

УДК 676.019.264

Т.Б. Печурина, Л.А. Миловидова, Г.В. Комарова, В.И. Комаров

**ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ДИСПЕРГАНТОВ
НА ИЗМЕНЕНИЕ СОСТОЯНИЯ СМОЛЫ
И СОДЕРЖАНИЕ ЭКСТРАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ЛИСТВЕННОЙ СУЛЬФАТНОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЕ**

Установлено, что наилучшие результаты по снижению содержания смолы в лиственной сульфатной целлюлозе достигаются при увеличении расхода воды на промывку до 10 м³/т, подаче диспергантов непосредственно на ступень отбелки, снижении жесткости производственной воды.

Ключевые слова: капсулированная и свободная смола, целлюлозное волокно, промывка, фильтрат, отбелка, жесткость производственной воды.

При производстве лиственной сульфатной целлюлозы возникают специфические затруднения, называемые смоляными. Эти затруднения выражаются в появлении смоляного сора и отложений на оборудовании [1]. Помимо технологических мероприятий (промывка горячей водой, изменение технологии отбелки, соблюдение технологии подготовки древесины), практически все заводы, выпускающие беленую лиственную целлюлозу, используют поверхностно-активные вещества (ПАВ) или дисперганты [4, 7]. Их роль заключается в стабилизации коллоидных частиц смолы [3]. Существуют различные рекомендации для выбора оптимальных точек ввода диспергантов в схему отбелки целлюлозы (на кольцевой спрыск или непосредственно в отбельную башню). Для определения оптимальных точек ввода в лабораторных условиях была смоделирована подача диспергантов на различные ступени отбелки лиственной сульфатной целлюлозы. Результаты экспериментов оценивали по количеству волокон, содержащих капсулированную смолу, и частиц свободной смолы методом микроскопии (с красителем судан-4), а также по содержанию экстрактивных веществ в целлюлозе (экстракция этиловым спиртом) [6].

В первой серии экспериментов моделировали подачу диспергантов на кольцевой спрыск башен щелочения, гипохлоритной отбелки и отбелки диоксидом хлора.

Как следует из результатов экспериментов по моделированию подачи диспергантов (Verocell 171 и Vitex 750) на кольцо башен щелочения первой и второй ступени (Щ₁, Щ₂) и гипохлоритной отбелки (Г), представленных в табл. 1, 2, содержание смолы в волокне (капсулированная) и снаружи волокна (свободная) при расходе воды на промывку 6 м³/т зависит от расхода химикатов. При низких расходах химикатов на щелочные ступени,

особенно на ступени Щ₁, отмечается увеличение содержания свободной смолы, которое при дальнейшем повышении расхода ПАВ снижается. Наи-

Таблица 1

**Содержание свободной и капсулированной смолы в целлюлозе
после ступени Щ₁ (числитель) и Щ₂ (знаменатель)
при моделировании подачи диспергантов на кольцо башни**

Диспергант	Расход дисперганта, г/т	Количество частиц смолы*, шт.	
		свободной	капсулированной
Контроль**	–	0,7/4,0	45/35
Vimex 750	100	3,0/4,7	83/60
	150	1,3/2,0	84/65
	200	3,0/1,7	87/67
	250	2,0/0	81/73
	200	2,7/–	68/–
Berocell 171	300	1,3/0,7	56/38
	500	2,0/1,7	45/48
	600	1,0/1,3	43/36
	700	0,3/0,3	35/25
	Контроль***	–	2,3/1,7
Infinity DA 2723	50	6,7/6,7	142/142
	100	1,3/5,0	103/152
	150	1,0/1,7	106/153

* Здесь и далее, в табл. 2–4, средние значения из трех параллельных определений.

** Без добавки.

*** После ступени Щ₁ для Infinity DA 2723.

более стабильный и высокий эффект удаления смолы на ступени Щ₁ обеспечивается при добавке Berocell 171 (табл. 1). На ступени Щ₂ эффективность Berocell 171 и Vimex 750 примерно одинакова, но расход Berocell 171 при этом в 2,8 раза выше.

Трудно пока объяснить факт увеличения содержания волокон с капсулированной смолой, который имел место во всех экспериментах. Можно предположить, что при щелочных обработках имеет место разделение пучков волокон на отдельные составляющие, что и приводит к визуальному увеличению количества волокон с капсулированной смолой. В дальнейшем при обсуждении результатов эксперимента оценивали только содержание свободной смолы.

Следует отметить, что частицы свободной смолы имели размер, не превышающий диаметра волокна, причем добавка диспергантов в лабораторных условиях не влияла на изменение размера частиц свободной смолы.

В табл. 2 представлены данные по моделированию подачи Vimex 750 на кольцо башни гипохлоритной отбели. Установлено, что при расходе ПАВ 250 г/т снижается количество как свободной, так и капсулированной смолы. При подаче Vimex AP 410 в количестве более 50 г/т, предназначен-

ного для работы в кислой среде, также наблюдается существенное снижение свободной и капсулированной смолы.

Поскольку одним из важнейших факторов, влияющих на удаление смолы в процессе производства целлюлозы, является промывка целлюлозы как небеленой, так и по ступеням отбелки, нами в лабораторных условиях было исследовано влияние расхода воды, используемой для обработок целлюлозы на ступенях отбелки и для промывки.

Для оценки влияния расхода воды на состояние смолы после ступеней щелочения и обработки диоксидом хлора было проведено моделирование подачи дисперганта Infinity DA 2723 на кольцевой спрыск башен.

Таблица 2

**Содержание свободной и капсулированной смолы в целлюлозе
после гипохлоритной отбелки ** и ступени D₂ ***
при моделировании подачи диспергантов на кольцо башни**

Диспергант	Расход дисперганта, г/т	Количество частиц смолы*, шт.	
		свободной	капсулированной
Контроль **	–	3,7	49
Vimex 750	100	2,0	54
	150	2,0	46
	200	1,7	31
	250	0,3	13
Контроль ***	–	2,7	33
Vimex AP 410	50	1,3	26
	100	1,0	15
	150	0,3	12

Таблица 3

**Содержание свободной и капсулированной смолы в целлюлозе
после ступеней Щ₁ ** и Щ₂ *** при моделировании подачи дисперганта
на кольцевой спрыск башни**

Диспергант	Расход дисперганта, г/т	Количество частиц смолы*, шт.	
		свободной	капсулированной
Контроль **	–	2,7	59
Infinity DA 2723	50	1,7	43
	100	0,7	41
	150	0,3	28
	150	0,3	28
Контроль ***	–	1,3	17
Infinity DA 2723	50	0,3	21
	100	0,3	34
	150	0,3	40

В этом эксперименте для промывки целлюлозы использовали дистиллированную воду с расходом 10 м³/т целлюлозы (табл. 3).

Сравнение результатов промывки с разными расходами воды (см. табл. 1 и 3) подтверждает тот факт, что увеличение расхода воды на промывку до 10 м³/т приводит к снижению содержания как свободной, так и капсулированной смолы. При этом содержание свободной смолы на ступени Щ₁ зависело от расхода дисперганта. На ступени Щ₂ увеличение расхода дисперганта не влияло на содержание свободной смолы, и достаточной для получения хорошего эффекта была добавка 50 г/т.

В следующей серии экспериментов моделировали подачу диспергантов непосредственно в башню отбелки. Диспергант Vimex AP 410 добавляли в массу перед ступенью Д₁, т.е. моделировали его подачу в шнек предыдущего перед башней фильтра. Для эксперимента использовали образец целлюлозы, отобранной с вакуум-фильтра после ступени щелочения (схема Д₀-Г-Щ). Условия обработки: расход диоксида хлора 4 кг/т (в ед. активного хлора), расход дисперганта 100 г/т, температура обработки 65 °С, продолжительность обработки 4 ч. Для проведения обработки и промывки целлюлозы после отбелки использовали дистиллированную воду. Изменение расхода от 6 до 10 м³/т приводит к существенному снижению свободной (практически в 3 раза) и капсулированной смолы (табл. 4).

Таблица 4

Влияние расхода воды на промывку целлюлозы после ступени Д₁ при моделировании подачи дисперганта Vimex AP 410 на ступень отбелки

Расход воды, м ³ /т	Количество частиц смолы*, шт.	
	свободной	капсулированной
6	10,0	13,3
8	5,3	11,7
10	2,7	9,0

Для исследования влияния жесткости воды при промывке и подаче диспергантов в отбельные башни использовали образец целлюлозы, отобранной с вакуум-фальтра после ступени гипохлоридной отбелки (схема Д₀-Щ-Г) [2, 5]. Условия обработки целлюлозы на ступени Д₁ были как в предыдущей серии. Дополнительно оценивали влияние добавки дисперганта Vimex AP 410 (при расходе 100 г/т) на содержание частиц смолы. Диспергант вводили в массу перед обработкой (табл. 5, 6). Следует отметить, что при определении количества частиц смолы проба массы (для микроскопии) была увеличена в 1,5–2 раза из-за низкого содержания смолы. Для промывки применяли производственную воду жесткостью 2,8 мг-экв/л.

Параллельно в фильтрах, отобранных при промывке целлюлозы после обработки, также определяли содержание частиц смолы (табл. 6). Следует отметить, что частицы свободной смолы в фильтрате были светлыми и имели средние размеры (5...10 мкм).

Как видно из данных табл. 5, 6, увеличение расхода воды на промывку также сопровождается снижением количества частиц капсулирован-

ной и свободной смолы в целлюлозе. Введение дисперганта на ступень Д₁ приводит к дополнительному снижению капсулированной смолы почти в 2 раза. На содержание свободной смолы в массе введение дисперганта не оказывает влияния, при этом возрастает содержание частиц свободной смолы в фильтрах. Вероятно, добавка дисперганта в массу перед отбелкой способствует лучшему растворению капсулированной смолы, а увеличение

Таблица 5

Влияние расхода воды на промывку целлюлозы и добавки дисперганта Vimex AP 410 (100 г/т) на содержание свободной смолы

Расход воды, м ³ /т	Количество частиц смолы в фильтрате, шт.	
	Контроль	Vimex AP 410
6	3	8
8	5	9
10	7	13

Таблица 6

Влияние расхода воды на промывку целлюлозы и добавки дисперганта Vimex AP 410(100 г/т) на содержание свободной смолы после ступени Д₁

Диспергант	Расход воды, м ³ /т	Количество частиц смолы, шт.					
		свободной			капсулированной		
		1	2	Среднее	1	2	Среднее
Контроль	6	3	2	2,5	22	24	23,0
	8	2	1	1,5	16	18	17,0
	10	1	1	1,0	12	13	12,5
Vimex AP 410	6	2	3	2,5	11	10	10,5
	8	1	1	1,0	9	9	9,0
	10	1	1	1,0	8	7	7,5

Таблица 7

Влияние добавки дисперганта Vimex AP 410 на содержание экстрактивных веществ в целлюлозе после ступени Д₁

Расход дисперганта, г/т	Содержание экстрактивных веществ, %
Контроль	1,08
50	0,98
100	0,91
150	0,86

расхода воды на промывку – удалению свободной смолы с фильтратом. Этот результат подтверждается снижением содержания экстрактивных веществ в целлюлозе после ступени Д₁ (табл. 7).

Для оценки влияния жесткости воды, используемой на ступени первого щелочения, были проведены обработки массы, отобранной на ступени

D_0 при следующих условиях: температура 60 °С, продолжительность обработки 2 ч, расход щелочи 15 кг/т, концентрация массы 8 %. Для обработок и промывки целлюлозы использовали производственную воду с жесткостью 3,0 мг-экв/л и дистиллированную воду в качестве умягченной (рН 5,5). Для умягчения производственной воды применяли добавку тринатрийфосфата (Na_3PO_4) в массу на ступень щелочения (табл. 8). Расход воды на промывку в этой серии опытов составлял 10 м³/т. Добавка тринатрийфосфата при использовании производственной воды как на ступени щелочения, так и для промывки целлюлозы приводит к снижению содержания экстрактивных

Таблица 8

Влияние расхода Na_3PO_4 на содержание экстрактивных веществ в целлюлозе после ступени щелочения

Расход Na_3PO_4 , кг/т	Содержание экстрактивных веществ, %
Производственная вода на ступень щелочения и промывку (жесткость 3 мг-экв/л)	
Контроль	1,04
6	0,90
11	0,75
17	0,60
Производственная вода – на ступень щелочения, дистиллированная – на промывку	
Контроль	0,86
4	0,78
8	0,72
12	0,70

Таблица 9

Влияние расхода Na_3PO_4 и добавки диспергантов на содержание экстрактивных веществ в целлюлозе после ступени щелочения

Диспергант	Расход Na_3PO_4 , кг/т	Содержание экстрактивных веществ, %
Vimex 750	Контроль	0,94
	2	1,00
	4	0,95
	6	0,89
	8	0,86
Berocell 171	Контроль	0,97
	2	0,91
	4	0,77
	6	0,77
	8	0,77

веществ в тем большей степени, чем выше расход химиката. При использовании дистиллированной воды для промывки существенно снижалось содержание экстрактивных веществ уже в контрольной пробе. Как видно, расход тринатрийфосфата для умягчения воды может быть снижен до 4 кг/т.

В табл. 9 представлены результаты исследований совместного влияния диспергантов и тринатрийфосфата на ступени щелочения. В этой серии экспериментов использовали производственную воду как на ступени щелочения, так и для промывки целлюлозы.

Как следует из данных табл. 9, добавка Vimex 750 на ступени щелочения приводит к некоторому снижению содержания экстрактивных веществ, добавка тринатрийфосфата практически не влияет на процесс.

Аналогичный результат получен при добавке Vergocell 171 в контрольном опыте. В этом случае добавка тринатрийфосфата обеспечила дополнительное снижение содержания экстрактивных веществ. Однако суммарный эффект был ниже по сравнению с серией опытов, где для промывки использовали дистиллированную воду (см. табл. 8).

Выводы

1. Показана возможность лабораторного тестирования действия диспергантов на содержание свободной смолы. Лучшие результаты получены при введении диспергантов непосредственно на ступени отбелки.

2. По результатам лабораторного тестирования подачи диспергантов Vimex 750 и Vergocell 171 на кольцевые спрыски башен щелочения установлено, что на ступени Щ₁ более эффективен Vergocell 171 при практически одинаковых расходах ПАВ. На ступени Щ₂ эффективность от введения ПАВ практически одинакова, однако расход Vergocell 171 при этом в 2,8 раза выше.

3. Введение дисперганта Vimex AP 410 как на кольцевой спрыск башни, так и на ступень отбелки диоксидом хлора обеспечивает удаление свободной и капсулированной смолы.

4. Моделирование в лабораторных условиях влияния дистиллированной промывной воды показало, что с увеличением ее расхода с 6 до 10 м³/т снижается содержание свободной и капсулированной смолы при постоянном расходе диспергантов.

5. Введение на ступени щелочения тринатрийфосфата (расход 4 ... 12 кг/т) приводит к снижению содержания экстрактивных веществ в целлюлозе с 1,04 до 0,75 % при использовании на промывку производственной воды с жесткостью 3,0 мг-экв/л. Замена жесткой воды на дистиллированную обеспечивает снижение содержания экстрактивных веществ в целлюлозе до 0,80 % без использования тринатрийфосфата.

6. Показано, что использование на ступени щелочения диспергантов Vimex 750 и Vergocell 171 для снижения содержания экстрактивных веществ эффективно при условии применения для промывки мягкой воды или введения тринатрийфосфата в количестве 4 ... 6 кг/т.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Азаров В.И., Буров А.В., Оболенская А.В.* Химия древесины и синтетических полимеров: Учебник для вузов. – СПб: СПбЛТА, 1999. – 628 с.
2. *Долгалева А.А.* Методы контроля сульфатцеллюлозного производства. – 2-е изд., испр. и доп. – М.: Лесн. пром-сть, 1971. – 344 с.
3. *Евстратова К.И., Купина Н.А., Малахова Е.Е.* Физическая и коллоидная химия: Учебник для фарм. вузов и факультетов / Под ред. К.И. Евстратовой. – М.: Высш. шк., 1990. – 487 с.
4. *Никитин В.М., Оболенская А.В., Щеголев В.П.* Химия древесины и целлюлозы. – М.: Лесн. пром-сть, 1978. – 368 с.
5. Смолистые вещества древесины и целлюлозы / М.А. Иванов, Н.Л. Коссович, С.С. Малевская, и др. – Лесн. пром-сть, 1968. – 349 с.
6. *Тумбин П.А.* Современные методы обессмоливания сульфитной целлюлозы. – М.: Лесн. пром-сть, 1966. – 335 с.
7. Экстрактивные вещества древесины и значение их в целлюлозно-бумажном производстве / Под ред. В.Э. Хиллиса; Пер. с англ. – М.: Лесн. пром-сть, 1965. – 505 с.

Архангельский государственный
технический университет

Поступила 20.11.02

T.B. Pechurina, L.A. Milovidova, G.V. Komarova, V.I. Komarov

Influence of Dispergant Additives on Resin State Changing and Extractives Content in Sulphate Softwood Pulp

It is found out that the best results of reducing resin content in sulphate softwood pulp are achieved under increasing discharge of washing water up to 10 m³/t, adding dispergant directly at the bleaching stage and reducing fresh water hardness.
