

26A.

**NEDERLANDS PROEFSTATION VOOR STROVERWERKING  
TE GRONINGEN**

**RAPPORT NO. 2 WERK MET 35-1 AUTOCLAAF.**

door

Ir.E.L.Ritman.

Gronin gen, 28 Februari 1947

2252911

R/F 47-235

Aan de Koninklijke Nederlandsche Papierfabriek

te

M A A S T R I C H T.

Mijne Heeren,

Rapport No. 2 werk met 35-1 autoclaaf.

In mijn rapport No.1 (Brief R/F 47-204, d.d. 20-2-147 deed ik U verslag van de door ons als bruikbaar aanvaarde methode, beschreef ik de voor uitvoering daarvan bij ons opgestelde apparatuur en demonstreerde ik U de met e.e.a. verkrijgbare resultaten aan de hand van een tweetal kokingen.

In mijn beschouwingen ging ik niet volledig in op de door mij gevolgde methode van berekening. Deze licht ik hieronder toe, waarbij ik reeds inga op de kokingen, verricht onder aanwezigheid van Soda ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), ofschoon de kokingen der NaOH-serie (vermeld in het onderhavige rapport) eenvoudiger zijn geweest. Ter verduidelijking van dit laatste wijs ik er op, dat wij aanliepen met 7 praktisch identieke NaOH-kokingen, dat we met de geregenereerde afvallogen daarvan 5  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Na}_2\text{SiO}_3$ -kokingen verrichtten (z.g. 2e serie) dat we met de afvallogen daarvan na regeneratie (3e s.) 3  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Na}_2\text{SiO}_3$ -kokingen verrichtten zullen, enz.

Bij de aldus ontstane series II, III e.v. moet  $\text{CO}_2$  afgegasst worden, hetgeen bij de NaOH-kokingen (1e serie, hieronder te beschrijven) niet het geval is.

Bij de beschrijving der methode van omrekening der waarnemingen zal echter ook het condensaat, verkregen bij afblazen van dat  $\text{CO}_2$ , mede in beschouwing worden genomen.

Methode van omrekening der resultaten.

A. Gegevens betr. inzetten der koking.

Genoteerd worden:  
 afgewogen luchtdroog stroox) (kg)  
 afgewogen water (kg)  
 afgewogen loog xx) (kg)

B. Gegevens betr. het afgassen en het stoomverbruik tijdens de kokingen.

Genoteerd worden:

-Gewonnen-

x) Voor de kokingen 3 t/m 7 was dit 3.5 kg, voor alle volgende kokingen 3.00 kg.

xx) Voor kokingen 3 t/m 9 (1e serie) was dit pure 330.100

Gewonnen condensaat bij CO<sub>2</sub>-afblazen (kg)  
 Gewonnen condensaat uit stoommantel (kg)

Dit laatste cijfer is weinig nauwkeurig, daar de afblaaskranen aan de stoommantel niet goed sluit en deze nog niet gerepareerd kon worden x).

Bovendien wordt bij het aankoken het condensaat afgeblazen, hetgeen natuurlijk de eene en de andere keer nooit precies hetzelfde zal geschieden.

C. Gegevens betr. het afwerken der koking.

Genoteerd worden:

Afblaascondensaat (kg)  
 Pulp + zwartloog (kg)

D. Gegevens betr. zwartloogregeneratie.

Genoteerd worden:

Ruwe asch (g.)  
 Residu na extractie der "ruwe asch" (g.)

Door deze gegevens te deelen door 8.57 x luchtdroog stroo (in kg.) worden ze omgerekend in % van abs. droog stroo.

E. Analyse van het extract der ruwe asch.

Genoteerd worden:

Totaal gewicht van het extract (g.)  
 Na<sub>2</sub>O in extract (% van extract xx)  
 SiO<sub>2</sub> " " (% " " xx).

Deze cijfers voor Na<sub>2</sub>O en SiO<sub>2</sub> worden omgerekend tot Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> en totaal alkali anders dan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, aanwezig gedacht als soda.

De methode van berekening is gelijk aan die gegevens op p. 5 van rapport No. 1 met dien verstande, dat ze daar is toegepast op de gegevens voor Na<sub>2</sub>O en SiO<sub>2</sub>, welke reeds werden omgerekend in % van a.d. stroo, terwijl we hier werken met de cijfers uitgedrukt in % van extract.

Hieronder sub. F wordt uiteengezet hoe deze cijfers toepassing vinden voor het berekenen der kolommen (13) t/m (16) in de tabel. Door de resultaten, uitgedrukt in % van extract om te rekenen in % van abs. droog stroo worden ze vermenigvuldigd met:

$$\frac{\text{extract (in kg.)} \times 100}{0.857 \times \text{luchtdroog stroo (kg.)}}$$

F. pH-titratiecurve van het extract der ruwe asch.

Op de abscis dier curves staan de cm<sup>3</sup> verbruikt zoutzuur van de aangegeven normaliteit vermeld.

Bepaald wordt nu bij welke waarden der abscis de ordinat de waarden 4 á , resp. 8 á 8½ heeft. Het verschil dezer absciswaarden is nu een maat van het verbruikte zuur, noodig om het tijdens de titratie uit de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> gevormde NaHCO<sub>3</sub> om te zetten tot NaCl. Dit getal van de normaliteit van het toegepaste zuur x 106 en gedeeld door 100 x afgewogen extract (in mg) geeft het in het

-extract-

x) Inmiddels is deze vervangen.  
 xx) Gewichtsprocent.

extract aanwezige  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (in % van het extract). Aldus is het sodagehalte in % van het extract dus bekend.

Met het  $\text{SiO}_2$  gehalte wordt het  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  berekend als hiervoor aangegeven sub. E. Terzelfder plaatse gaven wij een berekening van totaal alkali anders dan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , aanwezig gedacht als  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Van dit laatste cijfer, trekken wij nu het uit de titratiecurve berekende cijfer voor het werkelijke  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -gehalte af en vinden dan een rest, zijnde: alkali anders dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Dit vatten wij op als NaOH.

Door nu genoemd verschil te vermenigvuldigen met  $\frac{80}{106}$  wordt NaOH % van extract gevonden.

Aldus vinden wij: NaOH % van extract,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  % van extract en  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  % van extract en door sommeering daarvan: "berekende asch in extract" % van extract.

Door vermenigvuldiging van al deze cijfers met de factor: verkregen extract (kg)

$0.857 \times$  ingewogen l. dr. stroo (kg)  $\times 100$  krijgen wij de cijfers van NaOH,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  en "berekende asch" uitgedrukt in % van abs. droog stroo.

Wij zullen dus de hoofden van de tabel, als gegeven in rapport 1 uitbreiden, door de kolommen (13), (14) en (15) te vervangen door de volgende kolommen:

kolom (13) :  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

kolom (14) :  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$

kolom (15) : NaOH

kolom (16) : berekende asch in extract.

Wat wij in rapport 1 noemden:  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  is dus niet hetzelfde als wat wij hier als zoodanig opvatten. De mededeeling op P. 5 van dat rapport (6e regel v.o.), dat "anders dan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  slechts  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  aanwezig kan zijn", is onjuist. Door titratie na toevoegen van  $\text{BaCl}_2$  is n.l. onomstootelijk komen vast te staan dat stellig NaOH aanwezig is. Ook met deze methode hadden wij dus NaOH kunnen bepalen. Ik gaf echter de voorkeur aan berekening uit de titratiecurve, als hier boven aangegeven.

#### Respreking der resultaten.

In nevensgaande tabel (zie bijlage) werden de resultaten samengevat.

Kokingen 1 en 2 waren proefkokingen voor eigen gebruik, verricht bij 5 ato.. De logen werden samengevoegd en als proef gebruikt voor de eerste regeneratie. De kookcondities waren overigens dezelfde als bij de volgende kokingen. De loogregeneraties 1/2 en 3 waren nog verre van volmaakt, zoodat de resultaten daarvan voor de berekening der gemiddelden voor de samenstelling der geregenereerde loog niet werden meegerekend.

Met dit voorbehoud werden de gemiddelden der cijfers voor de individueele kokingen berekend. Deze cijfers beschrijven dus a.h.w. één groote koking.

Het blijkt nu, dat ondanks onze pogingen, om alle verlies tijdens de koking te elimineeren, dit toch nog 68% van absoluut droog stroo heeft bedragen. Wij schrijven dit toe, vooral aan verdampingsverliezen en mechanische verliezen bij het ledigen van den koker.

Ook kan het wisselende vochtgehalte van het stroo van invloed zijn geweest. Dit kan echter nooit meer dan een paar % hebben bedragen.

Wij zullen in een volgend rapport zien dat bij koken met directe stoom gewichtstoename optreedt.

Werk dat tot heden werd verricht.

Inmiddels is ons werk natuurlijk verder gevorderd.

Echter zijn de analyses nog niet ver genoeg gevorderd om de resultaten overzichtelijk te kunnen samenvatten.

Wij verrichtten n.l. reeds de kokingen 10 t/m 17. Hiervan waren 10, 11, 12, 13 en 14 verricht met de geregenereerde loogen van de hierbeschreven kokingen 1 t/m 9. De geregenereerde loog werd n.l. 9 op 1 gemengd met versche NaOH, waarbij deze verhouding werd uitgerekend als Na<sub>2</sub>O in geregenereerde loog (koken met gesteld zuur en terugtriteeren) en Na<sub>2</sub>O in versche NaOH (directe titratie). Aldus kunnen de kokingen 10 t/m 14 als één groote koking worden beschouwd, welke werd verricht met de geregenereerde loog der groote koking 1 t/m 9 onder inachtnaam van een loogregeneratierendement van 90%.

De kokingen 15 t/m 17 werden uitgevoerd met de geregenereerde afvalloog van 10 t/m 14 eveneens door dezen 9/1 te mengen met versche NaOH. Hiervoor geldt dus m.m. hetzelfde n.l. dat een regeneratierendement wordt gerealiseerd van 90%.

Nog te verrichten werk.

De afvalloog van 15 t/m 17 zal ons in staat stellen op gelijke wijze kokingen 18 en 19 uit te voeren.

De afvalloog van 18 en 19 zal ons nog tot één koking (no. 20) in staat stellen.

Aldus zullen wij komen te beschikken over 5 series kokingen.

n.l. 1<sup>x</sup> t/m 9 is serie I  
10 t/m 14 is serie II  
15 t/m 17 is serie III  
18 + 19 is serie IV  
20 is serie V

De celstoffen van iedere serie worden gemengd en deze mengsels worden bemonsterd.

Aldus ontstaan celstofmonsters I, II, III, IV en V. Deze zullen geanalyseerd worden.

Regelmatig worden stroomonsters getrokken en ook deze zullen tot twee mengmonsters (bij koking 8 werd nieuw stroo in gebruik genomen) worden verwerkt.

Ook deze mengmonsters zullen worden geanalyseerd.

x) Voor wat de celstof betreft is dit natuurlijk 5 t/m 9.

Aldus zal het vele werk gecomprimeerd worden tot een overzichtstabel, welke een nog gemakkelijk te overzien aantal gegevens bevatten zal.

Alles wijst erop, dat wij na deze 5 series inderdaad evenwicht bereikt hebben.

De  $\text{SiO}_2$ -toename der geregenereerde logen afkomstig van serie II geeft nog slechts een beperkte toename (soms een afname) te zien in vergelijking met de geregenereerde logen van serie I. Het is dus te verwachten dat de contrôlekokingen in den electrischen koker (Rapport 1 p. 4) overbodig zullen zijn.

Er zullen eenige dagen komen, waarop niet gekookt kan worden wegens te geringe tijdspeling tusschen loogregeneratie en-analyse eenerzijds en de met die geregenereerde loog uit te voeren koking anderzijds.

Zulk een dag zal gebruikt worden om een koking uit te voeren met zuiver  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ .

Wij verwachten n.l. dat de geregenereerde loog hiervan een aanzienlijke hoeveelheid  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  zal bevatten, hetgeen wij door het experiment bevestigd wenschen te zien.

Werk voortvloeiende uit de besprekingen met de Heeren Derks en Bahrfeld d.d. Dinsdag 25-2-'47.

1. Met stilstaande koker zal de evenwichtskoking worden geduplicateerd, waarbij en temperatuur afgelezen zullen worden en bij het afgassen het  $\text{CO}_2$  zal worden opgevangen. Deze koking zal met synthetische loog worden uitgevoerd.
2. De invloed van de temperatuur bij verbranden op de samenstelling van de geregenereerde loog zal worden nagegaan. Een gelukkige omstandigheid hierbij is, dat de leverfirma van onze sinds maanden in bestelling zijnde electrische moffeloven deze heeft afgezonden. Hierin is de temperatuur te regelen tot  $1000^\circ \text{C}$ . en te controleeren op een aanwijsinstrument. Meer in het bijzonder zullen zwertlogen, waarvan het  $\text{SiO}_2$ -gehalte kunstmatig is verhoogd, bij verschillende temperaturen worden verbrand en het " $\text{SiO}_2$ -rendement" zal daarbij worden bepaald.

Algemeenheden.

In de afgelopen periode werkten 2 arbeiders en 2 analysten aan dit werk.

Gekookt werd op de navolgende data:

20-2, 21-2, 24-2, 25-2, 26-2 en 27-2.

Op 24-2 werd de methode getoond aan Ir. Bahrfeldt, op 25-2 werd hem de leiding van het werk in Hoogkerk overgedragen, waarbij ondergeteekende nog een groot deel van de dag aanwezig was en op 26-2 werd het aan hem overgelaten. De Heer Bahrfeldt begon het werk, verricht op 25-2 (koking 15) te rapporteeren in een dagrapport.

Over het inschakelen van den Heer Baghrfeldt bij het samenstellen van de overzichtsrapporten (als het onderhavige) zullen hij en ondergeteekende nader overleg plegen. Vermoedelijk kan de Heer Bahrfeldt de berekeningen als aangegeven in bevenstaand schema uitvoeren en de tabellen samenstellen. Wij kunnen dan samen de conclusies daaruit trekken, zoodat hij ten nauwste bij het tot stand komen van dese rapporten zal zijn betrokken.

Hoogachtend,

Ir. B. L. R i t m a n.

Bijlagen:

- 1 tabel
- 3 bladen met grafieken.

Bijlage bij Rapport 2.

TABEL BEHOORENDE BIJ RAPPORT 2 AAN K.N.P.: GEGEVENS DER KOKINGEN 3 t/m 9

ALLES OMGEREKEND OP ABS. DROOG STROO (%). STROO GEDACHT MET ARBITRAIR

(1) Proef No.	(2) Aan- wezig water	(3) toege- voegd NaOH	(4) Pulp Zwart- loog	(5a) + Afblaascondensaat <u>tijdens</u>	(5b) <u>na</u>	(6) Totaal toege- voegd	(7) Totaal gewon- nen	(8) verlies (=(6)- (7))	(9) ruwe asch
1+2	---	---	---	---	---	---	---	---	---
3	745	15.0	420	---	303	860	723	137	---
4	745	15.0	428	---	378	860	806	54	15.3
5	745	15.0	428	---	387	860	815	45	20.1
6	745	15.0	432	---	378	860	810	50	10.2
7	745	15.0	440	---	370	860	810	50	18.7
			nieuw stroo gebruikt						
8x)	787	15.9	560	---	215	903	775	128	15.3
9	865	17.5	548	---	422	983	970	13	22.3
Gem.	768	15.7	465	---	350	884	816	68	17.0

N.B. Voor het berekenen van het gemiddelde der kolommen (12), (13), (14), en 3, als te zijn verkregen met nog onvoldoende verbrandingstechniek,

N.B. Van het nieuwe stroo kon slechts 3.00 Kg. luchtdroog worden gevuld in koking 8 werd gepoogd 3.5 Kg. erin te stampen; wij kwamen tot 3.30 Kg., water en NaOH waren dezelfde als wanneer met 3.5 Kg. luchtdroog stroo

x) afblaaskraantje verstopt wegens te zware vulling;

xx) Deze asch gaf moeilijkheden bij de bepaling en zal nogmaals worden ver-

IN DER GEREGENERENDE ZWARTLOOGEN I T/M 9.

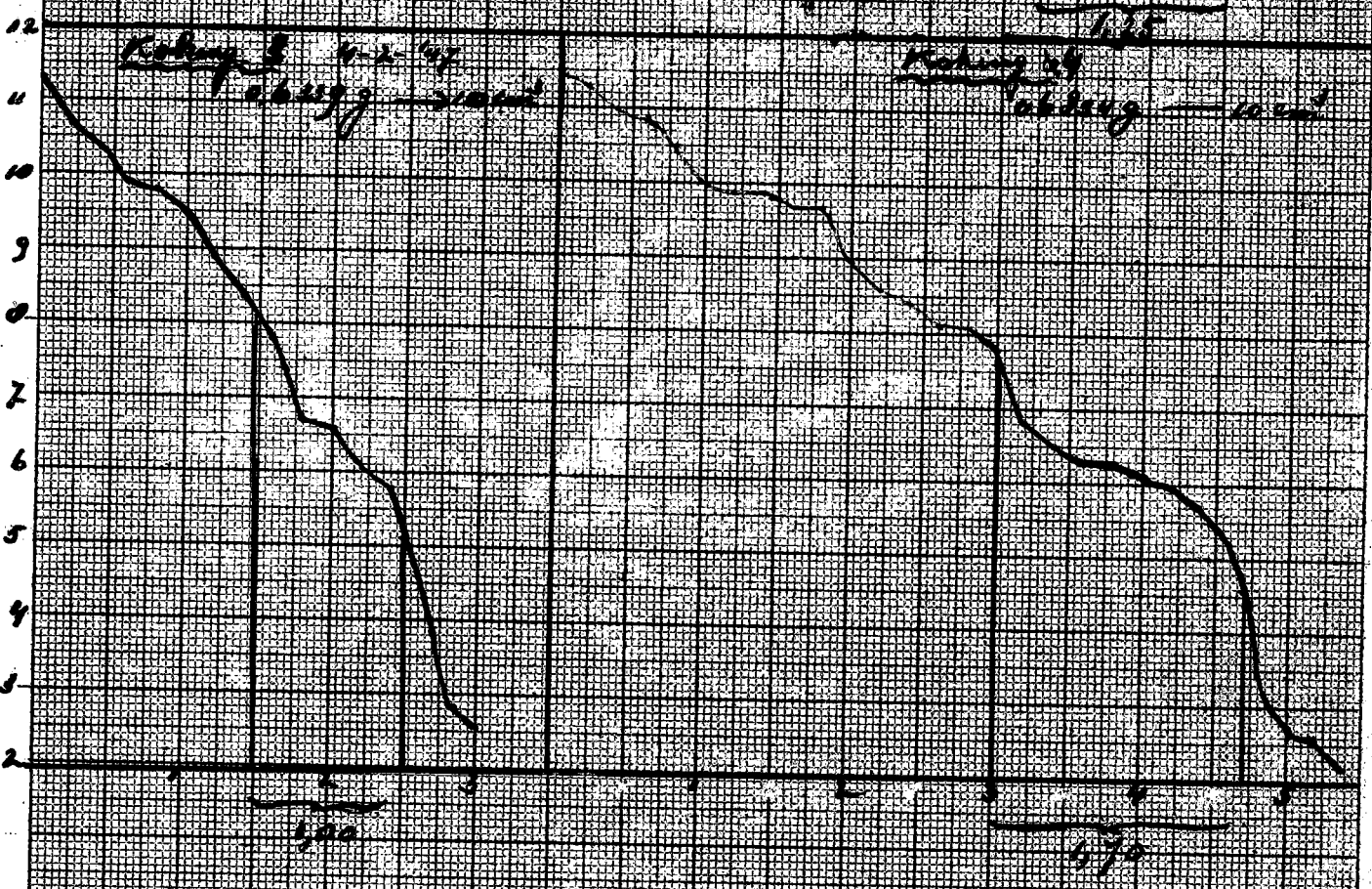
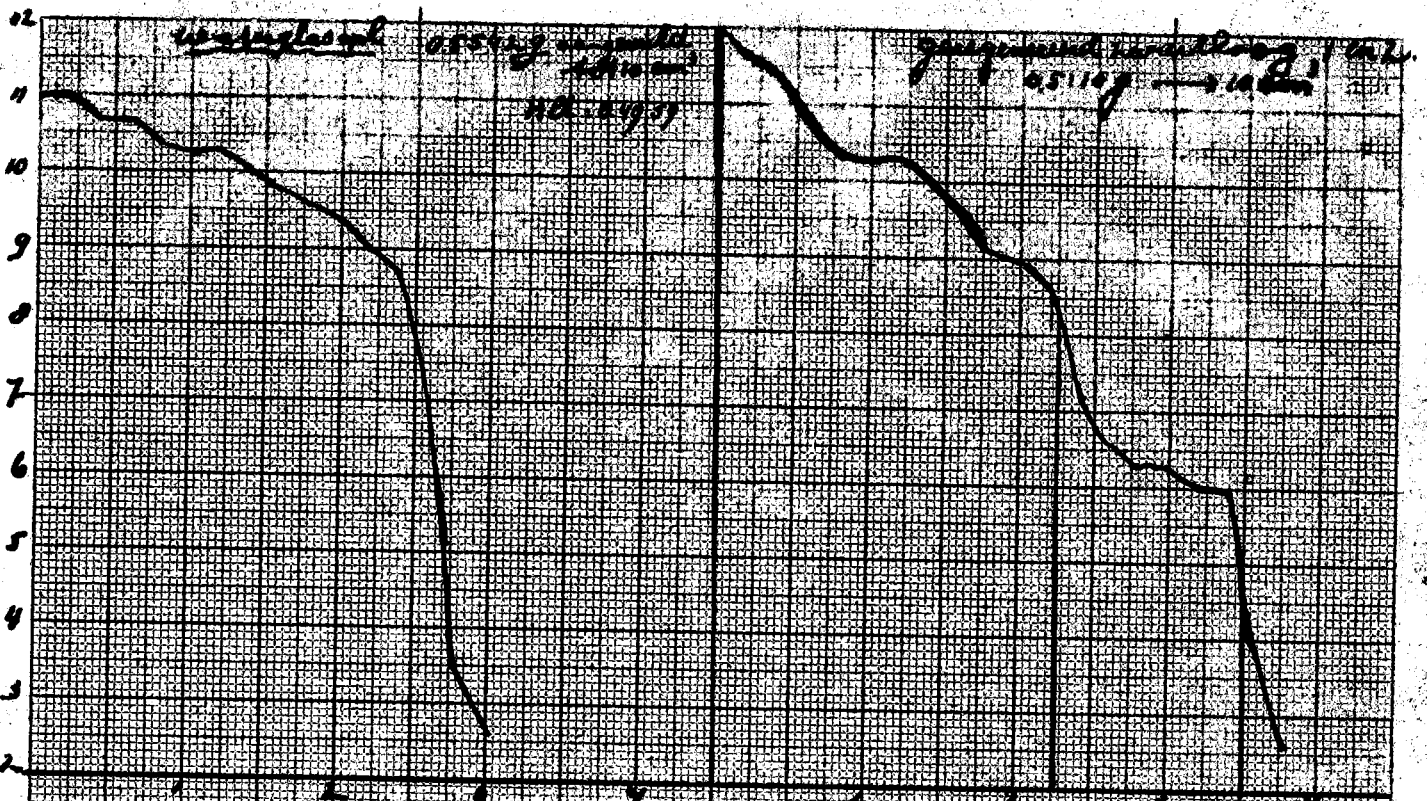
VOCHTGEHALTE = 14.3%.

(10) oep- l. re- sidu	(11) opge- lost	(12) asch	(13) $\text{Na}_2\text{CO}_3$	(14) $\text{Na}_2\text{SiO}_3$	(15) NaOH	(16) bere- kende asch	(17) stoom- verbruik
---	---	---	4.35	1.61	0.81	6.77	---
---	---	4.67	3.36	0.85	0.55	4.76	---
2.6	12.7	13.5	8.15	2.37	1.94	12.46	---
3.7	16.4	17.7	11.90	3.48	0.84	16.22	---
1.88	8.28	9.76	6.11	1.42	2.12	9.65	---
2.87	15.8	14.7	9.69	2.29	2.34	14.32	---
3.06	12.2	13.4	10.20	1.25	2.15	13.60	---
4.06	18.2	xx)	15.02	1.49	2.41	18.92	---
3.03	13.96	---	10.18	2.05	1.97	14.20	---

(15) en (16) werden de gegevens der proeven  $\frac{1}{2}$  niet meegerekend.

~~...~~  
den koker tegen 3.5 Kg. van het oude stroo. Bij hetgeen te veel bleek te zijn. De hoeveelheden ware gekookt.

richt.



*NO. 2199*

