

Mr. Ber

150

973

**NEDERLANDS PROEFSTATION VOOR STROVERWERKING
TE GRONINGEN**

VERGELIJKEND ONDERZOEK NAAR DE ONTWATERTIJDEN VAN STRO-CELSTOF EN HOUTCELSTOF
VAN VERSCHILLENDE ONTSLUITINGSMETHODEN.

Door T.H. Asselman

18 November 1948.

2203900

OWI

OWII

OWIII

OWIV

OWV

VERGELIJKEND ONDERZOEK NAAR DE ONTWATERTIJDE VAN STRO-CELSTOF EN HOUTCELSTOF VAN VERSCHILLANDE ONTSLUITINGSMETHODEN.

Opdracht: Ir. E.L. Ritman

Doel : Nagaan of de bezichtigde apparatuur in Zweden bruikbaar zou zijn bij het uitwassen van strocelstof, zoals daar met houtcelstof gebeurd.

Onderzoek door: Th.H. Asselman.

a. voorbereiding.

Ter voorbereiding van deze proefnemingen werden een viertal ontsluitingen verricht en wel:

- OW I stro met natronloog
- OW II " " natriumsulfiet
- OW III Vurenhout met mengsel Na_2S en NaOH (kraft koking)
- OW IV " " " " " (celstofkoking).

Deze verliepen aldus:

Uitgang	Chemicaliën	V.v.h.	Temp. en duur		Calstof a.d.	Zwartloog	dr. st. celstof	dr. st. zwartl.	Ontsluitingsrendement
I 300 g stro	15% NaOH	1 : 3	$\frac{1}{4}$ uur tot 145°	3 uur op 145°	160 g 165 g	728 g 760 g	43,6% 41,8%	13,1%	53,2 % 54,9 %
II 300 g stro	20% Na_2SO_3 2% NaOH	1 : 3	$\frac{1}{4}$ uur tot 170°	3 uur op 170°	175 g 179 g	778 g 752 g	51,6% 50,2%	15,2%	58,3 % 59,6 %
III 500 g hout	15% NaOH 7,5% Na_2S	1 : 9	$\frac{3}{4}$ uur op 100°	3 uur op 170°	229 g	1591 g	34,9%	22,0%	44,4%
IV 500 g hout	18% NaOH 9% Na_2S	1 : 3	$\frac{1}{4}$ uur tot 170°		194 g	1683 g	34,3%	23,9%	38,8%

De kokingen I en II in duplo om voldoende zwartloogopbrengst te verkrijgen.

De celstoffen werden uitgeperst, de zwartloog opgevangen en de pulp daarna 3 x uitgewassen met water van 50°C in een vlotverhouding van $\pm 1 : 10$. Na dit wassen $\pm 15'$ gewarrelt.

Opgevangen en uitgeperst in een tricotzak, werden de celstoffen vochtig ($\pm 40\%$ a.d.) bewaard.

Van elk der celstoffen werd een deel, dat voldoende geacht werd voor de ontwaterproef van apart met de hand gezeefd door de "kolenzeef".

Van de vier zwartlogen werd de "droge stof" bepaald en deze door indampen, eventueel verdunnen op $\pm 15\%$ gebracht.

Voor de ontwaterproeven waren tenalotte beschikbaar:

OW I	Gelijkmatig gevlokte celstof en zwartloog met een dr. stof van	14,8%
OW II	" " " " " " " " " " "	15,2%
OW III	" " " " " " " " " " "	14,8%
OW IV	" " " " " " " " " " "	14,7%

Titratiecurvan van de oorspronkelijke zwartlogen in grafieken.

VERGELIJKEND ONDERZOEK NAAR DE ONTWATERTIJDEN VAN STRO-CELSTOF EN HOUTCELSTOF VAN
VERSCHILLENDE ONTSLUITINGSMETHODEN.

Opdracht: Ir. E.L. Ritman

Doel : Nagaan of de bezichtigde apparatuur in Zweden bruikbaar zou zijn bij het uitwassen van strocelstof, zoals daar met houtcelstof gebeurd.

Onderzoek door: Th.H. Asselman.

a. voorbereiding.

Ter voorbereiding van deze proefnemingen werden een viertal ontsluitingen verricht en wel:

OW I stro met natronloog

OW II " " natriumsulfiet

OW III Vurenhout met mengsel Na_2S en NaOH (kraft koking)

OW IV " " " " " (celstofkoking).

Deze verliepen aldus:

Uitgang	Chemicaliën	V.v.h.	Temp. en duur		Celstof a.d.	Zwartloog	dr. st. celstof	dr. st. zwartl.	Ontsluitingsrendement
I 300 g stro	15% NaOH	1 : 3	$\frac{1}{2}$ uur tot 145°	3 uur op 145°	160 g 165 g	728 g 760 g	43,6% 41,8%	} 13,1%	53,2 % 54,9 %
II 300 g stro	20% Na_2SO_3 2% NaOH	1 : 3	$\frac{1}{2}$ uur tot 170°	3 uur op 170°	175 g 179 g	778 g 752 g	51,6% 50,2%		58,3 % 59,6 %
III 500 g hout	15% NaOH 7,5% Na_2S	1 : 3	$\frac{3}{4}$ uur op 100° $\frac{1}{2}$ uur tot 170°	3 uur op 170°	229 g	1591 g	34,9%	22,0%	44,4%
IV 500 g hout	18% NaOH 9% Na_2S	1 : 3	$\frac{3}{4}$ uur tot 170°		194 g	1683 g	34,3%	23,9%	38,8%
500 g hout	12% NaOH 6% Na_2S	1 : 3	$\frac{3}{4}$ uur op 100° $\frac{1}{2}$ uur tot 170° 3 uur op 170°		263 g	1460 g	43,4%	19,1%	52,6%

Opgevangen en uitgeperst in een tricotzak, werden de celstoffen vochtig ($\pm 40\%$ a.d.) bewaard.

Van elk der celstoffen werd een deel, dat voldoende gesicht werd voor de ontwaterproef van apart met de hand gezeefd door de "kolenzeef".

Van de vier zwartlogen werd de "droge stof" bepaald en deze door indampen, eventueel verdunnen op $\pm 15\%$ gebracht.

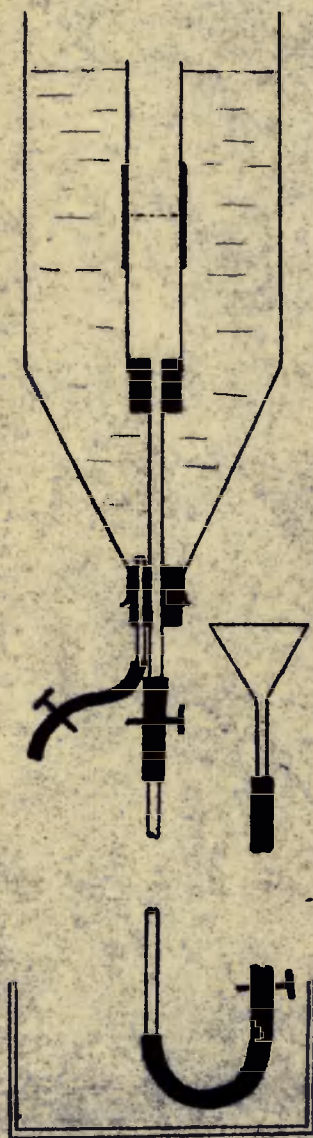
Voor de ontwaterproeven waren tenslotte beschikbaar:

OW I	Gelijkmatig gevlokte celstof en zwartloog met een dr. stof van	14,8%
OW II	" " " " " " " " " " "	15,2%
OW III	" " " " " " " " " " "	14,8%
OW IV	" " " " " " " " " " "	14,7%

Titratiecurven van de oorspronkelijke zwartlogen in grafieken.

b. Ontwaterproeven.

Het gebezigde toestel bestond uit een "ontwaterlichaam" dat door een thermostaat op een temperatuur van 50°C gehouden werd.



Het ontwaterlichaam was opgebouwd uit twee messingbuisen van 15 cm lengte en een diameter van 5 cm. Op de onderste buis was een bronsgeasje, afkomstig van papierbaanzeef, gesoldeerd. De bovenste buis werd zodanig met een gummiebandje op de onderste bevestigd, dat het gaas zich in het midden der twee buisdelen bevond.

De thermostaat was een bus zonder bodem in welks tuit een dubbeldoorboorde stop. De ene boring diende als uitloop voor de thermostaat, terwijl in de andere een glasbuis werd aangebracht, waarop het ontwaterlichaam met behulp van een gummiestop werd geplaatst.

Met tussenvoeging van een stukje gummiebuis met klemkraan werd de glasbuis op een lengte van $\pm 1,25\text{ m}$ gebracht.

De verwarming geschiedde met een elektrische dampelaar, te regelen met een simmerstätt. Voor gelijkmatige warmteverdeling werd bovendien een elektrische roerder gebezigd.

Van elke celstof werden 10 porties van 1,5 g a.d. gedacht afgewogen.

De thermostaat werd op 50°C gebracht en met de bij de betreffende celstof behorende, verwarmde zwartloog werd, door middel van slang en trechter, het ontwaterlichaam van onder uit tot even boven het gaasje gevuld.

Vervolgens werd 1,5 g celstof in een bekersglas met 250 cm³ bijbehorende zwartloog 2 minuten met de hand geroerd.

Oriëntatieproeven te dien opzichte wezen uit dat er dan een gelijkmatige suspensie te verwachten was.

De overige zwartloog werd in een glazen bak gegoten die onder de valbuis was geplaatst. De suspensie, verwarmd tot 50°C werd in het bovendeel van het ontwaterlichaam gebracht.

Het eind van de valbuis mondde uit in de zwartloog en door de slang weg te nemen kon het toestel "ontwaterd" worden. Dit gebeurde na 3 minuten, nadat er een gelijkmatige temperatuurinstelling was verkregen. Op $\pm 1,25\text{ m}$ afstand van het gaasje was op de valbuis een merk aangebracht, die zeer ter plaatse afgeschermd en sterk doorlicht werd.

De tijd van uitlopen tot aan de merkatreep (ontwatertijd) werd opgenomen.

De vezelkoek op zeefgaas werd aanvankelijk nat gewogen, doch dit werd nagelaten toen bleek dat er noch met de ontwatertijd, noch met het abs. dr. gewicht enig verband te bespeuren was.

Na uitwassen van de vezelkoek werd de celstof verzameld op een 1 G 2, gedroogd en gewogen.

Ook het abs. droge gewicht van de celstof bleek geheel willekeurig te zijn t.o.v. de ontwatertijd.

De cijfers voor het oorspronkelijk vastgestelde schema zijn:

OWI	Ontwater- tijd in sec.	Nat.gew. gram	abs. dr.g. gram
Stro-cel	35.4	9.82	1.464
stof en	30.1	10.61	1.556
NaOH- zwartloog	30.0	10.83	1.553
	31.9	10.35	1.527
	22.7	10.74	1.540
	19.0	9.69	1.516
	20.9	11.46	1.531
	20.2	10.43	1.501
	28.8	10.51	1.536
	21.4	9.34	1.523

O.W.IV	O.T.	Nat.gew.	A.d.g.
Hout- celstof	6.9	10.67	1.537
en	6.2	11.07	1.534
Sulfaat- zw.loog	6.0	11.52	1.543
7.5% Na ₂ S 15% NaOH	6.3	11.50	1.523
oorspronke- lijk	6.5	11.33	1.545
	6.2	11.35	1.533
	6.2	11.15	1.516
	6.1	11.02	1.488
	6.1	11.35	1.537
	6.1	11.46	1.544

OWII	O.T.	A.d.g.
Stro- celstof	7.8	1.501
en	7.6	1.517
sulfiet- zwartloog	7.3	1.524
	7.6	1.506
	7.1	1.514
	7.6	1.523
	7.3	1.514
	7.6	1.532
	7.4	1.516
	7.6	1.538

O.W.IV	O.T.	A.d.g.
Hout- celstof	6.5	1.532
en	6.7	1.546
Sulfaat- zw.loog	6.1	1.521
oorspron- kelijk	6.3	1.533
9% Na ₂ S 10% NaOH	6.2	1.484
	6.7	1.548
	6.7	1.535
	6.6	1.591
	6.8	1.528
	5.6	1.507

Het grote verschil in ontwatertijd van OW I met betrekking tot de overige kokingen zal waarschijnlijk niet zo zeer in de celstof, dan wel in de zwartloog gezocht moeten worden. Van de oorspronkelijke zwartlogen (dus direct van een koking afkomstig) is, zo op het oog gezien, die van de NaOH-ontsluiting het meest lobbige. Waar bovendien de houtzwartlogen behoorlijk konden worden verdund om op een dr.st. gehalte van $\pm 15\%$ te komen, moest de NaOH zwartloog zelfs worden ingedampt, zodat deze t.o.v. de andere logen haast "stroperig" aandeed.

Het onderzoek naar de ontwatertijden bij variëring van viscositeit door het bezigen van oorspronkelijke en meer verdunde zwartlogen in combinatie met afwisselende soorten celstof, werd dan ook als aanvulling verricht.

c. Variëringen met celstof en zwartloog.

Uit het verloop der proeven bleek, dat slechts rekening te houden was met 3 soorten zwartloog en 3 soorten celstof, t.w.:

- I. van de stro-natronkoking
- II. van de stro-sulfietkoking
- III. van de houtkokingen.

De houtkokingen onderling maakten geen waarneembare verschillen wat de ontwatertijden betrof. Dit geldt zowel voor de celstofkoking (9% Na₂S - 18% NaOH), kraftkoking (7% - 15%), als voor een naderhand verrichtte "milde koking" (6% - 12%). Bij de ontwaterproeven op de 3 celstoffen werden de ontwatertijden beschouwd bij 3 fasen van zwartloogconcentratie:

1. Oorspronkelijk.
2. Gebracht op een drogestof gehalte van 15%.
3. Daarna verdund 1 : 1, dus op een dr.st. van 7,5%.

Verder werd ook enkel water op de celstoffen gebezigd.

Er bleek uit de proeven dat:

1. De NaOH-zwartloog inderdaad het meest visceus was.
2. De NaOH-celstof de meeste weerstand tegen het ontwateren bood.
3. Met betrekking tot het ontwateren, de sulfietstro-celstof, zowel als de -zwartloog niet ongunstiger was dan de hout-celstof en -zwartlogen.
4. Een verdunning van de zwartloog met water (1 : 1) het beduidende verschil tussen de ontwatertijd van de NaOH-koking t.o.v. de overigen, praktisch elimineert.

Hieronder volgt een overzicht van de gemiddelde ontwatertijden van de verschillende celstoffen t.o.v. de verschillende zwartlogen in de drie fasen.

			celstof			Zonden
			I	II	III	
oorspr.	I	13.1 %	12.8	9.4	9.1	11.7
	II	15.1 %	8.8	7.5	6.8	11.1
	III	20.4 %	8.1	6.8	6.6	11.1
op 15% drogestof	I	14.8 %	26.1	13.4	13.2	13.0
	II	15.1 %	8.8	7.5	6.8	11.1
	III	15.2 %	7.5	6.5	6.3	10.9
verdund 1:1	I	~7.5%	6.5	5.6	5.5	10.3
	II	~7.5%	6.5	5.4	5.5	10.3
	III	~7.5%	6.4	5.5	5.4	10.3
WATER			6.5	5.4	5.3	10.3

Voorgeaende tabel geeft de gemiddelde ontwatertijden in seconden van 5 - 10 waarnemingen allen bij een temperatuur van 50°C.

In de kolom "zonder" zijn gegeven de gemiddelde uitlooptijden van de verschillende zwartlogen uit een pipet van 100 cm bij 50°C. Een soort betrekkelijke viscositeitsbepaling, waarbij bleek dat de verdunning van de zwartlogen tot een dr.st. van $\pm 7,5\%$ bij deze methode, reeds dezelfde cijfers geeft als water.

Het abs. droge gewicht van de gebezigde porties celstof varieerde tussen 1,458 en 1,539 g.

Opmerkelijk is het grote verschil in ontwatertijden bij de eerste serie OW I gevonden. Deze tijden zijn in 2 groepen te verdelen, n.l. één van 4 bepalingen met een gemiddelde waarde van 29 à 30 sec. en één van 5 bepalingen met $\pm 20''$, terwijl de 10e waarneming, de eerste van de serie, 36" geeft en dus ver buiten het gemiddelde ligt. Gezien het feit dat de OW I zwartloog het meest visceus is en de celstof de grootste weerstand geeft, is de kans op grotere fouten bij kleine afwijkingen in gewicht en temperatuur hier veel groter dan bij de andere bepalingen. Hierboven genoemde cijfers voor de ontwatertijd zijn verkregen door omrekenen van het abs.dr. celstof gewicht op 1,5 gram.

GRONINGEN, 18 November 1948.

Ther H. Anselman

C. J. G. Both

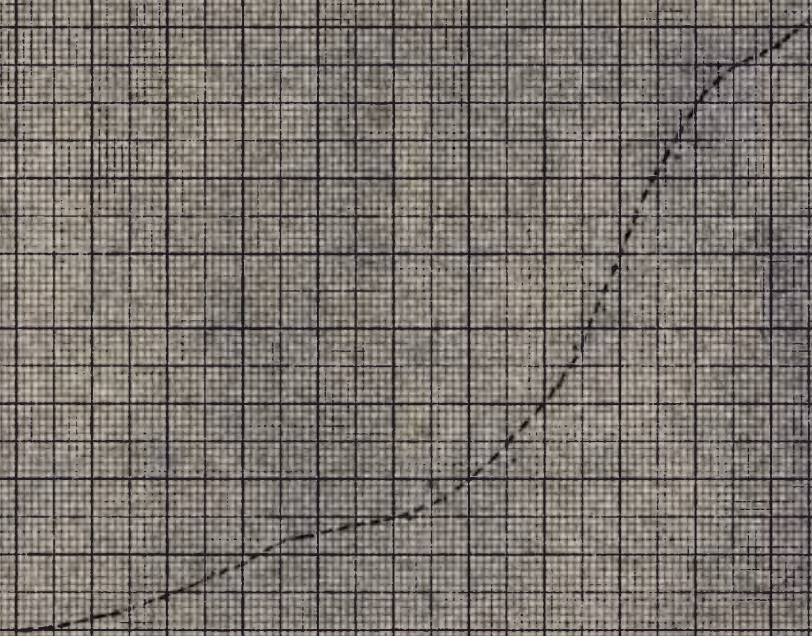
Zwaveloog van Koking OWI

Afgevoegd 100 g, aangevuld tot 100 cc

H 13 12 11 10 9 8 7 6 5 4 3 2 1 0

2 4 6 8 10 12 14 16 18 20 22 24 26 28

cc HCl 0.5042 n



Zwartloog in koking OW II

Afgevoegen 10,0 g ; aangevuld tot 100 cc

pH

13

12

11

10

9

8

7

6

5

4

3

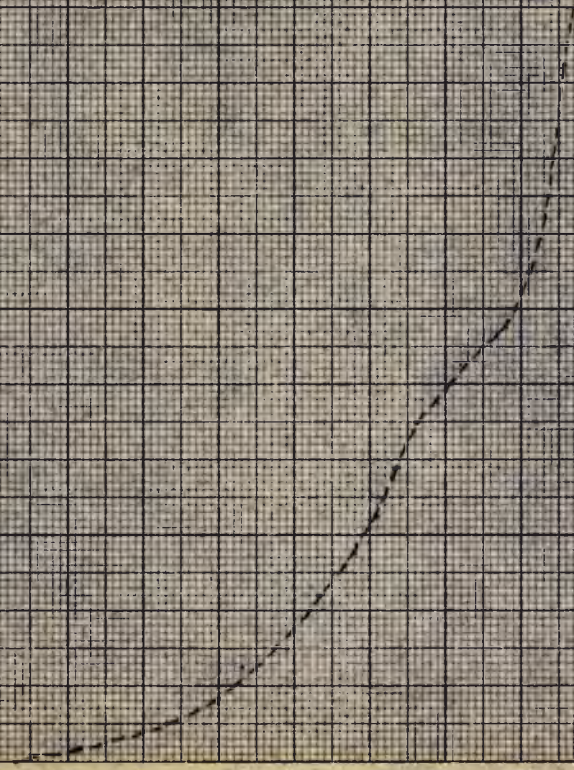
2

1

0

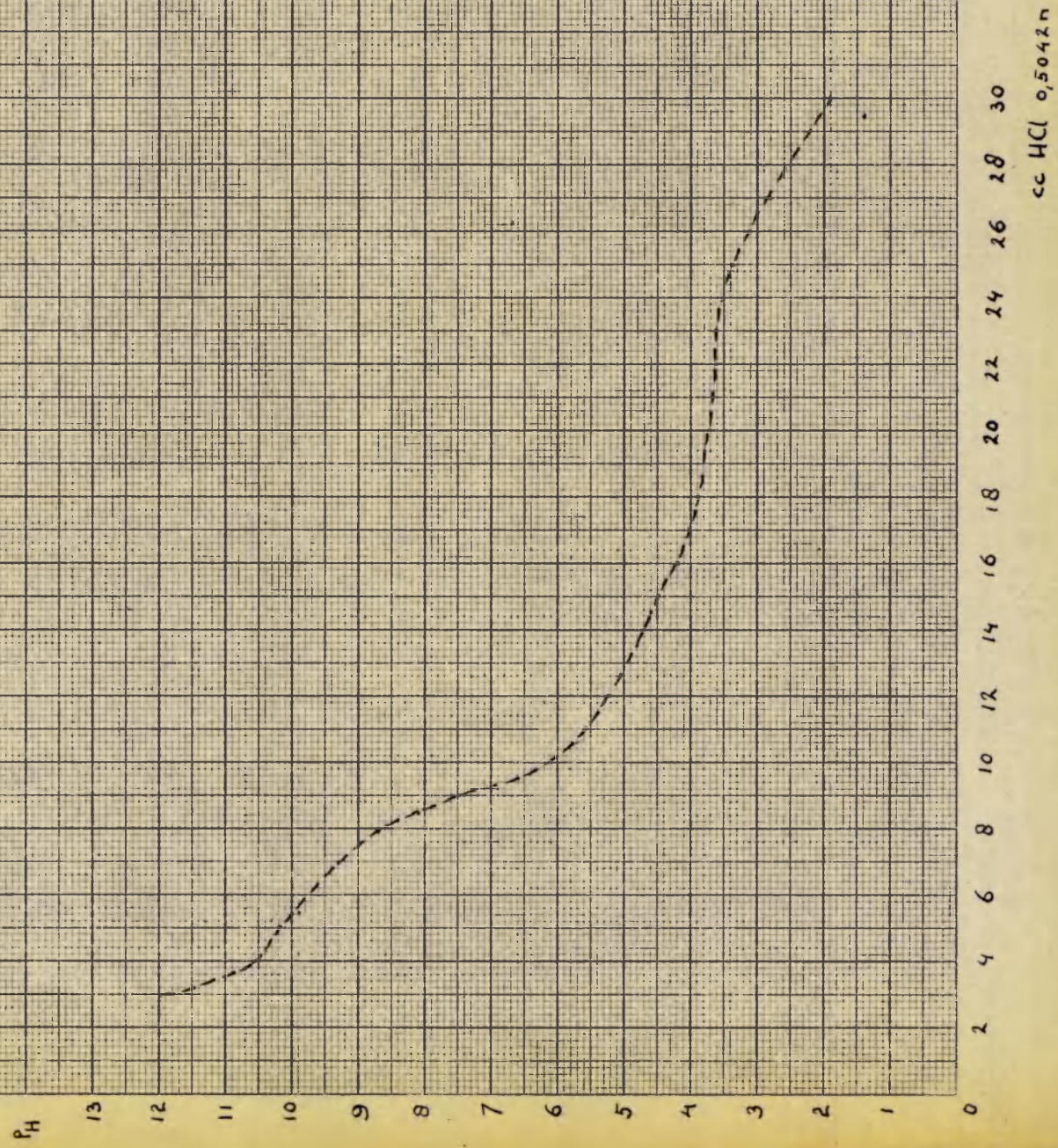
2 4 6 8 10 12 14 16 18 20 22 24

cc HCl 0,5042 n



Zwertlang ^{was} koking OW III

Afgewogen 10,0 g : aangevuld tot 100 cc



Zurleug. koking OV/IV

Algewogen 100 g ; aangesuld tot 100 cc

