sta mustalipeää, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipeää ja 48 g:sta 50-%:ista natronlipesä, saadaan hyvin käsiteltävä pysyvä dispersio.

Esimerkki 21

50 g 9,10-antrakinia lisätään kannindispersioon, joka valmistettiin 32,5 g:sta mustalipesä, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustalipesä, ja 17,5 g:sta natriumhydroksidia ja jonka ominaistiheys 20°C:ssa on 1,39 g/cm<sup>3</sup>. Saatu dispersio on pumpattava eikä laskeudu.

Esimerkki 22

40 g 9,10-antrakinia sekoitetaan seokseen, jossa on 55 g 56-%:ista vesipitoista rikkihappoa (ominaistiheys 1,46 g/cm<sup>3</sup>) ja 5 g mustalipesä, joka vastaa esimerkissä 2 käytettyä mustali-

peää. 2 kuukauden kuluttua oli erityisen hyvin käsiteltävästä dispersiosta laskeutunut astian pohjalle irtonaista antrakinonia.

Esimerkki 23

Hyvin käsiteltävä dispersio, joka on valmistettu 40 g:sta 9,10-antrakinonia ja 60 g:sta 60-%:ista fosforihappoa (ominaistihyys  $1,43 \text{ g/cm}^3$ ), pysyy stabiilina dispersiona vähintään 2 viikkoa.

## Patenttivaatimukset.

1. Sellun valmistuksessa käytettävä dispersio, t u n n e t t u siitä, että se sisältää orgaanisia, syklisiä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältäviä yhdisteitä ja juoksevaa dispergoimisainetta, jolla on sama tai samankaltainen ominaistiheys kuin orgaanisilla, syklisillä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävillä yhdisteillä.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se juoksevana dispergoimisaineena sisältää elektrolyyttien vesipitoisen liuoksen, jolloin tämän vesipitoisen elektrolyyttiliuoksen tiheys on väliltä 1,2-1,6 g/cm<sup>3</sup>.

3. Patenttivaatimusten 1 ja 2 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se sisältää orgaanisia, mono-, di- ja/tai polysyklisiä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältäviä yhdisteitä, joista ainakin 80 paino-%:n hiukkaskoko on välillä 1 μm - 5 mm.

4. Patenttivaatimusten 1-3 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se sisältää orgaanisia trisyklisiä yhdisteitä, joissa on kaksi ketoryhmää ja/tai kaksi hydroksiryhmää.

5. Patenttivaatimusten 1-4 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se sisältää p-bentsokinonia, 1,4-naftokinonia, 9,10-antrakinia, 1,3-dieenin Diels-Alder-addukteja p-bentsokinonin ja/tai 1,4-naftokinonin kanssa ja/tai niiden mono- ja polyalkyyli-, hydroksi-, -amino-, -alkoksi-, -alkyyliamino- ja/tai -sulfo-johdannaisia.

6. Patenttivaatimusten 1-5 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se sisältää 9,10-antrakinia.

7. Patenttivaatimusten 1-6 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se sisältää 5-70 paino-% orgaanisia, syklisiä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältäviä yhdisteitä.

8. Patenttivaatimuksen 2 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että vesipitoinen liuos on jaksottaisen järjestelmän ensimmäisen ja/tai toisen pääryhmän metallien oksidien, hydroksidien ja/tai suolojen liuos ja/tai typpiemästen ja/tai typpiemästen suolojen liuos tai happoliuos.

9. Patenttivaatimusten 2 ja 8 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että vesipitoinen liuos on natrium, kaliumin, kalsiumin ja/tai magnesiumin oksidien, hydroksidien, sulfidien, sulfiittien, bisulfiittien, sulfaattien, tiosulfaattien ja/tai karbonaattien liuos.

10. Patenttivaatimusten 2, 8 ja 9 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että vesipitoinen liuos on natriumhydroksidin, natriumsulfidin, natriumsulfiitin, natriumbisulfiitin, natriumsulfaatin, natriumtiosulfaatin, natriumkarbonaatin, kaliumsulfidin, magnesiumbisulfiitin, kalsiumbisulfiitin ja/tai ammoniumsulfiitin liuos.
11. Patenttivaatimusten 2 ja 8-10 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että vesipitoinen liuos on natriumhydroksidin, natriumbisulfiitin ja/tai natriumtiosulfaatin liuos.
12. Patenttivaatimusten 2 ja 8 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että vesiliuos on rikkihapon, fosforihapon ja/tai typpihapon liuos.
13. Patenttivaatimusten 1-12 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se lisäksi sisältää kostutusaineita.
14. Patenttivaatimuksen 13 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se kostutusaineina sisältää sivutuotteita, joita saadaan sellun valmistuksessa.
15. Patenttivaatimuksen 13 ja 14 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se kostutusaineina sisältää mustaliipeätä, vahvaliipeätä ja/tai niistä saatavia ligniinisulfonaatteja ja/tai alkaliligniinejä, laskettuna dispersion painosta, määriä väliltä 0,01-20 %.
16. Patenttivaatimusten 1-15 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se lisäksi sisältää viskositeettiä korottavia aineita.
17. Patenttivaatimuksen 16 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se viskositeettiä korottavina aineina sisältää polyvinyylialkoholia, metyyliiselluloosaa ja/tai vahvaliipeää.
18. Patenttivaatimusten 1-17 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että dispergoimisaine on jo dispersio.
19. Patenttivaatimuksen 18 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että dispergoimisaine saatiin vahvaliipeästä tai mustaliipeästä lisäämällä väkevöityjä vesipitoisia elektrolyyttiliuoksia tai lisäämällä kiinteitä elektrolyyttejä.
20. Patenttivaatimusten 1-19 mukainen dispersio, t u n n e t t u siitä, että se sisältää 30-60 paino-% 9,10-antra-kinonia, josta ainakin 80 %:lla on hiukkaskoko väliltä 50-500  $\mu\text{m}$ ,

ja 45-70 paino-% vesipitoista liuosta, joka sisältää natriumhydroksidia, natriumsulfidia, natriumsulfiittia, natriumtiosulfaattia, natriumkarbonaattia, magnesiumbisulfiittia, kalsiumbisulfiittia ja/tai ammoniumsulfiittia tai rikkihappoa ja jonka tiheys on väliltä 1,35-1,5 g/cm<sup>3</sup>, sekä 0,05-10 paino-% kostutusaineita ja jossa mahdollisesti vesipitoinen liuos on 50-100 paino-%:sesti korvattu vahvalipeällä tai kannindispersiolla.

21. Menetelmä sellun valmistamiseksi lignoselluloosa-aineista orgaanisten, syklisten, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältävien yhdisteiden läsnäollessa, t u n n e t t u siitä, että lisätään orgaanisia, sykliisiä, keto- ja/tai hydroksiryhmiä sisältäviä yhdisteitä patenttivaatimusten 1-20 vastaavan dispersiön muodossa.

22. Patenttivaatimuksen 21 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että 0,01-1,0 paino-% sellun valmistukseen tarvittavista kemikaaleista lisätään patenttivaatimusten 1-19 vastaavan dispersiön muodossa.

23. Patenttivaatimusten 20 ja 21 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että 9,10-antrakinia käytetään patenttivaatimusten 1-20 vastaavan dispersiön muodossa.

24. Patenttivaatimusten 20-22 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että 9,10-antrakinia käytetään patenttivaatimuksen 20 vastaavan dispersiön muodossa.

## Patentkrav.

1. Dispersion för användning vid framställning av cellulosa, k ä n n e t e c k n a d därav, att den innehåller organiska, cykliska, keto- och/eller hydroxigrupper innehållande föreningar och ett flytande dispersionsmedel med samma eller liknande specifik täthet som de organiska, cykliska, keto- och/eller hydroxigrupper innehållande föreningarna.
2. Dispersion enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att den som flytande dispersionsmedel innehåller en vattenhaltig lösning av elektrolyter, varvid denna vattenhaltiga elektrolytlösning har en täthet från 1,2 till 1,6 g/cm<sup>3</sup>.
3. Dispersion enligt patentkraven 1 och 2, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den innehåller organiska, mono-, di- och/eller polycykliska, keto- och/eller hydroxigrupper innehållande föreningar, varav minst 80 vikt-% har en partikelstorlek från 1 / $\mu$ m till 5 mm.
4. Dispersion enligt patentkraven 1-3, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den innehåller organiska tricykliska föreningar, vilka innehåller två ketogrunder och/eller två hydroxigrupper.
5. Dispersion enligt patentkraven 1-4, k ä n n e t e c k n a d därav, att den innehåller p-bensokinon, 1,4-naftokinon, 9,10-antrakinon, Diels-Alder-addukter av 1,3-diener med p-bensokinon och/eller 1,4-naftokinon och/eller deras mono- och polyalkyl-, -hydroxi-, -amino-, -alkxi-, -alkylamino- och/eller -sulfoderivat.
6. Dispersion enligt patentkraven 1-5, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den innehåller 9,10-antrakinon.
7. Dispersion enligt patentkraven 1-6, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den innehåller 5-70 vikt-% av organiska, cykliska, keto- och/eller hydroxigrupper innehållande föreningar.
8. Dispersion enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den vattenhaltiga lösningen är en lösning av oxider, hydroxider och/eller salter av metaller av den första och/eller andrahuvudgruppen av det periodiska systemet och/eller en lösning av kvävebaser och/eller av salter av kvävebaser och en lösning av syror.
9. Dispersion enligt patentkraven 2-8, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den vattenhaltiga lösningen är en lösning av

oxider, hydroxider, sulfider, sulfiter, bisulfiter, sulfater, tiosulfater och/eller karbonater av natrium, kalium, kalcium och/eller magnesium.

10. Dispersion enligt patentkraven 2, 8 och 9, k ä n n e - t e c k n a d därav, att den vattenhaltiga lösningen är en lösning av natriumhydroxid, natriumsulfid, natriumsulfit, natriumbisulfit, natriumsulfat, natriumtiosulfat, natriumkarbonat, kaliumsulfit, magnesiumbisulfit, kalciumsulfit och/eller ammoniumsulfit.

11. Dispersion enligt patentkraven 2 och 8-10, k ä n n e - t e c k n a d därav, att den vattenhaltiga lösningen är en lösning av natriumhydroxid, natriumbisulfit och/eller natriumtiosulfat.

12. Dispersion enligt patentkraven 2 och 8, k ä n n e - t e c k n a d därav, att den vattenhaltiga lösningen är en lösning av svavelsyra, fosforsyra och/eller salpetersyra.

13. Dispersion enligt patentkraven 1-12, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den ytterligare innehåller vätsmedel.

14. Dispersion enligt patentkravet 13, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den som vätsmedel innehåller biprodukter som erhålles vid framställning av cellulosa.

15. Dispersion enligt patentkraven 13 och 14, k ä n n e - t e c k n a d därav, att den som vätsmedel innehåller svartlut, tjocklut och/eller därav, erhållbara ligninsulfonater och/eller alkaliligniner, beräknat på vikten av dispersionen, i mängder av 0,01-20 %.

16. Dispersion enligt patentkraven 1-15, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den ytterligare innehåller viskositet ökande medel.

17. Dispersion enligt patentkravet 16, k ä n n e t e c k - n a d därav, att den som viskositet ökande medel innehåller polyvinylalkohol, metylcellulosa och/eller tjocklut.

18. Dispersion enligt patentkraven 1-17, k ä n n e t e c k - n a d därav, att dispersionsmedlet redan är en dispersion.

19. Dispersion enligt patentkravet 18, k ä n n e t e c k - n a d därav, att dispersionsmedlet erhållits av tjocklut eller svartlut genom tillsats av koncentrerade vattenhaltiga elektrolytlösningar eller genom tillsats av fasta elektrolyter.

20. Dispersion enligt patentkraven 1-19, k ä n n e t e c k - n a t därav, att den innehåller 30-55 vikt-% 9,10-antrakinon, vari minst 80 % uppvisar en partikelstorlek från 50 till 500  $\mu\text{m}$ , och 45-70 vikt-% av en vattenhaltig lösning som innehåller natriumhydroxid, natriumsulfid, natriumsulfit, natriumtiosulfat, natriumkarbonat, magnesiumbisulfit, kalsiumbisulfit och/eller ammoniumsulfit och har en täthet från 1,35 till 1,5  $\text{g}/\text{cm}^3$ , och 0,05-10 vikt-% vätskeämne och i vilken eventuellt den vattenhaltiga lösningen till 50-100 vikt-% har ersatts med tjocklut eller med en bärardispersion.

21. Förfarande för framställning av cellulosa av lignocellulosamaterial i närvaro av organiska, cykliska, keto- och/eller hydroxiorupper innehållande föreningar, k ä n n e t e c k - n a t därav, att man insätter de organiska, cykliska, keto- och/eller hydroxigrupper innehållande föreningarna i form av en dispersion enligt patentkraven 1-20.

22. Förfarande enligt patentkravet 21, k ä n n e t e c k - n a t därav, att man insätter 0,01-1,0 vikt-% av de för framställning av cellulosa fordrade kemikalierna i form av en dispersion enligt patentkraven 1-20.

23. Förfarande enligt patentkraven 21 och 22, k ä n n e t e c k - n a t därav, att man insätter 9,10-antrakinon i form av en dispersion enligt patentkraven 1-20.

24. Förfarande enligt patentkraven 21-23, k ä n n e t e c k - n a t därav, att man insätter 9,10-antrakinon i form av en dispersion enligt patentkravet 20.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

-