

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningsskrift nr. 120963

Int. Cl. D 21 j 1/12 Kl. 54e-1

Patentsøknad nr. 160.680 Inngitt 29.XI 1965

Løpedag . -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 28.XII 1970

Prioritet begjært fra: 30.XI-64 og 22.II-65
Sverige, nr. 14462/64 og 2282/65

Sven Åke Lundgren,
Blåhamra, Nyköping 2, Sverige.

Oppfinner: Søkeren.

Fullmektig: Siv.ing. Per Onsager.

Fremgangsmåte ved varmebehandling av fiberprodukter
basert på tre.

Oppfinnelsen angår en fremgangsmåte ved varmebehandling
av fiberprodukter basert på tre, f.eks. trefiberplater.

Ved fremstilling av trefiberplater o.l. blir der vanligvis
tilsatt fibermassen en katalysator bestående av 0,7 - 1,0% aluminium-
sulfat, regnet på fibrenes tørrvekt, eller en tilsvarende mengde jern-
sulfat. Denne mengde har vist seg optimal for å meddele sluttproduk-
tet lav vannabsorpsjon og svelling uten samtidig å forringe dets fast-
het og seighet ved den varmebehandling (165° C i 4 - 8 timer) som fi-
berplaten normalt gjennomgår etter pressing.

Minsker man den ovennevnte mengde av katalyserende aluminium-
sulfat, blir virkningen av varmebehandlingen sinket og svekket, så slutt-
produktet forringes. Det samme gjelder hvis mengden av aluminiumsulfat

ökes, idet produktenes fasthet og seighet derved blir nedsatt.

Höynes temperaturen ved varmebehandlingen til 200 - 225° C, kan den nødvendige behandlingstid reduseres til 1 - 0,5 timer eller enda mindre. Imidlertid gir en behandling ved en slik høy temperatur ikke fiberplatene de samme gode mekaniske egenskaper som en vanlig herdning ved ca. 165° C. Fastheten når sitt maksimum på et lavere nivå, og der inntreffer sprøhet når man anvender temperaturer over ca. 170° C.

Den foreliggende oppfinnelse tar sikte på å gjøre det mulig å utnytte fordelene ved høye herdningstemperaturer, fortrinnsvis 200 - 225° C, eller i det minste over 170° C ved å iaktta visse forholdsregler av kjemisk art. Man oppnår dermed ikke bare en raskere og mer økonomisk herdning, men også en avgjort kvalitetsbedring av produktene i form av ytterligere forbedrede hydrofobe og hygroskopiske egenskaper, bearbeidhet og motstandsevne mot brann, råte o.s.v.

Det kan nevnes at det fra svensk patentskrift nr. 127.463 er kjent ved fremstilling av fiberplater å holde en pH-verdi over 7 ved hjelp av ammoniakk, kalkmelk eller ligende for å forhindre utfelling av visse tilsatte fremmede reaksjonsprodukter som senere utfelles ved tilsetning av alun. Denne pH-regulering er bare bestemt til å styre en limingsprosess hvori der inngår kunstharpikser som er tilbøyelige til å reagere, og som har vært tilført den opprinnelige fiberoppslemning. Svensk patentskrift nr. 141.470 befatter seg likeledes med en pH-regulering, men denne gjennomføres i en blanding av fibermasse og fremmed kunstharpiks for en limingsreaksjon. I tysk utlegningsskrift nr. 1.066.856 beskrives en fremgangsmåte til varmebehandling av fiberplater med overhetet damp med sikte på å avdunste organiske syrer som er skadelige fordi de angriper det benyttede apparat. Sveitsisk patentskrift nr. 258.600 omtaler en fremgangsmåte til fremstilling av fiberplater hvor man efter avvanning av en fibermasse opprettholder en pH-verdi av 3 - 5. Har massen således en pH-verdi over 5, f.eks. mellom 5 - 7, kan man også bringe pH-verdien ned med tilsetning av stoffer som dissosieres termisk. I det sistnevnte patentskrift blir det angitt at lav pH-verdi gir sprøhet og ikke skal tilveiebringes før under tørkning/pressing for ikke på et tidligere stadium å tære på rørledninger og annen utrustning. Skulle pH-verdien i oppslemningen overskride 3, kan man justere den ønskede pH-verdi i massen med alkalier for formningen. De forholdsregler som foreslås i dette patentskrift, har imidlertid motsatt virkning til hva som idag anses hensiktsmessig, nemlig å holde pH-verdien omkring 4 frem til og med pressen (bl.a. for å få fiberplaten til å slippe glansplatene), men korrigere pH-verdien

oppover under varmebehandlingen. Hva de to førstnevnte svenske patent-skrifter angår, så angis der i disse ikke noe om under en herdningsprosess ved høy temperatur å høyne pH-verdien for at materialets pH-verdi under denne herdningsbehandling ikke skal gå for langt til den sure side hvilket ville medføre fare for øket sprøhet.

Oppfinnelsen går i første rekke ut på at man under den ovennevnte varmebehandling ved høy temperatur, over ca. 170°C og fortrinnsvis over 190°C , sørger for en betydelig minskning av mengden av katalysatorer i fiberproduktene, særlig slike i form av sure salter som aluminium- og jern-sulfat, og/eller en systematisk heving av den pH-verdi som hersker under varmebehandlingen. Ifølge oppfinnelsen er fremgangsmåten således karakterisert ved at den før varmebehandlingen herskende pH-verdi i eller ved platene høynes, fortrinnsvis til minst 4, og/eller mengden av tilstedeværende katalysatorer holdes innen en maksimalverdi, som f.eks. ved aluminiumsulfat kan utgjøre 100 mg Al/kg tørr fiber og for andre stoffer kan utgjøre katalytisk tilsvarende mengder. Disse to forholdsregler, regulering av katalytiske effekter og pH ved varmebehandlingen, har samme formål, nemlig å dempe de nedbrytende reaksjoner som ellers oppstår ved de betraktete ekstra høye behandlingstemperaturer.

Der finnes flere årsaker til at der ved høytemperaturherdning fås ugunstige reaksjoner og lav pH-verdi. Således tiltar den katalyserende effekt på vanlig måte med temperaturen og blir overdrevent sterk; aluminium-ioner (eller andre metall-ioner) bindes i harpiksmolekyler og driver derved ut hydrogen-ioner; SO_4 -gruppen bidrar til øket surhet; organiske syrer avspaltes fra veden; eventuell vanndamp i omgivende atmosfære har sur dissosiasjon.

Endel av disse ugunstige effekter kan dempes allerede ved at mengden av katalysator (aluminiumsulfat i det nedenstående eksempel) minskes, men som anført ovenfor, kreves også en direkte heving av pH-verdien under selve varmebehandlingen forat man skal oppnå optimale resultater. Omvendt gjelder at allerede en pH-regulering ved herdningen gjør stor nytte i og for seg, selv når mengden av katalysatorer er stor, men man kan ikke med det oppnå et optimalt resultat.

Det følgende ikke-begrensende eksempel viser innvirkningen av mengden av katalysator ved varmebehandling utført dels på konvensjonell måte (165°C i 4 timer), dels ved høy temperatur (205°C i 40 minutter). Tabell I angir böyningsfastheten i kp/cm^2 av $1/8''$ trefiberplater av samme sort, men med forskjellige mengder av aluminiumsulfat (regnet som mg Al/kg tørr fiber):

Tabell I. Innvirkning av mengde av katalysator.

Prøve plate	mg Al/kg	Absorbsjon %		Svelling %		Bøynings- fasthet uherdet 165°C.	kp/cm ² 205°C 40 min.
		165°C 4h	205°C 40 min.	165°C 4h	205°C 40 min.		
A	30	<u>28</u>	21	<u>18</u>	13	390 470 (+80)	410(+120)
B	70	21	21	<u>17</u>	13	420 510 (+90)	510(+ 90)
C	220	20	19	16	12	460 550 (+90)	460(+ 0)
D	340	19	19	14	10	380 450 (+70)	350(- 30)

De prøveherdede fiberark har fra begynnelsen av (før herdningen) hatt noe forskjellig styrke, og herdningens effekt på fastheten er derfor utregnet og angitt i parentes efter de absolutte verdier i tabellen.

Ved luftherdning ved 165° C i 4 timer av kvalitet A og i en viss grad også av kvalitet B er platenes absorpsjon og svelling blitt utilfredsstillende, d.v.s. høyere enn normalt. For kvalitetene C og D har konvensjonell herdning vært tilstrekkelig, men den høye temperatur har også der gitt mindre absorpsjon og svelling.

Omfattende laboratorieundersøkelser med aluminiumsulfat har vist at mengden av Al ikke bør overstige 100 mg/kg plate og helst ikke 70 mg/kg plate. Hvis der for katalysering anvendes andre metallsalter, f.eks. jernsulfat, som fra et katalyse-synspunkt er henved 10 ganger mer effektivt enn aluminiumsulfat, bør mengden av disse selvsagt maksimalt ligge på et nivå som i katalytisk henseende svarer til det ovennevnte.

En nødvendig høyning av pH-verdien under varmebehandlingen kan bevirkes på forskjellige måter og har, som ovenfor påpekt, til oppgave helt eller delvis å nøytralisere den surhet som ellers oppstår av flere årsaker. Skjer varmebehandlingen i ett eller annet slags kammer, kan der således f.eks. sprøytes inn ammoniakk i kammerets atmosfære. Ofte forekommer der i behandlingskammeret en gass-sirkulasjon med drift fra vifte, og der kan da på et passende sted anordnes en dusj med alkalisk vann eller annen væske som nøytraliserer gassens surhet. Eller også kan fibermaterialet inneholde stoffer som virker nøytraliserende når pH-verdien synker. Som eksempel kan nevnes innblanding av finpulverisert kalksten eller dolomitt.

Ved praktiske prøver, selv i full industriell skala, har en heving av pH-verdien under varmebehandling i kombinasjon med temperaturer omkring 200° C og derover gitt usedvanlig gode resultater, som markant avviker fra dem som fås uten denne forholdsregel. En høynet pH-verdi har virket gunstig selv på vannabsorpsjon og svelling, men fremfor alt har pH-reguleringen medført en radikalt forbedret fasthet

og seighet, og disse ønskelige egenskaper har vist seg å kunne bibeholdes nesten fullstendig uforandret selv ved ekstremt kraftig varmebehandling.

Tabell II. Innvirkning av pH ved varmebehandling.

Tabellen angir den endring i böyningsfasthet og bruddforlengelse som er fremkommet ved varmeherdning ved 205° C i 25 min.

Prøve nr.	Böyningsfasthet kp/cm ²		Bruddforlengelse (seighet)%	
	uten pH-regl.	med pH-regl.	uten pH-regl.	med pH-regl.
1	+ 40	+ 163	1,2	1,7
2	- 20	+ 99	1,5	1,6

Det sistnevnte forhold har direkte medført nye fordeler ved metoden, nemlig at varmebehandlingen under effektiv pH-regulering kan drives så kraftig at diverse brennbare og brannfremmende bestanddeler avdunstes og undviker. Dette gjør sluttproduktet mindre antændelig. En ønsket virkning i den nevnte henseende oppnås vanligvis dersom man for å oppnå optimum av egenskapskomplekset absorpsjon, svelling og fasthet øker den normale herdningstid med 80% eller derover, f.eks. fra 8 - 10 til 17 - 20 minutter ved 220° C.

Den ovenfor beskrevne pH-regulering kan kombineres med en impregnering, hvor impregneringsmiddelet anvendes i gassform og pH-reguleringen avpasses for å muliggjøre ønskede impregneringsreaksjoner. Som eksempel på en slik impregnering styrt av egnet pH-regulering kan foruten ammoniakk også nevnes tilsetning av formaldehyd til behandlingsatmosfæren, noe som allerede ved meget små mengder - noen prosent av platevekten - har vist seg å øke böyningsfastheten med ca. 15% ved standardplater og gi disse øket motstandsevne mot råte.

Impregneringen kan også foregå indirekte. Foretas pH-reguleringen f.eks. med ammoniakk, kan denne bringes til å reagere med en komponent, f.eks. et salt, som tilsettes massen på et tidlig stadium. Slike impregneringer kan f.eks. ha til formål å påvirke sluttproduktenes brennbarhet, hvortil der vanligvis anvendes ammoniumfosfater. Dette er et eksempel på muligheten av å kombinere pH-reguleringen med andre reaksjoner. Mediet for pH-reguleringen kan altså delta direkte i de normale herdningreaksjoner og/eller påvirke fremmende stoffer i arket.

Ved en utførelsesform av oppfinnelsen blir pH-verdien høynet til minst 5 - 6 enheter, fortrinnsvis minst 7 - 8 enheter, under hovedsakelig hele varmebehandlingsprosessen ved minst 190° C, i kombinasjon med at herdningstiden forlenges minst 80% utover den tid som ved ved-

kommende temperatur skal til for at fiberarket skal oppnå optimale egenskaper med hensyn til fasthet, vannabsorpsjon og svelling.

Det skal særskilt påpekes at forskjellige typer av plate kan kreve forskjellige pH-verdier for behandlingsatmosfæren, dels fordi råvarens sammensetning, defibreringsmetoden og eventuelle tilsetninger av katalysatorer innvirker på surhetsgraden under varmebehandling, og dels fordi et tettere og/eller tykkere fiberark påvirkes langsommere enn et ark av porøs struktur eller liten tykkelse. I visse tilfeller kan derfor en høyning av pH-verdien i gassen til 4 - 5 være tilstrekkelig, mens der i andre tilfeller kreves pH = ca. 10 enheter. Det førstnevnte gjelder f.eks. 1/8" fiberplate som forhandles under varemerket "Masonite", og det sistnevnte gjelder overflate-tettede og alunrike kvaliteter samt visse oljeherdede vareslag.

Varmebehandlingen av platene i overensstemmelse med oppfinnelsen kan f.eks. gjennomføres i en atmosfære av luft eller blanding av luft med overhetet vanndamp eller bare overhetet vanndamp.

P a t e n t k r a v :

1. Fremgangsmåte ved varmebehandling av fiberprodukter basert på tre, f.eks. fiberplater, hvorunder varmebehandlingen gjennomføres ved en temperatur som overstiger ca. 170°C og fortrinnsvis 190°C , k a r a k t e r i s e r t ved at den før varmebehandlingen herskende pH-verdi i eller ved platen høynes, fortrinnsvis til minst 4, og/eller mengden av tilstedeværende katalysatorer holdes innen en maksimalverdi, som f.eks. ved aluminiumsulfat kan utgjøre 100 mg Al/kg tørr fiber og for andre stoffer kan utgjøre katalytisk tilsvarende mengder.
2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t ved at pH-høyningen kombineres med en impregnering, hvor impregneringsmiddelet anvendes i gassform, og avpasses for å muliggjøre ønskede impregneringsreaksjoner.
3. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t ved at pH-verdien høynes til minst 5 - 6 enheter, fortrinnsvis 7 - 8 enheter, under hovedsakelig hele varmebehandlingsprosessen ved minst 190°C , i kombinasjon med at herdningstiden forlenges minst 80% ut over den tid som ved vedkommende temperatur kreves for at fiberarket skal oppnå optimale egenskaper med hensyn til fasthet, vannabsorpsjon og svelling.
4. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, 2 eller 3, k a r a k t e r i s e r t ved at pH-verdien høynes ved hjelp av gassformede medier som reagerer med en fremmed komponent i platene, eventuelt tilsatt fiber materialet på et tidligere stadium enn pressingen og tørkingen.

Anførte publikasjoner:

Sveitsisk patent nr. 258.600

Svensk patent nr. 127.463 (55c-2), 141.470 (54e-1)

Tysk utl. skrift nr. 1.066.856 (54e-1)

Svensk Papperstidning, 1958, p. 437 ff.

Neusser, H.: Holzfaserplatten. Wien 1951, p. 81ff (avd. D).